

324631



324631

324631

PATENTE DE INVENCION

Que por veinte años para España y sus posesiones se solicita, a favor de THE NATIONAL CASH REGISTER COMPANY, de nacionalidad estadounidense, domiciliada en DAYTON, OHIO, (Estados Unidos) por: "METODO PARA LIMITAR LA PROFUNDIDAD DE PENETRACION DE MATERIAL PARTICULADO EN UNA RED HUMEDA DE MATERIAL FIBROSO, Y EL RESULTADO DE LA OPERACION "

MEMORIA DESCRIPTIVA

Esta invención se refiere a un método para limitar la profundidad de penetración de materiales grandemente divididos en particulas (que para abreviar, convencionalmente llamaremos "materiales particulados ") en una lámina de material fibroso, y se refiere también al resul-



24 MAR 1966

tado de la operación.

324631

10

En especial, esta invención se refiere a un método para limitar la profundidad de penetración en una hoja de material marcador, como el papel, durante el periodo de su fabricación, de manera que en la hoja acabada todo el material marcador particulado esté prácticamente dispuesto en el interior de la hoja en un extrato o capa que sólo ocupe una fracción del espesor del material de la hoja, medido desde la superficie de ésta.

15

20

La invención encuentra su mejor aplicación en los sistemas de copia piezosensibles donde los componentes marcadores están separados entre sí, y al menos uno de ellos está contenido en micro-cápsulas que se puedan romper por presión. En los sistemas piezosensibles conocidos con anterioridad, las cápsulas que contienen uno de los componentes marcadores revisten el material de la hoja, como en el papel acabado, para proporcionar cualquiera que sea el caso, bien una materia para la hoja "autónoma" que contiene también al menos otro componente reactivo marcador, o bien un material para la hoja "transferente "

25

324631

24 MA



que se utiliza con otra de recepción que contiene el otro
componente o componentes marcadores. En estos sistemas an-
teriores, el revestimiento del material de hoja fibroso
con las cápsulas, consiste en retener una porción impor-
tante de las cápsulas en la superficie de la lámina, mien-
tras que una porción menor pero notoria de las cápsulas
pasa al interior del material de la hoja. El tener las
cápsulas en la superficie de la lámina hace a ésta algo
sensible a la presión y por tanto a un grado indeseable
de mancha. Además, la superficie capsular dá un cierto
grado de rugosidad al tacto de la hoja en relación con el
suave acabado que se obtiene con una lámina no revestida.
Es más, la presencia de las cápsulas en la superficie,
produce cierto arrastre de las hojas por el mecanismo de
impresión durante esta operación .

Un evidente y bien conocido medio de solventar
las mencionadas dificultades es mezclar las cápsulas con la
pulpa de papel antes de la formación de la mámina, o
distribuir generalmente las cápsulas en todo el cuerpo
de la hoja. Tales esfuerzos, sin embargo, han resultado

324631

24 MAR



insuficientes debido al enorme porcentaje de escape y
pérdida de cápsulas por drenaje desde la red embriona-
ria del papel, la distribución dispersa de las cápsulas
restante en la hoja debido a la presencia de esfuerzos
divergentes, al tamaño relativo de las cápsulas y a la
50 configuración de los intersticios entre las fibras.

Estas desventajas resultan aliviadas por el método
de la invención que utiliza un fenómeno de concentración
para limitar la penetración de las cápsulas, o de cual -
55 quier material particulado aplicado a la hoja fibrosa húme-
da lo que permite la producción de material de hojas donde
la masa del material particulado es retenido aproximada -
mente en un 10 al 20% del espesor de la lámina acañada, medie
do desde una de las superficies. Esta unilateralidad de la
60 lámina respecto al material particulado es más ventajosa
en el material normalizado puesto que se requiere menos
material marcador para producir marcado comercialmente
aceptable, que cuando el material marcador se dispersa por
todo el material normalizado, y así, permite un ahorro con-
65 siderable en la fabricación del citado material .

324631

24 MAR



70 De acuerdo con la invención, hay un método de limitar la profundidad de la penetración de material particulado en una red húmeda de material fibroso suficientemente libre como para permitir el drenaje a través de una dispersión líquida del material particulado, en donde, práctica y simultáneamente, con la aplicación del material particulado a una superficie de la red, se produce un líquido viscoso concentrado de un material polímero dentro de un espesor limitado de la red en la proximidad de la

75 citada superficie, el cual reúne el material particulado y las fibras en la red, ligandose dicho material particulado con las fibras dentro de la citada limitada profundidad.

80 De acuerdo con otro aspecto de la invención, hay un método de producir una lámina de material fibroso que mantenga a una profundidad limitada y predeterminada de una de sus superficies partículas de material particulado, que consiste en aplicar una solución líquida del material particulado a una red húmeda de material fibroso teniendo

85 incorporada o aplicada una solución de un polímero aglome-

324631

24



rable formador de película e induciendo la aglomeración del citado material polímero cuando el material particulado ha penetrado en la red fibrosa hasta una profundidad pre-determinada para unir las citadas partículas hasta una profundidad entremezcladas entre las fibras de la red, y prensando y secando la red así formada.

Se sabe que ciertos cambios en las soluciones líquidas de materiales polímeros formadores de película causan una separación de regiones en la solución, produciendo una región líquida relativamente viscosa, rica en material polímero y una región líquida pobre en polímero. Este fenómeno de separación de regiones se refiere a la aglomeración y la región relativamente viscosa se conoce como aglomerada o solución aglomerada, mientras que la región pobre en polímeros es considerada como "líquido en equilibrio".

La aglomeración en soluciones de polímeros puede inducirse de diversas maneras, En la aglomeración simple, un material polímero homogéneo en solución y que contiene un solo polímero se fuerza a separarse, por adición de un agente microiónico o por un cambio inducido por un agente

324631

24 MAR



110 físico, como la temperatura, en la región aglomerada vis-
cosa y en la de equilibrio que contiene la mayor parte del
solvente. En la aglomeración compleja los materiales polí-
meros de carga eléctrica opuesta coactúan bajo circunstan-
cias apropiadas para dar lugar a la aparición de un com-
plejo relativamente viscoso de los materiales polímeros. La
separación de regiones en una solución homogénea de un ma-
terial polímero y la aparición de una región aglomerada
viscosa puede lograrse también introduciendo en la solu-
115 ción un segundo polímero incompatible o bien de un no sol-
vente para el material polímero que haciendo disminuir la
solubilidad del material polímero disuelto cause por tanto
la separación.

120 Hemos encontrado ahora que la aglomeración se puede
provocar dentro de un espesor limitado de una red fibro-
sa húmeda aplicando uno o más de los componentes esenciales
en la separación de regiones a un lado de la red embrio-
naria. Una región aglomerada viscosa aparecerá inmediata-
mente y actuará como unión para el material particulado
125 añadido simultáneamente a la red. La región viscosa se



forma dentro de la red en un estrato bien definido practicamente inmediato a la superficie del lado de la red a la que se ha aplicado la solución, dicha región viscosa humedece y se adhiere a las fibras próximas, envuelve y
130 forma una matriz para todo el material particulado dentro de la zona de espesor en que se observa la separación de regiones.

