



411102

No. 411.102

MEMORIA DESCRIPTIVA
correspondiente a la solicitud de una
PATENTE DE INVENCION

F. e. 29.9.75

Int. Cl.:	B41M

Solicitante: WIGGINS TEAPE RESEARCH & DEVELOPMENT LIMITED
Domicilio: GATEWAY HOUSE, 1 WATLING STREET.-LONDON E.C.4.-
INGLATERRA.
Enunciado: "METODO DE PREPARACION DE UNA HOJA O LAMINA DE
SOPORTE DE CAPSULAS".

PRIORIDAD: de la solicitud de patente británica nº.4472/72
presentada provisionalmente el 31 de enero 1972
y completada el 2 de enero de 1973.

fb.

**POOR
QUALITY**

411102 n2



El invento se refiere a hojas o láminas de soporte de cápsulas y a métodos de preparación de dichas hojas o láminas, y está relacionado particular pero no exclusivamente con hojas o láminas de soporte de cápsulas destinadas a ser utilizadas en sistemas copiadorens sensibles a la presión.

La técnica del encapsulado ha conseguido en los años recientes una importancia comercial considerable ya que el encapsulado proporciona un método para mantener un material reactivo en un estado inerte, provyendo una pared de cápsula no reactiva entre el material reactivo y su medio ambiente. El encapsulado permite igualmente conferir a líquidos y gases propiedades de manejabilidad similares a las de los sólidos.

Es conocido encapsular por ejemplo colorantes, tintas, reactivos químicos, productos farmacéuticos, condimentos, pesticidas, herbicidas y de hecho cualquier material que pueda ser disuelto suspendido o formado de otra manera en forma de, o como fase interna líquida encerrada en las paredes de una cápsula. La cápsula sirve para mantener la fase interna en su estado líquido o en cualquier otra forma por lo menos hasta que la fase interna sea liberada por rotura, fusión, disolución o hasta que la pared de la cápsula sea retirada de cualquier otra forma, o hasta que la fase interna se difunda a través de la pared de la cápsula.

Varios métodos de encapsulado son bien conocidos, incluyendo los métodos más corrientemente utilizados bien una reacción de coacervación, una reacción de precipitación, o una reacción de polimerización.

Un inconveniente de las cápsulas fabricadas

411102²



por los métodos conocidos es que no son inherentemente bastante fuertes para impedir su rotura accidental, siendo éste un inconveniente particularmente importante en los sistemas copiadores sensibles a la presión en los cuales la rotura accidental de la cápsula puede producir marcas indeseables en la hoja de copia.

Con el objeto de aumentar la resistencia de una hoja o de una lámina de soporte de cápsulas que está destinada a ser utilizada en un sistema copiador sensible a la presión, impidiendo la rotura accidental de las cápsulas, es conocido situar una capa de material protector en forma de fibras de celulosa sobre la hoja o la lámina provista de cápsulas, asegurando a continuación este material la protección de las cápsulas contra una rotura accidental permitiendo sin embargo la rotura de las mismas por medio de una presión localizada debido por ejemplo a escritura, mecanografía o impresión sobre la hoja o la lámina.

En la Memoria de Patente de Gran Bretaña número 1.252.858, se describe otro método para proporcionar una protección contra roturas accidentales de las cápsulas en un sistema copiador sensible a la presión, y en este método las fibras de celulosa mencionadas más arriba se substituyen, por lo menos en parte, por un material protector diferente que tiene la forma de gránulos de almidón. Se dice que los gránulos de almidón adecuados incluyen los producidos a partir de trigo, patata, sagú, tapioca, arroz y arrurruz.

En los métodos conocidos de producción de una hoja o de una lámina de soporte de cápsulas, que soporta igualmente fibras de celulosa como material protector de las cápsulas, las cápsulas y las fibras de celulosa se aplican

411102.02



conjuntamente sobre una hoja ó sobre una lámina de base en
mezcla con una solución gelatinosa de almidón que sirve como
aglomerante entre las cápsulas y las fibras de celulosa, por
una parte y la hoja o la lámina de base por otra parte. La
5 hoja o la lámina fabricada de esta manera lleva un revesti-
miento que incluye las cápsulas, un material para proteger
las cápsulas, es decir las fibras de celulosa y un aglomeran-
te para las cápsulas y el material protector, es decir la
solución de almidón gelatinoso.

