

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 746 012**

51 Int. Cl.:

**A61K 8/02** (2006.01)

**A61K 8/04** (2006.01)

**A61K 8/06** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **28.05.2010 PCT/KR2010/003391**

87 Fecha y número de publicación internacional: **10.03.2011 WO11027960**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **28.05.2010 E 10790712 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **10.07.2019 EP 2474299**

54 Título: **Composición de cápsula con color para cosméticos, método para fabricar la misma y agente cosmético que usa la composición**

30 Prioridad:

**02.09.2009 KR 20090082647**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

**04.03.2020**

73 Titular/es:

**BIOGENICS, INC. (100.0%)  
892 Daedok-Technovally Toplip-dong  
Yuseong-gu, Daejeon 305-510, KR**

72 Inventor/es:

**KIM, CHUL-HWAN;  
KO, TAE-SUNG;  
KIM, HAN-JOON;  
KIM, CHOA-JIN;  
CHOI, JONG-HYUN y  
JI, CHANG-HUN**

74 Agente/Representante:

**LEHMANN NOVO, María Isabel**

ES 2 746 012 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

**DESCRIPCIÓN**

Composición de cápsula con color para cosméticos, método para fabricar la misma y agente cosmético que usa la composición

5

**ANTECEDENTES DE LA INVENCIÓN**

Campo de la invención

10 La presente invención se refiere a una composición de cápsula con color, que contiene un polímero y un plastificante que hincha el polímero para permitir que las partículas de cápsula se rompan fácilmente y en la que las partículas de cápsula tienen una estructura porosa que potencia los efectos de la misma, y a un método para preparar la composición de cápsula con color.

15 Descripción de la técnica anterior

En los métodos convencionales para preparar partículas cosméticas con color, se usan métodos de coacervación, separación de fases o encapsulación modificada para formar una estructura, que resiste al hinchamiento o cierto grado de fuerza externa y se rompe fácilmente con una cierta formulación.

20

En estos métodos, las etapas de proceso son muy complicadas y es difícil controlar el tamaño de partícula. Además, debido a las características del proceso, no es fácil controlar el poder de cobertura de la piel de las cápsulas.

25 Además, en la mayoría de estos métodos, se realiza una granulación o encapsulación usando un proceso en húmedo, y se repiten procesos de lavado y filtración varias veces para eliminar las impurezas o el disolvente orgánico restante, generando así una gran cantidad de agua residual.

30 Por consiguiente, necesariamente se genera una gran cantidad de agua residual, dando como resultado un aumento en el coste de producción.

El documento WO 2007/023495 describe métodos para la microencapsulación de principios activos para aplicación tópica, mediante los cuales se obtienen microcápsulas de una sola capa y de múltiples capas.

**SUMARIO DE LA INVENCIÓN**

35 Por consiguiente, la presente invención se ha hecho en vista de los problemas que se producen en la técnica anterior, y es un objeto de la presente invención proporcionar una composición de cápsula con color, que contenga un polímero y un plastificante que hincha el polímero para permitir que las partículas de cápsula se rompan fácilmente y en la que las partículas de cápsula tengan una estructura porosa que potencie los efectos de la misma, y un método para preparar la composición de cápsula con color.

40 Otro objeto de la presente invención es proporcionar una composición de cápsula con color para cosméticos que tenga una estructura de núcleo-envuelta y que presente poder de cobertura de la piel, que se prepara preparando partículas de núcleo hechas de un polímero que rodea un pigmento de color, y recubriendo las partículas de núcleo con un pigmento funcional que tiene un poder de cobertura aumentado, y un método para preparar la composición de cápsula con color.

45 Todavía otro objeto de la presente invención es proporcionar un método para preparar una composición de cápsula con color para cosméticos, en el que se use un secador por pulverización para producir partículas de núcleo o partículas de cápsula de tamaño micrométrico de modo que pueda impedirse la generación de agua residual y la descarga de un disolvente volátil, y una composición de cápsula con color preparada mediante el mismo.

50 Todavía otro aspecto de la presente invención es proporcionar un método para preparar una composición de cápsula con color para cosméticos, en el que no se use tensioactivo de modo que las propiedades físicas del producto final puedan controlarse fácilmente y pueda reducirse el número de etapas de proceso adicionales, y una composición de cápsula con color preparada mediante el mismo.

55 Todavía otro aspecto de la presente invención es proporcionar una formulación de emulsión W/O, una formulación de emulsión W/S y una formulación de emulsión O/W usando las cápsulas que contienen pigmento de color.

60 Para conseguir los objetos anteriores, la presente invención proporciona un método para preparar una composición de cápsula con color según las reivindicaciones adjuntas.

65 El polímero, el pigmento de color y el plastificante se usan en cantidades del 5-15% en peso, el 70-90% en peso y el 5-15% en peso, respectivamente, basado en el peso total del polímero, el pigmento de color y el plastificante, y las

partículas de núcleo y el pigmento funcional se usan en cantidades del 80-40% en peso y el 20-60% en peso, respectivamente, basado en el peso total de las partículas de núcleo y el pigmento funcional.

Preferiblemente, se añade adicionalmente ácido graso a la primera disolución de mezcla.

Preferiblemente, el polímero es uno cualquiera seleccionado del grupo que consiste en poliéster, una emulsión de poliéster, poliaminometacrilato, polivinilpirrolidona, hidroxipropilmetilcelulosa y goma laca.

Preferiblemente, el plastificante es uno cualquiera seleccionado del grupo que consiste en 1,3-butanodiol, polietilenglicol y dipropilenglicol.

Preferiblemente, el pigmento de color es uno cualquiera seleccionado del grupo que consiste en pigmentos de óxido de hierro, pigmentos orgánicos, colorantes de lago y pigmentos naturales.

Los disolventes primero y segundo son uno cualquiera seleccionado del grupo que consiste en acetona, etanol y agua destilada.

Preferiblemente, el pigmento funcional es uno cualquiera seleccionado del grupo que consiste en dióxido de titanio, óxido de cinc, nitruro de boro, talco, mica y una mezcla de dos o más de los mismos.

Preferiblemente, en la etapa de producción de la primera disolución de mezcla se usan 4,5 g del polímero, 39,15 g del pigmento de color y 2,25 g del plastificante, y en la etapa de producción de la segunda disolución de mezcla se usan 45 g de las partículas de núcleo y 55 g del pigmento funcional.

#### BREVE DESCRIPCIÓN DE LOS DIBUJOS

Los objetos, características y ventajas anteriores y otros de la presente invención se entenderán más claramente a partir de la siguiente descripción detallada tomada junto con los dibujos adjuntos, en los que:

la Fig. 1 muestra fotografías de partículas de núcleo preparadas en los ejemplos 1, 6 y 11;

la Fig. 2 muestra fotografías de polvos de cápsula preparados en los ejemplos 1, 6 y 11;

las Figs. 3 y 4 son diagramas gráficos que muestran la fragilidad de los polvos de núcleo de los ejemplos 31 a 57;

la Fig. 5 es un diagrama gráfico que muestra la fragilidad de los polvos de núcleo de los ejemplos 58 a 63 según un cambio en la cantidad de ácido graso;

las Figs. 6 y 7 son diagramas gráficos que muestran la fragilidad de los polvos de núcleo de los ejemplos 64 a 90;

las Figs. 8 y 9 son diagramas gráficos que muestran la fragilidad de los polvos de núcleo de los ejemplos 91 a 117;

las Figs. 10 y 11 son diagramas gráficos que muestran la fragilidad de los polvos de núcleo de los ejemplos 118 a 144;

las Figs. 12 y 13 son diagramas gráficos que muestran la fragilidad de los polvos de núcleo de los ejemplos 145 a 171;

las Figs. 14 y 15 son diagramas gráficos que muestran la fragilidad de los polvos de núcleo de los ejemplos 172 a 198; y

la Fig. 16 es un diagrama gráfico que muestra el cambio en el poder de cobertura según el contenido de una capa de recubrimiento inorgánica en las partículas de cápsula de los ejemplos 226 a 242.

#### DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA INVENCION

Una composición de cápsula con color para cosméticos según la presente invención se produce mezclando uniformemente un pigmento de color, un plastificante y un polímero en un primer disolvente, secando la mezcla para producir partículas de núcleo, mezclando uniformemente las partículas de núcleo, un pigmento funcional y un segundo disolvente, y secando la mezcla resultante.

Además, un método para preparar la composición de cápsula con color para cosméticos según la presente invención comprende las etapas de: mezclar uniformemente un polímero, un plastificante y un pigmento de color en un primer disolvente para producir una primera disolución de mezcla; secar por pulverización la primera disolución de mezcla para producir partículas de núcleo en las que el pigmento de color está recubierto con el polímero; mezclar uniformemente las partículas de núcleo preparadas, un pigmento funcional y un segundo disolvente para producir

una segunda disolución de mezcla; y secar por pulverización la segunda disolución de mezcla para producir partículas de cápsula en las que se forma una capa de recubrimiento del pigmento funcional en la superficie externa del polímero.

5 El polímero sirve para recubrir el pigmento de color para impedir que el pigmento de color se disperse, y se usa en una cantidad del 5-15% en peso basado en el peso de la mezcla del polímero, el plastificante y el pigmento de color. Si el polímero se usa en una cantidad de menos del 5% en peso, no cubrirá suficientemente el pigmento de color, y si se usa en una cantidad de más del 15% en peso, la viscosidad de la primera disolución de mezcla aumentará rápidamente, haciendo así difícil controlar el tamaño o la esfericidad de las partículas de núcleo. Los ejemplos del polímero que se usa en la presente invención incluyen poliéster, una emulsión de poliéster, poliaminometacrilato, polivinilpirrolidona, hidroxipropilmetilcelulosa, goma laca y similares.

15 El plastificante sirve para hinchar el polímero y se usa en una cantidad del 5-15% en peso basado en el peso de la mezcla del polímero, el plastificante y el pigmento de color. Si el plastificante se usa en una cantidad de menos del 5% en peso, el polímero se hinchará débilmente, y por tanto la dureza de la partícula aumentará de manera indeseable, y si se usa en una cantidad de más del 15% en peso, el polímero se hinchará enormemente, y por tanto la dureza de la partícula disminuirá excesivamente de modo que las partículas serán fáciles de romper. Los ejemplos del plastificante que se usa en la presente invención incluyen 1,3-butanodiol, polietilenglicol, dipropilenglicol y similares.

20 El pigmento de color se usa para dar el color de cosmético, y los ejemplos del mismo incluyen pigmentos de óxido de hierro, pigmentos orgánicos, colorantes de lago, pigmentos naturales, etc. El pigmento de color se usa en una cantidad del 70-90% en peso basado en el peso de la mezcla del polímero, el plastificante y el pigmento de color. Si el pigmento de color se usa en una cantidad de menos del 70% en peso, la saturación del color final disminuirá, y si se usa en una cantidad de más del 90% en peso, los contenidos del polímero y el plastificante disminuirán relativamente, haciendo así difícil controlar la dureza de partícula.

30 El pigmento funcional sirve para aumentar el poder y la sensación de cobertura y de las partículas de cápsula preparadas y para conferir brillo a las partículas de cápsula. Se mezcla con la partícula de núcleo a una relación del 20-60% en peso (pigmento funcional):80-40% en peso (partícula de núcleo). Si el pigmento funcional se usa en una cantidad de más del 60% en peso, la expresión del color del pigmento de color en la partícula de núcleo disminuirá, y si se usa en una cantidad de menos del 40% en peso, el poder y la sensación de cobertura de las partículas de cápsula disminuirá. Como este pigmento funcional, dióxido de titanio, óxido de cinc o similar, se usa para mejorar el poder de cobertura de las partículas de núcleo, se usa nitrato de boro para aumentar el brillo y la sensación de las partículas de núcleo, y se usa talco o mica para aumentar la sensación de las partículas de núcleo. Tales pigmentos funcionales pueden usarse solos o en combinación.

40 Mientras tanto, para aumentar la fragilidad de la partícula de núcleo, preferiblemente se añade adicionalmente ácido graso cuando se prepara la primera disolución de mezcla. Los ejemplos del ácido graso que se usa en la presente invención incluyen ácido esteárico, ácido palmítico, ácido oleico, ácido linoleico, ácido linolénico, etc. El ácido graso se usa en una cantidad del 2-5% en peso basado en el peso de la mezcla del polímero, el plastificante, el pigmento de color y el ácido graso.

45 En el método de preparación de la composición de cápsula con color para cosméticos, la etapa de preparación de la primera disolución de mezcla comprende las subetapas de: disolver uniformemente el polímero y el plastificante en el primer disolvente para formar una primera disolución; disolver el pigmento de color en el primer disolvente para formar una segunda disolución; y mezclar la primera disolución con la segunda disolución y dispersar uniformemente la mezcla para formar una tercera disolución. Es preferible preparar por separado la disolución del polímero y el plastificante y la disolución del pigmento de color, y entonces mezclar estas disoluciones, pero el polímero, el plastificante y el pigmento de color también pueden mezclarse entre sí de una vez. Incluso cuando el ácido graso se añade adicionalmente cuando se prepara la primera disolución de mezcla, el ácido graso puede disolverse uniformemente en el primer disolvente, y entonces mezclarse con las disoluciones primera y segunda para preparar la tercera disolución. Alternativamente, el polímero, el plastificante, el pigmento de color y el ácido graso también pueden mezclarse entre sí de una vez.