Cualquier material particulado, sólido o líquido, dispersable como región separada en un medio líquido, puede añadirse a la red embrionaria pero por conveniencia descriptiva,
135 y para ilustrar varias aplicaciones de la invención, la presente Memoria hará resaltar el empleo de la invención a un sistema útil en la preparación de material normalizado marcador piezosensible empleando diminutas cápsulas como
140 partículas. Antes de proceder a este estudio parece conveniente determinar algunos requisitos amplios del sistema al tiempo de aparición de la región aglomerada separada, particularmente en relación con la naturaleza de los componentes esenciales respecto de ellos mismos y a las fibras
145 de la red.

324631

24



Generalmente, al comienzo de la captación de partículas en y entre las fibras, tres regiones que son mutuamente incompatibles en el sentido de que cada región es identificable, deben estar presentes, a) una región líquida continua que hace de vehículo dentro del material de la red, b) una región discontinua de diminutas partículas móviles de una región aglomerada formadora de película de un material polímero dispersado en el vehículo, y c) una región discontinua de diminutas partículas de materia ya sea sólida o líquida, y dispersadas en la región aglomerada.

Las partículas móviles líquidas de la región aglomerada producida deben ser capaces de humedecer el material particulado y las fibras de la red, para así envolver las partículas y unirse ellas mismas y el material particulado a las fibras.

Cuando el material particulado es sólido, el secado de la red solo dá lugar a un material de hoja donde el material particulado tiene una penetración limitada. Cuando el material particulado es totalmente líquido, puede requerirse el endurecimiento por agente químicos u otros

324631



medios, de la región aglomerada que rodea al material particulado líquido antes del secado de la red para conseguir una lámina acabada.

170

En todos los procedimientos, las concentraciones y condiciones necesarias para dar lugar a la región aglomerada puede ser predefinidos y la formación de la lámina de material fibroso embrionaria, llevada de tal manera que en el momento en que los diferentes componentes esenciales para que tenga lugar la separación de regiones se llevan a una proximidad entre sí las concentraciones y condiciones adecuadas estarán presentes dentro de los límites de la citada porción de la sección espesa de la hoja de material fibroso donde se desea restringir la penetración del material particulado. Debe tenerse cuidado en la amplitud de la región viscosa que aparece como un exceso en la adición de los componentes esenciales para la formación de la región viscosa que producirían una masa de aglomerado que oscurece o reduce prácticamente la capacidad de la red embrionaria de deshacerse del agua contenida y por tanto adquirir la fuerza suficiente para mantener

175

180

185

324631



su integridad durante el secado. Además, resulta antieconómico el añadir materiales en exceso.

Considerando ahora la aplicación de la invención a la producción del material piezosensible marcador, en el método preferido las fibras de papel que tienen en su interior un material separador de regiones, tal como, por ejemplo, un polímero de una polaridad, forma una red húmeda sobre una máquina para la fabricación de papel, y mientras la red tiene un contenido líquido notorio esto es, un 95%, se introduce en la parte superior de la red una solución de un material polímero de baja viscosidad, de polaridad opuesta que tiene dispersas en su seno diminutas cápsulas que llevan componentes marcadores. Al contacto de la solución del material polímero introducida con la red, aparece una región aglomerada de un líquido viscoso, que actuando como lazo de unión, envuelve a las cápsulas y las une a las fibras próximas, y deja salir el líquido sobrante. La región separada de aglomerado viscoso que se forma, se sitúa en las fibras de la parte superior. Esta formación de la región aglomerada sucede antes de que la solución

324631

24



introducida haya tenido ocasión de penetrar más que una fracción del espesor de la red, y esta penetración limitada se mantiene durante el prensado inmediato y el secado, que se realizan en la producción de la lámina acabada. La
210 región aglomerada una vez secada del líquido que contiene, se convierte en un material firme sujeto a deformación. Esta lámina acabada tiene encerradas en la parte superior de su espesor total, practicamente todas las cápsulas añadidas, que se mantienen dentro de una matriz del complejo
215 seco fibroso polímero.

Se puede formar un material para hojas fibroso de una solución líquida, generalmente acuosa, o bien de material húmedo de fibras formadoras de papel que constituyen una red fibrosa practicamente unificada, las fibras más comunes son la celulosa y las de pulpa de madera, que se utilizan ordinariamente para fabricación de papel. Otras fibras discontinuas orientadas, pueden ser utilizadas, como
220 las comunmente llamadas "fibrils " mica y placas de mica sintética, u otros sólidos formadores de fibras, tales como
225 fibras de poliacrilonitrilos poliésteres y poliamidas, que

324631

24 M



pueden depositarse en una máquina de falsicar papel para formar un papel unificado o una red parecida al papel.

230 Debe obsérvarse que la lámina de material no necesita ser papel, y el material particulado no necesita consistir en cápsulas. Si se utilizan cápsulas, pueden variar de acuerdo con el origen tamaño, contenido, material de las paredes y estructura. La invención que de encontrar varias aplicaciones cuando se desee una lámina de material que tenga utilidad.

235 En la presente Memoria el adjunto dibujo ilustra un procedimiento de fabricación y, los aparatos adecuados para llevar a cabo el proceso de acuerdo con la invención, más particularmente para la fabricación de láminas con material marcador que se rompa por presión en una máquina de papel
240 Fourdrinier.

Las figuras 1ª y 2ª, esquemáticas muestran los componentes de la máquina de papel Fourdrinier, y los aparatos para la introducción de los materiales utilizados en la práctica de esta invención.

245 En la figura 1ª, la caja 10 contiene una solución acuo-



sa de pulpa de papel, que se pasa a una cinta sin fin -11-
mesas de rodillos -12- y cajas de sujección 13. El mate-
rial particulado, cuya penetración ha de ser limitada, se
añade a la red embrionaria en forma ción en dicha cinta
250 sin fin -11- y en el rodillo afilegranador -14-. Tras aban-
donar la cinta sin fin -11- en el rodillo de imprimación
-15-, la red (W) creada pasa a través de una serie de
prensas -16-, -17- y -18- y de ahí, por una serie de tam-
bores secantes -19- hasta un rodillo enrollador -20 - .

255 La Figura 2ª, representa una vista esquemática más de-
tallada donde se muestra el amacenamiento de los materiales
formadores de láminas La distribución y recirculación des-
de la sección de cinta sin fin de la máquina Fourdrinier
hasta los recipientes de almacenamiento de talas materia-
260 les, y la aplicación de la solución líquida al rodillo de
afilegranado.