10 Un inconveniente de estos métodos conocidos
para producir hojas o láminas de soporte de cápsulas, en los
cuales las cápsulas se sitúan en una hoja o en una lámina de
base en mezcla con un material aglomerante y un material de
protección, consiste en que el material aglomerante tiende a
15 formar una película sobre las cápsulas, pudiendo dicha pelí-
cula interferir con la liberación necesaria de la fase inter-
na de las cápsulas al romperse éstas.

Otro inconveniente de estos métodos conocidos
consiste en que el material aglomerante dota la mezcla de re-
20 vestimiento única que se utiliza de una viscosidad relativa-
mente elevada, y por tanto la mezcla de revestimiento debe
ser dispuesta sobre la base con una concentración de sólidos
relativamente baja, teniendo la hoja o la lámina un conteni-
do de humedad relativamente elevado después de la operación
25 de revestimiento.

De acuerdo con el invento, un método de fabri-
cación de una hoja o de una lámina de soporte de cápsulas
que incluye una hoja o una lámina de base que lleva en una
de sus superficies un revestimiento que contiene cápsulas,
30 material protector para evitar la rotura accidental de las

411102



cápsulas, y un material aglomerante que sirve para unir las cápsulas y el material de protección con la hoja o la lámina de base, incluye las etapas que consisten en:

- 5 (a) formar un primer revestimiento en una superficie de una hoja c de una lámina de base aplicando sobre ésta superficie una mezcla de revestimiento acuoso que incluye un material aglomerante que puede ser humidificado de nuevo y un material protector;
- 10 (b) secar el primer revestimiento;
- (c) humidificar de nuevo el primer revestimiento seco;
- (d) formar un revestimiento compuesto aplicando un revestimiento de cápsulas sobre el primer revestimiento humidificado de nuevo; y
- 15 (e) secar el revestimiento compuesto.

15 Preferentemente, las etapas (c) y (d) se realizan simultáneamente aplicando sobre el primer revestimiento seco una dispersión acuosa de cápsulas. Por lo demás, las etapas (c) y (d) pueden realizarse consecutivamente, aplicándose las cápsulas en forma seca por ejemplo por pulverización.

20 El mecanismo por medio del cual el método del invento funciona, es sencillo. El material aglomerante aplicado durante la etapa (a) se humidifica de nuevo durante la etapa (c) y a continuación después de secar en la etapa (e) sirve para aglomerar las cápsulas y el material protector en la hoja o en la lámina de base.

25 Cualquier material aglomerante que pueda ser humidificado de nuevo puede ser utilizado y unos ejemplos de un material aglomerante de este tipo son la dextrina, el alcohol de polivinilo o una mezcla de dextrina y de alcohol

30

411102



de polivinilo.

El material protector puede estar constituido por las fibras de celulosa corrientemente utilizadas o si no puede estar constituido por un material granular polimérico o preferentemente por granos de almidón tal y como se ha in
5 dicado más arriba.

Preferentemente, la hoja o la lámina de base se calandra entre las etapas (b) y (c) del método del invento. El calandrado reduce considerablemente la rugosidad de
10 la hoja o del tejido revestido obtenido en la etapa (a), pero la rehumidificación de la superficie revestida en la eta
pa (c) hace que la superficie revestida se regenere, pero no completamente, recobrando la forma que tenía antes del calandrado.

