

442.045

Int. Cl.:	_____
	G01L

MEMORIA DESCRIPTIVA

=====

Correspondiente a la solicitud de registro de una Patente de Invención que, por veinte años se solicita para España, a favor de la firma FUJI PHOTO FILM CO., LTD., de nacionalidad jurídica japonesa, domiciliada en KANAGAWA (Japón), nº 210, Nakanuma, Minami Ashigara-Shi,-----

p o r

" PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR UNA HOJA DE MEDICION DE PRESION "

=====

El presente invento se relaciona con una hoja de medición de presión y con un método para medir la presión usando dicha hoja. Más específicamente, el presente invento se relaciona con una hoja medidora de presión comprendiendo microcápsulas tenien  
5 do un diámetro de partícula de promedio de volumen y un grosor de pared de promedio numérico en una relación mutua especificada.

Recientemente, ha resultado ser importante medir físicamente varias presiones planas y presiones lineales, tales como  
10 la presión de apriete de tornillos en maquinaria, la presión de

**POOR  
QUALITY**

frenos de automóviles, la presión en moldes, presiones de apriete de molde, presiones de enlace entre paredes de molde y una resina en el molde o la presión moldeadora dentro de un molde en procedimientos de moldeo termoplásticos o termofraguables, la presión de  
5 puesta en contacto de muelles, las presiones de apriete plano de juntas de carburadores, tuberías de combustible, tanques de combustible, etc. en un sistema de combustible, la presión generada durante colisiones entre un cuerpo humano y otros objetos en un  
automóvil, presiones lineales y planas de rodillos de goma y plás-  
10 tico, el límite efectivo y la eficacia de juntas de empaquetadura, presión hidráulica en frenos, la presión del contacto de los dientes de un engranaje, la presión de contacto plano entre sólidos, la presión de contacto de una espita en una válvula de espita, la presión de contacto entre superficies curvas, la presión de con-  
15 tacto de rodillos usados en la fabricación de material de chapas de acero, la presión entre la planta del pie de una persona y el suelo, la presión entre un cuerpo humano y una silla, o semejante. Sin embargo, son escasos los métodos para fácil medición de los arriba descritos tipos de presión y la mayoría de los métodos  
20 existentes, requiere operaciones complicadas.

Los métodos convencionales para medir presiones planas o presiones lineales y semejantes incluyen un método de medidor de esfuerzo que utiliza la relación entre una sollicitación y el esfuerzo causado por ella, un método de medidor de carga y el uso  
25 de pintura sensible a la presión (laca sensible al esfuerzo) y semejantes.

El empleo de un medidor de esfuerzo para la medición de presión plana, presión lineal o semejante, sin embargo, no solo requiere instalaciones de gran escala, incluyendo amplificadores,  
30 detectores, registradores y otros dispositivos, sino que también

requiere operadores altamente experimentados para los dispositivos e intrincados cálculos sobre la resistencia del material. Este método tiene el ulterior inconveniente de que la superficie de los materiales, que deban medirse, tiene que ser plana y lisa debido a la naturaleza inherente del medidor de esfuerzo. Medidores de esfuerzo se describen en detalle por J. Yarnell, en *Strain Gauges*, (publicado por Electronic Engineering Co. Ltd., Londres, 1957).

Usando una pintura sensible a la presión (lacas sensible a la sollicitación) frecuentemente resulta una irregularidad en el revestimiento de pintura, la adherencia de la pintura es muchas veces pobre y se requieren procedimientos complicados.

El uso de un medidor de carga se opone a la miniaturización del sistema de medición y, por lo tanto, no es adecuado para la medición de presiones planas o lineales.

También es conocido un método para el uso de un laminado sensible a la presión (véase patente de EE.UU. número 3.647.504) que es un papel registrador de una hoja, comprendiendo microcápsulas de diferente grosor de pared, conteniendo, respectivamente, varias soluciones marcadoras de colores, que difieren dependiendo del grosor de pared.

En este laminado sensible a la presión, se rompen diferentes microcápsulas con diferentes grados de presión aplicada para desprender soluciones marcadoras de diferentes colores y, por lo tanto, la presión aplicada puede ser determinada comparando las densidades o tonos de los colores desprendidos.

De acuerdo con este método, sin embargo, la presión se muestra solo en un orden aproximado y son difíciles de determinar valores de presión exactos. Además, en el uso práctico, el laminado sensible a la presión es defectuoso, ya que resultan significati-

vas manchas de color en las manos y vestidos, etc.

En vista de lo que antecede, los inventores han realizado una serie de estudios sobre métodos de medir la presión en todos los tipos de áreas, sin aparatos a gran escala, sin necesidad de operadores altamente experimentados y sin cálculos complicados y, como resultado, se alcanzó el método, que comprende poner en contacto una hoja registradora con un objeto, donde tenga que medirse presión, para revelar color a presión y apreciar la presión basándose en cambios en las densidades ópticas o tonos de las imágenes coloreadas formadas sobre la hoja registradora, donde la formación de color resulta del contacto de presión entre una capa de microcápsulas conteniendo un formador de color y una capa adsorbente (véase publicación de patente japonesa 33.789/74).

