



251855

PATENTE DE INVENCION
por 20 años

por "Un procedimiento de fabricacion de un material para re-
produccion electrofotografica" - - - - -

a favor de: KALLE & Co. Aktiengesellschaft, de nacionalidad
alemana, domiciliada en Rheingaustrasse 190-196 WIESBADEN -
BIEDRICH (Alemania).

MEMORIA DESCRIPTIVA

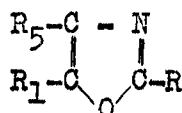
Entre los modernos procesos de reproduccion gana cada vez
en importancia el procedimiento electrofotografico, llamado
tambien xerografia. Este procedimiento seco se hace especial-
mente interesante para algunos campos, especialmente en el caso
5 de reproducciones para oficinas. El procedimiento consiste en
hacer adquirir una carga electrostatica a un soporte conductor
de la electricidad, sobre el cual se halla repartida una capa
aislante, pero fotoconductor. Con ello se confiere sensibi-
lidad a la luz a la capa aislante mencionada. Un material
10 semejante, sensible a la luz, es util para la produccion de
imagenes por via electro-fotografica. Para ello se expone a
la luz bajo un original, con lo cual se dispersa la carga
electrostatica de la capa, en los lugares alcanzados por la
luz. La imagen electrostatica latente se hace visible (reve-



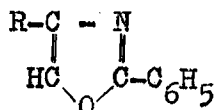
lado) por empolvamiento con resina sintética teñida y finamente distribuida. La imagen es convertida en permanente (fijada) mediante calentamiento del soporte.

Es bien conocida la fabricación de las capas aislantes
5 fotoconductoras, destinadas a realizar el procedimiento anteriormente descrito, bajo aplicación de selenio o azufre, también a partir de óxido de zinc o también de sustancias orgánicas como son el antraceno o la antraquinona. También ha sido considerada la idea de llegar a producir tales capas de
10 modo que las sustancias fotoconductoras se lleguen a dispersar en disolventes con la ayuda de un agente aglutinante, depositando estas dispersiones sobre soportes eléctricamente conductores, como lo son, en primer lugar, lámina metálicas, y dejándolas secar. El material así obtenido no llega a
15 satisfacer todavía la gran diversidad de exigencias, planteadas por el moderno material de reproducción en cuanto a posibilidades de aplicación, seguridad en el uso, sencillez en el manejo y no en último lugar su sensibilidad a la luz y su duración.

20 Ha sido hallado, que las capas que se pueden hacer sensibles por vía fotoeléctrica se fabrican con un éxito inesperado y un campo muy amplio de aplicación, empleando como sustancias fotoconductoras Oxazoles sustituidos por grupos aminofenílicos, correspondientes a una de las fórmulas generales,



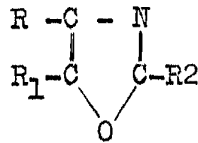
o bien



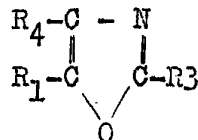


251855

o bien



o bien



En estas fórmulas significan:

R Aminofenil o aminofenil alquilizado

R₁ Fenil o fenil sustituido

R₂ Hidrógeno, alkilo, Alkenilo, un resto heterocíclico.

5

R₃ y R₄, Fenil o fenil sustituido, en los cuales, en cada uno o en uno de ellos, se halla presente como sustituyente un grupo amino o un grupo amino alquilizado, y

10 R₅ Hidrógeno o alkilo.

Las combinaciones, objeto de esta invención, poseen muy buena fotoconductibilidad y son especialmente apropiadas para la fabricación de capas homogéneas de conservación indefinida. Las combinaciones son en parte incoloras, otras se hallan teñidas con una coloración desde el amarillo claro al amarillo perfecto.

15

La fabricación de los oxazoles sustituidos por grupos aminofenilicos se produce en forma conocida. 2,5-Difeniloxazolo del tipo en cuestión se fabrican a partir de las alfa-acilaminocetonas por cierre del anillo mediante ácido sulfúrico concentrado o bien a partir de aldehidos y aldehidociahí-

20



drinas, sobre los que se hace actuar ácido clorhídrico gaseoso en éter absoluto. Los 4,5-Difeniloxazoles, según la invención, se producen por la condensación de Benzoinas con ácido prúsico o nitrilos alifáticos en ácido sulfúrico o ácido polifosfórico como agente de condensación. En forma análoga se logran 2,4,5-trifeniloxazoles a partir de benzoinas y nitrilos aromáticos. Los 2,4-difeniloxazoles, objeto de la invención, se forman por fusión conjunta de w-Bromacetofenona con amidas del ácido benzoico.

10 Algunos pocos 2,5-difeniloxazoles ya se hallan descritos en la literatura. Para las combinaciones no conocidas se hacen las siguientes indicaciones acerca de su fabricación.

A la fórmula arriba indicada corresponden por ejemplo las combinaciones siguientes:

15 2-(4'- Aminofenil)- 5-fenil-oxazol correspondiente a la fórmula 1 con punto de fusión 188 grados centígrados se forma de 12,1 gramos de 4-Aminobenzaldehido y 13,3 gramos de benzaldehidocianhidrina por condensación con HCl gaseoso en éter absoluto, bajo enfriamiento con hielo. Después de varias horas, es retirado el hidrocloreuro, introducido en lejía de sosa y el oxazol se retira mediante éter. La solución etérea se agita en una solución al 30 por 100 de sulfito hidrogenado de sodio, se deja secar y después de evaporación del éter el residuo es recristalizado mediante alcohol.

25 2-(4' - Dimetilaminofenil)-5- fenil-oxazol, correspondiente a la fórmula 2, con punto de fusión 118 gramos centígrados se obtiene mediante cierre del anillo del 4-dimetilaminobenzoil-w-aminoacetofenona con SO_4H_2 concentrado. La mencionada acetofenona se obtiene por calentamiento de 11



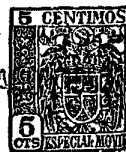
gramos de clorhidrato de cloruro de 4-Dimetilaminobenzoil y 8,6 gramos de hidrocioruro de w-aminoacetofenona en 75 centímetros cúbicos de Piridina.

5 2-(4' -Diethylaminofenil)-5-fenil-oxazol correspondiente a la fórmula 3 con punto de fusión 79 grados centígrados se obtiene a partir de 10,5 gramos de benzaldehidocianhidrina y 22 gramos de 4-Diethyl-aminobenzaldehido en 200 centímetros cúbicos de éter absoluto mediante condensación con ácido clorhídrico gaseoso. Para purificar la combinación se vuel-
10 ve a recristalizar mediante metanol.