El método según el invento, además de superar los inconvenientes de los métodos conocidos que se han descrito más arriba, presenta la ventaja de que el revestimiento de material aglomerante/material protector puede aplicarse fácilmente utilizando una prensa de encolado en la máquina en la cual la hoja o la lámina de base (que será normalmente de papel) se fabrica. Además, puede utilizarse una
20 concentración de sólidos relativamente elevada para la dispersión acuosa de las cápsulas, en caso de emplearla, y por tanto el secado de la hoja o de la lámina después de la apli
cación de la emulsión se simplifica y ya que se aplica menos agua en la hoja o en la lámina durante la aplicación de la dispersión, los defectos de aspecto tales como arrugas, lomos, ondulaciones, etc., todos relacionados con el contenido de
25 humedad de la hoja o de la lámina, disminuyen.

30 La dispersión acuosa de las cápsulas en caso de

411102²²



utilizarla, puede aplicarse por cualquier medio conocido de aplicación de revestimiento de cápsulas, por ejemplo por medio de un revestimiento por lámina de aire.

5 Este invento se describirá ahora a título de ejemplo con referencia a unos procedimientos de realización específicos del mismo a escala de laboratorio, relacionados con sistemas copiadores sensibles a la presión del tipo en el cual un material cromógeno, exento de color, que tiene las propiedades químicas de un agente reactivo básico mantenido en solución en un disolvente aceitoso en forma de micro-cápsulas reacciona, al romperse las microcápsulas bajo el efecto de la presión aplicada, con un material co-reactivo, tal como una arcilla atapulgítica, arcilla montmorillonítica tratada por ácido, o partículas de un material polimérico ácido, fenólico soluble en aceite, para obtener marcas coloreadas distintivas. Las microcápsulas pueden estar soportadas por una superficie de la hoja de transferencia, conocida como una hoja CB, y el material co-reactivo soportado por una superficie de una hoja de registro separada, conocida como hoja CF, y el invento se describirá con relación a dicho sistema.

10

15

20

Por otra parte, las microcápsulas y el material co-reactivo podrán disponerse conjuntamente en la misma superficie de una sola hoja.

25 Para llevar a la práctica el invento según se describe más adelante, las cápsulas utilizadas tenían un tamaño de aproximadamente 12 μ m, y tienen paredes de gelatina y de goma arábiga que rodean una fase interna constituida por sustancias de tinte bajo la forma de lactona cristalizada violeta y azul de benzoin-leuco-metileno dispuestas en

30

411102



una mezcla de dibencilbencenos, y diluidas con keroseno. Sin embargo, se conocen numerosos tipos diferentes de cápsulas que podrían ser utilizadas.

EJEMPLO I

5 Se preparó una solución añadiendo 5 g. de dextri-
na á 150 ml de agua caliente. Se dejó enfriar la solución
hasta una temperatura inferior a 30°C y a continuación se
dispersó en la solución 5 g. de gránulos de almidón de arru-
rruz no tostado de un tamaño de 25 μ m aproximadamente.

10 La suspensión así formada se aplicó como enco-
lado superficial por medio de una barra de Meyer en una ca-
ra de un papel de base de 49 g/m² para producir un peso de
revestimiento de 1,3 á 2,2 g/m² aproximadamente. El papel
de base encolado se secó a continuación y se calandró en una
15 calandria de laboratorio.

Se sometieron a pruebas unas muestras del papel
de base así como del papel de base encolado antes y después
del calandrado, utilizando pruebas standard de espesor y ru-
gosidad Bendtsen.

20 La dispersión bruta de cápsulas (es decir la
dispersión conteniendo solamente cápsulas) se colocó a con-
tinuación en forma de capa sobre el lado revestido de las
muestras del papel de base encolado y calandrado utilizando
una barra de Meyer, y las muestras dotadas de cápsulas así
25 producidas se comprobaron a continuación después de su se-
cado utilizando pruebas standard de rugosidad, espesor, in-
tensidad de "mancha" por fricción, intensidad del calandrado
y adherencia.

Los resultados de las pruebas fueron los que se
30 representan en la siguiente Tabla I.