Sin embargo, un papel registrador sensible a la presión o un papel copiador sensible a la presión según se describe en las patentes de EE.UU. 2.712.507, 2.730.456, 2.730.457, 3.413.250 y 3.425.327 resulta defectuoso cuando se usa como hoja medidora, ya que la medición de presión es inexacta en el alcance entre alrededor de  $1 \text{ Kg/cm}^2$  y alrededor de  $200 \text{ Kg/cm}^2$ . Hemos continuado uteriormente nuestros estudios para vencer estos defectos y, como resultado, los inventores han descubierto una hoja medidora de presión que tiene una excelente precisión para medición de presión en el alcance de alrededor de  $1 \text{ Kg/cm}^2$  hasta alrededor de  $200 \text{ Kg/cm}^2$  llegando por ello al presente invento.

Es un primer objeto del presente invento procurar una hoja medidora de presión, capaz de medir presiones, tales como presiones planas, presiones lineales y semejantes, de materiales que deban medirse sin aparatos a gran escala, sin operadores altamente experimentados o sin cálculos complicados.

Un segundo objeto del presente invento es procurar un método

para medir presiones, tales como presiones planas, presiones lineales y semejantes, a título de una simple medición dinámica usando una hoja medidora de presión, según se ha descrito arriba.

5           Un tercer objeto del presente invento es procurar una hoja de medición de presión capaz de medir presiones con alta precisión, tales como presiones planas, presiones lineales y semejantes, en el alcance desde alrededor de  $1 \text{ Kg/cm}^2$  y alrededor de  $200 \text{ Kg/cm}^2$ .

10           Un cuarto objeto del presente invento es procurar una hoja medidora de presión capaz de medir con comodidad la distribución de las presiones, tales como presiones planas, presiones lineales y semejantes en adición a una mera medición por puntos.

15           Un quinto objeto del presente invento es procurar una hoja medidora de presión capaz de almacenar el modelo de distribución de la presión medida durante un largo periodo de tiempo.

          Un sexto objeto del presente invento es procurar una hoja medidora de presión, que no mancha, ni las manos, ni los vestidos y que forma moderadas marcas de color.

20           Estos y otros objetos del presente invento se consiguen por el método, que comprende las etapas de:

          Preparar una hoja medidora de presión revistiendo sobre un soporte, microcápsulas cuya proporción  $\delta/D$  está en el alcance de alrededor de  $1,5 \times 10^{-3}$  hasta alrededor de  $3 \times 10^{-2}$ , siendo  
25           D el diámetro de partícula medio de volumen y siendo el grosor de pared medio numérico de las cápsulas;

          Poner en contacto la hoja medidora de presión con la porción del objeto en que la presión deba medirse para formar color a presión; y

30           Determinar la presión aplicada basándose en un cambio en la

densidad óptica o tono de la imagen de color formada sobre la hoja medidora de presión, en que la formación de color es obtenida por contacto a presión entre una capa de microcápsulas conteniendo un formador de color y una capa adsorbente.

5            En el presente invento, la proporción  $\delta/D$  entre el diámetro (D) de partícula medio por volumen y el grosor de pared ( $\delta$ ) medio numérico, está preferentemente en el alcance de alrededor de  $1,5 \times 10^{-3}$  hasta alrededor de  $3,0 \times 10^{-2}$ , más preferentemente  $2,0 \times 10^{-3}$  hasta  $3,0 \times 10^{-2}$  y más preferentemente en el alcance  
10 de  $2,5 \times 10^{-3}$  hasta  $3,0 \times 10^{-2}$ .

Si la proporción  $\delta/D$  para las microcápsulas es mayor que el alcance arriba indicado, se reduce el incremento en densidad de color durante la formación de color, lo que rebaja la exactitud de la medición de presión. Por el contrario, una proporción inferior al alcance arriba indicado, afecta a la resistividad de las microcápsulas y reduce su resistencia física. Además  
15 es probable que resulten orificios de alfiler en las paredes de cápsulas para impedir su uso práctico.

En el método del presente invento, la hoja medidora de presión  
20 comprende una capa de microcápsulas y una capa adsorbente en un lado o en lados opuestos del soporte, o cada uno de estos dos tipos de capas puede disponerse sobre un soporte separado.

Procedimientos para formar microcápsulas, útiles para la preparación de la hoja registradora del presente invento pueden  
25 basarse, por ejemplo, sobre los siguientes métodos. Métodos de coacervación (según se describen en las patentes de EE.UU. núms. 2.800.457, 2.800.458, 3.041.289, 3.687.865, etc.) métodos de polimerización interfacial (según se describen en las patentes de EE.UU. 3.492.380 y 3.577.515 y patentes británicas 950.433,  
30 1.046.469, 1.091.141, etc.), métodos de polimerización interna

(según se describen en la patente británica 1.237.498 y en las patentes francesas 2.060.818, 2.090.862, etc.) y métodos de polimerización externa, (según se describen en la patente británica 989.264 y en las publicaciones de patentes japonesas 12.380/62, 14.327/62, 29.483/70, 7.313/71, 30.282/71, etc.).