55 Además, en la etapa de producción de las partículas de núcleo, las partículas de núcleo secadas por pulverización pueden cribarse hasta tamaños deseados. Preferiblemente, si solo se criban y se usan partículas de núcleo que tienen un diámetro externo de 150  $\mu\text{m}$  o menos, puede controlarse el tamaño de las partículas de cápsula. Las partículas de núcleo preparadas tal como se describió anteriormente tienen una estructura porosa que potencia los efectos de las mismas.

60 En el método de preparación de la composición de cápsula con color para cosméticos según la presente invención, la etapa de producción de la segunda disolución de mezcla comprende: agitar el pigmento funcional en el segundo disolvente para producir una cuarta disolución; dispersar el polvo de núcleo, producido en la etapa 1, en el segundo disolvente para producir una quinta disolución, mezclar la cuarta disolución y la quinta disolución, y dispersar uniformemente la disolución mezclada para producir una sexta disolución.

En el presente documento, es preferible preparar por separado la disolución del pigmento funcional y la disolución de las partículas de núcleo, y entonces mezclar estas disoluciones antes de su uso. Sin embargo, el pigmento funcional y las partículas de núcleo también pueden mezclarse entre sí de una vez y usarse.

En la etapa de producción de las partículas de cápsula, las partículas de cápsula secadas por pulverización pueden cribarse hasta tamaños deseados. Preferiblemente, si solo se criban partículas de cápsula que tienen un diámetro externo de 150  $\mu\text{m}$  o menos, puede potenciarse el poder de cobertura de estas partículas en formulaciones cosméticas.

En las partículas de cápsula preparadas tal como se describió anteriormente, el pigmento funcional que forma la capa de recubrimiento sobre las partículas de núcleo puede mejorar el color, el poder de cobertura y la sensación de las partículas de cápsula.

A continuación en el presente documento se describirá en detalle la presente invención con referencia a los ejemplos.

### **Ejemplos 1 a 30**

#### **Ejemplo 1**

En 43 ml de acetona en un disolvente orgánico, se disolvieron 4,5 g de un polímero de poliéster y 2,25 g de 1,3-butanodiol como plastificante agitando a 25°C durante 15 minutos para preparar una disolución. Mientras tanto, se dispersaron 39,15 g de óxido de hierro amarillo como pigmento inorgánico en 90 ml de acetona a 25°C durante 15 minutos para preparar una dispersión. La disolución anterior se mezcló con y se dispersó uniformemente en la dispersión anterior a la misma temperatura durante 30 minutos. Entonces, la disolución se alimentó a un atomizador (que rota a una velocidad alta de 10.000 rpm) a una tasa constante de 100 ml/min usando una bomba dosificadora. En el presente documento, la disolución se alimentó al atomizador a 80°C y se secó en el mismo a 60°C para obtener un primer polvo de núcleo. El polvo de núcleo obtenido se cribó a través de un tamiz que tenía un tamaño de malla de 150  $\mu\text{m}$ , obteniendo así polvo de núcleo que tiene un diámetro externo de 150  $\mu\text{m}$  o menos.

Mientras tanto, se agitaron 5 g de nitruro de boro y 50 de dióxido de titanio en 100 ml de agua destilada a 25°C durante 10 minutos para obtener una suspensión inorgánica. Entonces se dispersaron 45 g del polvo de núcleo obtenido agitando en una disolución mezclada de 207 ml y 23 ml de etanol a 25°C durante 10 minutos. Las dos disoluciones anteriores se mezclaron con agitación a 25°C durante 10 minutos, y la disolución mezclada se alimentó a un atomizador (que rota a una velocidad alta de 10.000 rpm) a una tasa constante de 120 ml/min usando una bomba dosificadora. En el presente documento, la disolución mezclada se alimentó al atomizador a 160°C y se secó en el mismo a 80°C, obteniendo así un segundo polvo de cápsula. El polvo de cápsula obtenido se cribó a través de un tamiz que tenía un tamaño de malla de 150  $\mu\text{m}$ , obteniendo así segundo polvo de cápsula que tiene un diámetro externo de 150  $\mu\text{m}$  o menos.

#### **Ejemplo 2**

Se obtuvieron partículas uniformes de la misma manera que en el ejemplo 1, excepto que el plastificante se usó en una cantidad de 3,60 partes en peso.

#### **Ejemplo 3**

Se obtuvieron partículas uniformes de la misma manera que en el ejemplo 1, excepto que el plastificante se usó en una cantidad de 4,50 partes en peso.

#### **Ejemplo 4**

Se obtuvieron partículas uniformes de la misma manera que en el ejemplo 1, excepto que el plastificante se usó en una cantidad de 6,70 partes en peso.

#### **Ejemplo 5**

Se obtuvieron partículas uniformes de la misma manera que en el ejemplo 1, excepto que el plastificante se usó en una cantidad de 9,00 partes en peso.

#### **Ejemplo 6**

Se obtuvieron partículas uniformes de la misma manera que en el ejemplo 1, excepto que se usó óxido de hierro rojo como pigmento inorgánico.

**Ejemplo 7**

Se obtuvieron partículas uniformes de la misma manera que en el ejemplo 6, excepto que el plastificante se usó en una cantidad de 3,60 partes en peso.

**Ejemplo 8**

Se obtuvieron partículas uniformes de la misma manera que en el ejemplo 6, excepto que el plastificante se usó en una cantidad de 4,50 partes en peso.

**Ejemplo 9**

Se obtuvieron partículas uniformes de la misma manera que en el ejemplo 6, excepto que el plastificante se usó en una cantidad de 6,70 partes en peso.

**Ejemplo 10**

Se obtuvieron partículas uniformes de la misma manera que en el ejemplo 6, excepto que el plastificante se usó en una cantidad de 9,00 partes en peso.

**Ejemplo 11**

Se obtuvieron partículas uniformes de la misma manera que en el ejemplo 1, excepto que se usó óxido de hierro negro como pigmento inorgánico.

**Ejemplo 12**

Se obtuvieron partículas uniformes de la misma manera que en el ejemplo 11, excepto que el plastificante se usó en una cantidad de 3,60 partes en peso.

**Ejemplo 13**

Se obtuvieron partículas uniformes de la misma manera que en el ejemplo 11, excepto que el plastificante se usó en una cantidad de 4,50 partes en peso.

**Ejemplo 14**

Se obtuvieron partículas uniformes de la misma manera que en el ejemplo 11, excepto que el plastificante se usó en una cantidad de 6,70 partes en peso.

**Ejemplo 15**

Se obtuvieron partículas uniformes de la misma manera que en el ejemplo 11, excepto que el plastificante se usó en una cantidad de 9,00 partes en peso.

Medición de la fragilidad de las partículas

La fragilidad de cada uno de los polvos de cápsula preparados en los ejemplos 1 a 15 se midió aplicando una carga constante de 5 gf/cm<sup>2</sup> a 0,3 g del polvo de cápsula al tiempo que se movía el polvo de cápsula en las direcciones hacia arriba, hacia abajo, a la izquierda y a la derecha a una velocidad constante de 0,01 m/s durante 30 segundos. El polvo de cápsula se observó con un microscopio óptico, y el número de partículas rotas por píxel de 1 mm x 1 mm se midió tres veces. Las mediciones se promediaron y los resultados se muestran en la tabla 1 a continuación. En la tabla 1, cuanto menor es el número de partículas normales, mejor es la fragilidad.

[Tabla 1]

	Polímero	Plastificante	Pigmento amarillo	Nitruro de boro	Dióxido de titanio	Fragilidad de las partículas de cápsula (número de partículas normales)
Ejemplo 1	4,5	2,25	38,25	5	50	14-18
Ejemplo 2	4,5	3,60	38,25	5	50	9-14
Ejemplo 3	4,5	4,50	38,25	5	50	5-9
Ejemplo 4	4,5	6,75	38,25	5	50	2-5

Ejemplo 5	4,5	9,00	38,25	5	50	0-2
	Polímero	Plastificante	Pigmento rojo	Nitruro de boro	Dióxido de titanio	Fragilidad de las partículas de cápsula (número de partículas normales)
Ejemplo 6	4,5	2,25	38,25	5	50	15-20
Ejemplo 7	4,5	3,60	38,25	5	50	10-15
Ejemplo 8	4,5	4,50	38,25	5	50	6-10
Ejemplo 9	4,5	6,75	38,25	5	50	3-6
Ejemplo 10	4,5	9,00	38,25	5	50	0-3
	Polímero	Plastificante	Pigmento negro	Nitruro de boro	Dióxido de titanio	Fragilidad de las partículas de cápsula (número de partículas normales)
Ejemplo 11	4,5	2,25	38,25	5	50	15-20
Ejemplo 12	4,5	3,60	38,25	5	50	10-15
Ejemplo 13	4,5	4,50	38,25	5	50	6-10
Ejemplo 14	4,5	6,75	38,25	5	50	3-6
Ejemplo 14	4,5	9,00	38,25	5	50	0-3

5 Como puede verse en la tabla 1 anterior, a medida que disminuyó la cantidad del plastificante, disminuyó la fragilidad de las partículas de cápsula. Puede verse que, si esta fragilidad es baja, cuando se usan productos de cosmética de tipo emulsión W/O, de cosmética de tipo emulsión W/S y de cosmética de tipo emulsión O/W que contienen las partículas de cápsula, el polímero puede aplicarse fácilmente a la piel. Además, puede verse que puede reducirse la sensación no suave provocada por las partículas no frágiles en la piel.

Medición de coordenadas de color de las partículas

10 La Fig. 1 muestra partículas de núcleo preparadas en los ejemplos 1, 6 y 11, y la Fig. 2 muestra fotografías de polvos de cápsula. Además, la capacidad de cobertura obtenida mediante las coordenadas de color de las partículas de cápsula preparadas en los ejemplos 1, 6 y 11 se muestra en la tabla 2 a continuación. En el presente documento, el término "capacidad de cobertura" se refiere a la capacidad para cambiar un valor de las coordenadas (L, a y b), el término "aumento en la capacidad de cobertura" significa que, en el caso de que las partículas de cápsula contengan el pigmento amarillo, el cambio  $\Delta b^*$  entre las coordenadas de color (L, a y b) del núcleo y las coordenadas de color de la cápsula es mayor de cero, y en el caso de que las partículas de cápsula contengan el pigmento rojo, el cambio  $\Delta a^*$  entre las coordenadas de color (L, a y b) del núcleo y las coordenadas de color (L, a y b) de la cápsula es mayor de cero, y también en el caso de que las partículas de cápsula contengan el pigmento negro, el cambio  $\Delta L^*$  entre las coordenadas de color (L, a y b) del núcleo y las coordenadas de color (L, a, y b) de la cápsula es mayor de cero. Concretamente, " $\Delta L^*$ ", " $\Delta a^*$ " y " $\Delta b^*$ " significan  $\Delta L^* = [L_{\text{cápsula}} - L_{\text{núcleo}}]$ ,  $\Delta a^* = [a_{\text{núcleo}} - a_{\text{cápsula}}]$  y  $\Delta b^* = [b_{\text{núcleo}} - b_{\text{cápsula}}]$ , respectivamente. Mientras tanto, "a\*" es la saturación para el rojo, y un valor a\* superior indica un rojo más profundo. "b\*" es la saturación para el amarillo, y un valor b\* superior indica un amarillo más profundo. Y además, un valor L\* superior indica un color más claro.

25 [Tabla 2]  
Cambio en las coordenadas de color según la clase de partículas

Clase		Partículas de pigmento amarillo	Partículas de núcleo	Partículas de cápsula
Coordenadas de color	L*	75,512	59,477	81,608
	a*	13,400	11,472	4,827
	b*	49,854	41,263	11,129
	$\Delta a^*$	30,134		
Clase		Partículas de pigmento rojo	Partículas de núcleo	Partículas de cápsula
	L*	40,706	28,716	68,823

	a*	30,153	19,266	10,595
	b*	29,945	17,906	7,626
	$\Delta a^*$	8,671		
Clase		Partículas de pigmento negro	Partículas de núcleo	Partículas de cápsula
	L*	16,552	14,094	65,366
	a*	-2,077	-2,435	-3,014
	b*	-1,079	-0,950	-4,618
	$\Delta a^*$	51,272		

Como puede verse en las Figs. 1 y 2 y la tabla 2 anterior, incluso cuando se usaron el pigmento amarillo, el pigmento rojo y el pigmento negro,  $\Delta L^*$  aumentó generalmente, y por tanto el poder de cobertura de las partículas de cápsula aumentó en comparación con el poder de cobertura de las partículas de núcleo. En el caso de que las partículas de cápsula contengan el pigmento rojo, la saturación  $\Delta a^*$  para el rojo disminuyó generalmente, y en el caso de que las partículas de cápsula contengan el pigmento amarillo, la saturación  $\Delta b^*$  para el amarillo generalmente disminuyó. Esto sugiere que el poder de cobertura de las partículas de cápsula era mayor que el de las partículas de núcleo.

Medición de la expresión de color de partículas de cápsula

**Ejemplos 16 a 20**

Se obtuvieron partículas uniformes de la misma manera que en el ejemplo 1 usando cantidades constantes del polímero, el plastificante y nitrógeno de boro al tiempo que se cambiaban las cantidades de pigmento amarillo y dióxido de titanio añadidas, tal como se muestra en la tabla 3 a continuación. Las partículas de cápsula se sometieron a análisis de color ( $\Delta E^*$ ) y los resultados del análisis se muestran en la tabla 3 a continuación.