411102

TABLA I



411102

PROPIEDAD FISICA O FUNCIONAL COMPROBADA	Método de Prueba	Unidades	Resultado medio	Gama de Resultados.
Espesor del papel de base	S. I. G.	µm	65,0	(62,5 á 67,5)
Rugosidad del papel de base antes del calandrado	Bendtsen	ml/min	200	(160 á 220)
Espesor del papel de base encolado antes del calandrado	S.I.G.	µm	80,0	(75,0 á 82,5)
Rugosidad del papel de base encolado antes del calandrado	Bendtsen	ml/min	1350	(1100 á 1650)
Espesor del papel de base encolado después del calandrado	S.I.G.	µm	67,0	(62,5 á 72,5)
Rugosidad del papel de base encolado después del calandrado	Bendtsen	ml/min	205	(130 á 300)
Espesor del papel de base encolado después de su revestimiento con cápsulas.	S.I.G.	µm	77,5	(75,0 á 77,5)
Rugosidad del papel de base encolado después de su revestimiento con cápsulas.	Bendtsen	ml/min	405	(300 á 500)
Intensidad de "mancha" por fricción obtenida con muestras revestidas con cápsulas.	Bausch & Lomb	% Refl.	82,6	(76,0 á 88,3)
Intensidad de calandrado obtenida con muestras revestidas con cápsulas	Bausch & Lomb	% Refl.	61,6	(52,0 á 69,0)
Adherencia de las muestras revestidas con cápsulas	Visual	-	60	-
Peso calculado del revestimiento de cápsulas.	Mediciones de las subgratancias.	g/m ²	3,4	(2,9 á 4,3)



411102

EJEMPLO II

5 Se preparó una solución añadiendo lentamente 5 g. de alcohol de polivinilo Elbanol 52-22 (Marca Comercial Registrada) a 150 ml. de agua fría y a continuación calentando la dispersión formada para aumentar la velocidad de disolución. Se dejó enfriar la solución hasta una temperatura inferior a 30°C y a continuación se dispersó en la solución 5 g de gránulos de almidón de arrurruz no tostado de un tamaño de 25 μ m aproximadamente.

10 La suspensión así formada se aplicó en forma de encolado superficial por medio de una barra de Meyer sobre una cara de un papel de base de 49 g/m^2 para producir un peso de revestimiento de 1,8 á 2,2 g/m^2 aproximadamente. El papel de base encolado se secó a continuación y se calandró en una calandria de laboratorio.

15 Se realizaron las mismas pruebas que en el Ejemplo I, con las muestras del papel de base y del papel de base encolado antes y después del calandrado.

20 A continuación se hizo un revestimiento con la dispersión bruta de cápsulas sobre una cara revestida de las muestras del papel de base encolado y calandrado, como en el Ejemplo I, y después del secado se sometieron las muestras provistas de cápsulas a algunas de las pruebas detalladas en el Ejemplo I.

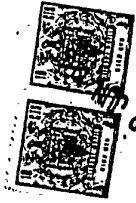
25 Los resultados de las pruebas fueron los que se indican en la siguiente Tabla II.

411102

TABLA II

411102

PROPIEDAD FISICA. O FUNCIONAL COMPROBADA	Método	Unidades	Resultado medio	Gama de resultados
Espeesor del papel de base	S. I. G.	µm	65,0	(62,5 á 67,5)
Rugosidad del papel de base	Bendtsen	ml/min	200	(160 á 220)
Rugosidad del papel de base encolado antes del calandrado	Bendtsen	ml/min	1500	(1450 á 1600)
Rugosidad del papel de base encolado después del calandrado	Bendtsen	ml/min	340	(250 á 400)
Rugosidad del papel de base encolado después del revestimiento	Bendtsen	ml/min	450	(400 á 650)
Intensidad de "mancha" por fricción obtenida utilizando muestras que soportan cápsulas	Bausch & Lomb.	% Refl.	92,2	(91,4 á 94,0)
Intensidad de calandrado obtenido con muestras que soportan cápsulas	Bausch & Lomb.	% Refl.	53,6	(51,2 á 63,0)
Adherencia en las muestras dotadas de un revestimiento de cápsulas	Visual	-	100	-
Peso calculado del revestimiento de cápsulas.	Mediciones de las sub-tancias	g/m ²	4,0	(3,4 á 4,6)



411102



EJEMPLO III

5 Se preparó una primera solución añadiendo lentamente 0,5 g. de alcohol de polivinilo Elbanol 52-22 (Marca Comercial Registrada) a 50 ml de agua fría y a continuación calentando la dispersión formada para aumentar la velocidad de disolución.