En la figura 2ª, se vé como se introduce material pe-
sado, resina y alumbre, a través de tuberías de alimenta-
ción -40 - y -41- respectivamente, en un mezclador -20-
265 y luego a una tina de alimentación -21- donde se mezclan

324631



con agua del depósito -22- a través del conducto -23-. La
solución resultante puede diluirse posteriormente añadien-
do agua a través del conducto -24-, tras lo cual, la masa se
hace pasar por un refinador Jones 25 y junto con el agua de-
270 positada en el tanque -42- y más agua por el tubo -43-, que
de ser necesario se bombea por medio de -26- la masa sigue
por un conducto -27- hasta la entrada del recipiente de al-
macenamiento -28-, donde hay un material que interviene en
una separación de regiones inmediata como un sol de almi-
275 dón catiónico que se añade a través de la tubería de ali-
mentación -44- y se ajusta la concentración con el tubo
-45-. La solución resultante se mide en una pantalla Bird
-29- colocada en el conducto -30-, hasta que la masa llega
a la caja -31- y desde allí a la cinta sin fin Fourdrinier
280 -32-, donde se forma una red embrionaria -W-, y pasa por
encima de las cajas de succión -51-. La red embrionaria
continúa hacia el rodillo afiligranador -33-, cuya criba
está suministrada por una solución que comprende la mate-
ria particulada dispersa, por ejemplo, en una solución
285 acuosa de goma Karaya contenida en la caja -46- en la que

324631

24



se puede añadir agua por medio del tubo -50- y la solución se saca por la bomba -47- de un cubo distribuidor -48- suministrado con el material particulado por el tubo -49-.

290 Debe entenderse que la descripción hecha de las Figs. 1ª y 2ª, es meramente ilustrativa. La cápsulas u otros materiales particulados pueden añadirse por otros medios distintos del cubo distribuidor y en cualquier punto en la formación de la red, habida cuenta de que la red al tiempo de efectuar la adición del material particulado
295 esté suficientemente húmeda y penetrable, bien sea por razón del líquido que no haya sido drenado o debido a que el material particulado se haya añadido en solución líquida, para permitir la aparición de una solución líquida relativamente viscosa de material polímero y su
300 fijación en las fibras. Por consiguiente, mientras el procedimiento preferido, como se muestra en las Figs. 1ª y 2ª, pide la adición de las cápsulas en el rodillo de afiligranado, donde bajo el procedimiento normal para la fabricación de papel, el contenido de humedad de la
305

324631

2



310 red embrionaria del material de las láminas es del ór-
den del 92 al 98% en peso de agua, la solución capsular
puede ser añadida en otro punto, teniendo siempre que la
red del material permita la suficiente penetración del
material capsular en la red, y habida cuenta de que haya
dentro de la red las condiciones y concentraciones ade-
cuadas de los componentes necesarios para la formación de
una solución líquida viscosa de material polímero.

315 A continuación se desarrollan ejemplos del método
que produce una penetración controlada de las cápsulas
en la red del papel.

EJEMPLO I

320 Lo que sigue es una descripción de la realización
preferida de la invención, como se lleva a cabo utilizan-
do los pasos y aparatos mostrados en las Figuras 1ª, y
2ª, y donde se añaden minúsculas cápsulas a una red
Fourdrinier. Goma Karaya hay en la solución capsular,
y en la pulpa hay un almidón catiónico derivado de una
amina cuaternaria; estos materiales, goma Karaya y al-
midón catiónico, actúan en conjunto para dar lugar a la
325

324631

24



aparición dentro de la lámina de fibras húmedas, de una
región líquida relativamente viscosa, que en su forma
está constituida como una pluralidad de agrupaciones. La
región líquida formada se reduce en volumen, y, al con-
traerse a partir del volumen original ocupado por la so-
lución, se rompe en agrupaciones que llevan con ellas las
cápsulas asociadas, las cuales quedan de esta manera en-
vueltas. Las agrupaciones por sí mismas, cuando se forman
entre las fibras superiores, las humedecen y quedando
adheridas a ellas aseguran y unen las cápsulas contra
el hundimiento en la lámina, y forman así un estrato o
capa . La mayoría de las agrupaciones y cápsulas asocia-
das quedan retenidas en el espesor superior del 10 al
20% de la lámina, medido desde la superficie de entra-
da. Practicamente, ninguna cápsula se hunde más allá de
la mitad del espesor de la lámina. Cuando esta red húme-
da se prensa y seca, las agrupaciones se encogen por
pérdida de solvente, y dejan que el material polímero de
unión, y las cápsulas permanezcan en su lugar respecto
del espesor de la lámina.

324631

24 MA



Se hicieron varias pruebas bajo diversas circunstancias, y las condiciones y características del papel que se produjo están reunidas en la Tabla I.

350 La solución de goma Karaya y la del almidón catiónico se prepararon de la manera siguiente: 4,5 libras de goma Karaya seca en polvo se agitaron con 50 galones de agua utilizando un mezclador adecuado. Cinco minutos después de haber añadido toda la goma se detuvo el agitador. La solución de goma Karaya se dejó reposar durante dos
355 horas y se puso el agitador en movimiento otra vez durante otros cinco minutos. Después de dejar reposar la solución durante otras dos horas cuyos períodos de tiempo permiten la hidratación de la goma Karaya, se añadieron 2,7 libras de hidróxido amónico al 29% con agitación para
360 deacetilar la goma Karaya. Después de cinco minutos, el agitador se detuvo y se cubrió el tambor. Antes de reunir la solución de goma Karaya y la solución capsular, se diluyeron 50 galones de la solución de goma Karaya con agua hasta 542 galones, ó 0,1% de goma Karaya sobre una base sólida.
365

324631

24



El almidón catiónico (Q-TAC 3891 Corn Products) en solución se preparó por calentamiento de una solución del almidón a 195° F por un mínimo de quince minutos para tener un 1% en peso de solución almidón en agua .

370

Se prepararon las soluciones capsulares ácida y básica. Para la preparación de una solución ácida, se disolvieron (BLMB) azul de metileno benzoil leuco y (CVL) cristales violeta de lactona en una mezcla de difenilo clorado (Aroclor) y queroseno (Magn Flux) . El aceite resultante se dispersó en una solución acuosa de gelatina. A esta dispersión se añadió goma arábiga y anhídrido polivinil

375

metil maleico (PVM/MA) que, tras de hacer disminuir el pH con ácido acético debidamente diluido, dá lugar a la formación de una solución agrupada de gelatina, depositándose tal alrededor y formando paredes embrionarias de la cápsula en la vecindad de las gotitas dispersas de aceite. Seguidamente, las paredes embrionarias se fijaron por enfriamiento y se endurecieron con glutaraldehído. La relación en peso del aceite a la gelatina era del orden de

380

10:1 y el diámetro medio de las gotas del agregado resultante se dispersó en una solución acuosa de gelatina. A esta dispersión se añadió goma arábiga y anhídrido polivinil metil maleico (PVM/MA) que, tras de hacer disminuir el pH con ácido acético debidamente diluido, dá lugar a la formación de una solución agrupada de gelatina, depositándose tal alrededor y formando paredes embrionarias de la cápsula en la vecindad de las gotitas dispersas de aceite. Seguidamente, las paredes embrionarias se fijaron por enfriamiento y se endurecieron con glutaraldehído. La relación en peso del aceite a la gelatina era del orden de

385

10:1 y el diámetro medio de las gotas del agregado resultante se dispersó en una solución acuosa de gelatina. A esta dispersión se añadió goma arábiga y anhídrido polivinil metil maleico (PVM/MA) que, tras de hacer disminuir el pH con ácido acético debidamente diluido, dá lugar a la formación de una solución agrupada de gelatina, depositándose tal alrededor y formando paredes embrionarias de la cápsula en la vecindad de las gotitas dispersas de aceite. Seguidamente, las paredes embrionarias se fijaron por enfriamiento y se endurecieron con glutaraldehído. La relación en peso del aceite a la gelatina era del orden de

324631



2 1966

tantes era del orden de 8 a 12 micrones.