**Ejemplos 21 a 25**

Se obtuvieron partículas uniformes de la misma manera que en el ejemplo 1 usando cantidades constantes del polímero, el plastificante y nitrógeno de boro al tiempo que se cambiaban las cantidades de pigmento rojo y dióxido de titanio añadidas, tal como se muestra en la tabla 3 a continuación. Las partículas de cápsula se sometieron a análisis de color ( $\Delta E^*$ ) y los resultados del análisis se muestran en la tabla 3 a continuación.

**Ejemplos 26 a 30**

Se obtuvieron partículas uniformes de la misma manera que en el ejemplo 1 usando cantidades constantes del polímero, el plastificante y nitrógeno de boro al tiempo que se cambiaban las cantidades de pigmento amarillo y dióxido de titanio añadidas, tal como se muestra en la tabla 3 a continuación. Las partículas de cápsula se sometieron a análisis de color ( $\Delta E^*$ ) y los resultados del análisis se muestran en la tabla 3 a continuación.

[Tabla 3]

	Polímero	Plastificante	Pigmento amarillo	Nitrógeno de boro	Dióxido de titanio	$\Delta E^*$
Ejemplo 16	4,5	3,60	28	5	58,9	30,32
Ejemplo 17	4,5	3,60	39	5	47,9	25,05
Ejemplo 18	4,5	3,60	50	5	36,9	19,48
Ejemplo 19	4,5	3,60	61	5	25,9	13,51
Ejemplo 20	4,5	3,60	72	5	14,9	9,45
	Polímero	Plastificante	Pigmento rojo	Nitrógeno de boro	Dióxido de titanio	$\Delta E^*$
Ejemplo 21	4,5	3,60	28	5	58,9	48,78
Ejemplo 22	4,5	3,60	39	5	47,9	41,23
Ejemplo 23	4,5	3,60	50	5	36,9	33,04
Ejemplo 24	4,5	3,60	61	5	25,9	20,78
Ejemplo 25	4,5	3,60	72	5	14,9	10,35



	Polímero	Plastificante	Pigmento negro	Nitrato de boro	Dióxido de titanio	$\Delta E^*$
Ejemplo 26	4,5	3,60	28	5	58,9	45,43
Ejemplo 27	4,5	3,60	39	5	47,9	38,75
Ejemplo 28	4,5	3,60	50	5	36,9	27,42
Ejemplo 29	4,5	3,60	61	5	25,9	17,49
Ejemplo 30	4,5	3,60	72	5	14,9	7,58

Se aplicó 1 g de cada uno de los polvos de cápsula preparados en los ejemplos 16 a 30 a una gasa de 5 cm x 5 cm moviendo repetidamente los polvos de cápsula en las direcciones hacia arriba, hacia abajo, a la izquierda y a la derecha a una velocidad constante de 0,01 m/s durante 30 segundos al tiempo que se aplicaba una carga de 10 gf/cm<sup>2</sup> que debía romperse. El color expresado de los polvos de cápsula se midió tres veces usando el sistema de color L\*a\*b\*, y se promediaron las mediciones. Además, se midieron las coordenadas de color de las partículas de cápsula antes de la aplicación. Basándose en los valores medidos, se calculó el valor  $\Delta E^*$  de las partículas de cápsula y los resultados del cálculo se muestran en la tabla 3 anterior.

En el presente documento,  $\Delta E^*$  significa el cambio entre las coordenadas de color ( $L_1, a_1$  y  $b_1$ ) de las partículas de cápsula y las coordenadas de color ( $L_2, a_2$  y  $b_2$ ) de las partículas de cápsula rotas aplicadas a la gasa.

Concretamente,  $\Delta E^* = \sqrt{(L_2 - L_1)^2 + (a_2 - a_1)^2 + (b_2 - b_1)^2}$ .

Como puede verse en la tabla 3 anterior, las cápsulas amarillas que contienen el pigmento amarillo tenían un valor de color de  $9,45 \leq \Delta E \leq 30,52$ , las cápsulas rojas que contenían el pigmento rojo tenían un valor de color de  $10,35 \leq \Delta E \leq 48,78$  y las cápsulas negras que contenían el pigmento negro tenían un valor de color de  $7,58 \leq \Delta E \leq 45,43$ .

**Ejemplos 31 a 225: Preparación de los polvos de núcleo que tienen color**

**Ejemplo 31: Preparación de polvo de núcleo que consiste en polímero-plastificante-pigmento de óxido de hierro**

La preparación de partículas de núcleo, que es la primera etapa del proceso para preparar las partículas de núcleo que tienen un color, se realizó de la siguiente manera.

Se prepararon núcleos internos que contenían un pigmento de óxido de hierro (óxido de hierro amarillo, óxido de hierro negro, óxido de hierro rojo, o una mezcla de dos o más de los mismos) de la siguiente manera. En 43 ml de acetona, se disolvieron 3,6 g de un polímero de poliéster y 2,25 g de 1,3-butanodiol agitando a 25°C durante 15 minutos para preparar una disolución. Mientras tanto, se dispersaron 39,15 g de un pigmento de óxido de hierro en 90 ml de acetona a 25°C durante 15 minutos para preparar una dispersión. La disolución anterior se mezcló con y se dispersó uniformemente en la dispersión anterior durante 30 minutos a la misma temperatura.

Entonces, la disolución resultante se alimentó a un atomizador (que rota a una velocidad alta de 10.000 rpm) a una tasa de 100 ml/min usando una bomba dosificadora. En el presente documento, la disolución se alimentó al atomizador a 80°C y se secó en el mismo a 60°C para obtener polvo de núcleo. En el presente documento, el polvo de núcleo obtenido tenía un diámetro externo que oscila entre 10 µm y 150 µm.

**Ejemplos 32 a 57: Preparación de los polvos de núcleo usando clases y contenidos variables de plastificante**

Se prepararon polvos de núcleo de la misma manera que en el ejemplo 31. Las clases y contenidos específicos de compuestos usados en el presente documento se muestran en la tabla 4 a continuación. Se midió la fragilidad del polvos de núcleo según los cambios en la cantidad del plastificante y la cantidad del polímero de poliéster y los resultados de la medición se muestran en las Figs. 3 y 4.

[Tabla 4]

	Etapa 1					
	Polímero	Plastificante	Pigmento			
Ejemplo 31	Poliéster	3,60	1,3-butanodiol	2,25	Pigmento de óxido de hierro	39,15
Ejemplo 32	Poliéster	3,60	1,3-butanodiol	3,15	Pigmento de óxido de hierro	38,25
Ejemplo 33	Poliéster	4,50	1,3-butanodiol	2,25	Pigmento de óxido de hierro	38,25
Ejemplo 34	Poliéster	4,50	1,3-butanodiol	3,15	Pigmento de óxido de hierro	37,35
Ejemplo 35	Poliéster	4,50	1,3-butanodiol	4,50	Pigmento de óxido de hierro	36,00

Ejemplo 36	Poliéster	6,75	1,3-butanodiol	2,25	Pigmento de óxido de hierro	36,00
Ejemplo 37	Poliéster	6,75	1,3-butanodiol	3,15	Pigmento de óxido de hierro	35,10
Ejemplo 38	Poliéster	6,75	1,3-butanodiol	4,50	Pigmento de óxido de hierro	33,75
Ejemplo 39	Poliéster	6,75	1,3-butanodiol	6,75	Pigmento de óxido de hierro	31,50
Ejemplo 40	Poliéster	3,60	Polietilenglicol	2,25	Pigmento de óxido de hierro	39,15
Ejemplo 41	Poliéster	3,60	Polietilenglicol	3,15	Pigmento de óxido de hierro	38,25
Ejemplo 42	Poliéster	4,50	Polietilenglicol	2,25	Pigmento de óxido de hierro	38,25
Ejemplo 43	Poliéster	4,50	Polietilenglicol	3,15	Pigmento de óxido de hierro	37,35
Ejemplo 44	Poliéster	4,50	Polietilenglicol	4,30	Pigmento de óxido de hierro	36,00
Ejemplo 45	Poliéster	6,75	Polietilenglicol	2,25	Pigmento de óxido de hierro	36,00
Ejemplo 46	Poliéster	6,75	Polietilenglicol	3,15	Pigmento de óxido de hierro	35,10
Ejemplo 47	Poliéster	6,75	Polietilenglicol	4,50	Pigmento de óxido de hierro	33,75
Ejemplo 48	Poliéster	6,75	Polietilenglicol	6,75	Pigmento de óxido de hierro	31,50
Ejemplo 49	Poliéster	3,60	Dipropilenglicol	2,25	Pigmento de óxido de hierro	39,15
Ejemplo 50	Poliéster	3,60	Dipropilenglicol	3,15	Pigmento de óxido de hierro	38,35
Ejemplo 51	Poliéster	4,50	Dipropilenglicol	2,25	Pigmento de óxido de hierro	38,25
Ejemplo 52	Poliéster	4,50	Dipropilenglicol	3,15	Pigmento de óxido de hierro	37,35
Ejemplo 53	Poliéster	4,50	Dipropilenglicol	4,50	Pigmento de óxido de hierro	36,00
Ejemplo 54	Poliéster	6,75	Dipropilenglicol	2,25	Pigmento de óxido de hierro	36,00
Ejemplo 55	Poliéster	6,75	Dipropilenglicol	3,15	Pigmento de óxido de hierro	35,10
Ejemplo 56	Poliéster	6,75	Dipropilenglicol	4,50	Pigmento de óxido de hierro	33,75
Ejemplo 57	Poliéster	6,75	Dipropilenglicol	6,75	Pigmento de óxido de hierro	31,50

Como puede verse a partir de los gráficos de las Figs. 3 y 4, con respecto a la fragilidad según la clase de plastificante, 1,3-butanodiol o dipropilenglicol que tienen un peso molecular relativamente bajo, mostraron una fragilidad mejorada en comparación con polietilenglicol que tiene un peso molecular relativamente alto. Además, dipropilenglicol o polietilenglicol que tienen una temperatura de volatilización alta tenían una fragilidad relativamente excelente. Además, puede verse que, a medida que aumentaba la cantidad del plastificante, aumentaba la fragilidad de las partículas de cápsula (disminuía el número de partículas normales), y a medida que aumentaba la cantidad del polímero, disminuía la fragilidad de las partículas de cápsula (aumentaba el número de partículas normales). Puede verse que el plastificante dipropilenglicol que satisface tales dos condiciones es preferible. Además, puede verse que, a medida que aumentaba la cantidad del plastificante, aumentaba la fragilidad del polvo de núcleo (disminuía el número de partículas normales), y a medida que aumentaba la cantidad del polímero, disminuía la fragilidad de las partículas de núcleo (aumentaba el número de partículas normales).

#### **Ejemplos 58 a 63: Preparación de los polvos de núcleo usando cantidades variables de polímero de poliéster y plastificante con adición de ácido graso**

Se prepararon polvos de núcleo de la misma manera que en el ejemplo 31, excepto que se usó una mezcla de polietilenglicol y dipropilenglicol como plastificante y que también se añadió ácido esteárico como ácido graso durante el proceso de disolución. Las clases y contenidos específicos de compuestos usados en el presente documento se muestran en la tabla 5 a continuación. Se midió la fragilidad de los polvos de núcleo según los cambios en la cantidad de ácido graso y los resultados de la medición se muestran en la Fig. 5.

[Tabla 5]

	Etapa 1									
	Polímero		Plastificante				Ácido graso		Pigmento	
Ejemplo 58	Poliéster	4,50	Polietilenglicol	1,00	Dipropilenglicol	2,15	Ácido esteárico	2,00	Pigmento de óxido de hierro	35,35
Ejemplo 59	Poliéster	4,50	Polietilenglicol	2,00	Dipropilenglicol	2,50	Ácido esteárico	2,00	Pigmento de óxido de hierro	34,00
Ejemplo 60	Poliéster	4,50	Polietilenglicol	1,00	Dipropilenglicol	2,15	Ácido esteárico	1,50	Pigmento de óxido de hierro	35,85
Ejemplo 61	Poliéster	4,50	Polietilenglicol	2,00	Dipropilenglicol	2,50	Ácido esteárico	1,50	Pigmento de óxido de hierro	34,50
Ejemplo 62	Poliéster	4,50	Polietilenglicol	1,00	Dipropilenglicol	2,15	Ácido esteárico	1,00	Pigmento de óxido de hierro	36,35
Ejemplo 63	Poliéster	4,50	Polietilenglicol	2,00	Dipropilenglicol	2,50	Ácido esteárico	1,00	Pigmento de óxido de hierro	35,00

Como puede verse a partir del gráfico de la Fig. 5, cuando se añadió el ácido graso como plastificante, aumentaba rápidamente la fragilidad de las partículas de núcleo (disminuía el número de partículas normales).

5 **Ejemplos 64 a 90: Preparación de los polvos de núcleo usando clases y contenidos variables de polímero de poliacrilato y plastificante**

10 Se prepararon polvos de núcleo de la misma manera que en el ejemplo 31, excepto que se usó etanol en lugar del disolvente acetona, usado en la etapa 1 del proceso de preparación del ejemplo 31, para dispersar o disolver el polímero y el pigmento de óxido de hierro. Las clases y contenidos específicos de compuestos usados en el presente documento se muestran en la tabla 6 a continuación. Se midió la fragilidad de las partículas de núcleo según los cambios en las cantidades de plastificante y polímero de poli(aminometacrilato) usadas y los resultados de la medición se muestran en las Figs. 6 y 7.