Los disolventes como los que aquí se usan para disolver los formadores de color, no están de ninguna manera restringidos particularmente, y en este invento puede usarse cualquier disolvente convencional. Estos incluyen por ejemplo, aceites aromáticos sintéticos, tales como naftalenos alquilizados, bifenilos alquilizados, terfenilos hidrogenados, difenilmetanos alquilizados (teniendo de 1 a 4 grupos alquilo, conteniendo respectivamente alrededor de 1 a 5 átomos de carbono), fracciones de petróleo tales como queroseno, nafta, aceite de parafina y semejantes, aceites alifáticos, sintéticos, tales como parafinas cloradas, aceites vegetales, tales como aceite de semilla de algodón, aceite de soja, aceite de linaza o sus mezclas. No hay restricciones particulares sobre la proporción de formador de color a disolvente, pero preferentemente la proporción de peso de formador de color a disolvente es desde alrededor de 0,01 hasta alrededor de 50% de peso, más preferentemente de 0,5 a 25% de peso.

Los formadores de color, usados en el presente invento, son compuestos incoloros, que forman un color al poner en contacto un ácido sólido y pueden definirse como electrón donantes, compuestos incoloros orgánicos.

Los tipos, la naturaleza y semejantes de los formadores de color usados, no tienen ningún efecto sustancial sobre el presente invento, y, por lo tanto, puede usarse cualquier formador de color convencional. Incluyen, por ejemplo, compuestos de la

serie de triaril metano, compuestos de la serie de diaril meta  
no, compuestos de la serie de xanteno, compuestos de la serie  
de tiacina, compuestos de la serie de spiropirano y semejantes.

Ejemplos específicos de compuestos formadores de color, in  
cluyen compuestos de trifenilmetano, tales como:

3,3-bis(p-dimetilaminofenil)-6-dimetilaminoftaluro

(mencionado como lactona violeta cristal),

3,3-bis(p-dimetilaminofenil)ftaluro,

3-(p-dimetilaminofenil)-3-(1,2-dimetilindol-3-il)ftaluro,

3-(p-dimetilaminofenil)-3-(2-metilindol-3-il)ftaluro,

3-(p-dimetilaminofenil)-3-(2-fenilindol-3-il)ftaluro,

3,3-bis(1,2-dimetilindol)-3-il-5-dimetilaminoftaluro,

3,3-bis(1,2-dimetilindol-3-il)-6-dimetilaminoftaluro,

3,3-bis(9-etilcarbazol-3-il)-5-dimetilaminoftaluro,

3,3-bis(2-fenilindol-3-il)dimetilaminoftaluro,

3-p-dimetilaminofenil-3-(1-metilpirrol-2-il)-6-dimetilaminoftaluro o semejante.

Compuestos de la serie de difenilmetano tales como:

4,4'-bis-dimetilaminobenzhidrin benoiléter,

N-halofenilleucoauramina,

N-2,4,5-triclorofenilleucoauramina y semejantes,

Compuestos de xanteno, tales como:

Rodamina-B-anilinolactamo,

Rodamina-(p-nitroanilino)lactamo,

Rodamina-B-(p-cloroanilino) lactamo,

7-dimetilamino-2-metoxifluorano,

7-dietilamino-2-metoxifluorano,

7-dietilamino-3-cloro-2-metilfluorano,

7-dietilamino-3-(acetilamino)fluorano,

7-dietilamino-3-(dibencilamino)fluorano,

7-dietilamino-3-(metilbencilamino)fluorano,  
7-dietilamino-3-(cloroetilmetilamino)fluorano,  
7-dietilamino-3-(dietilamino)fluorano o semejante,  
Compuestos de la serie de tiacina, tales como:  
5 azul de benzoil leucometileno,  
Azul de p-nitrobencil leucometileno, o semejante,  
Compuestos de la serie spiro, tales como:  
3-metil-spiro-dinaftopirano,  
3-etil-spiro-dinaftopirano,  
10 3,3'-dicloro-spiro-dinaftopirano,  
3-bencil-spiro-dinaftopirano,  
3-metil-nafto-(3-metoxibenzo)spiropirano,  
3-propil-spiro-dibenzodipirano, o semejantes.

En adición a los compuestos orgánicos incoloros electrón  
15 donantes, arriba expuestos, pueden usarse como formadores de  
color en el presente invento, varios pigmentos como se descri-  
ben en Pigment Manual New Edition, páginas 7-49 (editado por  
Japan Pigment Technology Association, y publicado por Seibundo  
Shinkosha, primera edición) y aquellos pigmentos descritos en  
20 Engineering Handbook for Color Material, páginas 92-226 (edita-  
do por Color Material Association y publicado por Asakura).

Los pigmentos representativos incluyen, por ejemplo, pig-  
mentos orgánicos, tales como azul de ftalocianina, verde de  
ftalocianina, amarillo de bencidina, amarillo Hansa, rojo lago,  
25 carmín 6B y semejantes, pigmentos inorgánicos, tales como ultra  
marino, azul de Berlín, negro de carbón,  $Fe_2O_3$ ,  $HgS$ ,  $PbCrO_4$ ,  
 $PbO$ ,  $TiO_2$ ,  $ZnS$ ,  $BaSO_4$ ,  $CaCO_3$  y semejantes.

Los arriba mencionados formadores de color pueden seleccio-  
narse libremente sin limitación y pueden usarse solos o como sus  
30 mezclas.

Una solución revestidora conteniendo microcápsulas con uno o varios de los formadores de color arriba mencionados, se obtiene así; mientras que se prefiere que las microcápsulas tengan una estructura mono-nuclear, también pueden usarse en el presente invento aquellas que tengan una estructura de núcleo compuesto.