2-(4'-Dimethylaminofenil)-5-(4'-clorofenil)-oxazol corres-
pondiente a la fórmula 4 se obtiene mediante alfa-acilamino-
cetona, obtenida a partir de 5 gramos de hidrocioruro de 4-
cloro-w-amino-acetofenona y 5,4 gramos de cloruro de dimeti-
15 lamino del ácido benzoico, mediante cierre del anillo con SO_4H_2 concentrado. Cristales amarillo claro se obtienen con metanol punto de fusión 134 grados centígrados.

4-(4'-Dimethylaminofenil)-5-(2'-clorofenil)-oxazol, corres-
pondiente a la fórmula 5 se produce por la condensación de 20
20 gramos de 2'-cloro-4-dimethylaminobenzoina con 40 gramos de cianato potásico en 500 gramos de ácido sulfúrico concentrado. Se obtienen cristales incoloros con gasolina punto de fusión 122 grados centígrados.

2-Vinilo-4-(4' - dimethylaminofenil)-5-(2'clorofenil)-oxazol,
25 correspondiente a la fórmula 6, se obtiene a partir de conden-
sación de 5,78 gramos de 2'-cloro-4-dimethylaminobenzoina
con 1,06 gramos de nitrilo de acrílico en 60 gramos de ácido
sulfúrico concentrado. Cristales amarillo claro a partir de
gasolina. Punto de fusión 95 grados centígrados.



20 A

- 6 -

251855

2-Metil-4-(4'-dimetilaminofenil)-5-(4'-clorofenil)-oxazol correspondiente a la fórmula 7, se obtiene por condensación de 5,78 gramos 4-cloro-4-dimetilaminobenzoina con 0,82 gramos de acetonitrilo en 60 gramos de ácido sulfúrico concentrado. Cristales incoloros por etanol. Punto de fusión 134 grados centígrados.

2-(4'-Dimetilaminofenil)-4,5-difenil-oxazol, correspondiente a la fórmula 8, se obtiene de 6,3 gramos benzoina y 4,7 gramos 4-dimetilaminobenzonitrilo por condensación en 60 gramos ácido sulfúrico concentrado. Cristales amarillo claro por etanol, punto de fusión 143 grados centígrados. La benzoina es mezclada intimamente con el 4-dimetil-aminobenzonitrilo en un mortero y tratado con 60 gramos de ácido sulfúrico concentrado como agente de condensación varias horas a la temperatura ambiente. Para precipitar el oxazol es vertida la mezcla, bajo agitación, sobre una mezcla de hielo y lejía de sosa. El oxazol precipitado será retirado por absorción, secado y disuelto en benzol y pasado por una columna de Al₂O₃. En este caso los productos resinosos, producidos por la condensación en ácido sulfúrico concentrado son mantenidos sujetos. El oxazol será lavado de la columna mencionada con benzol. Después de la evaporación del benzol queda el oxazol en forma casi pura, y para su mejor limpieza puede ser recristalizado.

25 2,5-difenil-4-(4'-dimetilaminofenil)-oxazol correspondiente a fórmula 9 se obtiene cuando se condensa 11 gramos de 4-dimetilaminobenzoina con 4,7 gramos de benzonitrilo en 83 gramos de ácido sulfúrico concentrado. Con alcohol cristalizan



- 7 -

251855

cristales amarillo claro punto de fusión 108 grados centígrados.

2-fenil-4-(4'-dimetilaminofenil)-5-(2'-clorofenil)-oxazol, correspondientes a la fórmula 10, se obtienen en forma de cristales amarillo claro, punto de fusión 140 grados centígrados cuando se condensan 9,9 gramos de 2'-cloro-4-dimetilaminobenzoina con 3,5 gramos de benzonitrilo en 60 gramos de ácido sulfúrico concentrado.

2-fenil-4-(4'-dimetilaminofenil)-5-(4'-clorofenil)-oxazol correspondientes a la fórmula 11 se produce en la condensación de 9,9 gramos de 4'-cloro-4-dimetilaminobenzoina con 3,5 gramos de benzonitrilo en 60 gramos de ácido sulfúrico concentrado. Cristales amarilloverdosos con etanol, punto de fusión 132 grados centígrados.

2,5-difenil-4-(4'-dietilaminofenil)-oxazol, correspondiente a la fórmula 12, se produce en la condensación de 7,1 gramos 4-dietilaminobenzoina con 2,6 gramos benzonitrilo en 60 gramos de ácido sulfúrico concentrado. La combinación es para su limpieza, disuelta en HCl y vuelta a precipitar mediante bicarbonato.

2-(4'-dimetilaminofenil)-4-(4'-dietilaminofenil)-5-fenil-oxazol, correspondiente a la fórmula 13, se obtiene cuando se condensan 5,66 gramos de 4-dietilaminobenzoina con 2,92 gramos de 4-dimetilaminobenzoinitrilo en 60 gramos de ácido sulfúrico concentrado. La combinación es disuelta para su limpieza en HCl y precipitada con solución de sosa.

2-(4'-dimetilaminofenil)-4-(4'-dimetilaminofenil)-5-fenil-oxazol, correspondiente a la fórmula 14, es obtenido mediante



condensación de 5,1 gramos de 4-dimetilaminobenzoina con 2,92 gramos de 4-dimetilamino-benzonitrilo en 60 gramos de ácido sulfúrico concentrado, disuelto, para su limpieza, en HCl y vuelto a precipitar con solución de sosa.

5 2,4-Di-(4, - dietilaminofenil)-5-feniloxazol, fórmula 15, se obtiene cuando se condensan 5,66 gramos de 4-dietilaminobenzonitrilo de 40 a 50 grados centígrados con 60 gramos de ácido sulfúrico. La combinación para su purificación es disuelta en Hcl y vuelta a precipitar en solución de sosa.

10 2-(2'-Clorofenil)-4-(4' - dimetilaminofenil)-5-feniloxazol, correspondiendo a la fórmula 16, se obtiene al tratar 5,1 gramos de 4-Dimetilaminobenzoina y 2,74 gramos de 2-clorobenzonitrilo en ácido sulfúrico concentrado bajo un ligero calentamiento. Cristales amarillos con gasolina, punto de fusión 118 grados centígrados.

15 2-(2'-clorofenil)-4-(4'- dietilaminofenil)-5-fenil-oxazol, correspondiente a la fórmula 17, tratando 5,66 gramos de 4-dietilaminobenzoina y 2,74 gramos de 2-clorobenzonitrilo en 60 gramos de ácido sulfúrico concentrado. Cristalización mediante alcohol en cristales amarillo claro, punto de fusión 83 grados centígrados.