El proceso de preparación de una solución básica es análogo al de la solución ácida con la diferencia de que, tras endurecer con glutaraldehído, se añade PVM/MA, y el pH se eleva a 10 con sosa cáustica al 20%:

En alguno de los experimentos, se utilizó la solución ácida, y en otros crupo de experimentos se utilizó la solución básica, y, cuando ésta se utilizó, las soluciones capsulares se modificaron de la siguiente manera:

395	<u>material</u>	<u>peso seco</u>	<u>peso húmedo</u>
	cápsulas solución ácida	455,	2.400
	solución goma Karaya	<u>2,28</u>	<u>2.280</u>
		457,28	4.680
		9,75% solidos	
400	Cápsulas solución básica	76,	405
	solución goma Karaya	<u>0,4</u>	<u>400</u>
		76,4	805
		9,5% solidos.	

Tanto para las soluciones ácidas como las básicas, la solución capsular modificada con goma Karaya se prepara

324631

24 MAR 1966



ró pasando primeramente la solución capsular por un molino coloidal y añadiendo entonces la solución de goma Karaya en el cubo de distribución.

410 La pulpa utilizada en cada uno de los experimentos referidos en la tabla I, era de un 75% de Kraft blanqueado y 25% de sulfito, refinada hasta un grado nominal Jordan de 250 cc. Canadian Standard a 30°C. La pulpa se trató con 1,2% de rosina y alumbre 2,4%. No se hizo ajuste alguno en el valor del pH.

415 La solución de almidón otiónica se añadió a 600 cc. de la pulpa preparada en cantidades como las que se indican para los diferentes ensayos en la tabla I, basándose en el peso de la pulpa.

420 La pulpa modificada se colocó con seis litros de agua en un molde, y se dejó, que el líquido drenara a través de la criba del citado molde para formar una red húmeda con un contenido de humedad del 92 al 98%. La criba que contenía la red húmeda se transfirió a una mesa de revestido, donde se llevó la solución acuosa capsular modificada por la parte superior de la red húmeda, utili-

425

324631

24 M



zando un rodillo nº 22 Meyer, y teniendo cuidado de no
estropear la red. A continuación la lámina se retiró de
la criba y ambas superficies se cubrieron entre papeles se-
cantes. Esta superposición se prensó en una prensa hidraú-
lica Williams durante 30 segundos a 50 libras por pulga -
430 da cuadrada. La lámina prensada, con un contenido en húme-
dad aproximado del 75%, se retiró de entre los secantes
y se secó en un secador rotatorio a 195º F. durante tres
minutos . Las condiciones operatorias se describen en la
435 Tabla I.

-

-

-

-

-

-

-

-

-

-



Experimento nº	1,	2	3	4	5	6	7	8	9	10	
velocidad de la máquina, pies/min!	700	700	700	700	700	700	700	700	500	565	
concentrac. alum- bre % (solid.pul- pa seca)	2,4	2,4	2,4	2,4	2,4	2,4	2,4	2,4	2,4	2,4	
conc.rosina % (so- lid. pulpa seca)	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2	
% en peso capsu- las en sol.capsu- lar ácida.	2,85	1,30	1,96				3,0	3,0	3,0	1,95	2,6
básica				1,74	1,74						
almidón catiónico sólidos % (almi- don sólido en so- lución)	0,99	0,90	0,97	0,96	0,96	1,0	1,0	1,0	0,9	1,5	
almidón catiónico aplicado en la ca- becera. % en pulpa	2,9	2,6	2,9	2,8	2,8	4,3	4,3	4,3	3,8	4,4	
Consistencia Jor- dan %.	2,60	2,50	2,54	2,46	2,56	2,00	2,84	2,84	2,54	2,60	
grado Jordan en cc.	265	252	224	246	274	385	420	420	455	272	
consistencia en cabecera %	,54	,60	,48	,56	,53	---	---	---	0,58	0,49	
grado en cabecera cc.	125	132	94	129	127	---	---	---	---	79	
tiempo del experi- mento, minutos.	10	10	50	15	15	20	10	10	30	10	
montones papel/ minuto *	1,92	1,92	1,92	1,92	1,92	1,92	1,92	1,92	1,37	1,55	
humedad de la red en el rodillo afi- ligranador.	92- 93%	92- 93%	92- 93%	92- 93%	92- 93%	92- 93%	95- 96%	97- 98%	96- 97%	95- 96%	
intensidad de im- presión **	66	61	50	60	57	67	48	57	54	62	
resistencia al **	98	98	96	92	92	99	99	99	98	98	
peso cápsula.mon- ton (25 x 38"/ 500).	2,1	2,3	3,0	2,8	2,3	2,2	3,0	2,5	2,8	2,9	

* Calculado sobre la base de anchura de la red húmeda de 108 pulg.

** descrito después.

324631

24



EJEMPLO II

440 Aquí se hace la descripción de una serie de experimentos en los que se añadieron pequeñas cápsulas y materia particulada a una red húmeda de papel fibroso en una máquina para la fabricación de papel Fourdrinier para la obtención de papel normalizado "autosuficiente", Goma Karaya, sílice coloidal, arcilla se agregaron a una solución capsular modificada, y almidón catiónico fue añadido a la pulpa. La solución Karaya-arcilla se añadió en
445 el rodillo deafiligranado, como en la figura 1ª.

Las soluciones, de goma Karaya y almidón catiónico se prepararon como en el ejemplo 1, y las cápsulas embrionarias se hicieron análogas a la solución ácida, pero después de endurecer con glutaraldehído, la solución aglomerada se trató con sílice coloidal. La relación de peso final de aceite a gelatina fue del orden
450 de 3,5 a 1, y el diámetro medio del agregado resultante de gotas individuales fue del orden de 8 a 12 micrones.

455 La solución capsular resultante se modificó de la

324631

24 MAR



manera siguiente:

	<u>material</u>	<u>peso seco</u>	<u>Peso húmedo</u>
	solución capsular	672	3360
460	Almidon de patata oxi- dado (Goma Essex 1390)	130	469
	Sílice coloidal (Ludox AS)	221	738
	Caolín (atomizado sa- tin)	200	200
465	Cloruro de Cinc	78	330
	Goma Karaya	<u>3,25</u>	<u>325</u>
		1,304,25	5,422

% de sólidos en total 24%

Sólidos capsulares como % de sólidos totales. 51,5%

470

La anterior solución modificada se preparó mez-
clando primeramente la arcilla caolín y la solución
capsular, y pasando esta mezcla por un molino coloi-
dal. El almidón, la sílice coloidal y el cloruro de
cinc se agitaron juntos. La solución de goma Karaya se
añadió en último lugar, inmediatamente antes de utilizar
la.