Usualmente, las microcápsulas alcanzan en tamaño entre al rededor de 0,1 y alrededor de 100  $\mu$ , preferentemente alrededor de 0,5 a 50  $\mu$ . En el presente invento pueden usarse microcápsulas de aproximadamente este tamaño.

La solución revestidora conteniendo las microcápsulas usualmente tienen la forma de una dispersión de cápsulas, preferentemente teniendo alrededor de 5 hasta 50% de peso de cápsulas y, por lo tanto, puede revestirse como tal sobre el soporte. Alternativamente puede añadirse un aglutinante tal como, por ejemplo un látex (látex de goma de estireno-butadieno o semejante) o sustancia de alto peso molecular soluble en agua (almidón, carboxietil celulosa, polivinil alcohol, goma arábica, caseína, gelatina, y semejantes, a la solución de cápsulas separando o no separando las microcápsulas de la dispersión de cápsulas y después se reviste el sistema sobre el soporte. El importe de aglutinante respecto a cápsula es desde 0 hasta alrededor de 30% en la mayoría de los casos, pero esto no es limitativo.

Además, pueden añadirse a la solución revestidora de cápsulas o a la capa conteniendo cápsulas agentes reforzadores de cápsula, tales como celulosa finamente dividida, según se describe en la patente de EE.UU. 2.711.375, polímeros finamente divididos, según se describen en la patente de EE.UU. 3.625.736, almidón finamente dividido, según se describe en la patente

británica 1.232.347 y microcápsulas libres de formadores de color, según se describen en la patente británica 1.235.991. Usualmente el máximo de cantidad añadida será hasta alrededor de 0,5% de tales materiales. Preferentemente se añaden agentes  
5 reforzadores de cápsula en o sobre la capa de cápsulas, es decir que preferentemente no están presentes como una capa continua, sino que están interdispersos en o sobre la capa de cápsulas.

La cantidad revestidora de las cápsulas alcanza preferente-  
mente, según contenido de sólidos, entre alrededor de 0,5 a 17  
10  $\text{g/m}^2$  de soporte, más preferentemente de 2 a 6  $\text{g/m}^2$  de soporte.

El soporte usado es convencional e incluye películas plás-  
ticas, hojas de metal, papeles, papeles revestidos con resina,  
papeles sintéticos y semejantes. El grosor del soporte es pre-  
ferentemente de alrededor de 10 a 350  $\mu$  para fácil manipulación  
15 flexibilidad, disponibilidad comercial y para procurar mejores resultados, aunque este alcance de grosor no es forzoso.

La capa de microcápsulas es revestida por lo menos sobre una cara del soporte o por encima o por debajo de una capa de la materia adsorbente, que se describirá posteriormente, o sobre  
20 una superficie de un soporte opuesto a un soporte separado que lleva la capa adsorbente.

El término de adsorbente según se utiliza aquí, significa un ácido sólido, más específicamente un ácido sólido electrón receptor. Se encuentran adsorbentes entre las patentes anteriores arriba citadas y los ejemplos específicos de adsorbentes in-  
25 cluyen arcillas, por ejemplo, arcilla blanca ácida, arcilla blanca activa, atapulgita y semejantes; ácidos orgánicos, por ejemplo, ácidos carboxílicos aromáticos, tales como ácido salicílico compuestos hidroxí aromáticos, tales como p-t-butilfenol, p-t-amilfenol, o-cloro-fenol, m-clorofenol, p-clorofenol o sus sales  
30

metálicas (por ejemplo, sales de Zn, Mg, Ca, Al, Na, K, etc.),  
mezclas de ácidos orgánicos y compuestos metálicos (por ejemplo,  
óxidos, hidróxidos y carbonatos de Ca, Mg, Al, Zn, etc.); polí-  
meros ácidos, por ejemplo, resinas de fenol-formaldehído, resi-  
nas de fenol-acetileno y semejantes. Numerosos adsorbentes úti-  
les se describen en las patentes de EE.UU. 3.501.331, 3.669.711,  
3.427.180, 3.455.721, 3.516.845, 3.634.121, 3.672.935 y 3.732.12  
y en las publicaciones de patentes japonesas 48.545/70, 49.339/7  
93.245/70, 92.246/70, 93.247/70, 94.874/70, 109.872/70, 112.038/7  
112.039/70, 112.040/70, 112.753/70, 112.574/70, 118.978/70,  
118.979/70, 86.950/71 y semejantes.

Los adsorbentes pueden estar revestidos con un aglutinante  
sobre un soporte, si se desea. Los soportes han sido citados an-  
teriormente como ejemplos. Los aglutinantes empleados incluyen  
aquellos citados en las patentes y publicaciones de patentes  
arriba mencionadas, por ejemplo, látices de goma de estireno-bu-  
tadieno, látices de estireno-butadieno-acrilonitrilo; proteínas,  
tales como gelatina, goma arábiga, albúmina, caseína y semejante  
derivados de celulosa, tales como carboximetil celulosa, hidro-  
xietil celulosa y semejantes; materiales de alto peso molecular  
naturales, solubles en agua, tales como polisacaruros, por ejem-  
plo, agar-agar, alginato sódico, almidón, carboximetil almidón;  
materiales de alto peso molecular sintéticos solubles en agua,  
tales como polivinil alcohol, polivinil pirrolidona, ácido polia-  
crílico, poliacrílamida y semejantes; materiales de alto peso mo-  
lecular, solubles en disolventes orgánicos, tales como nitroce-  
lulosa, etilcelulosa, poliésteres, polivinil acetato, cloruro de  
polivinilideno, copolímeros de cloruro de vinilo y cloruro de vi-  
nilideno y semejantes. Estos aglutinantes también pueden ser usa-  
dos para la dispersión de cápsulas. La proporción de aglutinante