15 [Tabla 6]

	Etapa 1					
	Polímero		Plastificante		Pigmento	
Ejemplo 64	Poli(aminometacrilato)	3,60	1,3-butanodiol	2,25	Pigmento de óxido de hierro	39,15
Ejemplo 65	Poli(aminometacrilato)	3,60	1,3-butanodiol	3,15	Pigmento de óxido de hierro	38,25
Ejemplo 66	Poli(aminometacrilato)	4,50	1,3-butanodiol	2,25	Pigmento de óxido de hierro	38,25
Ejemplo 67	Poli(aminometacrilato)	4,50	1,3-butanodiol	3,15	Pigmento de óxido de hierro	37,35
Ejemplo 68	Poli(aminometacrilato)	4,50	1,3-butanodiol	4,50	Pigmento de óxido de hierro	36,00
Ejemplo 69	Poli(aminometacrilato)	6,75	1,3-butanodiol	2,25	Pigmento de óxido de hierro	36,00
Ejemplo 70	Poli(aminometacrilato)	6,75	1,3-butanodiol	3,15	Pigmento de óxido de hierro	35,10
Ejemplo 71	Poli(aminometacrilato)	6,75	1,3-butanodiol	4,50	Pigmento de óxido de hierro	33,75
Ejemplo 72	Poli(aminometacrilato)	6,75	1,3-butanodiol	6,75	Pigmento de óxido de hierro	31,50
Ejemplo 73	Poli(aminometacrilato)	3,60	Polietilenglicol	2,25	Pigmento de óxido de hierro	39,15
Ejemplo 74	Poli(aminometacrilato)	3,60	Polietilenglicol	3,15	Pigmento de óxido de hierro	38,25
Ejemplo 75	Poli(aminometacrilato)	4,50	Polietilenglicol	2,25	Pigmento de óxido de hierro	38,25
Ejemplo 76	Poli(aminometacrilato)	4,50	Polietilenglicol	3,15	Pigmento de óxido de hierro	37,35
Ejemplo 77	Poli(aminometacrilato)	4,50	Polietilenglicol	4,50	Pigmento de óxido de hierro	36,00
Ejemplo 78	Poli(aminometacrilato)	6,75	Polietilenglicol	2,25	Pigmento de óxido de hierro	36,00
Ejemplo 79	Poli(aminometacrilato)	6,75	Polietilenglicol	3,15	Pigmento de óxido de hierro	35,10
Ejemplo 80	Poli(aminometacrilato)	6,75	Polietilenglicol	4,50	Pigmento de óxido de hierro	33,75
Ejemplo 81	Poli(aminometacrilato)	6,75	Polietilenglicol	6,75	Pigmento de óxido de hierro	31,50

Ejemplo 82	Poliaminometacrilato	3,60	Dipropilenglicol	2,25	Pigmento de óxido de hierro	39,15
Ejemplo 83	Poliaminometacrilato	3,60	Dipropilenglicol	3,15	Pigmento de óxido de hierro	38,25
Ejemplo 84	Poliaminometacrilato	4,50	Dipropilenglicol	2,25	Pigmento de óxido de hierro	38,25
Ejemplo 85	Poliaminometacrilato	4,50	Dipropilenglicol	3,15	Pigmento de óxido de hierro	37,35
Ejemplo 86	Poliaminometacrilato	4,50	Dipropilenglicol	4,50	Pigmento de óxido de hierro	36,00
Ejemplo 87	Poliaminometacrilato	6,75	Dipropilenglicol	2,25	Pigmento de óxido de hierro	36,00
Ejemplo 88	Poliaminometacrilato	6,75	Dipropilenglicol	3,15	Pigmento de óxido de hierro	35,10
Ejemplo 89	Poliaminometacrilato	6,75	Dipropilenglicol	4,50	Pigmento de óxido de hierro	33,75
Ejemplo 90	Poliaminometacrilato	6,75	Dipropilenglicol	6,75	Pigmento de óxido de hierro	31,50

Como puede verse a partir de los gráficos de las Figs. 6 y 7, como el caso de los ejemplos 31 a 57, el uso de dipropilenglicol como plastificante mostró la fragilidad más excelente (disminuyó el número de partículas normales), incluso cuando se usó poliaminometacrilato como polímero. Además, puede verse que, a medida que aumentaba la cantidad del polímero, disminuía la fragilidad de las partículas de cápsula (aumentaba el número de partículas normales).

#### Ejemplos 91 a 171: Preparación de los polvos de núcleo a partir de polímero dispersable en agua o soluble en agua usando clases y contenidos variables de plastificante

Se prepararon polvos de núcleo de la misma manera que en el ejemplo 31, excepto que se usó agua destilada en lugar del disolvente acetona, usando en la etapa 1 del proceso de preparación del ejemplo 31, para dispersar o disolver el polímero y el pigmento de óxido de hierro. Las clases y contenidos específicos de compuestos usados en el presente documento se muestran en la tabla 7 a continuación. Se midió la fragilidad del polvos de núcleo de los ejemplos 91 a 117 según los cambios en las cantidades de plastificante y polímero de poliéster usadas y los resultados de la medición se muestran en las Figs. 8 y 9. Además, se midió la fragilidad del polvos de núcleo de los ejemplos 118 a 144 según los cambios en las cantidades de plastificante y polivinilpirrolidona usadas y los resultados de la medición se muestran en las Figs. 10 y 11. Además, se midió la fragilidad del polvos de núcleo de los ejemplos 145 a 171 según los cambios en las cantidades de plastificante y hidroxipropilmetilcelulosa usadas y los resultados de la medición se muestran en las Figs. 12 y 13.

[Tabla 7]

	Etapa 1					
	Polímero		Plastificante		Pigmento	
Ejemplo 91	Emulsión de poliéster	3,60	1,3-butanodiol	2,25	Pigmento de óxido de hierro	39,15
Ejemplo 92	Emulsión de poliéster	3,60	1,3-butanodiol	3,15	Pigmento de óxido de hierro	38,25
Ejemplo 93	Emulsión de poliéster	4,50	1,3-butanodiol	2,25	Pigmento de óxido de hierro	38,25
Ejemplo 94	Emulsión de poliéster	4,50	1,3-butanodiol	3,15	Pigmento de óxido de hierro	37,35
Ejemplo 95	Emulsión de poliéster	4,50	1,3-butanodiol	4,50	Pigmento de óxido de hierro	36,00
Ejemplo 96	Emulsión de poliéster	6,75	1,3-butanodiol	2,25	Pigmento de óxido de hierro	36,00
Ejemplo 97	Emulsión de poliéster	6,75	1,3-butanodiol	3,15	Pigmento de óxido de hierro	35,10
Ejemplo 98	Emulsión de poliéster	6,75	1,3-butanodiol	4,50	Pigmento de óxido de hierro	33,75
Ejemplo 99	Emulsión de poliéster	6,75	1,3-butanodiol	6,75	Pigmento de óxido de hierro	31,50
Ejemplo 100	Emulsión de poliéster	3,60	Polietilenglicol	2,25	Pigmento de óxido de hierro	39,15
Ejemplo 101	Emulsión de poliéster	3,60	Polietilenglicol	3,15	Pigmento de óxido de	38,25

ES 2 746 012 T3

					hierro	
Ejemplo 102	Emulsión de poliéster	4,50	Polietilenglicol	2,25	Pigmento de óxido de hierro	38,25
Ejemplo 103	Emulsión de poliéster	4,50	Polietilenglicol	3,15	Pigmento de óxido de hierro	37,35
Ejemplo 104	Emulsión de poliéster	4,50	Polietilenglicol	4,50	Pigmento de óxido de hierro	36,00
Ejemplo 105	Emulsión de poliéster	6,75	Polietilenglicol	2,25	Pigmento de óxido de hierro	36,00
Ejemplo 106	Emulsión de poliéster	6,75	Polietilenglicol	3,15	Pigmento de óxido de hierro	35,10
Ejemplo 107	Emulsión de poliéster	6,75	Polietilenglicol	4,50	Pigmento de óxido de hierro	33,75
Ejemplo 108	Emulsión de poliéster	6,75	Polietilenglicol	6,75	Pigmento de óxido de hierro	31,50
Ejemplo 109	Emulsión de poliéster	3,60	Dipropilenglicol	2,25	Pigmento de óxido de hierro	39,15
Ejemplo 110	Emulsión de poliéster	3,60	Dipropilenglicol	3,15	Pigmento de óxido de hierro	38,25
Ejemplo 111	Emulsión de poliéster	4,50	Dipropilenglicol	2,25	Pigmento de óxido de hierro	38,25
Ejemplo 112	Emulsión de poliéster	4,50	Dipropilenglicol	3,15	Pigmento de óxido de hierro	37,35
Ejemplo 113	Emulsión de poliéster	4,50	Dipropilenglicol	4,50	Pigmento de óxido de hierro	36,00
Ejemplo 114	Emulsión de poliéster	6,75	Dipropilenglicol	2,25	Pigmento de óxido de hierro	36,00
Ejemplo 115	Emulsión de poliéster	6,75	Dipropilenglicol	3,15	Pigmento de óxido de hierro	35,10
Ejemplo 116	Emulsión de poliéster	6,75	Dipropilenglicol	4,50	Pigmento de óxido de hierro	33,75
Ejemplo 117	Emulsión de poliéster	6,75	Dipropilenglicol	6,75	Pigmento de óxido de hierro	31,50
Ejemplo 118	Polivinilpirrolidona	3,60	1,3-butanodiol	2,25	Pigmento de óxido de hierro	39,15
Ejemplo 119	Polivinilpirrolidona	3,60	1,3-butanodiol	3,15	Pigmento de óxido de hierro	38,25
Ejemplo 120	Polivinilpirrolidona	4,50	1,3-butanodiol	2,25	Pigmento de óxido de hierro	38,25
Ejemplo 121	Polivinilpirrolidona	4,50	1,3-butanodiol	3,15	Pigmento de óxido de hierro	37,35
Ejemplo 122	Polivinilpirrolidona	4,50	1,3-butanodiol	4,50	Pigmento de óxido de hierro	36,00
Ejemplo 123	Polivinilpirrolidona	6,75	1,3-butanodiol	2,25	Pigmento de óxido de hierro	36,00
Ejemplo 124	Polivinilpirrolidona	6,75	1,3-butanodiol	3,15	Pigmento de óxido de hierro	35,10
Ejemplo 125	Polivinilpirrolidona	6,75	1,3-butanodiol	4,50	Pigmento de óxido de hierro	33,75
Ejemplo 126	Polivinilpirrolidona	6,75	1,3-butanodiol	6,75	Pigmento de óxido de hierro	31,50

ES 2 746 012 T3

Ejemplo 127	Polivinilpirrolidona	3,60	Polietilenglicol	2,25	Pigmento de óxido de hierro	39,15
Ejemplo 128	Polivinilpirrolidona	3,60	Polietilenglicol	3,15	Pigmento de óxido de hierro	38,25
Ejemplo 129	Polivinilpirrolidona	4,50	Polietilenglicol	2,25	Pigmento de óxido de hierro	38,25
Ejemplo 130	Polivinilpirrolidona	4,50	Polietilenglicol	3,15	Pigmento de óxido de hierro	37,35
Ejemplo 131	Polivinilpirrolidona	4,50	Polietilenglicol	4,50	Pigmento de óxido de hierro	36,00
Ejemplo 132	Polivinilpirrolidona	6,75	Polietilenglicol	2,25	Pigmento de óxido de hierro	36,00
Ejemplo 133	Polivinilpirrolidona	6,75	Polietilenglicol	3,15	Pigmento de óxido de hierro	35,10
Ejemplo 134	Polivinilpirrolidona	6,75	Polietilenglicol	4,50	Pigmento de óxido de hierro	33,75
Ejemplo 135	Polivinilpirrolidona	6,75	Polietilenglicol	6,75	Pigmento de óxido de hierro	31,50
Ejemplo 136	Polivinilpirrolidona	3,60	Dipropilenglicol	2,25	Pigmento de óxido de hierro	39,15
Ejemplo 137	Polivinilpirrolidona	3,60	Dipropilenglicol	3,15	Pigmento de óxido de hierro	38,25
Ejemplo 138	Polivinilpirrolidona	4,50	Dipropilenglicol	2,25	Pigmento de óxido de hierro	38,25
Ejemplo 139	Polivinilpirrolidona	4,50	Dipropilenglicol	3,15	Pigmento de óxido de hierro	37,35
Ejemplo 140	Polivinilpirrolidona	4,50	Dipropilenglicol	4,50	Pigmento de óxido de hierro	36,00
Ejemplo 141	Polivinilpirrolidona	6,75	Dipropilenglicol	2,25	Pigmento de óxido de hierro	36,00
Ejemplo 142	Polivinilpirrolidona	6,75	Dipropilenglicol	3,15	Pigmento de óxido de hierro	35,10
Ejemplo 143	Polivinilpirrolidona	6,75	Dipropilenglicol	4,50	Pigmento de óxido de hierro	33,75
Ejemplo 144	Polivinilpirrolidona	6,75	Dipropilenglicol	6,75	Pigmento de óxido de hierro	31,50
Ejemplo 145	Hidroxipropilmetilcelulosa	3,60	1,3-butanodiol	2,25	Pigmento de óxido de hierro	39,15
Ejemplo 146	Hidroxipropilmetilcelulosa	3,60	1,3-butanodiol	3,15	Pigmento de óxido de hierro	38,25
Ejemplo 147	Hidroxipropilmetilcelulosa	4,50	1,3-butanodiol	2,25	Pigmento de óxido de hierro	38,25
Ejemplo 148	Hidroxipropilmetilcelulosa	4,50	1,3-butanodiol	3,15	Pigmento de óxido de hierro	37,35
Ejemplo 149	Hidroxipropilmetilcelulosa	4,50	1,3-butanodiol	4,50	Pigmento de óxido de hierro	36,00
Ejemplo 150	Hidroxipropilmetilcelulosa	6,75	1,3-butanodiol	2,25	Pigmento de óxido de hierro	36,00
Ejemplo 151	Hidroxipropilmetilcelulosa	6,75	1,3-butanodiol	3,15	Pigmento de óxido de hierro	35,10
Ejemplo 152	Hidroxipropilmetilcelulosa	6,75	1,3-butanodiol	4,50	Pigmento de óxido de hierro	33,75