20 2-(3'-Clorofenil)-4-(4'-dietilaminofenil)-5-fenil-oxazol, correspondiente a la fórmula 18, se obtiene tratando 5,66 gramos de 4-dietilaminobenzoina y 2,74 gramos de 3-clorobenzonitrilo en 60 gramos de ácido sulfúrico concentrado y recristalizado con alcohol. Punto de fusión 99 grados centígrados.

25 2-(4'-clorofenil)-4-(4'-dietilaminofenil)-5-feniloxazol, correspondiente a la fórmula 19 se obtiene condensando 5,66



gramos de 4-dietilaminobenzoina con 2,74 gramos de 4-clorobenzonitrilo en 60 gramos de ácido sulfúrico concentrado. Cristales incoloros mediante alcohol, punto de fusión 135 grados centígrados.

5 2-(4'-clorofenil)-4-(4'-dimetilaminofenil)-5-feniloxazol, correspondiente a la fórmula 20, se obtiene por condensación de 5,1 gramos de 4-dimetilaminobenzoina con 2,74 gramos de 4-clorobenzonitrilo en 60 gramos de ácido sulfúrico concentrado. Recristalizado mediante alcohol, funde a 147 grados centígrados. Color amarillo claro.

10 2-(3'-clorofenil)-4-(4'-dimetilaminofenil)-5-feniloxazol, correspondiente a la fórmula 21, se obtiene por condensación de 5,1 gramos de 4-dimetilaminobenzoina con 2,74 gramos de 3-clorobenzonitrilo en 60 gramos de ácido sulfúrico concentrado. Cristales amarillos mediante alcohol, punto de fusión 106 grados centígrados.

15 2-(4'-dietilaminofenil)-4-(4'-dimetilaminofenil)-5-2'-clorofenil)-oxazol, correspondiente a fórmula 22, se obtiene condensando en 60 gramos de ácido sulfúrico concentrado 5,78 gramos de 2'-cloro-4-dimetilaminobenzoina y 3,52 gramos de 4-dietilaminobenzonitrilo bajo un suave calentamiento. Cristales precipitados en alcohol, color amarillo claro. Punto de fusión 138 grados centígrados.

20 2-(4'-Dimetilaminofenil)-4-(4'-dimetilaminofenil)-5-(3'-clorofenil)-oxazol, correspondiente a la fórmula 23, se forma al tratar por condensación en 60 gramos de ácido sulfúrico concentrado 5,78 gramos de 4-Dimetilamino-3'-clorobenzoina con 2,92 gramos de 4-Dimetilaminobenzonitrilo. Cris-



251850

- 10 -

tales amarillos mediante alcohol de punto de fusión 153 grados centígrados.

2,4-Di-(4'-dimetilaminofenil)-5-(2'-clorofenil)-oxazol, correspondiente a la fórmula 24, se forma al tratar 5,78 gramos de 2'-cloro-4-dimetilaminobenzoina con 2,92 gramos de 4-dimetilaminobenzonitrilo en 60 gramos de ácido sulfúrico concentrado. Mediante alcohol se obtienen cristales amarillo claro de punto de fusión 164 grados centígrados.

2,4 -Di-(4'-dimetilaminofenil)-5-(4'-clorofenil)-oxazol, correspondiente a la fórmula 25, se produce por condensación de 5,78 gramos de 4'-cloro-4-dimetilaminobenzoina con 2,92 gramos de 4-dimetilaminobenzonitrilo en 60 gramos de ácido sulfúrico concentrado. Cristales incoloros mediante alcohol. Punto de fusión 143 grados centígrados.

2-(4'-Dietilaminofenil)-4-(4'-dimetilaminofenil)-5-(4'-clorofenil)-oxazol, correspondiente a la fórmula 26, obtenido por condensación de 5,78 gramos de 4'-cloro-4-dimetilaminobenzoina con 3,5 gramos de 4-Dimetilaminobenzonitrilo en 60 gramos de ácido sulfúrico concentrado. Mediante alcohol cristales incoloros de punto de fusión 124 grados centígrados.

2-(2'-clorofenil)-4-(4'-dimetilaminofenil)-5-(2'-clorofenil)-oxazol, correspondiente a la fórmula 27 puede ser obtenido por condensación de 5,78 gramos de 2'-cloro-4-dimetilaminobenzoina con 2,74 gramos de 2-clorobenzonitrilo en 60 gramos de ácido sulfúrico concentrado. Se recristaliza mediante alcohol y funde a 154 grados centígrados.

2-(2'-clorofenil)-4-(4'-dimetilaminofenil)-5-(4'-clorofenil)-oxazol, fórmula 28, se obtiene tratando 5,78 gramos



de 4'-cloro-4- dimetilaminobenzoina con 2,74 gramos de 2-cloro-benzonitrilo en 60 gramos de ácido sulfúrico concentrado. Mediante alcohol cristales amarillos de punto de fusión 136 grados centígrados.

5 2-(2'-clorofenil)-4-(4'- dietilaminofenil)-5-(2'-clorofenil)-oxazol, fórmula 29, obtenida por condensación de 6,34 gramos de 2'-cloro-4-dietilaminobenzoina con 2,74 gramos de 2-clorobenzonitrilo en 60 gramos de ácido sulfúrico. La sustancia se recristaliza mediante alcohol y funde a 119 grados centígrados.

10

2-(4'-clorofenil)-4-(4'-dietilaminofenil)-5-(2'-clorofenil)-oxazol, fórmula 30, se produce por condensación de 6,34 gramos de 2'-cloro-4-dietilaminobenzoina con 2,74 gramos de 4-clorobenzonitrilo en 60 gramos de ácido sulfúrico concentrado.

15 Mediante alcohol cristales amarillos, punto de fusión 107 grados centígrados.

2-(4'-clorofenil)-4-(4'-dimetilaminofenil)-5-(2'-clorofenil)-oxazol, fórmula 31, se obtiene por 5,78 gramos de 2'-cloro-4-dimetilaminobenzoina y 2,74 gramos de 4-clorobenzonitrilo mediante condensación en 60 gramos de ácido sulfúrico concentrado. De alcohol se obtienen cristales amarillos de punto de fusión de 146 grados centígrados.

20

2-(4'-clorofenil)-4-(4'-dimetilaminofenil)-5-(4'-clorofenil)-oxazol, fórmula 32, se obtiene de 5,78 gramos de 4'-cloro-4-dimetilaminobenzoina y 2,74 gramos de 4-cloro-benzonitrilo por condensación en 60 gramos de ácido sulfúrico concentrado. Se recristaliza con alcohol y funde a 147 grados centígrados.

25

2-(4'-Piridil)-4-(4'-dimetilaminofenil)-5-(4'-clorofenil)-oxazol, fórmula 33, obtenido por condensación de 5,78 gramos de



4'-cloro-4-dimetilaminobenzoina con 2,08 gramos de 4-cianpiridina en 60 gramos de ácido sulfúrico concentrado. Cristales amarillos mediante alcohol de punto de fusión 168 grados centígrados.