a adsorbente es generalmente de 0 hasta alrededor de 0,50; de peso, pero esto no es limitativo. Los adsorbentes pueden estar presentes con aditivos convencionales, si se desea, por ejemplo, adsorbentes de rayos ultravioleta, agentes humectantes, emulgantes, estabilizadores, agentes mateadores, etc.

Haciendo referencia a las características requeridas de la hoja medidora de presión del presente invento, primeramente debería establecerse una correlación entre la presión de carga y las variaciones en densidad óptica o tono de las imágenes coloreadas, formadas por contacto a presión (tal como, por ejemplo, una relación proporcional o inversamente proporcional, etc.) dentro del alcance de presión que deba medirse. Los errores de medición deberán ser bajos y la exactitud en la medición debe ser alta para la correlación precedente.

Los inventores han realizado una serie de estudios, en particular, sobre el segundo requisito arriba mencionado y, como resultado, han encontrado que una hoja medidora de presión procurando pequeño error de medición, y exactitud de medición extremadamente alta, puede obtenerse para las mediciones de presiones, tales como presiones planas, presiones lineales y semejantes, en el alcance desde alrededor de 1 Kg/cm<sup>2</sup> hasta alrededor de 200 Kg/cm<sup>2</sup> por el uso de microcápsulas, en que la proporción de  $\delta/D$  alcanza desde alrededor de  $1,5 \times 10^{-3}$  hasta alrededor de  $3,0 \times 10^{-1}$ , donde D representa el diámetro ( $\mu$ ) de partícula media por volumen y  $\delta$  es el grosor de pared ( $\mu$ ) medio numérico de las microcápsulas.

Se considera en el presente invento que el diámetro de varias partículas y su grosor de pared pueden variar sustancialmente en tanto que se cumplan el diámetro de partícula medio por volumen y los valores de grosor de pared medio numérico del pr

sente invento. La proporción de material/aceite formador de color, las condiciones de agitación mecánica y emulgación y la cantidad de emulgante, pueden equilibrarse usando procedimientos convencionales en la técnica, para alterar libremente las características de las cápsulas y así cumplir con los requisitos del presente invento.

En la práctica del presente invento se coloca una hoja registradora entre las porciones, en que deba medirse la presión del objeto a medir, y se aplica presión a las porciones por lo que la hoja registradora forma color, dependiendo de la magnitud de la presión aplicada. Entonces, los cambios en las densidades ópticas o tonos del color formado, se aprecian para determinar así la presión. La presión de carga pueden ser apreciada por medio de cualquier instrumento convencional, tal como un densitómetro o una curva de calibración o líneas inscritas previamente preparadas, que muestran la relación entre densidades o tonos y la presión aplicada.

El método para medir presiones de acuerdo con el presente invento es ventajoso porque es simple y no requiere aparatos de gran escala, tales como amplificadores, detectores, registradores y semejantes, así como tampoco requiere técnicos de alta experiencia ni cálculos complicados respecto a la resistencia de los materiales, en comparación con los métodos convencionales para medir presiones, tales como presiones planas, presiones lineales y semejantes y utilicen medidores de esfuerzo, medidores de carga, pinturas sensibles a la presión, etc. En adición, puesto que el método de este invento apenas queda afectado por la calidad plana de la superficie de un material que deba medirse, procura un alcance más amplio de selección para los materiales que deban medirse.

Otra ventaja del método, según el presente invento, es que puede medirse una amplia distribución de presión, tal como presiones planas, presiones lineales y semejantes, y el modelo de la distribución de presión puede almacenarse fácilmente durante largos periodos de tiempo en la forma de una hoja registradora mientras que la mayoría de los métodos convencionales para medir presión procuran solamente una medición por puntos.

La hoja medidora de presión del presente invento es además ventajosa, porque elimina los defectos de los anteriores laminados sensibles a la presión, tales como papel carbón, al manchar las manos o los vestidos, y produciendo exceso de marcas de color.

Además, cuando la hoja medidora de presión de este invento es usada para la medición de presiones, tales como presiones planas, presiones lineales o semejantes dentro del alcance de 1 Kg/cm<sup>2</sup> hasta 200 Kg/cm<sup>2</sup>, se obtienen valores de medición altamente confiables con menor error y alta exactitud. El diámetro (D) de partícula medio por volumen, y el grosor (δ) de pared medio numérico de las microcápsulas, usados en esta memoria, se determinan por los métodos abajo descritos.

A: Método para medir el diámetro de partícula medio por volumen de microcápsulas.

A 100 ml. de solución acuosa, al 1% de hidróxido sódico se añadió una solución de cápsulas con una concentración de 10 a 100 ppm (contenido de sólidos) y el sistema es agitado. Entonces se usa para la medición un aparato de medición universal Coulter Counter Model TA, para la distribución del tamaño de partícula (fabricado por Coulter Electronics Co. Hialeah, Florida, U.S.A.) para efectuar la medición, determinándose el diámetro (D) de partícula medio por volumen de una manera convencio

nal.