Se preparó una segunda solución añadiendo 4,5 g. de dextrina a 100 ml de agua caliente.

10 Las primera y segunda soluciones de mezclaron a continuación y la solución resultante se dejó enfriar hasta una temperatura inferior a 30°C. A continuación se dispersó en la solución 5 g. de gránulos de almidón de arrurruz no tostado de un tamaño de 25 µm aproximadamente.

15 La suspensión así formada se aplicó en forma de encolado superficial por medio de una barra de Meyer sobre una cara de un papel de base de 49 g/m² para producir un peso de revestimiento de 1,2 a 2,2 g/m² aproximadamente. El papel de base encolado se secó a continuación y se calandró en una calandria de laboratorio.

20 A continuación se realizaron con las muestras de papel de base así como con las del papel de base encolado antes y después del calandrado las mismas pruebas que en los Ejemplos I y II.

25 A continuación se realizó un recubrimiento con la dispersión bruta de cápsulas sobre la cara revestida de las muestras de papel de base encolado y calandrado, como en los Ejemplos I y II, y las muestras dotadas de una capa de cápsulas así obtenida se sometieron, después del secado, a las mismas pruebas que las muestras similares del Ejemplo II.

30 Los resultados de las pruebas fueron los que se indican en la siguiente Tabla III.

411102



411102

TABLA III

PROPIEDAD FISICA O FUNCIONAL COMPROBADA	Método	Unidades	Resultado medio	Gama de Resultados.
Espesor del papel de base	S.I.G.	µm	65,0	(62,5 á 67,5)
Rugosidad del papel de base	Bendtsen	ml/min	200	(160 á 220)
Rugosidad del papel de base oncolado antes del calandrado	Bendtsen	ml/min	1500	(1300 á 1650)
Rugosidad del papel de base oncolado después del calandrado.	Bendtsen	ml/min	290	(230 á 350)
Rugosidad del papel de base oncolado después del revestimiento con cápsulas	Bendtsen	ml/min	430	(400 á 550)
Intensidad de "mancha" por fricción obtenida con las muestras dotadas de un revestimiento de cápsulas	Bausch & Lomb.	% Refl.	79,2	(73,4 á 86,5)
Intensidad de calandrado obtenida con las muestras dotadas de un revestimiento de cápsulas	Bausch & Lomb.	% Refl.	48,9	(45,1 á 52,0)
Adherencia de las muestras dotadas de un revestimiento de cápsulas	Visual	-	70+	-
Peso calculado de revestimiento de cápsulas	Mediciones de las sub-	s/m ²	4,2	(3,9 á 4,5)

411102 12



Las tres pruebas más importantes entre las que se mencionan más arriba, a las cuales han sido sometidas las hojas o láminas dotadas de un revestimiento de cápsulas producidas en los Ejemplos I, II y III descritos más arriba, son la prueba de intensidad de "mancha" por fricción, la prueba de intensidad de calandrado, y la prueba de adherencia y estas pruebas se describirán ahora brevemente.

Prueba de intensidad de "mancha" por fricción.

Una hoja standard CF (según se describe más arriba) se sitúa con su superficie revestida en contacto con la superficie revestida de una muestra dotada de un revestimiento de cápsulas; se sitúa un peso sobre el lado superior no revestido de la hoja CF, y la hoja CF se desplaza a continuación a través de la muestra que lleva un revestimiento de cápsulas. Después de un periodo de espera, la reflectancia de la marca coloreada así formada sobre la hoja CF y la reflectancia del fondo alrededor de la marca coloreada se miden con un opacímetro. El valor de "mancha" de la muestra dotada de un revestimiento de cápsulas se determina a continuación a partir de la ecuación siguiente:

$$\frac{\text{Reflectancia de la marca coloreada (mancha)}}{\text{Reflectancia del fondo.}} \times 100$$

indicando un valor de 100 ninguna mancha; cuanto más bajo es este valor tanto más elevado es el efecto de "mancha", es decir tanto peor es la protección contra una rotura accidental de las cápsulas por presiones aplicadas horizontalmente.