Ejemplo 153	Hidroxipropilmetilcelulosa	6,75	1,3-butanodiol	6,75	Pigmento de óxido de hierro	31,50
Ejemplo 154	Hidroxipropilmetilcelulosa	3,60	Polietilenglicol	2,25	Pigmento de óxido de hierro	39,15
Ejemplo 155	Hidroxipropilmetilcelulosa	3,60	Polietilenglicol	3,15	Pigmento de óxido de hierro	38,25
Ejemplo 156	Hidroxipropilmetilcelulosa	4,50	Polietilenglicol	2,25	Pigmento de óxido de hierro	38,25
Ejemplo 157	Hidroxipropilmetilcelulosa	4,50	Polietilenglicol	3,15	Pigmento de óxido de hierro	37,35
Ejemplo 158	Hidroxipropilmetilcelulosa	4,50	Polietilenglicol	4,50	Pigmento de óxido de hierro	36,00
Ejemplo 159	Hidroxipropilmetilcelulosa	6,75	Polietilenglicol	2,25	Pigmento de óxido de hierro	36,00
Ejemplo 160	Hidroxipropilmetilcelulosa	6,75	Polietilenglicol	3,15	Pigmento de óxido de hierro	35,10
Ejemplo 161	Hidroxipropilmetilcelulosa	6,75	Polietilenglicol	4,50	Pigmento de óxido de hierro	33,75
Ejemplo 162	Hidroxipropilmetilcelulosa	6,75	Polietilenglicol	6,75	Pigmento de óxido de hierro	31,50
Ejemplo 163	Hidroxipropilmetilcelulosa	3,60	Dipropilenglicol	2,25	Pigmento de óxido de hierro	39,15
Ejemplo 164	Hidroxipropilmetilcelulosa	3,60	Dipropilenglicol	3,15	Pigmento de óxido de hierro	38,25
Ejemplo 165	Hidroxipropilmetilcelulosa	4,50	Dipropilenglicol	2,25	Pigmento de óxido de hierro	38,25
Ejemplo 166	Hidroxipropilmetilcelulosa	4,50	Dipropilenglicol	3,15	Pigmento de óxido de hierro	37,35
Ejemplo 167	Hidroxipropilmetilcelulosa	4,50	Dipropilenglicol	4,50	Pigmento de óxido de hierro	36,00
Ejemplo 168	Hidroxipropilmetilcelulosa	6,75	Dipropilenglicol	2,25	Pigmento de óxido de hierro	36,00
Ejemplo 169	Hidroxipropilmetilcelulosa	6,75	Dipropilenglicol	3,15	Pigmento de óxido de hierro	35,10
Ejemplo 170	Hidroxipropilmetilcelulosa	6,75	Dipropilenglicol	4,50	Pigmento de óxido de hierro	33,75
Ejemplo 171	Hidroxipropilmetilcelulosa	6,75	Dipropilenglicol	6,75	Pigmento de óxido de hierro	31,50

Como puede verse a partir de los gráficos de las Figs. 8 a 13, incluso cuando se usó el polímero dispersable en agua o soluble en agua y se usó disolvente destilado como disolvente, aumentó la fragilidad de las partículas de cápsula (disminuyó el número de partículas normales). Esto sugiere que las partículas de cápsula pueden prepararse usando un proceso respetuoso con el medio ambiente. Por consiguiente, puede verse que pueden reducirse los costes de instalaciones complementarias tal como un aparato de recuperación de disolvente y los costes de proceso, y por tanto pueden prepararse productos respetuosos con el medio ambiente.

**Ejemplos 172 a 198: Preparación de los polvos de núcleo a partir de polímero natural usando clases y contenidos de plastificante**

Se prepararon partículas de cápsula de la misma manera que en el ejemplo 31, excepto que se usó goma laca como polímero en la etapa 1 del proceso de preparación del ejemplo 31 y que se usó etanol en lugar del disolvente acetona para dispersar o disolver el pigmento de óxido de hierro. Las clases y contenidos específicos de compuestos usados en el presente documento se muestran en la tabla 8 a continuación. Se midió la fragilidad del polvos de núcleo según los cambios en las cantidades de plastificante y goma laca polímero usadas y los resultados de la medición se muestran en las Figs. 14 y 15.

[Tabla 8]

	Etapa 1					
	Polímero		Plastificante		Pigmento	
Ejemplo 171	Goma laca	3,60	1,3-butanodio	2,25	Pigmento de óxido de hierro	39,15
Ejemplo 173	Goma laca	3,60	1,3-butanodio	3,15	Pigmento de óxido de hierro	38,25
Ejemplo 174	Goma laca	4,50	1,3-butanodio	2,25	Pigmento de óxido de hierro	38/25
Ejemplo 175	Goma laca	4,50	1,3-butanodio	3,15	Pigmento de óxido de hierro	37,35
Ejemplo 176	Goma laca	4,50	1,3-butanodio	4,50	Pigmento de óxido de hierro	36,00
Ejemplo 177	Goma laca	6,75	1,3-butanodio	2,25	Pigmento de óxido de hierro	36,00
Ejemplo 178	Goma laca	6,75	1,3-butanodio	3,15	Pigmento de óxido de hierro	35,10
Ejemplo 179	Goma laca	6,75	1,3-butanodio	4,50	Pigmento de óxido de hierro	33,75
Ejemplo 180	Goma laca	6,75	1,3-butanodio	6,75	Pigmento de óxido de hierro	31,50
Ejemplo 181	Goma laca	3,60	Polietilenglicol	2,25	Pigmento de óxido de hierro	39,15
Ejemplo 182	Goma laca	3,60	Polietilenglicol	3,15	Pigmento de óxido de hierro	38,25
Ejemplo 183	Goma laca	4,50	Polietilenglicol	2,25	Pigmento de óxido de hierro	38/25
Ejemplo 184	Goma laca	4,50	Polietilenglicol	3,15	Pigmento de óxido de hierro	37,35
Ejemplo 185	Goma laca	4,50	Polietilenglicol	4,50	Pigmento de óxido de hierro	36,00
Ejemplo 186	Goma laca	6,75	Polietilenglicol	2,25	Pigmento de óxido de hierro	36,00
Ejemplo 187	Goma laca	6,75	Polietilenglicol	3,15	Pigmento de óxido de hierro	35,10
Ejemplo 188	Goma laca	6,75	Polietilenglicol	4,50	Pigmento de óxido de hierro	33,75
Ejemplo 189	Goma laca	6,75	Polietilenglicol	6,75	Pigmento de óxido de hierro	31,50
Ejemplo 190	Goma laca	3,60	Dipropilenglicol	2,25	Pigmento de óxido de hierro	39,15
Ejemplo 191	Goma laca	3,60	Dipropilenglicol	3,15	Pigmento de óxido de hierro	38,25
Ejemplo 192	Goma laca	4,50	Dipropilenglicol	2,25	Pigmento de óxido de hierro	38/25
Ejemplo 193	Goma laca	4,50	Dipropilenglicol	3,15	Pigmento de óxido de hierro	37,35
Ejemplo 194	Goma laca	4,50	Dipropilenglicol	4,50	Pigmento de óxido de hierro	36,00
Ejemplo 195	Goma laca	6,75	Dipropilenglicol	2,25	Pigmento de óxido de hierro	36,00
Ejemplo 196	Goma laca	6,75	Dipropilenglicol	3,15	Pigmento de óxido de hierro	35,10
Ejemplo 197	Goma laca	6,75	Dipropilenglicol	4,50	Pigmento de óxido de hierro	33,75
Ejemplo 198	Goma laca	6,75	Dipropilenglicol	6,75	Pigmento de óxido de hierro	31,50

5 Como puede verse a partir de los gráficos de las Figs. 14 y 15, incluso cuando los polvos de núcleo se prepararon usando el polímero natural, aumentó la fragilidad de las partículas de cápsula (disminuía el número de partículas normales). Esto sugiere que pueden prepararse productos respetuosos con el medio ambiente y productos Ecocert.

**Ejemplos 199 a 207: Preparación de los polvos de núcleo que consisten en polímero de poliéster-plastificante-pigmento orgánico**

10 Se prepararon polvos de núcleo de la misma manera que en el ejemplo 31, excepto que se usó el disolvente acetona usado en la etapa 1 del proceso de preparación del ejemplo 31 para disolver el dipropilenglicol, un polímero de poliéster y un pigmento orgánico y que se usó un compuesto de pigmento a base de azo, índigo o ftalocianina como pigmento orgánico. Las clases y contenidos de compuestos usados en el presente documento se muestran en la tabla 9 a continuación.

15



[Tabla 9]

	Etapa 1					
	Polímero		Plastificante		Pigmento	
Ejemplo	Poliéster	3,60	Dipropilenglicol	2,25	Pigmento orgánico	39,15
Ejemplo	Poliéster	3,60	Dipropilenglicol	3,15	Pigmento orgánico	38,25
Ejemplo	Poliéster	4,50	Dipropilenglicol	2,25	Pigmento orgánico	38,25
Ejemplo	Poliéster	4,50	Dipropilenglicol	3,15	Pigmento orgánico	37,35
Ejemplo	Poliéster	4,50	Dipropilenglicol	4,50	Pigmento orgánico	36,00
Ejemplo	Poliéster	6,75	Dipropilenglicol	2,25	Pigmento orgánico	36,00
Ejemplo	Poliéster	6,75	Dipropilenglicol	3,15	Pigmento orgánico	35,10
Ejemplo	Poliéster	6,75	Dipropilenglicol	4,50	Pigmento orgánico	33,75
Ejemplo	Poliéster	6,75	Dipropilenglicol	6,75	Pigmento orgánico	31,50

El uso de los pigmentos orgánicos pudo proporcionar una excelente claridad y fuerza de color y colores variados y ricos en comparación con el uso de los pigmentos inorgánicos.

5 Ejemplos 208 a 216: Preparación de los polvos de núcleo que consisten en polímero de poliéster-plastificante-colorante de lago

10 Se prepararon polvos de núcleo de la misma manera que en el ejemplo 31, excepto que se usó el disolvente acetona usado en la etapa 1 del proceso de preparación del ejemplo 31 para disolver el plastificante dipropilenglicol, un polímero de poliéster y un colorante de lago y que se usó lago Amarillo n.º 5, lago rojo n.º 230 o una mezcla de los mismos como colorante de lago. Las clases y contenidos específicos de compuestos usados en el presente documento se muestran en la tabla 10 a continuación.

15 [Tabla 10]

	Etapa 1					
	Polímero		Plastificante		Colorante	
Ejemplo 208	Poliéster	3,60	Dipropilenglicol	2,25	Colorante de lago	39,15
Ejemplo 209	Poliéster	3,60	Dipropilenglicol	3,15	Colorante de lago	38,25
Ejemplo 210	Poliéster	4,50	Dipropilenglicol	2,25	Colorante de lago	38,25
Ejemplo 211	Poliéster	4,50	Dipropilenglicol	3,15	Colorante de lago	37,35
Ejemplo 212	Poliéster	4,50	Dipropilenglicol	4,50	Colorante de lago	36,00
Ejemplo 213	Poliéster	6,75	Dipropilenglicol	2,25	Colorante de lago	36,00
Ejemplo 214	Poliéster	6,75	Dipropilenglicol	3,15	Colorante de lago	35,10
Ejemplo 215	Poliéster	6,75	Dipropilenglicol	4,50	Colorante de lago	33,75
Ejemplo 216	Poliéster	6,75	Dipropilenglicol	6,75	Colorante de lago	31,50

Incluso el uso del colorante de lago pudo proporcionar un color rico.

20 **Ejemplos 217 a 225: Preparación de los polvos de núcleo que consisten en polímero de poliéster-plastificante-pigmento natural**

25 Se prepararon polvos de núcleo de la misma manera que en el ejemplo 31, excepto que se usó el disolvente acetona usado en la etapa 1 del proceso de preparación del ejemplo 31 para disolver el plastificante dipropilenglicol, el polímero de poliéster y un pigmento natural y que se usó cúrcuma, gardenia, un pigmento cutáneo gráfico o una mezcla de dos o más de los mismos como pigmento natural. Las clases y contenidos específicos de compuestos usados en el presente documento se muestran en la tabla 11 a continuación.

[Tabla 11]

	Etapa 1					
	Polímero		Plastificante		Pigmento	
Ejemplo 217	Poliéster	3,60	Dipropilenglicol	2,25	Pigmento natural	39,15
Ejemplo 218	Poliéster	3,60	Dipropilenglicol	3,15	Pigmento natural	38,25
Ejemplo 219	Poliéster	4,50	Dipropilenglicol	2,25	Pigmento natural	38,25
Ejemplo 220	Poliéster	4,50	Dipropilenglicol	3,15	Pigmento natural	37,35
Ejemplo 221	Poliéster	4,50	Dipropilenglicol	4,50	Pigmento natural	36,00
Ejemplo 222	Poliéster	6,75	Dipropilenglicol	2,25	Pigmento natural	36,00
Ejemplo 223	Poliéster	6,75	Dipropilenglicol	3,15	Pigmento natural	35,10
Ejemplo 224	Poliéster	6,75	Dipropilenglicol	4,50	Pigmento natural	33,75
Ejemplo 225	Poliéster	6,75	Dipropilenglicol	6,75	Pigmento natural	31,50

Incluso el uso del pigmento natural proporcionó las partículas de núcleo que tenían una alta fragilidad de la misma manera que el uso del pigmento de óxido de hierro.