5 2-(3'-aminofenil)-4-(4'-dimetilaminofenil)-5-(5'-clorofenil)-oxazol, fórmula 34, obtenido por condensación de 5,78 gramos de 2'-cloro-4-dimetilaminobenzoina con 2,36 gramos de 3-aminobenzonitrilo en 60 gramos de ácido sulfúrico concentrado. Cristales amarillos con benzol/gasolina de punto de fusión
10 152 grados centígrados.

 2-etil-4-(4'-dimetilaminofenil)-5-(4'-clorofenil)-oxazol, fórmula 35, se forma de 5,78 gramos de 4'-cloro-4-dimetilaminobenzoina y 1,1 gramos de etilcianida en la condensación con 60
15 gramos de ácido sulfúrico concentrado. Cristales incoloros mediante alcohol de punto de fusión 84 grados centígrados.

 2-fenil-4-(4'-dietilaminofenil)-oxazol, fórmula 36 (mediante ligroina cristales incoloros de punto de fusión 80 grados centígrados) obtenido por etilado de 2,36 gramos de 2-fenil-4-(4'-aminofenil)-oxazol mediante 2 gramos de fosfato de
20 etilo. 2-fenil-4-(4'-aminofenil)-oxazol obtenido por reducción catalítica de la correspondiente combinación nitrada. 2-fenil-4-(4'-nitrofenil)-oxazol es producido por una fusión conjunta de una hora de 36 gramos de 4-nitro-w-bromoacetofenona y 57
25 gramos de benzamida a 140 - 150 grados centígrados y recristalizado mediante alcohol o acetona funde a 175 grados centígrados,

 2-propilo-4-(4'-dimetilaminofenil)-5-(4'-clorofenil)-oxazol, fórmula 37, se obtiene por condensación de 1,38 gramos de nitrilo de butiro con 5,78 gramos de 4'-Cloro-4-dimetil-amino-benzoina en 60 gramos de ácido sulfúrico concentrado. Después



de la recristalización con alcohol funde a 102 grados centí-
grados.

2-(2'-Clorofenil)-4-(4'-dipropilaminofenil)-5-(2'-cloro-
fenil)-oxazol, fórmula 38, se obtiene de 6,9 gramos de 2'-clo-
5 ro-4-dipropilaminobenzoina y 2,74 gramos de 2-clorobenzonitri-
lo en la condensación con 60 gramos de ácido sulfúrico concen-
trado. Con alcohol se obtienen cristales amarillo claro de
punto de fusión 111 grados centígrados.

2-(4'-dipropilaminofenil)-4-(4'-dimetilaminofenil)-5-(2'-
10 clorofenil)-oxazol, fórmula 39, se obtiene por condensación de
5,8 gramos de 2'-cloro-4-dimetilaminobenzoina con 4,04 gramos
de 4-Dipropilaminobenzonitrilo en 60 gramos de ácido sulfúri-
co concentrado, recristalizado mediante alcohol y funde a 124
grados centígrados.

2-vinilo-4-(4'-dietilaminofenil)-5-(2'-clorofenil)-oxazol,
15 fórmula 40, se obtiene por condensación de 6,34 gramos de 2'-
cloro-4-dietilaminobenzoina con 1,06 gramos de nitrilo de acri-
lo en 60 gramos de ácido sulfúrico concentrado. Con gasolina,
cristales amarillos, de punto de fusión 104 grados centígrados.

En forma análoga a la fabricación de la mencionada combi-
nación correspondiente a la fórmula 40, se obtiene por conden-
sación de 1,06 gramos de nitrilo de acrílo con 6,9 gramos de
2'-cloro-4-dipropilaminobenzoina la combinación 2-Vinilo-4-
20 (4'-dipropilaminofenil)-5-(2'-clorofenil)-oxazol, correspondien-
te a la fórmula 41, que después de la recristalización median-
te gasolina forma cristales amarillo claro que funden a 77 gra-
dos centígrados, o bien por condensación de 1,06 gramos de ni-
trilo de acrílo con 7,5 gramos de 2'-cloro-4-dibutilaminoben-
zoina la combinación 2-vinilo-4-(4'-dibutilaminofenil)-5-(2'-



clorofenil)-oxazol, correspondiente a la fórmula 42, que junto con gasolina forma cristales amarillos, de fusión a 50 - 51 grados centígrados. La combinación correspondiente a la fórmula 42 es fácilmente soluble en disolventes orgánicos y no se
5 deja recristalizar.

2-(2'-clorofenil)-4-(4'-dibutilaminofenil)-5-(2'-clorofenil)-oxazol, fórmula 43, se obtiene por condensación de 7,46 gramos de 2'-cloro-4-dibutilamino-benzoina y 2,74 gramos de 2-clo-
10 robenzonitrilo en 60 gramos de ácido sulfúrico concentrado. Cristales amarillo claro en alcohol de punto de fusión 102 grados centígrados.

2-(4'-dimetilaminofenil)-4-metil-5-fenil-oxazol, fórmula 44, se produce por condensación de la azadicetona, obtenida de 9,3 gramos de aminoetilfenilcetona y 11,0 gramos de cloruro de
15 dimetilaminobenzil, en ácido sulfúrico concentrado. Cristales amarillo claro a partir de alcohol rebajado de punto de fusión 114 grados centígrados.

Para la fabricación de las capas aislantes fotoconductoras, se emplean con éxito soluciones de los oxazoles objeto de la in-
20 vención, sustituidos por grupos de aminofeniles, o también con mezclas de estos oxazoles en disolventes orgánicos por ejemplo benzol, acetona, cloruro de metileno, éter glicolmonometílico y otros. También se pueden emplear mezclas de disolventes. Los oxazoles a emplear, sustituidos por grupos aminofenílicos,
25 pueden también ser aplicados o mezclados con otras sustancias orgánicas fotoconductoras.