Prueba de intensidad de calandrado

Una muestra dotada de un revestimiento de cápsulas, y una hoja standard CF (según se describe más arriba) se superponen con sus superficies revestidas en contacto y se

411102²



hace pasar una tira de las dos hojas entre dos rodillos. Después de un periodo de espera, la reflectancia de la marca coloreada así formada en la hoja CF y la reflectancia del fondo alrededor de la marca coloreada se miden con un opacímetro. La "intensidad de calandrado" o el valor "CI" de la muestra revestida con cápsulas se determina a continuación a partir de la ecuación:

$$\frac{\text{Reflectancia de la marca coloreada}}{\text{Reflectancia del fondo}} \times 100$$

indicando un valor de 100 ninguna marca visible y por tanto cuanto más bajo es este valor tanto más visible es la marca coloreada.

Prueba de adherencia

Un trozo standard de tejido negro se sitúa sobre la superficie revestida de una muestra provista de una capa de cápsulas; se coloca un peso sobre el tejido y a continuación se arrastra el tejido sobre la superficie revestida de la muestra provista de la capa de cápsulas. El dibujo así producido sobre el tejido se compara visualmente con un grupo de valores numéricos de referencia, indicando un valor de 50 o superior, una adherencia aceptable del revestimiento sobre la muestra dotada de una capa de cápsulas sobre el papel de base.

Aunque el método del invento haya sido descrito más arriba con relación a trabajos de laboratorio solamente, no existen dificultades para extender los ejemplos descritos más arriba a la producción comercial de hojas o láminas de soporte de cápsulas.

En resumen: La Patente de Invención que se solicita deberá recaer sobre las Reivindicaciones siguientes:

411102¹²



REIVINDICACIONES

1. Método de preparación de una hoja o lámina de soporte de cápsulas que incluye una hoja o lámina de base provista en una de sus superficies de un revestimiento que
- 5 contiene cápsulas, un material protector para proteger las cápsulas contra su rotura accidental, y un material aglomerante que sirve para unir las cápsulas y el material de protección a la hoja o lámina de base, que incluye las etapas que consisten en:
- 10 (a) formar un primer revestimiento en una superficie de una hoja o lámina de base aplicando sobre la superficie una mezcla de revestimiento acuosa que incluye un material aglomerante que puede ser rehumedecido y un material protector;
- 15 (b) secar el primer revestimiento;
- (c) rehumedecer el primer revestimiento seco;
- (d) formar un revestimiento compuesto mediante la aplicación de un recubrimiento de cápsulas sobre el primer revestimiento rehumedecido; y
- 20 (e) secar el revestimiento compuesto.
2. Método según la reivindicación 1, caracterizado porque las etapas (c) y (d) se realizan simultáneamente aplicando sobre el primer revestimiento seco una dispersión acuosa de cápsulas.
- 25 3. Método según la reivindicación 1, caracterizado porque las cápsulas se aplican en forma seca.
4. Método según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque el material aglomerante es dextrina, alcohol de polivinilo o una mezcla de dextrina y alcohol de polivinilo.
- 30 MCE

411102¹²



5. Método según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque el material protector está constituido por fibras de celulosa, material polímero granular o gránulos de almidón.

5 6. Método según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque la hoja o la lámina de base se calandra entre las etapas (b) y (c).

10 7. Se reivindica por último como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita: METODO DE PREPARACION DE UNA HOJA O LAMINA DE SOPORTE DE CAPSULAS.

Todo conforme queda descrito y reivindicado en la presente memoria descriptiva que consta de diecisiete páginas mecanografiadas.

15

Madrid, 30 de enero 1.973

BERNARDO UNGRIA

P. U.
[Handwritten signature]

20

25

ME

30