B: Medición del grosor de pared medio numérico de las microcápsulas.

5 Una solución de microcápsulas es revestida sobre una base de película PAT que ha sido sometida a un tratamiento superficial de descarga de corona convencional, inserta en resina epoxi, dejada un día y una noche a 60°C para endurecer la resina epoxi y se cortó por un super-microtomo (modelo MT-I fabricado por Portablum Co.) de tal manera, que las microcápsulas son cortadas en dos mitades para preparar secciones transversales exactas para determinación del grosor de pared. Se tomó una fotografía de las lonchas micro-finas así preparadas usando un microscopio electrónico de transmisión, modelo HU-12A, (fabricado por Hitachi Ltd.) a alrededor de 10.000 a 50.000 X usando un voltaje de aceleración de 100 kv sobre una película fotográfica (película para microscopio electrónico Fuji, fabricada por Fuji Photo Film, Co. Ltd.) y el grosor de pared es medido desde la fotografía y se promedia, por lo que se alcanza el grosor ( $\mu$ ) de pared medio numérico.

15 20 Los efectos prácticos de la hoja medidora de presión y del método de medición de presión de acuerdo con el presente invento se detallarán ulteriormente por medio de los siguientes ejemplos preferidos, que no deben considerarse como limitando de ningún modo el presente invento. Todas las elaboraciones se efectuaron a temperatura ambiente, a no ser que se indique de otro modo y todas las partes, tantos por ciento y proporciones fueron de peso, a no ser que se indique de otro modo.

#### EJEMPLO 1

30 5 partes de gelatina de piel de cerdo tratada con ácido y 4 partes de goma arábica, se disolvieron en 350 partes de agua

a 40°C y 0,1 parte de aceite rojo de Turquía se añadió además como un emulgante, después de lo cual se dispersaron en ello por emulgación 45 partes de aceite formador de color. El aceite formador de color fue un aceite comprendiendo 4 partes de diiso  
5 propilnaftaleno y 1 parte de queroseno y contenían 3% de lactona violeta cristal disuelta en ello. A esta dispersión se añadió agua a 40°C para completar 900 partes del total y se continuó la dispersión y la agitación, teniendo cuidado de que la temperatura del líquido se mantuviese por debajo de 40°C. Después se  
10 añadió ácido acético al 10% para ajustar el pH de la solución a 4,0 hasta 4,2 para causar coacervación a 20°C. Después de continua agitación a 20°C durante otros 20 minutos, la solución fue enfriada con agua de hielo para gelizar la película coacervada, que se había depositado alrededor de las gotitas de aceite. Cuando la temperatura del líquido alcanzó 20°C, se añadieron 7 partes de formaldehído al 37% y cuando la temperatura del líquido alcanzó 10°C se añadieron 40 partes de la sal sódica de carboximetil celulosa, y después se añadieron a gotas una solución acuosa al 15% de hidróxido sódico con cuidado, para ajustar el  
15 pH a 9. Entonces se efectuó el calentamiento durante 20 minutos, mientras se agitaba para aumentar la temperatura del líquido a 50°C. La temperatura entonces fue bajada a 30°C y se añadieron 10 partes de copos de celulosa (50 a 300  $\mu$ ) y 20 partes de almidón de maíz (10 a 100  $\mu$ ) para obtener así una dispersión re-  
20 vestidora conteniendo microcápsulas.

Por el método arriba descrito, se obtuvo una dispersión revestidora conteniendo microcápsulas teniendo una proporción  $\delta/D$  (entre el grosor de pared medio numérico ( $\delta$ ) y el diámetro de partícula medio por volumen ( $D$ ) de  $9,1 \times 10^{-3}$ .

30 La arriba mencionada dispersión revestidora fue revestida

sobre una base de película plástica (polietileno tereftalato sometido a tratamiento de descarga de corona) o revestimiento de rodillo o un grosor de  $5 \text{ g/m}^2$  sobre una base de sólidos (la cantidad de revestimiento se expresará de la misma manera seguidamente) y se secó para obtener la hoja medidora de presión (a).

Por otra parte, 100 partes de arcilla blanca ácida (4 a  $80 \mu$ ; promedio  $8 \mu$ ) tratada con ácido sulfúrico, 20 partes de nitrocelulosa y 350 partes de etil acetato, se combinaron en un molino de bolas durante 24 horas para obtener una dispersión revestidora adsorbente. La dispersión revestidora fue similarmente revestida sobre una base de película plástica en una cantidad de revestimiento de  $6 \text{ g/m}^2$  para formar la hoja medidora de presión (b).

Las hojas medidoras de presión, así obtenidas, fueron usadas para medir la presión de unión de una junta situada en la juntura entre un bloque de cilindro de motor y la culata del cilindro, interponiéndose las hojas medidoras de presión (a) y (b) entre la junta y la culata de cilindro con el formador de color y capa adsorbente, cara contra cara entre sí, y entonces se pusieron en contacto a presión para formar color.