Para la fabricación de las capas aislantes fotoconductoras puede ser ventajoso, como ha sido descubierto, el aplicar los cuerpos oxacolicos arriba mencionados y correspondientes a las



fórmulas generales, junto con coloides orgánicos. De éstos son más ventajosos para su empleo las resinas naturales y sintéticas, por ejemplo las resinas de bálsamo, resinas fenólicas modificadas con colofonia y otras resinas con proporción adecuada de colofonia, resinas de cumarona e indeno y todas aquellas sustancias que caen bajo la denominación general de resinas sintéticas, a las cuales pertenecen, según el manual de plásticos (11ª edición de 1955) de Saechtling-Zebrowski (página 212 y siguientes), los derivados de cuerpos naturales, como son éter celulósico; polimerizados como los cloruros de polivinilo, acetato de polivinilo, acetato de polivinilo, éter de polivinilo, éster poliacrílico y polimetacrílico, además poliestireno e isobutileno; policondensados, por ejemplo, poliésteres, como resinas ftálicas, resinas alquídicas, resinas de moleinato, ésteres mezcla de ácido maleico-colofonia, de alcohol más elevados, resinas de fenol-formaldehído, en especial condensados de formaldehído-fenil modificados con colofonia, resinas de urca-formaldehído, condensados de melarina-formaldehído, resinas aldehídicas, resinas cetónicas, de las cuales son de destacar en especial las resinas AW2 de la Badische Anilin- & Soda-Fabrik, resinas de xilol-formaldehído y poliamidas; poliaductos, por ejemplo los poliuretanos.

Si se emplean los cuerpos oxazolados, sustituidos básicamente, mezclados con coloides orgánicos, pueden variar entre grandes límites las relaciones de cantidad entre resina y sustancia fotoconductor. La aplicación de mezclas en la misma proporción, aproximadamente, de resina y combinación de oxazol, ha dado buen resultado. Si se emplean tales mezclas de aproximadamente las mismas partes de resina y cuerpo de oxazol, entonces sus soluciones dan, en la mayoría de los casos, capas



transparentes durante el secado, que pueden ser consideradas como soluciones sólidas.

Como soportes electroconductores pueden emplearse todos aquellos que se acomoden a las exigencias de la xerografía, por ejemplo planchas de metal o de cristal, papel, planchas o láminas de resinas conductoras de la electricidad o resinas plásticas, llamados en general plásticos. Si se emplea papel como soporte para la capa fotoconductor, se recomienda tratar previamente el destinado a las capas aislantes fotoconductoras contra la penetración de la solución destinada a formar las capas, por ejemplo, mediante celulosa metilica en solución acuosa o bien alcohol polivinílico en solución acuosa o bien mediante la solución de una mezcla de polimerizado procedente de metilester del ácido acrílico y nitrilo de acrílo en acetona y metil-etil-cetona o bien mediante soluciones de poliamidas en alcohol rebajadas con agua. También pueden ser empleadas dispersiones acuosas de cuerpos adecuados para la preparación previa de la superficie del papel.

Las soluciones de las combinaciones de la serie difenil y trifenil-oxazol, en caso dado mezcladas con las resinas, son pasadas a los soportes en la forma normal, por ejemplo, con la ayuda de rodillos, pulverizado, pintado o en cualquier otra forma. A continuación es secado en forma tal que se forma una capa regular, fotoconductor, sobre el soporte electroconductor.

Las capas fotoconductoras se cargan generalmente mediante una descarga "corona", positivamente o negativamente. Las capas fotoconductoras cargadas poseen sensibilidad a la luz, que se halla principalmente en la región del ultravioleta, entre 3600 hasta aproximadamente 4.200 Å. Con una lámpara de vapor



251855

de mercurio a presión y con la ayuda de un original se pueden obtener buenas imágenes con muy corto tiempo de exposición.

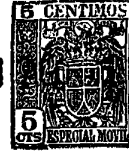
En la zona visible del espectro de la luz no presentan las capas, incluso después de su carga, sensibilidad. Tal como ha podido ser descubierto, con la adición de sensibilizadores a la capa fotoconductor, puede ser extendida su sensibilidad a la región visible del espectro. Como sensibilizantes se prestan especialmente colorantes, para cuya identificación se han indicado también los números bajo los que se hallan indicados en las Farbstofftabelle (tabla de colorantes) de Schultz (7ª edición, 1^{er} tomo, 1931). Como especialmente efectivos podemos mencionar colorantes de triarilemetano como son verde brillante (Nº 760 página 314), Azul victoria B (Nº 822, página 347) violeta de metilo (Nº 763, página 327), violeta cristal (Nº 785 página 329), violeta ácido 6B (Nº 831, página 351); colorantes de xantatos es a saber Rhodamina, como Rhodamina B (Nº 864, página 365), Rhodamin 6G (Nº 866, página 366), Rhodamina G extra (Nº 865, página 366), sulfurodamina B (863, página 364) y eosina ácida natural G (Nº 870, página 368), así como ftaleína como Eosina S (Nº 883, página 375) Eosina A (Nº 881, página 374), erythrosina (Nº 886, página 376), floxina (Nº 890, página 370), Rosa bengala (Nº 889, página 378 y fluorescena (Nº 880, página 373), colorantes de tiazina como azul de metileno (Nº 1038, página 449); colorantes de acridina como amarillo de acridina (Nº 901, página 383), naranja de acridina (Nº 908, página 387) y tripaflavina (Nº 906, página 386); colorantes de chinolina como el pinacianol (Nº 924, página 396) y kriptocianina (Nº 927, página 397); colorantes de quinona y cetona como alizarina (Nº 1141, página 499), rojo alizarina S



(Nº 1145, página 502) y quinizarina (Nº 1146, página 504; colorantes de cianina, por ejemplo Cianina (Nº 921, página 394) y clorofila.

La producción de imágenes por vía electrofotográfica se realiza de la siguiente manera: Después de la carga de la capa fotoconductora, por ejemplo mediante una descarga "corona" a 6.000 - 7.000 voltios se impresiona el soporte, por ejemplo papel o lámina de aluminio o plástico, con la capa sensibilizada bajo un original o mediante proyección epi o diascópica. A continuación se empolva en forma conocida mediante resina en polvo teñida con negro de humo. La imagen que se hace visible es muy delicada y desaparece con el roce. Por ello ha de fijarse mediante un ligero calentamiento a unos 120 grados centígrados o bien a la temperatura que pueda resistir el revelador mediante radiaciones infrarrojas. La temperatura podrá ser menor cuando el calentamiento se produzca en presencia de vapores de disolventes, como el tricloroetileno, el tetracloruro de carbono o el alcohol etílico. También es posible el fijado mediante tratamiento con vapor de agua. Con originales positivos se producen imágenes positivas, que se caracterizan por un buen efecto de contraste.

Una especial ventaja de las imágenes obtenidas por este sistema consiste en que después de la fijación se las puede hacer tipos aptos para impresión, si se limpia el soporte, por ejemplo, el papel o la plancha de plástico con un disolvente destinado a la capa fotoconductora por ejemplo alcohol o ácido acético. En este caso desaparecen las partes que no llevan imagen, con lo que el soporte puede ser humedecido. La placa en forma conocida, es entintada con tinta grasa, que so-



20

- 19 -

251000

le se adhiere a los lugares con imagen. Con ello se obtienen tipos positivos de impresión, con los que se puede imprimir después de colocados en una máquina offset. El número de tirajes posible es muy elevado.