5 **Ejemplos 226 a 242: Preparación de polvos de cápsula que comprenden material inorgánico recubierto sobre polvos de núcleo**

10 **Ejemplo 226**

Se agitaron 45 g del polvo de núcleo preparado en el ejemplo 31 y se dispersaron en una disolución mezclada de 207 ml de agua destilada y 23 ml de etanol a 25°C durante 10 minutos para hacer una disolución. Mientras tanto, se agitaron 5 g de nitruro de boro y 50 g de dióxido de titanio en 100 ml de agua destilada a 25°C durante 10 minutos para hacer una suspensión inorgánica. Entonces se mezclaron la suspensión inorgánica y la disolución y se agitaron a 25°C durante 10 minutos, y la disolución mezclada se alimentó a un atomizador (que rota a una velocidad alta de 10.000 rpm) a una tasa constante de 120 ml/min usando una bomba dosificadora. En el presente documento, la disolución mezclada se alimentó al atomizador a 160°C y se secó en el mismo a 80°C para obtener polvo de cápsula. El polvo de cápsula obtenido tenía un diámetro externo que oscila entre 10 µm y 150 µm.

20 **Ejemplos: 227 a 228**

Se prepararon polvos de cápsula de la misma manera que en el ejemplo 226, excepto que se cambiaron los contenidos de dióxido de titanio y nitruro de boro usados para formar la capa de recubrimiento inorgánica. Las clases y contenidos específicos de compuestos usados en el presente documento se muestran en la tabla 12 a continuación. El poder de cobertura de la capa de recubrimiento inorgánica según su contenido se muestra gráficamente en la Fig. 16.

30 **Ejemplos 229 a 231**

Se prepararon polvos de cápsula de la misma manera que en el ejemplo 226, excepto que se usaron cantidades variables de dióxido de titanio y óxido de cinc para formar una capa de recubrimiento inorgánica. Las clases y contenidos específicos de compuestos usados en el presente documento se muestran en la tabla 12 a continuación. El poder de cobertura de la capa de recubrimiento inorgánica según su contenido se muestra gráficamente en la Fig. 16.

35 **Ejemplos 232 a 234**

Se prepararon polvos de cápsula de la misma manera que en el ejemplo 226, excepto que se usaron cantidades variables de dióxido de titanio, nitruro de boro y óxido de cinc para formar una capa de recubrimiento inorgánica. Las clases y contenidos específicos de compuestos usados en el presente documento se muestran en la tabla 12 a continuación. El poder de cobertura de la capa de recubrimiento inorgánica según su contenido se muestra gráficamente en la Fig. 16.

45 **Ejemplos 235 a 236**

Se prepararon polvos de cápsula de la misma manera que en el ejemplo 226, excepto que se usaron cantidades variables de dióxido de titanio, nitruro de boro y talco para formar una capa de recubrimiento inorgánica. Las clases y contenidos específicos de compuestos usados en el presente documento se muestran en la tabla 12 a continuación.

El poder de cobertura de la capa de recubrimiento inorgánica según su contenido se muestra gráficamente en la Fig. 16.

**Ejemplos 237 a 239**

5 Se prepararon polvos de cápsula de la misma manera que en el ejemplo 226, excepto que se usaron cantidades variables de dióxido de titanio, óxido de cinc y talco para formar una capa de recubrimiento inorgánica. Las clases y contenidos específicos de compuestos usados en el presente documento se muestran en la tabla 12 a continuación. El poder de cobertura de la capa de recubrimiento inorgánica según su contenido se muestra gráficamente en la Fig. 16.

**Ejemplos 240 a 242**

15 Se prepararon polvos de cápsula de la misma manera que en el ejemplo 226, excepto que se usaron cantidades variables de dióxido de titanio, óxido de cinc y mica para formar una capa de recubrimiento inorgánica. Las clases y contenidos específicos de compuestos usados en el presente documento se muestran en la tabla 12 a continuación. El poder de cobertura de la capa de recubrimiento inorgánica según su contenido se muestra gráficamente en la Fig. 16.

20 [Tabla 12]

	Etapa 2				
	Material de partida	Polvo de núcleo	Dióxido de titanio	Nitruro de boro	
Ejemplo 226	Contenido (%)	45	50	5	
Ejemplo 227	Contenido (%)	45	45	10	
Ejemplo 228	Contenido (%)	45	40	15	
	Material de partida	Polvo de núcleo	Dióxido de titanio	Óxido de cinc	
Ejemplo 229	Contenido (%)	45	50	5	
Ejemplo 230	Contenido (%)	45	45	10	
Ejemplo 231	Contenido (%)	45	40	15	
	Material de partida	Polvo de núcleo	Dióxido de titanio	Nitruro de boro	Óxido de cinc
Ejemplo 232	Contenido (%)	45	30	5	20
Ejemplo 233	Contenido (%)	45	35	5	15
Ejemplo 234	Contenido (%)	45	40	5	10
	Material de partida	Polvo de núcleo	Dióxido de titanio	Nitruro de boro	Talco
Ejemplo 235	Contenido (%)	45	40	5	10
Ejemplo 236	Contenido (%)	45	45	5	5
	Material de partida	Polvo de núcleo	Dióxido de titanio	Óxido de cinc	Talco
Ejemplo 237	Contenido (%)	45	30	15	10
Ejemplo	Contenido (%)	45	40	10	5

238					
Ejemplo 239	Contenido (%)	45	40	5	10
	Material de partida	Polvo de núcleo	Dióxido de titanio	Óxido de cinc	Mica
Ejemplo 240	Contenido (%)	45	30	15	10
Ejemplo 241	Contenido (%)	45	40	10	5
Ejemplo 242	Contenido (%)	45	40	5	10

Como puede verse en la Fig. 16, la etapa de formación de la capa de recubrimiento inorgánica sobre la cápsula de color en el ejemplo 226 mostró el efecto de aumentar el poder de cobertura de la cápsula de color.

5 En los ejemplos 227 a 228, a medida que aumentaba el contenido de dióxido de titanio que constituye la capa de recubrimiento inorgánica de la cápsula de color, aumentaba el poder de cobertura de la cápsula de color, y a medida que aumentaba el contenido de nitruro de boro, aumentaban el poder de cobertura, la sensación y el brillo de la cápsula de color.

10 En los ejemplos 229 a 231, el dióxido de titanio usado como pigmento blanco aumentó el poder de cobertura de la cápsula de color al tiempo que mostraba la capacidad de bloqueo SPF (región UVB). Igualmente, el uso de óxido de cinc, que tiene un poder de cobertura algo menor en comparación con el dióxido de titanio, pero que tiene la capacidad de bloquear SPF en otra región UV (UVA), pudo aumentar el poder de cobertura de la cápsula de color al tiempo que proporcionaba cápsulas de color capaces de bloquear la luz en las regiones UV AB.

15 En los ejemplos 232 a 234 podían esperarse los efectos de los ejemplos 227 a 231, y el caso que tenía el mayor contenido de dióxido de titanio mostró el mayor poder de cobertura.

20 En los ejemplos 235 a 236 podían obtenerse los mismos efectos que los de los ejemplos 227 a 228, y se añadió talco con el fin de aumentar el efecto de mejora de la sensación que puede obtenerse usando nitruro de boro. Este efecto de mejora de la sensación se aumentó adicionalmente a medida que aumentaba el contenido de talco.

En los ejemplos 237 a 239 podían obtenerse los mismos efectos que los de los ejemplos 229 a 231 y podía obtenerse el efecto de mejora de la sensación usando talco en lugar de nitruro de boro.

25 En los ejemplos 240 a 242 podían obtenerse los mismos efectos que los de los ejemplos 229 a 231 y podía obtenerse el efecto de mejora de la sensación usando mica en lugar de nitruro de boro o talco. A medida que aumentaba el contenido de mica, se mejoraba adicionalmente la sensación de las cápsulas de color.

30 **Ejemplos 243 a 245: Preparación de composiciones cosméticas que contienen cápsulas de color**

**Ejemplo 243: Preparación de una emulsión en crema de emulsión W/O que contiene cápsulas de color**

35 Se añadieron 4,56 g de las cápsulas de color recubiertas preparadas en el ejemplo 226 a y se mezclaron con 95,44 g de una composición a base de crema W/O, preparando así una crema. Los componentes y contenidos específicos de la composición a base de crema W/O se muestran en la tabla 13 a continuación.

[Tabla 13]

Formulación de emulsión WO	
Componentes	Contenidos (partes en peso)
KF-6033	2,00
Tegosoft CT	3,00
TiO2 CR50 OTS	4,50
Mica SDM	1,50
Perfomalene 400	0,30
Ozoquerita	0,50
Abil WE-09	4,00

LP/fitoescualano/Nexbase 2006	3,00
CEH	5,00
Acetato de Vit E	0,20
Bentongel GTCC V	6,00
BSG 250/Puresil CM	2,00
SF0015Z/DC 345	6,00
M.P	0,20
1,3 BG (80°C)	1,00
MGSO <sub>4</sub> ·7H <sub>2</sub> O	1,20
EDTA-2NA	0,04
Elestab CPN (clorfenesina)	0,15
1,3 BG	5,00
Glicerina	3,00
Keltrol F	0,06
Agua DI	46,79
FeO (amarillo)	3,50
FeO (rojo)	0,80
FeO (negro)	0,26
Total	100

**Ejemplo 244: Preparación de crema de emulsión W/O que contiene cápsulas de color**

5 Se añadieron 4,56 g de las cápsulas de color recubiertas preparadas en el ejemplo 226 a y se mezclaron con 95,44 g de una composición a base de crema W/S, preparando de ese modo una crema. Los componentes y contenidos específicos de la composición a base de crema W/S se muestran en la tabla 14 a continuación.

[Tabla 14]

Formulación de emulsión W/S	
Componentes	Contenidos (partes en peso)
KF-6028	2,00
SF0015Z/DC345	3,00
TiO <sub>2</sub> CR50 OTS	4,00
Mica SDM	1,50
Abil wax 9801	1,00
Abil EM-90	2,00
DC 9040	4,00
Sf0015Z/DC345	5,00
KF56/DC556/SF5600	3,00
DC200F 16cs/SF1000N-20	4,00
Bentongel VS 5 PCV	6,00
M.P	0,20
1,3 BG (80°C)	1,00
NaCl	1,50
EDTA-2Na	0,02
Elestab CPN (clorfenesina)	0,15

Formulación de emulsión W/S	
Componentes	Contenidos (partes en peso)
1,3 BG	5,00
Glicerina	3,00
Agua DI	47,07
Hialuronato de Na al 1%	2,00
FeO (amarillo)	3,50
FeO (rojo)	0,80
FeO (negro)	0,26
Total	100,00

**Ejemplo 245: Preparación de formulación de crema de emulsión O/W que contiene cápsulas de color**

- 5 Se añadieron 4,56 g de las cápsulas de color recubiertas preparadas en el ejemplo 226 a y se mezclaron con 95,44 g de una composición a base de crema O/W, preparando de ese modo una crema. Los componentes y contenidos específicos de la composición a base de crema W/O se muestran en la tabla 15 a continuación.

[Tabla 15]

Formulación de emulsión O/W	
Componentes	Contenidos (partes en peso)
CETOS KD	1,50
GMS 105	1,50
Arlacel #165	1,50
Tween #60	1,00
Arl #83	0,50
D-M	0,10
D-P	0,10
Fitoescualano	3,00
Puresyn 4	3,00
DC200 100cs	0,50
Agua DI	77,24
,3 BG	5,00
Sepiplus #400	0,50
FeO (amarillo)	3,50
FeO (rojo)	0,80
FeO (negro)	0,26
Total	100,00

10 Medición de las coordenadas de color de partículas

Se midieron las coordenadas de color de cada una de las formulaciones de crema preparadas en los ejemplos 243, 244 y 245 y los resultados de la medición se muestran en la tabla 16 a continuación.