475

La pulpa utilizada fue un 75% de Kraft blanquea-
do y 25% de sulfito refinado a un nominal Jordan de
420 cc. Standard Canadiense a 30° C. La pulpa se tra-
tó con 1,2% de rosina y 2,4% de alumbre basado en la

480

324631

24



pulpa. Se añadió ácido sulfúrico concentrado a la tina de alimentación para controlar el pH. La pulpa se modificó y la lámina se preparó como en el ejemplo 1.

485

Una vez que la lámina embrionaria tiene las partículas fijadas a ella en un estrato debajo de una de las superficies de cuya posición no pueden moverse, pueden llevarse a cabo las operaciones inmediatas en la red. Cualquiera otra aplicación de materiales puede llevarse a cabo en la red, mientras está húmeda, bien sea cuando se está prensando, o en el proceso de conversión de la lámina acabada, como se desee, en vistas al uso a que se destine.

490

495

a este respecto, pueden darse uno o más revestimientos en cualquiera de las superficies, como se quiera.

Los datos operaciones para estos experimentos se dan en la Tabla II.

--

324631

24 MAR



TABLA II

Experimento nº	1	2	3	4	5
vel. máquina pies/minuto	500	500	500	500	500
concentración alumbre %	2,4	2,4	2,4	2,4	2,4
concentración rosina %	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2
peso sólidos en la solución capsular modificada, %	4,35	4,35	4,35	4,35	5,0
tiempo del experimento	7	3	27	10	42
montones de papel/minuto *	1,37	1,37	1,37	1,37	1,37
sólidos almidón catiónico %	0,94	0,94	0,94	0,94	0,94
almidón catiónico aplicado a la cabecera % de pulpa	1,96	2,68	3,72	4,76	4,76
Consistencia Jordan %	2,22	2,22	2,22	2,22	2,33
libertad Jordan, cc.	418	414	410	405	485
pH Jordan	3,5	3,4	3,3	3,2	3,8
consistencia en cabecera %	0,37	0,36	0,36	0,35	0,40
LIBERTAD En cabecera cc.	164	165	167	168	199
pH en cabecera	4,5	4,3	4,2	4,1	4,5
pH bandeja	4,3	4,2	4,2	4,1	4,5
humedad de la red en el rodilloafiligranador %	95-96	95-96	95-96	95-96	97-98
intensidad de impresión **	46	46	43	56	46
resistencia a la mancha **	85	89	89	96	88
peso cápsula / montón (25" x 38"/500).	5,8	5,2	5,3	5,2	5,2

* Calculado sobre la base de red húmeda de 108 pulgadas de ancho.
 ** Descrito después.

324631

24

EJEMPLO III

500 En este ejemplo, la materia particulada, cuya penetración en la red fibrosa húmeda ha de ser limitada, es un tinte soluble en aceite, Azo Blue Black B.

505 Se disolvió en agua dióxido de titanio, utilizando silicato sódico y nonil fenoxi polietoxi etanol (Triton n-100) como agentes disolventes . A esta solución se añadió el Azo Blue Black sólido en forma de polvo, y toda la mezcla se homogenizó en un aparato Waring. Tras esto, y antes de su uso, se agitó en etanol una solución de goma Karaya (0,1%) y se añadió como agente antiespumante. La formulación para esta solución es la siguiente:

510	Material	Peso seco, gramos	Peso húmedo gramos.
	Titanox TiO_2	20	20
	SiO_4Na_2 5%	0,5	10
	Nonil fenoxi polietoxi etanol (Tritón N-100)		5
515	Agua		300
	Azo Blue Black B.	5	5

324631 24



	Solución goma Karaya	,025	25
	0,1%		
520		<hr/> 25,525	<hr/> 365

4 gotas de octanol.

La pulpa utilizada era similar a la que se utilizó en el ejemplo 1.

525 La pulpa con 0,5% de sólidos se modificó por la adición de almidón catiónico de 5% (Q-TAC 3891) basada en el peso de fibra seca. El almidón catiónico se añadió como solución acuosa al 1% y la lámina se preparó como se describe en el ejemplo 1.

530 En los ejemplos anteriores se utilizó goma Karaya y almidón catiónico para dar lugar a la producción de la región líquida viscosa dentro de la red de fibras húmeda. En lugar de la goma Karaya se pueden utilizar otros materiales polímeros en la solución capsular, tal como gelatina, caseína, metil celulosa, carboxi metil celulosa, goma tragacanto, goma Guar, goma de acacia, copolímeros del anhídrido polivinil metil maleico, copolímeros del anhídrido polietileno maleico y mezclas semejantes. En lugar del almidón catiónico, puede añadirse a la

32463124 MA



540 Pulpa otro material como por ejemplo, goma arábica,
urea, polietilénimina. Si se utiliza pulpa con alumbre
rosina, el alumbre libre puede actuar como agente induc-
tor de separación de regiones.

545 Si se utilizan dos componentes para inducir la se-
paración de regiones no es esencial incluirlos en el sis-
tema como se dice más arriba. se han obtenido buenos re-
sultados por adición del almidón catiónico a la cápsula
y un copolímero del anhídrido polietileno maleico a la
pulpa, la aglomeración es un fenómeno bien conocido en
la química de los polímeros y, por consiguiente, la ele-
550 cción de sistemas y material en los que o por los cuales
pueda ser inducido, debe estar a cargo de una persona
conocedora de la materia.

555 La limitación de la penetración de las cápsulas den-
tro de la lámina se comprobó para cada una de las mues-
tras preparadas de acuerdo con los ejemplos 1 y 2 dis-
poniendo cada superficie de la lámina muestra contra la
otra lámina que contiene arcilla de atapulgita y apli-
cando una marca a presión. En todas las muestras, cuando
la superficie superior de la muestra que tiene el con-
560 tenido capsular está adyacente a la lámina de recepción

324631 24



y se aplica presión, se produce una marca distintiva en la lámina de recepción. Por el contrario, cuando el otro o el lado de la criba de la lámina muestra se coloca adyacente a la lámina de recepción y se aplica presión no se forma marca alguna en la lámina de recepción. Esta prueba establece claramente que la penetración de las cápsulas en las láminas muestra está limitada a una profundidad menor que el espesor del papel como de otra forma, hubieran las cápsulas penetrado enteramente en el papel, se hubiera producido una marca en el papel de recepción, sin tener en cuenta qué lado de la lámina muestra se colocó adyacente a la lámina de recepción. Utilizando la prueba llamada "split test" en la que la lámina que se ha de comprobar se pone a remojo en agua y luego se hace pasar entre dos rodillos pulimentados, con la superficie de los citados rodillos una temperatura inferior a la de congelación (aproximadamente 28° F) la lámina de prueba se secciona por un plano a lo largo de todo su espesor. Una lámina preparada de acuerdo con el experimento nº 3 de la tabla I se seccionó sucesivamente

324631 24 MAR 1954



585 como se describe antes, para dar secciones de $1/2$, $1/4$ y $1/8$ del espesor de la lámina de prueba. La determinación del peso de cápsulas existentes en cada una de las secciones enumeradas, mostró que el 59% de las cápsulas estaban en la superficie de la sección de $1/8$, el 87% de las cápsulas estaban en la sección $1/4$ y el 96% de las cápsulas en la superficie de la sección $1/2$.