5 Empleando originales transparentes también permiten las imágenes electrofotográficas ser usadas como originales para el copiado sobre cualesquiera capas sensibles. Las combinaciones fotoconductoras son, en este aspecto, superiores a las sustancias empleadas hasta la fecha, como el selenio o el óxido
10 de zinc, ya que estas últimas solo producen capas turbias, que dificultan mucho el copiado, por que con estos cuerpos no se pueden obtener soluciones sólidas, sino solo suspensiones.

También por reflejo, usando originales transparentes, pueden producirse imágenes sobre las sustancias fotoconductoras,
15 La posibilidad de obtener copias por reflejo representa un avance en el estado actual de la técnica.

Además, estas capas fotoconductoras poseen todavía la gran ventaja de que se dejan cargar tanto positiva como negativamente. En el caso de carga positiva las imágenes son especialmente
20 buenas y apenas se produce el ozono, que aparece en forma intensa durante la carga negativa que es perjudicial para la salud y requiere medidas especiales, como son utilización de ventiladores.

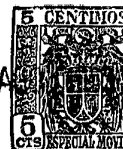
E J E M P L O S

1) 10 gramos de cloruro de polivinilo, postclorado, por
15 ejemplo el plástico producido por la firma Dynamit AG./Rheinfelden, bajo el nombre protegido "Rhenoflex", es disuelto en 100 gramos de metil-etilcetona. A esta solución se añade primeramente la solución de 10 gramos de 2-(4'-Dimetilamofenil)-5-fenil-oxazol, fórmula 2, en 200 gramos de toluol y seguidamente la solución de 0,015 gramos de "Victoria reiblau" (Azul victoria



puro) (Schultz "Farbstofftabelle", 7ª edición, tomo I (1931) nº 822) en 2 gramos de metanol. Con este conjunto de solución se coloca la capa sobre el papel, mediante máquina, en grueso de aproximadamente 6 u. Después del secado de la capa es provisto el papel de una carga positiva mediante una descarga "corona". A continuación se produce sobre este papel por vía episcópica y mediante una página impresa de libro, una imagen electrostática latente. Después se trata el papel en la cara provista de la capa con un revelador que se compone de pequeñas bolitas de cristal mezcladas en caliente con resina y de una mezcla muy íntima de resina y negro de humo. La resina teñida de negro permanece en los lugares no alcanzados por la luz durante la exposición y se hace visible una reproducción positiva del original que al ser calentada suavemente quedará fijada. La imagen presenta un buen contraste.

2) 1 gramo 2-(4'-dietilaminofenil)-5-fenil-oxazol, correspondiendo a fórmula 3, 1 gramo de resina cetónica por ejemplo el producido por la Chemische Werke Huls AG./ Marl bajo el nombre "Kunstharz SK" y 0,02 gramos de Rhodamina B extra (Schultz, "Farbstofftabelle", 7ª edición tomo I, 1931, página 864) se disolverán en 30 cm³ de benzol. Con la solución obtenida se procederá a extender una capa a máquina sobre papel opaco pero transparente a los rayos luminosos, cuya superficie ha sido tratada previamente contra la penetración de disolventes orgánicos, la capa es de aproximadamente 6 u. Este papel con la capa mencionada es cargado negativamente mediante descarga "corona" y es colocado por la cara provista de la capa sobre una página de libro, impresa por ambas caras, colocando en el dorso de la misma un papel negro. Entonces se ilumina la página a través del papel que lleva la



capa durante un segundo con una bombilla de 100 watos. La imágen electrostática, producida por reflejo, es empolvada con un revelador, que se compone de 100 gramos bolitas de vidrio (tamaño bolitas 350-400 u) y 2,5 gramos de virador (tamaño del grano 20 a 50 u). El virador se prepara empleando 5 30 gramos de polistirolo LG de la Badische Anilin & Soda Fabrik, Ludwigshafen a. Rhein, 30 gramos de "Beckacite" K 105 producido por la Reichold Chemie AG/Hamburgo y 3 gramos de negro de humo Peerless Black Russ 522 de la Druckfarbenfabriken Gebr.Hartmann, Concentra GMBH/ Frankfurt A.M. fundiéndose y mezclándolos entre sí. El producto es luego molido. Se obtiene una imágen positiva pero invertida de la página. Si sobre la imágen empolvada obtenida se aprieta sin fuerza un papel o una lámina de plástico o bien un tejido, la imágen es cedida y se obtiene sobre el papel, la lámina o el tejido 15 una imágen sin inversión. La cesión de la imágen empolvada invertida puede influenciarse en forma favorable, estableciendo un campo eléctrico en el papel o la lámina que ha de recibir la imágen, que se encarga de recibir la imágen no 20 invertida. Si el papel o la lámina son transparentes, se obtendrán originales intermedios para la confección de más reproducciones, por ejemplo, siguiendo el sistema de copia con luz artificial.

3) 1 gramo de 2-(4'-diethylaminofenil)-4-(4'-dimetilaminofenil)-5-(2'-clorofenil)-oxazol, fórmula 22 y 1 gramo de resina de condensación aldehído-cetónica, sin saponificar, por ejemplo la producida por la Chemische Werke Hüls Aktiengesellschaft, bajo el nombre "Kunstharz AP", se disuelven en 30 centímetros cúbicos de benzol, extendiéndose aproximadamente 15 centímetros cúbicos de esta solución sobre una hoja de pa-



pel, formato DIN A4, cuya superficie se ha tratado previamente para impedir la entrada de disolventes orgánicos, y se deja secar. Con el papel preparado se pueden producir imágenes según lo descrito en el ejemplo 1).

5 Colocando un papel encima de una imagen, obtenida como se ha indicado, que haya sido espolvoreada con polvo de resina y negro de humo y no haya sido fijada todavía y mediante otra carga eléctrica producida por una descarga "corona", es pasada la imagen polvorienta, invertida de lado, al papel. Si la
10 imagen pulverulenta es pasada a papel transparente o a una lámina transparente de plástico, puede volver a copiarse la imagen obtenida, por ejemplo sobre papel Diazo de copias.

4) 1 gramo 2-(4'-dimetilaminofenil)-4-(4'-dimetilaminofenil)-5-fenil-oxazol, fórmula 14, y 1 gramo de resina de ácido maleico, por ejemplo la suministrada por la firma Reichhold Chemie A.G. bajo su nombre registrado "Beckacite" K 105, se disuelven en 3⁰
15 centímetros cúbicos de benzol. La solución es aplicada sobre papel transparente, tratado previamente para evitar la penetración de disolventes orgánicos, y dejado secar. Mediante proceso electrofotográfico se producen sobre este papel transparente
20 imágenes, que en la forma conocida son reveladas y fijadas por calentamiento o mediante tratamiento con vapores de tricloroetileno, que ofrecen buen contraste y pueden ser aplicadas como originales intermedios, como en el caso de copias mediante
25 papel de copias a la luz.