Para permitir la correlación de presión y color, se dispusieron las mismas hojas medidoras de presión arriba descritas de la misma manera cara contra cara, y se pusieron en contacto entre sí para formar color a presión en el alcance de  $1 \text{ kg/cm}^2$  hasta  $200 \text{ kg/cm}^2$  de una manera escalonada con incrementos de presión de  $2,5 \text{ kg/cm}^2$ . Las marcas de color así resultantes fueron medidas por medio de un densitómetro y se inscribieron las líneas, que indicaron la relación entre presión y densidad de color.

Las hojas medidoras de presión (a) y (b) dispuestas entre la junta y el cilindro, según se ha descrito arriba, se citaron y se midió la densidad de color de las imágenes coloreadas, forma-

das sobre la hoja (b) medidora de presión (hoja revestida con ad  
sorbente) por medio del arriba mencionado densitómetro. El resul  
tado fue comparado con las líneas inscritas para determinar el  
valor de la presión.

5

EJEMPLO DE COMPARACION 1

Una medidora de esfuerzo (fabricado por Baldurin Locomotive  
Works) se dispuso entre una junta y una culata de cilindro según  
se describió en el Ejemplo 1, como comparación, y se midió la pre  
sión aplicada. Este método para usar un medidor de esfuerzo exi  
gió aparatos a gran escala incluyendo amplificadores, detectores,  
10 registradores, etc. y además, puesto que este método procura solo  
una medición por puntos, no pudo determinarse la distribución  
de presión para amplias áreas entre la junta y la culata de ci  
lindro, que pu-dieron medirse de acuerdo con el método de este  
15 invento.

EJEMPLO DE COMPARACION 1-2

Como comparación, se preparó, de manera similar al Ejemplo  
1, una dispersión revestidora conteniendo microcápsulas con una  
proporción del grosor de pared medio numérico respecto al diá  
metro de partícula medio por volumen  $\delta/D = 3,5 \times 10^{-2}$ . También  
20 se prepararon hojas medidoras de presión (a) y (b) de la misma  
manera que en el ejemplo 1 y se dispusieron entre la junta y la  
culata de cilindro para medir la presión aplicada a la misma.

Con este método de comparación, no pudieron realizarse me  
25 diciones exactas de presión, ya que se encontraron grandes erro  
res y baja precisión.

La tabla, citada más abajo, muestra las exactitudes en la  
medición de presión para el alcance de presión de  $1 \text{ kg/cm}^2$  hasta  
20  $20 \text{ kg/cm}^2$  usando las hojas de medición de presión de acuerdo con  
30 el presente invento, y las hojas de medición de presión del Ejem

plo de comparación arriba descrito.

TABLA 1

Hoja medi dora de presión	Exactitud					
	<u>+1kg/cm<sup>2</sup></u>	<u>+2,5kg/cm<sup>2</sup></u>	<u>+5kg/cm<sup>2</sup></u>	<u>+7,5kg/cm<sup>2</sup></u>	<u>+10kg/cm<sup>2</sup></u>	<u>+15kg/cm<sup>2</sup></u>
5 Presente invento	o	⊙	⊙	⊙	⊙	⊙
Ejemplo de Compa- ración 1-2	x	x	Δ	Δ	o	o

Los símbolos de la tabla precedente tienen los siguientes significados:

- ⊙ : medible con buena exactitud
- o : medible, aunque con algún error
- Δ : considerable error
- x : incommensurable

Puede verse de la Tabla que el uso de la hoja medidora de presión, de acuerdo con el presente invento, procura valores de medición de presión de exactitud mucho más alta y menos error que la hoja del Ejemplo de comparación.

EJEMPLO 2

3 partes de rodamina B lactamo y 3 partes de 3-dietilamino-7-metilfluorano se disolvieron en 35 partes de difenilmetano alquilizado (mezcla de dibutilo, monobutilo y tributilo) a lo que se añadió una parte del producto de adición de trimetilolpropano y tolilendiisocianato (3:1 proporción molar), 0,5 parte del producto de adición de trimetilolpropano y hexametilendiisocianato y 0,2 parte del producto de adición de óxido de propileno y etilendiamina y se disolvieron en ello. La solución así preparada fue dispersada (emulsionada) en una solución comprendiendo 40 partes de agua conteniendo 2 partes de carboximetil celulosa y 2 partes de polivinil alcohol disuelto en la misma. La temperatura durante la emulgación fue de 20°C. Después de completar la emulgación se añadieron 150 partes de agua y el sistema se calentó agitando a 70°C. Entonces la temperatura se bajó a 30°C y a esta temperatura

de 30°C se añadieron 5 partes de copos de celulosa y 10 partes de almidón oxidado (ambos como en el Ejemplo 1), para obtener una dispersión revestidora conteniendo microcápsulas.

5 Una dispersión revestidora conteniendo microcápsulas teniendo una proporción del número medio de grosor de pared ( $\delta$ ) al diámetro de partícula medio por volumen (D):  $\delta/D = 5,2 \times 10^{-2}$  se obtuvo así.

10 La dispersión revestidora de las microcápsulas, según se ha descrito arriba, se revistió sobre un soporte de papel con una cuchilla de aire en una cantidad de 5  $\mu/m^2$  y se secó para obtener una hoja registradora.

15 Por otra parte, 100 partes de butil acetato y 100 partes de tolueno se mezclaron en un molino de bolas durante 25 horas para obtener una dispersión revestidora adsorbente. La dispersión revestidora adsorbente fue revestida sobre la arriba descrita capa de formador de color en una cantidad de 6  $g/m^2$  y después se secó, para obtener una sola hoja medidora de presión.