590 Esto demuestra la efectividad del presente proceso, considerando que el espesor total de la muestra era de unos 4mm. y el tamaño de las partículas de las cápsulas que era de 4 a 10 micrones, y también teniendo en cuenta las fuerzas de gravedad y succión desarrolladas en la máquina para la fabricación del papel.

595 Hundiendo las cápsulas dentro de la lámina resulta menos efectiva como material piezosensible marcador, cuya evidencia en contrario surge en la intensidad de impresión reportada y la resistencia a la mancha que se obtiene cuando se utilizan láminas fabricadas de acuerdo con las enseñanzas de esta invención.

600 Para la determinación de la intensidad de impre-



605 sión, se produce una marca normal tomando una lámina que tenga las cápsulas que contienen el tinte revestidas en su superficie exterior, y colocando dicha superficie contra la superficie de otra segunda lámina recubierta que tiene el otro componente marcador y donde se hace presión en las dos láminas sobre una zona de la lámina, para producir una zona marcada por transferencia del contenido de las cápsulas rotas a la segunda lámina. Las reflexiones de luz incidente de la zona sin marcar y de la zona marcada después de un período de tiempo (20 minutos) se miden entonces y se comparan. 610 La intensidad de impresión es la relación de la reflexión de la zona marcada a la de la zona sin marcar multiplicada por 100; cuanto menor sea esa relación más intensa será la marca. 615

En muchas ocasiones, cuando el papel contenía un peso comparable de material capsular, el valor de la intensidad de impresión era similar a o comparable ventajosamente con el del papel corriente comercial recubierto con cápsulas. 620

324631

24 MAR



La resistencia a la mancha es una medida de las propiedades friccionales del material y se determina en general disponiendo una lámina que contiene un reactivo marcador complementario que completa la reacción de marcado en la lámina, de manera que las superficies que llevan el reactivo coloreado de las dos láminas estén en contacto, colocando sobre el citado par de láminas un peso establecido y llevando la lámina superior a lo largo de la inferior (muestra) una distancia fija en dirección de máquina y en una dirección cruzada del papel. La reflexión de la zona de la lámina superior que estaba bajo el peso, se mide . La resistencia a la mancha es en este caso la relación de la reflexión de la zona sometida a peso respecto a la dela zona del fondo multiplicada por 100.

La limitación de la penetración del material particulado dentro de la lámina de papel se probó para la muestra preparada de acuerdo con el ejemplo III, disponiendo cada superficie de la lámina de prueba adyacente al lado revestido de una lámina especialmente prepa-



645 rada (revestido de conversión, con las cápsulas con
aceite sólomente, sin tinte, y aplicando una presión
de marcado. Cuando la superficie superior de la lámina
de prueba tuvo adyacente a la lámina especialmente pre-
parada y revestida con cápsulas, se produjo una marca
650 distintiva en la lámina de prueba. Por el contrario cuan-
do el lado de la criba de la lámina de prueba se colocó
adyacente a la lámina especialmente preparada y se apli-
có presión, no se produjo marca alguna en la lámina de
655 prueba. Esta prueba establece claramente que la penetración
del material particulado (el Azo Blue Black B) en el
interior de la lámina está limitado a una profundidad
dentro del espesor del papel, pues, de otra forma
hubiera penetrado el material particulado enteramente
660 en el papel, y se hubiera producido una marca en la lá-
mina de prueba sin tener en cuenta qué lado de la lámina
de prueba estaba adyacente al lados revestido de la lámina
especial.

N O T A

660 La Patente de Invención que por veinte años se so-
licita deberá recaer sobre las siguientes:

324631

REIVINDICACIONES

24 MAR.



665 1ª.-METODO PARA LIMITAR LA PROFUNDIDAD DE PENETRA-
CION DE MATERIAL PARTICULADO EN UNA RED HUMEDA DE MATERIAL
FIBROSO, Y EL RESULTADO DE LA OPERACION, caracterizado
en que al propio tiempo que se aplica a la superficie de
la red el material particulado se produce un aglomerado
viscoso de material polímero dentro del espesor limitado
de la red, el cual aglomerado humedece el material parti-
culado y las fibras de la red y se une a ambos dentro del
citado espesor limitado.

670 2ª.-METODO PARA LIMITAR LA PROFUNDIDAD DE PENETRA-
CION DE MATERIAL PARTICULADO EN UNA RED HUMEDA DE MATERIAL
FIBROSO, Y EL RESULTADO DE LA OPERACION, de acuerdo con la
reivindicación anterior, caracterizado en que el material
particulado se aplica a la superficie de la red disuelto
675 en una solución de un material polímero formador de pelí-
cula y aglomerable, donde un material inductor de separa-
ción en regiones se distribuye en la superficie de la red
o dentro de ésta al menos en la proximidad de la citada
superficie.

680 3ª.-METODO PARA LIMITAR LA PROFUNDIDAD DE PENETRA -

324631

24 MAR



685 CION DE MATERIAL PARTICULADO EN UNA RED HUMEDA DE MATERIAL
FIBROSO, Y EL RESULTADO DE LA OPERACION, de acuerdo con
la reivindicación 2ª, caracterizado en que el material polí-
mero utilizado es goma Karaya tratada con amoníaco y como
material inductor de separación en regiones un almidón
catiónico.

690 4ª. METODO PARA LIMITAR LA PROFUNDIDAD DE PENETRA
CION DE MATERIAL PARTICULADO EN UNA RED HUMEDA DE MATERIAL
FIBROSO, Y EL RESULTADO DE LA OPERACION, en el cual la ob-
tención de la lámina de material fibroso en dichas con-
diciones consiste en aplicar una solución líquida del ma-
terial particulado a una solución de un material polí-
mero formador de películas, aglomerable e inducir la
aglomeración del citado material polímero cuando el ma-
695 terial particulado ha penetrado en la red fibrosa hasta
una profundidad predeterminada para unir las correspon-
dientes partículas a la citada profundidad entre las fi-
bras de la red, y después prensar y secar dicha red.

700 5ª. METODO PARA LIMITAR LA PROFUNDIDAD DE PENETRA
CION DE MATERIAL PARTICULADO EN UNA RED HUMEDA DE MATERIAL

324631

24 MAR



705

FIBROSO, Y EL RESULTADO DE LA OPERACION, de acuerdo con la reivindicación 4ª, caracterizado en que el material particulado se diluye en la solución del material polímero aglomerable que se suministra a la superficie de la red y se suministra bien allí o al menos en las proximidades de dicha superficie un material inductor de separación de regiones.

710

6ª.-METODO PARA LIMITAR LA PROFUNDIDAD DE PENETRACION DE MATERIAL PARTICULADO EN UNA RED HUMEDA DE MATERIAL FIBROSO, Y EL RESULTADO DE LA OPERACION, de acuerdo con la reivindicación 5ª, caracterizado en que el material polímero es goma tratada con amoníaco y el material inductor de separación de regiones es un almidón catiónico.

715

7ª.-METODO PARA LIMITAR LA PROFUNDIDAD DE PENETRACION DE MATERIAL PARTICULADO EN UNA RED HUMEDA DE MATERIAL FIBROSO, Y EL RESULTADO DE LA OPERACION; de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes caracterizado en que la red húmeda comprende fibras de papel con un noventa y dos a un noventa y ocho de agua.