5) 1 gramo 2-(4'-Dimetilaminofenil)-4-(4'-diethylaminofenil)-5-fenil-oxazol, correspondiente a la fórmula 13 y 1 gramo de resina cumarona, por ejemplo la de la Gesellschaft fuer Teerverwertung/Duisburg/Meiderich, tipo 401/70, se disuelven en 30 centímetros cúbicos de benzol. Aproximadamente 15 centímetros cúbicos



de esta solución son extendidos sobre una hoja de papel de formato A4, cuya superficie se haya tratado contra la penetración de disolventes orgánicos, y se deja secar. Se obtienen las imágenes por vía electrofotográfica, reveladas por empolvamiento y fijadas por vapores de disolventes orgánicos, por ejemplo tetracloroetileno.

6) 1 gramo de 2-(2'-clorofenil)-4-(4'-dimetilaminofenil)-5-fenil-oxazol correspondiente a la fórmula 16 y 1 gramo de resina cetónica, por ejemplo la de Rheinpreussen GMBH, Homberg, obtenida por policondensación, tipo BM, se disolverán en 30 centímetros cúbicos de éter glicomonometílico. La solución es extendida sobre una lámina de aluminio a la que después de la evaporación del disolvente permanece superficialmente fija una capa. Con la lámina así preparada por vía electrofotográfica se obtienen imágenes mediante un original. Mediante un procedimiento de trasplante de imagen se obtienen copias sobre papel, con un buen contraste.

7) 1 gramo de 2-(4'-dimetilaminofenil)-4-(4'-dimetilamino-fenil)-5-(2'-clorofenil)-oxazol, según fórmula 24, y 1 gramo de resina de zinc, por ejemplo de la R.Kraemer/Bremen, bajo el nombre registrado resina de zinc Erkazit 165, se disuelven en 30 centímetros cúbicos de éter glicolmonometílico. La solución es aplicada encima del papel fabricado según las patentes americanas 2.534.650; 2.681.617; 2.559.610. Después de la evaporación del disolvente permanece una capa sobre el papel. Mediante el proceso conocido, se obtienen imágenes directas con un buen contraste que se fija en la forma descrita. Estas imágenes, después del fijado, pueden ser convertidas en tipos para impresión, pasando por el papel alcohol del 96 por 100, enjuagando con agua y entintando con tinta grasa



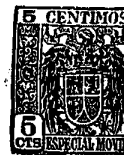
en presencia de ácido fosfórico al 1 por 100. Se obtienen tipos positivos, que colocados en máquinas offset permiten la impresión.

5 8) 1 gramo de 2-(2'-clorofenil)-4-(4'-dimetilaminofenil)-
-5-(2'-clorofenil)-oxazol, fórmula 27 y 1 gramo de 2-(2'-cloro-
fenil)-4-(4'-dietilaminofenil)-5-(2'-clorofenil)-oxazol fórmu-
la 29, se disuelven en 30 centímetros cúbicos de benzol. La
solución se aplica sobre una lámina de aluminio, cuya super-
ficie se haya desengrasado, y se deja secar. Mediante un ori-
10 ginal se obtiene la consabida imagen, revelada por espolvorea-
do y fijada por calentamiento. Se produce un tipo para la
impresión, lavando la cara que lleva, la imagen con alcohol
al 96 por 100, enjuague con agua, y entintado con tinta gra-
sa y ácido fosfórico al 1 por 100. Se obtiene un tipo positi-
15 vo, que permite imprimir mediante una máquina offset.

20 9) 1 gramo de 2-vinilo-4-(4'-dietilaminofenil)-5-(2'-clo-
rofenil)-oxazol, fórmula 40, y 1 gramo de cloruro de poli-
vinilo clorado, se disuelven en 30 centímetros cúbicos de
toluol. Con esta solución se impregna un papel preparado pre-
viamente contra la penetración de disolventes orgánicos. Des-
pués del secado se carga la capa negativamente con ayuda de
una descarga "corona" y bajo un original es expuesta un segun-
do a la luz de una lámpara de vapor de mercurio a alta presión
de 125 vatios. La imagen electrostática latente se revela
25 mediante polvo de resina teñido, y la imagen de polvo, que no
es resistente contra el frote, es fijada por un breve trata-
miento posterior térmico.

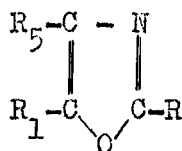
N O T A

Por la patente de invención a que se refiere la presen-
te memoria descriptiva se REIVINDICA la propiedad y la explo-

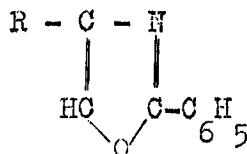


tación exclusiva de:

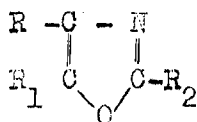
1.- Un procedimiento de fabricación de un material para reproducción electrofotográfica, que consiste esencialmente en constituirlo por un soporte conductor y sobre el cual es adherida una capa aislante fotoconductor, caracterizado por-
5 que la capa aislante contiene como sustancias fotoconductoras oxazoles sustituidos por grupos aminofenilicos, correspondientes a una de las fórmulas generales



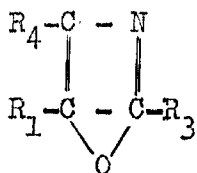
o bien



o bien



o bien



o bien que la capa se componga de estos cuerpos. En estas fórmulas significan.

10

- R Aminofenil o Aminofenil alquilizado
- R₁ Fenil o Fenil sustituido
- R₂ Hidrógeno, alkilo, Alkenilo, un resto heterocíclico,
- R₃ y R₄ Fenil o fenil sustituido, en los cuales en cada uno de ellos o bien en uno de ellos se halla presente como sustituyente un grupo amino o un grupo amino alki-

251855



lizado, y R_5 Hidrógeno o alkilo.

5 2.- Un procedimiento de fabricación de un material para reproducción electrofotográfica, tal como el especificado en 1, caracterizado por el hecho de que los cuerpos oxazolados se hallan presentes en la capa aislante mezclados con coloides orgánicos, y en ciertos casos en forma de soluciones sólidas con los coloides.

10 3.- Un procedimiento de fabricación de un material para reproducción electrofotográfica, tal como el especificado en 1 y 2, caracterizado por el hecho de incorporar sensibilizadores a la capa aislante.

4.- "Un procedimiento de fabricación de un material para reproducción electrofotográfica".

Consta la presente memoria de veintiseis hojas foliadas, escritas por una sola cara.