[Tabla 16]

	Coordenadas de color		
	L*	a*	b*
Ejemplo 243 (formulación de emulsión W/O)	74,866	13,958	31,359
Ejemplo 244 (formulación de emulsión W/S)	73,872	14,914	32,540
Ejemplo 245 (formulación de emulsión O/W)	63,549	13,231	30,479

- 5 Como puede verse en la tabla 16 anterior, las cápsulas de color preparadas según la presente invención mostraron coordenadas de color similares en las formulaciones anteriores (el motivo por el cual la claridad de la formulación de emulsión O/W era baja era porque no se usó TiO<sub>2</sub> en la crema de base), lo que sugiere que las cápsulas de color pueden usarse de manera estable en todas las formulaciones. Esto indica que la presente invención soluciona el problema porque, debido a las propiedades de hinchamiento de las cápsulas difieren entre las formulaciones de emulsión, el color expresado cuando las partículas de cápsulas se rompen difiere entre las formulaciones de emulsión.
- 10 Según la presente invención pueden solucionarse los problemas descritos anteriormente que se producen durante la preparación de las partículas de cápsula de color, y puede obtenerse una composición cosmética de color que tiene propiedades únicas mejoradas, tales como coordenadas de color y poder de cobertura mejorados.
- 15 Tal como se describió anteriormente, en la composición de cápsula con color de la presente invención, el polímero y el plastificante que hincha el polímero se usan de modo que las cápsulas se rompan fácilmente en condiciones específicas. Puede conferirse porosidad a las partículas de cápsula usando un secador por pulverización simple para potenciar los efectos de las partículas de cápsula.
- 20 Además, según la presente invención, pueden prepararse partículas de núcleo-envuelta que tienen poder de cobertura formando simplemente en la pared externa del núcleo una capa de recubrimiento de dióxido de carbono, nitruro de boro, etc., que tienen poder de cobertura.
- 25 Además, según la presente invención, dado que no se usa tensioactivo durante la formación de las partículas de cápsula, las propiedades físicas del producto final pueden controlarse fácilmente, y por tanto puede reducirse el número de etapas de proceso adicionales. Cuando se usa el secador por pulverización, puede realizarse un proceso de secado al mismo tiempo que el proceso de formación de partículas, y por tanto no se genera agua residual, reduciendo así el coste de producción.
- 30 Además, dado que se usa el sistema de secado por pulverización cerrado, un disolvente volátil que se genera durante el proceso de secado puede recircularse sin desecharse, y el proceso de preparación es respetuoso con el medio ambiente.
- 35 Mientras tanto, pueden prepararse cápsulas de color que contienen pigmentos orgánicos o inorgánicos naturales o sintéticos que pueden expresar una amplia gama de colores.
- Además, las cápsulas de color preparadas según la presente invención pueden usarse para preparar formulaciones de emulsión W/O, formulaciones de emulsión W/S y formulaciones de emulsión O/W.
- 40 Aunque las realizaciones preferidas de la presente invención se han descrito con fines ilustrativos, los expertos en la técnica apreciarán que son posibles diversas modificaciones, adiciones y sustituciones, sin apartarse del alcance y el espíritu de la invención tal como se da a conocer en las reivindicaciones adjuntas.

**REIVINDICACIONES**

- 1.- Un método para preparar una composición de cápsula con color para cosméticos, comprendiendo el método las etapas de:
- 5 mezclar uniformemente un pigmento de color, un plastificante y un polímero en un primer disolvente para producir una primera disolución de mezcla;
- 10 secar por pulverización la primera disolución de mezcla para producir partículas de núcleo en las que el pigmento de color está cubierto por el polímero;
- mezclar uniformemente las partículas de núcleo obtenidas, un pigmento funcional y un segundo disolvente para producir una segunda disolución de mezcla y
- 15 secar por pulverización la segunda disolución de mezcla para producir partículas de cápsula en cada una de las cuales se forma una capa de recubrimiento del pigmento funcional en la superficie externa del polímero;
- 20 en el que en la etapa de producción de la primera disolución de mezcla, el polímero, el pigmento de color y el plastificante se usan en cantidades del 5-15% en peso, el 70-90% en peso y el 5-15% en peso, respectivamente, basado en el peso total del polímero, el pigmento de color y el plastificante, y en la etapa de producción de la segunda disolución de mezcla, las partículas de núcleo y el pigmento funcional se usan en cantidades del 80-40% en peso y el 20-60% en peso, respectivamente, basado en el peso total de las partículas de núcleo y el pigmento funcional;
- 25 y en el que los disolventes primero y segundo son uno cualquiera seleccionado del grupo que consiste en acetona, etanol y agua destilada.
- 2.- El método según la reivindicación 1, en el que el polímero es uno cualquiera seleccionado del grupo que consiste en poliéster, una emulsión de poliéster, poliaminometacrilato, polivinilpirrolidona, hidroxipropilmetilcelulosa y goma laca.
- 30 3.- El método según la reivindicación 1, en el que el plastificante es uno cualquiera seleccionado del grupo que consiste en 1,3-butanodiol, polietilenglicol, dipropilenglicol y una mezcla de dos o más de los mismos.
- 35 4.- El método según la reivindicación 1, en el que el pigmento de color es uno cualquiera seleccionado del grupo que consiste en pigmentos de óxido de hierro, pigmentos orgánicos, colorantes de lago y pigmentos naturales.
- 5.- El método según la reivindicación 1, en el que se añade adicionalmente ácido graso a la primera disolución de mezcla.
- 40 6.- El método según la reivindicación 5, en el que el ácido graso es uno cualquiera seleccionado del grupo que consiste en ácido esteárico, ácido palmítico, ácido oleico, ácido linoleico y ácido linolénico.
- 45 7.- El método según la reivindicación 1, en el que el pigmento funcional es uno cualquiera seleccionado del grupo que consiste en dióxido de titanio, óxido de cinc, nitruro de boro, talco, mica y una mezcla de dos o más de los mismos.
- 50 8.- El método según la reivindicación 1, en el que la etapa de producción de las partículas de núcleo y las etapas de producción de las partículas de cápsula comprenden secar por pulverización la primera disolución de mezcla y la segunda disolución de mezcla y cribar con tamiz las partículas secadas.



FIG. 1

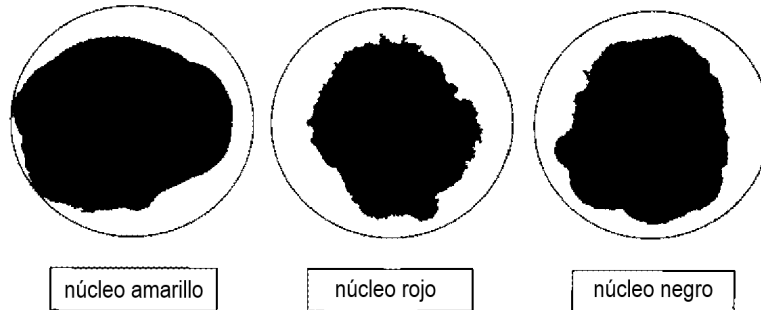


FIG. 2

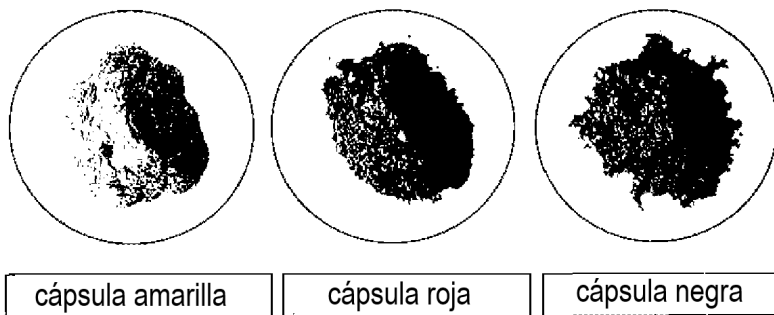
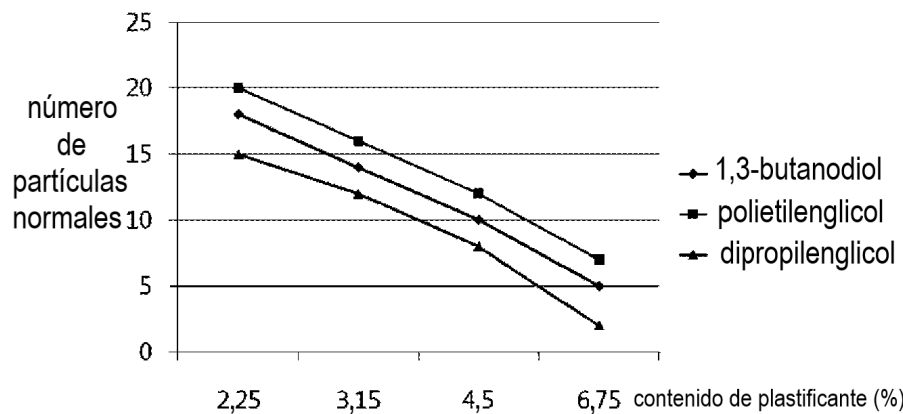
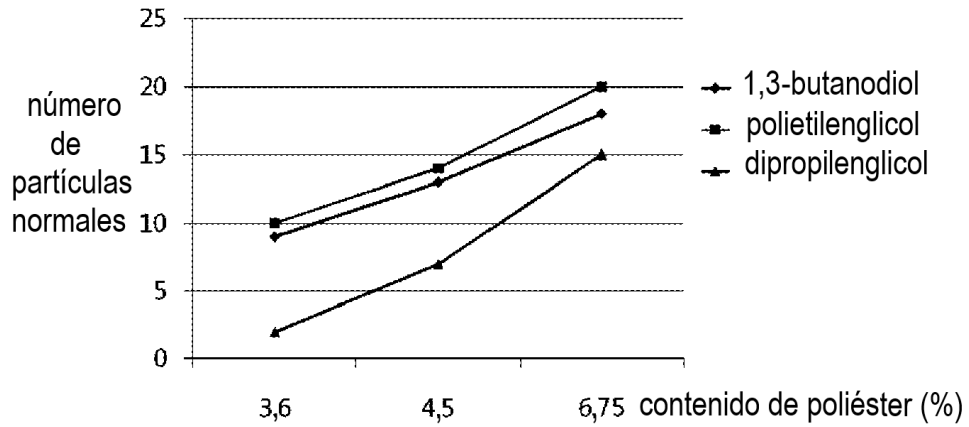


FIG. 3



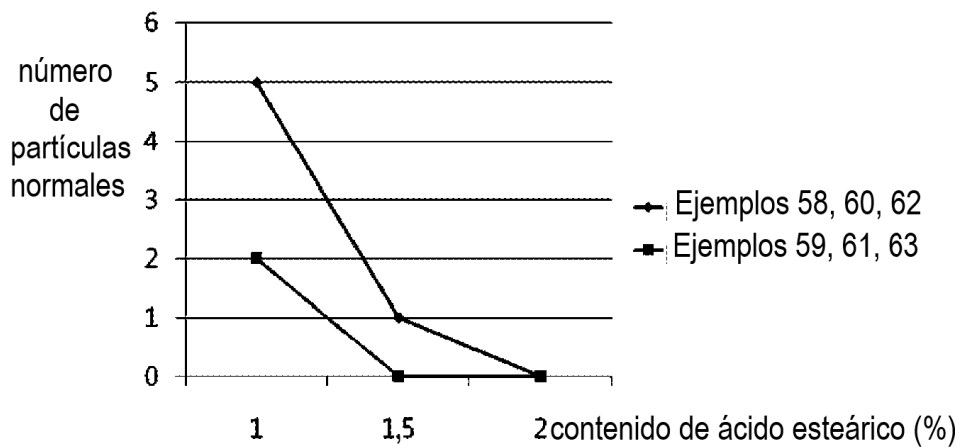
Cambio en la dureza de las partículas según el cambio en el contenido de plastificante en los ejemplos 31 a 57 (contenido de poliéster: 6,75%)

FIG. 4



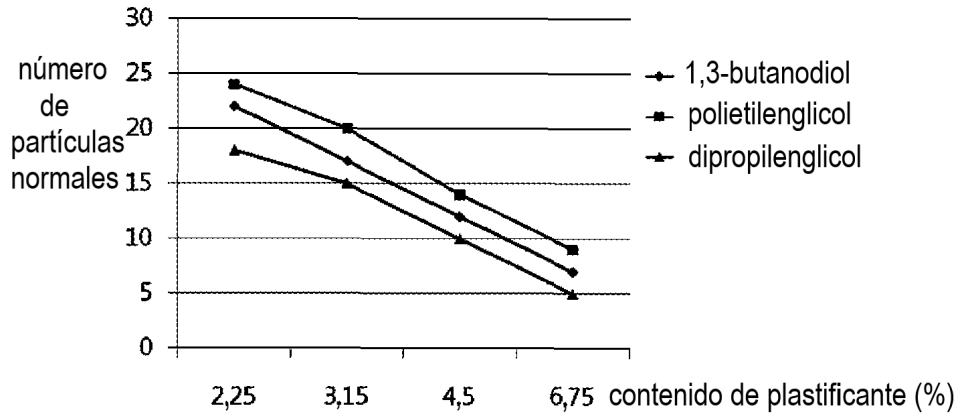
Cambio en la dureza de las partículas según el cambio en el contenido de poliéster en los ejemplos 31 a 57 (contenido de plastificante: 2,25%)

FIG. 5



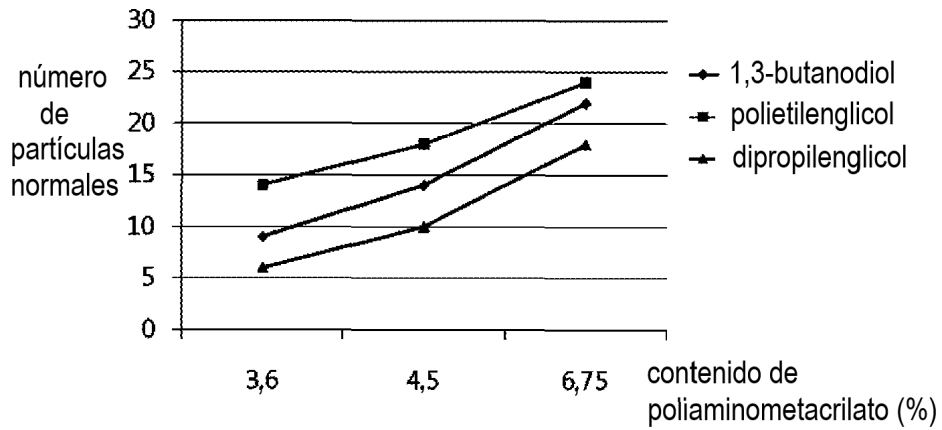
Cambio en la dureza de las partículas según el cambio en el contenido de ácido graso en los ejemplos 58 a 63