720

8ª.-METODO PARA LIMITAR LA PROFUNDIDAD DE PENETRA

324631

24 MAR. 1966



725 CION DE MATERIAL PARTICULADO EN UNA RED HUMEDA DE MATERIAL FIBROSO, Y EL RESULTADO DE LA OPERACION, de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes caracterizado en que el material particulado consiste en micro cápsulas que se rompen por presión y que contienen un componente sólido o líquido.

730 9ª.-METODO PARA LIMITAR LA PROFUNDIDAD DE PENETRACION DE MATERIAL PARTICULADO EN UNA RED HUMEDA DE MATERIAL FIBROSO, Y EL RESULTADO DE LA OPERACION, de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1ª, a 7ª, donde el material particulado consiste en una mezcla de material particulado sólido con micro cápsulas que se rompen por presión y que contienen un líquido componente.

735 10ª.-METODO PARA LIMITAR LA PROFUNDIDAD DE PENETRACION DE MATERIAL PARTICULADO EN UNA RED HUMEDA DE MATERIAL FIBROSO, Y EL RESULTADO DE LA OPERACION, de acuerdo con las reivindicaciones 8ª y 9ª, caracterizado en que el citado líquido componente contiene un pigmento o tinte capaz de producir una marca visible.

740 11ª.-METODO PARA LIMITAR LA PROFUNDIDAD DE PENETRACION DE MATERIAL PARTICULADO EN UNA RED HUMEDA DE MATERIAL FIBROSO, Y EL RESULTADO DE LA OPERACION,

324631

24 MAR



ACION DE MATERIAL PARTICULADO EN UNA RED HUMEDA DE MATERIAL

FIBROSO, Y EL RESULTADO DE LA OPERACION, de acuerdo con

cualquiera de las reivindicaciones 4ª a 6ª, caracteri-
zado por el resultado de una lámina de material fibroso.

745

12ª. METODO PARA LIMITAR LA PROFUNDIDAD DE PENETRA

ACION DE MATERIAL PARTICULADO EN UNA RED HUMEDA DE MATERIAL

FIBROSO, Y EL RESULTADO DE LA OPERACION, de acuerdo con

los ejemplos primero y segundo, caracterizado por el
resultado de láminas piezosensibles marcadoras.

750

13ª. METODO PARA LIMITAR LA PROFUNDIDAD DE PENETRA

ACION DE MATERIAL PARTICULADO EN UNA RED HUMEDA DE MATERIAL

FIBROSO, Y EL RESULTADO DE LA OPERACION "

Todo ello según queda descrito y reivindicado

en la presente memoria descriptiva que consta de cuaren-

755

ta y dos hojas foliadas y mecanografiadas por una sola

324631

24 MAR



a la que la ilustran los dibujos que la acompañan.

Madrid,
24 MAR. 1966

CARLOS BALLESTERO

P. P.

32-631

324631

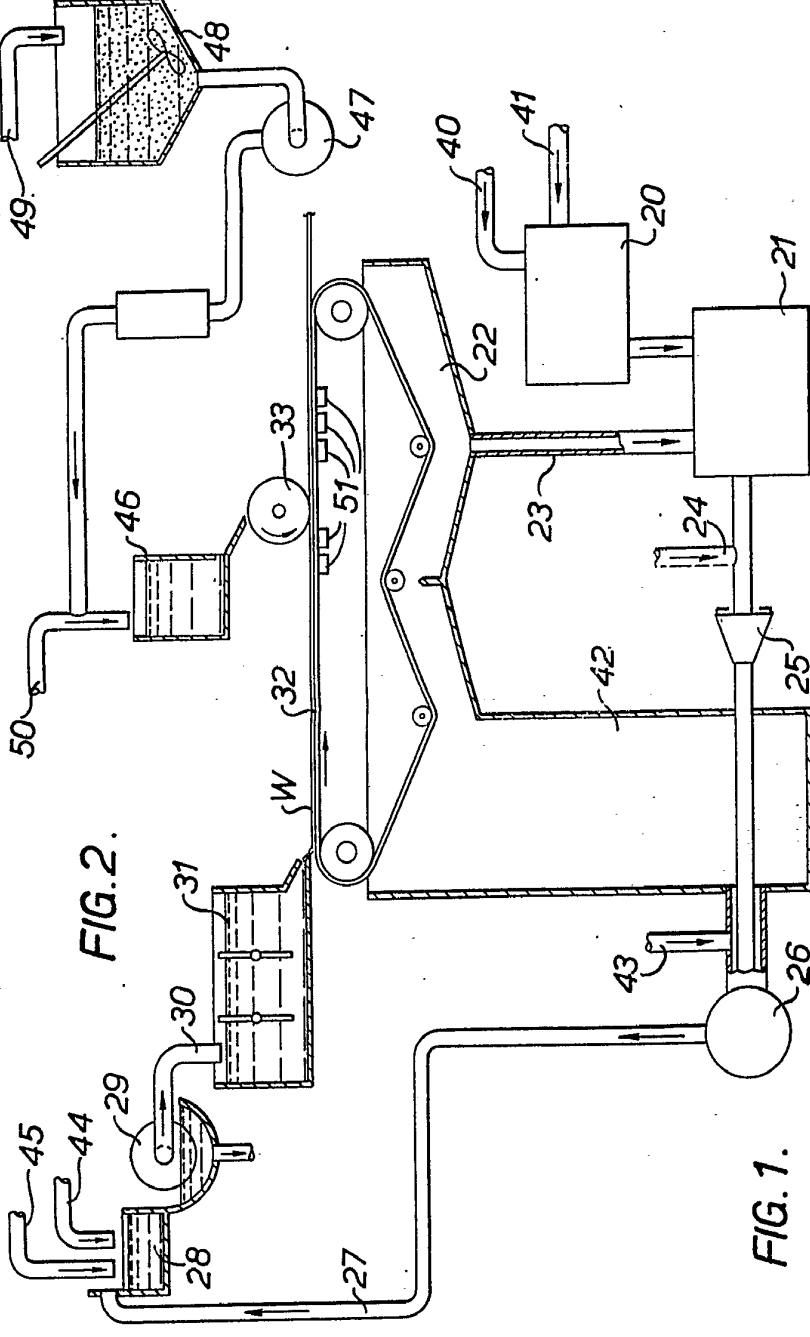
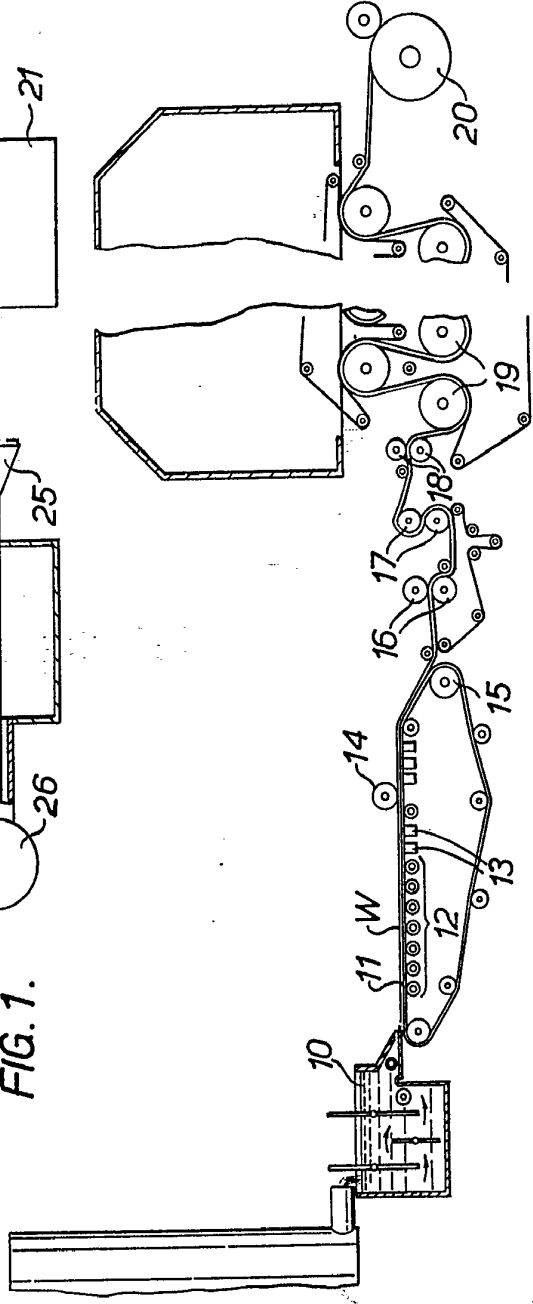