20 La hoja de medición de presión, así preparada, fue dispuesta en la juntura de una brida y una válvula para medir la distribución de presión y los valores de presión en la juntura y la presión aplicada para formar color.

Otra hoja medidora de presión del mismo tipo fue usada para formación de color a presión (pasos de incrementos de presión cada uno a 5  $kg/cm^2$ ) como una muestra de control.

25 La hoja medidora de presión dispuesta en la juntura de la brida y de la válvula fue extraída, comparada con el ejemplo de comparación, según se ha descrito arriba, y las presiones de apriete y su distribución se midieron basándose en la densidad de color formada.

Una célula de carga utilizando una medidora de esfuerzo (modelo HVI-1.000-V, transductor de presión fabricado por Showa Sokki Co., Ltd.) se dispuso de la misma manera que en el Ejemplo 2, en la juntura de una brida y una valvula para comparacion y se midió la presión. La medición de presión con la célula de carga requiere costosos instrumentos. Además, mientras pueden determinarse valores teóricos de carga por área unitaria de la juntura, no pueden medirse con la célula de carga valores de carga más altos o más bajos de los que existen efectivamente, ni la distribución de presión.

Por lo tanto, puede observarse que el uso de la hoja medidora de la presión, de acuerdo con el presente invento, simplifica las mediciones de presión en comparación con una célula de carga y puede determinar no solo presiones de puntos, sino también la distribución de presión para una amplia área.

#### EJEMPLO DE COMPARACION 2-2

Un laminado sensible a la presión fue dispuesto como una muestra de comparación en la juntura de una brida y una válvula de la misma manera que en el Ejemplo 2, para medir la presión. El laminado sensible a la presión mostró notable marca de color y manchó las manos y los vestidos de los operarios. Además, puesto que la dependencia de presión de los cambios de color es menos sensible en el laminado sensible a la presión, puede mostrarse presión como mucho en dos o tres etapas, y por lo tanto, está lejos de ser una medición de presión exacta con gran exactitud y bajo error como puede realizarse con la hoja medidora de presión de acuerdo con el presente invento.

Mientras que el invento ha sido descrito en detalle y con referencia a sus ejecuciones específicas, resultará evidente para alguien experto en la materia, que pueden introducirse varios

cambios y modificaciones sin apartarse de la idea y alcance del invento.

N O T A

5 EN RESUMEN: la presente Patente de Invención que por veinte años se solicita para España, ha de recaer sobre las siguientes reivindicaciones:

10 1ª.- Procedimiento para preparar una hoja de medición de presión, caracterizado porque comprende las operaciones de revestir una capa conteniendo microcápsulas, sobre un soporte, siendo la proporción del grosor medio de pared ( $\delta$ ) respecto al volumen medio del diámetro de las partículas (D),  $\delta/D$  de dichas microcápsulas del alcance de :  $\delta/D =$  alrededor de  $1,5 \times 10^{-3}$  hasta alrededor de  $3,0 \times 10^{-2}$ .

15 2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque la proporción de  $\delta/D$  de las microcápsulas está situada en el alcance de  $\delta/D = 2,0 \times 10^{-3}$  hasta  $3,0 \times 10^{-2}$ .

3ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque la proporción  $\delta/D$  de las microcápsulas está situada en el alcance de  $\delta/D = 2,5 \times 10^{-3}$  hasta  $3,0 \times 10^{-2}$ .

20 4ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque una capa conteniendo microcápsulas, que contienen un formador de color y una capa conteniendo adsorbente se disponen sobre la misma cara o sobre caras opuestas de un soporte.

25 5ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque una capa conteniendo microcápsulas, que contienen un formador de color y una capa conteniendo adsorbente, se disponen sobre diferentes soportes.

30 6ª.- Procedimiento según las reivindicaciones precedentes caracterizado porque para medir la presión con la hoja medidora de presión, se pone en contacto dicha hoja de medición de pre-

5 sión, que comprende una capa conteniendo microcápsulas, sobre un  
soporte, en que la proporción numérica del grosor medio de pared  
( $\delta$ ) respecto al diámetro de partícula medio (D) de volumen de las  
microcápsulas está situada en el alcance de  $\delta/D =$  alrededor de  
1,5 x 10<sup>-3</sup> hasta alrededor de 3,0 x 10<sup>-3</sup>, a un lugar de medición  
de un objeto, que deba ser medido, para formar color a presión  
y determinando la presión de los cambios en densidades ópticas  
o tonos de la imagen coloreada, producidos sobre la hoja de medi-  
10 ción de presión, en que la formación de imagen de color resulta  
del contacto a presión entre la capa conteniendo microcápsulas,  
que contiene el formador de color y una capa conteniendo un ad-  
sorbente.

7ª.- Por último se reivindica como objeto sobre el que ha  
de recaer la presente Patente de Invención que por veinte años se  
15 solicita para España,-----

p o r

" PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR UNA HOJA DE MEDICION DE PRESION "

20 Todo conforme queda expresado en la presente Memoria Des-  
criptiva que consta de veinticuatro hojas foliadas y escritas a  
máquina por una sola cara.

Madrid,

24 OCT. 1975

P. A.,

PEDRO FELIX MARR

P.P.