FIG. 6



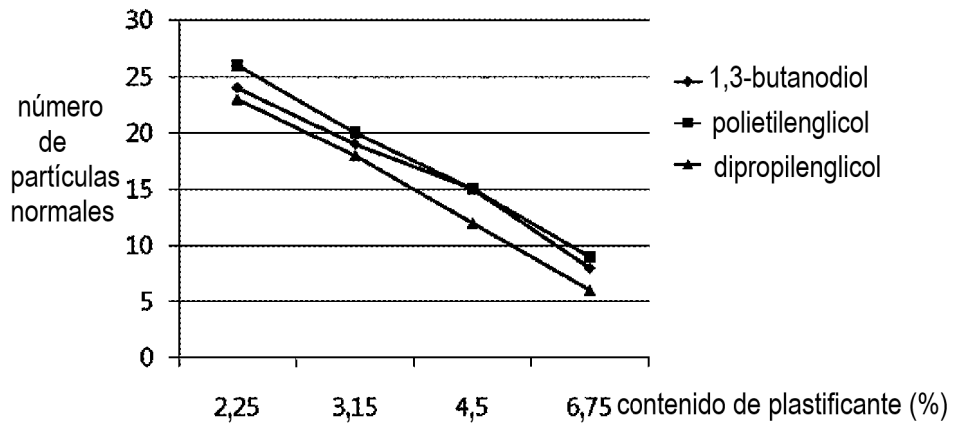
Cambio en la dureza de las partículas según el cambio en el contenido de plastificante en los ejemplos 64 a 90 (contenido de poliaminometacrilato: 6,75%)

FIG. 7



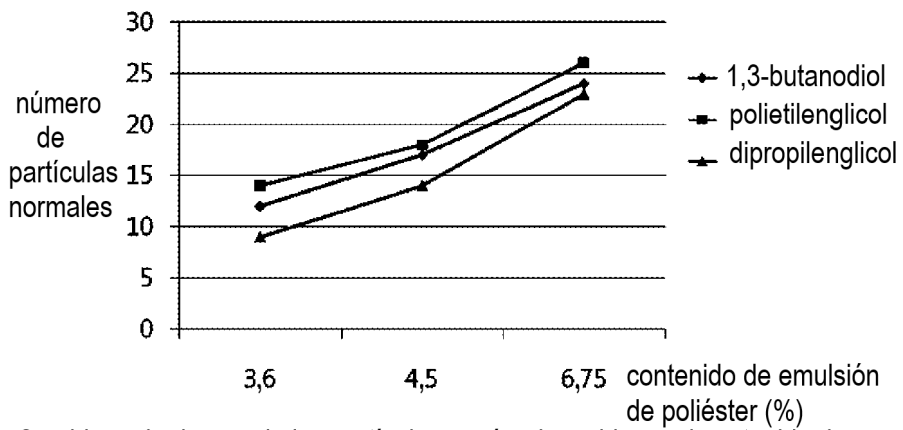
Cambio en la dureza de las partículas según el cambio en el contenido de poliaminometacrilato en los ejemplos 64 a 90 (contenido de plastificante: 2,25%)

FIG. 8



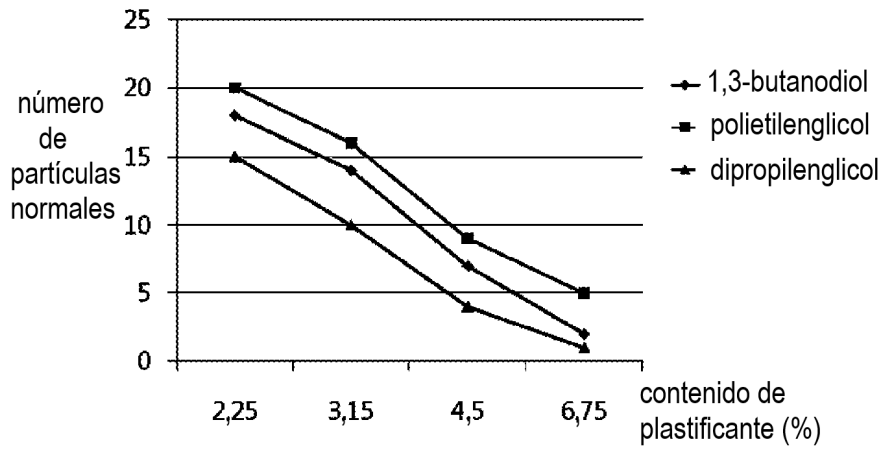
Cambio en la dureza de las partículas según el cambio en el contenido de plastificante en los ejemplos 91 a 117 (contenido de emulsión de poliéster: 6,75%)

FIG. 9



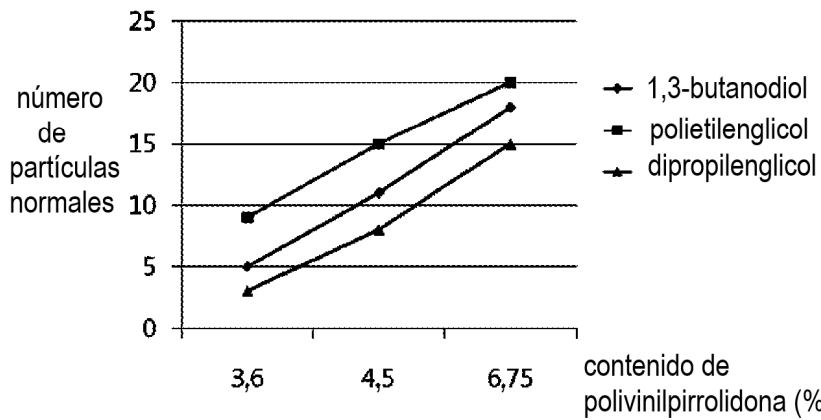
Cambio en la dureza de las partículas según el cambio en el contenido de emulsión de poliéster en los ejemplos 91 a 117 (contenido de plastificante: 2,25%)

FIG. 10



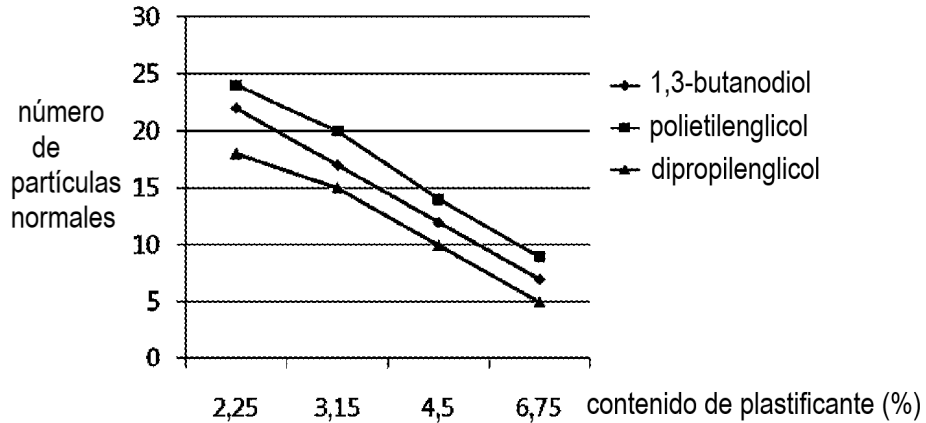
Cambio en la dureza de las partículas según el cambio en el contenido de plastificante en los ejemplos 118 a 144 (contenido de polivinilpirrolidona: 6,75%)

FIG. 11



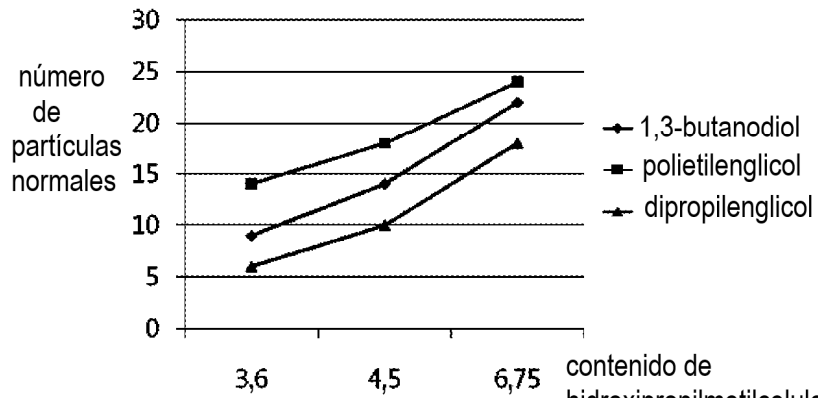
Cambio en la dureza de las partículas según el cambio en el contenido de polivinilpirrolidona en los ejemplos 118 a 144 (contenido de plastificante: 2,25%)

FIG. 12



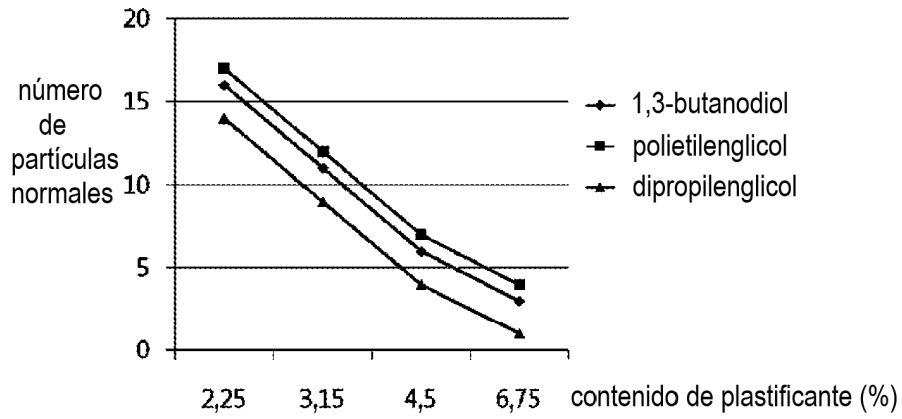
Cambio en la dureza de las partículas según el cambio en el contenido de plastificante en los ejemplos 145 a 171 (contenido de hidroximetilcelulosa: 6,75%)

FIG. 13



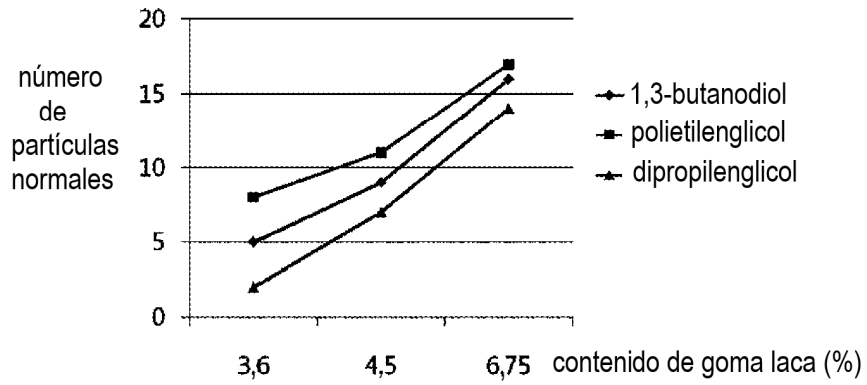
Cambio en la dureza de las partículas según el cambio en el contenido de hidroxipropilmetilcelulosa en los ejemplos 145 a 171 (contenido de plastificante: 2,25%)

FIG. 14



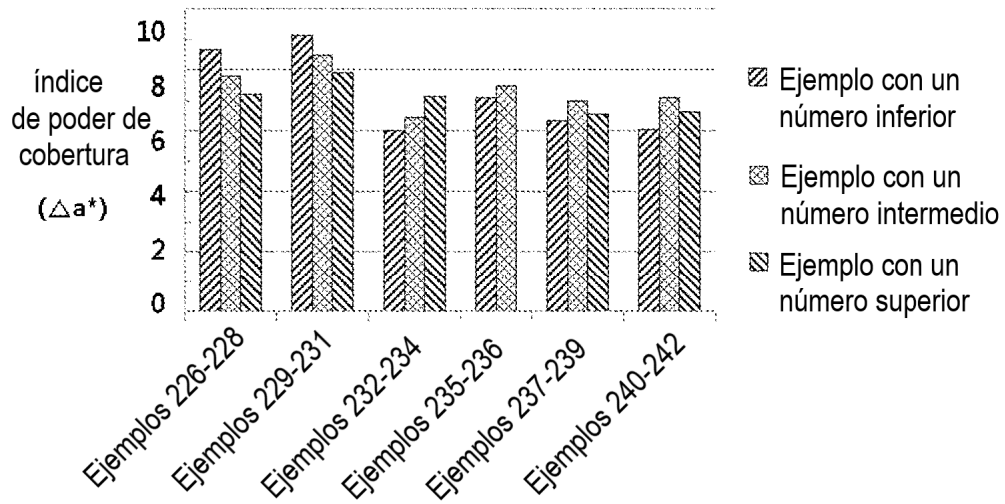
Cambio en la dureza de las partículas según el cambio en el contenido de plastificante en los ejemplos 172 a 198 (contenido de goma laca: 6,75%)

FIG. 15



Cambio en la dureza de las partículas según el cambio en el contenido de goma laca en los ejemplos 172 a 198 (contenido de plastificante: 2,25%)

FIG. 16



Cambio en el poder de cobertura según el cambio en el contenido de capa de recubrimiento inorgánica en los ejemplos 226 a 242