FIG. 2.

FIG. 1.



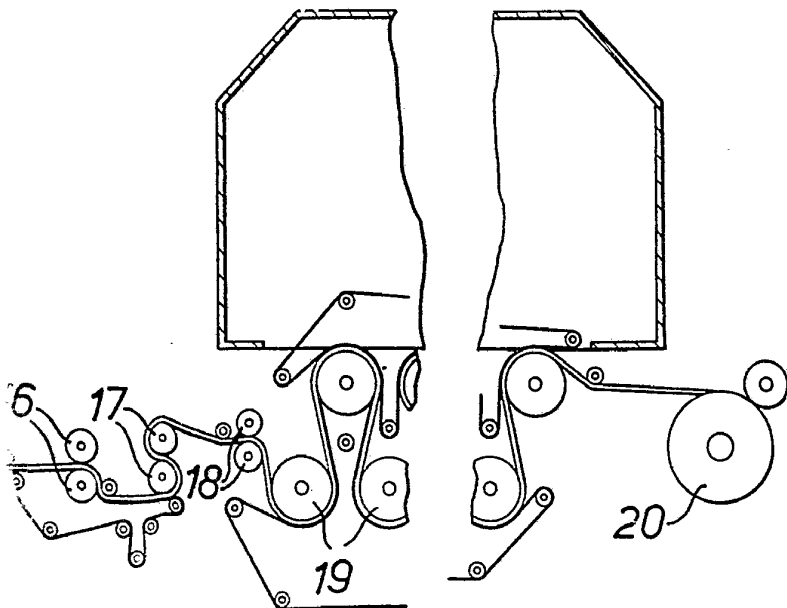
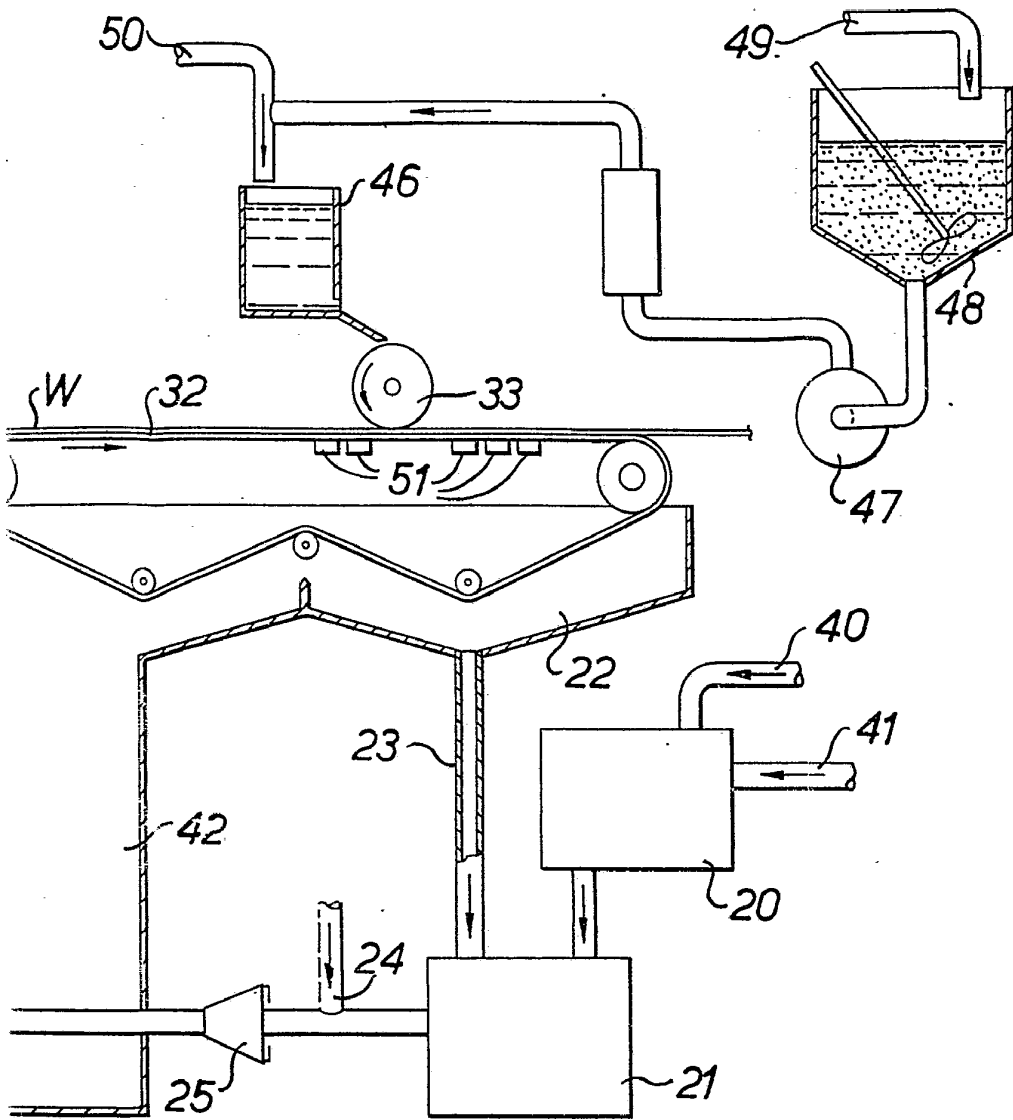
Madrid, 24 MAR 1966

CARLOS BALLESTERO

[Handwritten signature]

Esca/a variable

324631



Madrid, MAR 1966
ARLOS GIL ESTEPO
[Signature]