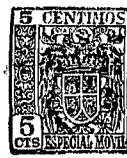
Barcelona, 20 de Agosto de 1959.

P. p. de: KALLÉ & Co, Aktiengesellschaft,

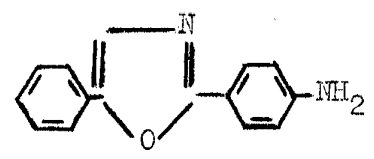
27-

251855

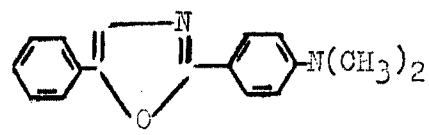
20



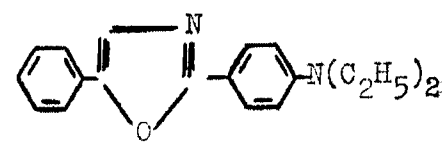
Fórmula 1



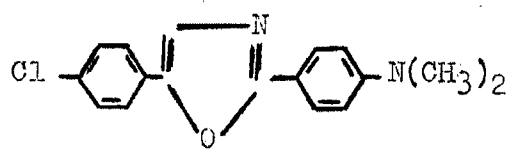
Fórmula 2



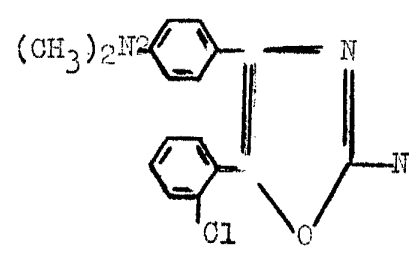
Fórmula 3



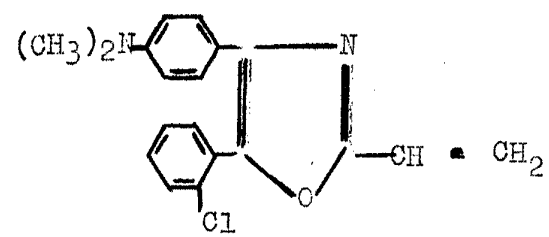
Fórmula 4



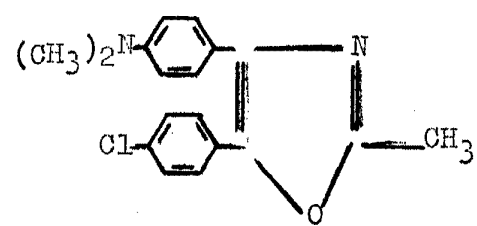
Fórmula 5



Fórmula 6



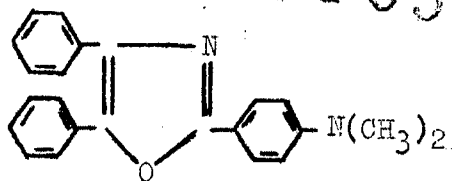
Fórmula 7



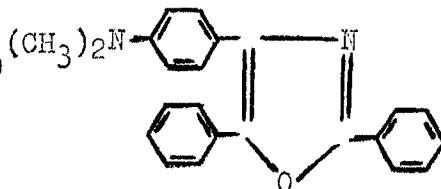
251855



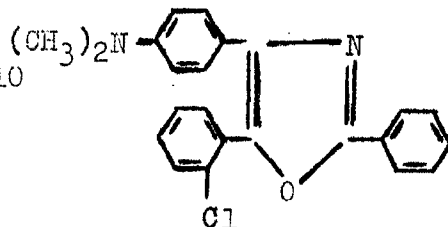
Fórmula 8



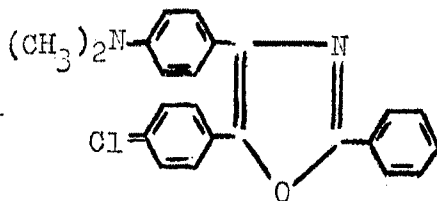
Fórmula 9



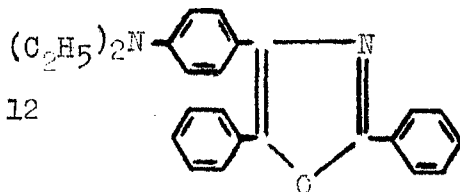
Fórmula 10



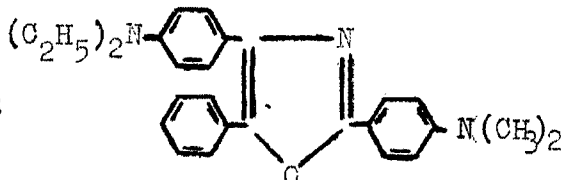
Fórmula 11



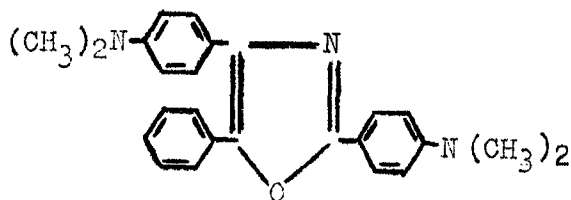
Fórmula 12



Fórmula 13



Fórmula 14

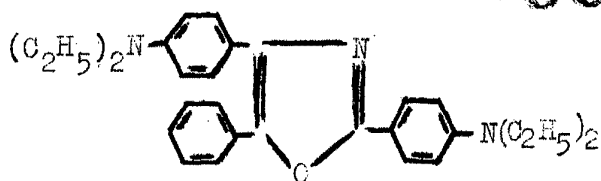


251850

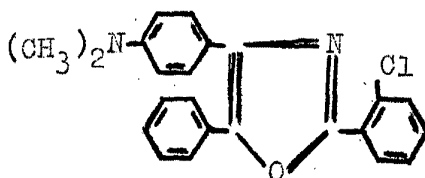
20



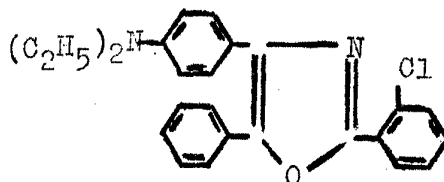
Fórmula 15



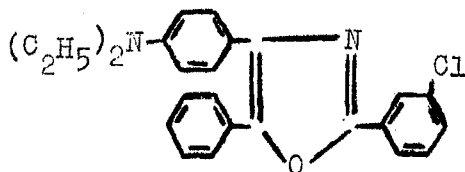
Fórmula 16



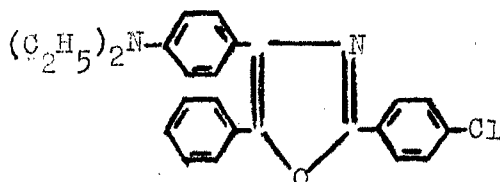
Fórmula 17



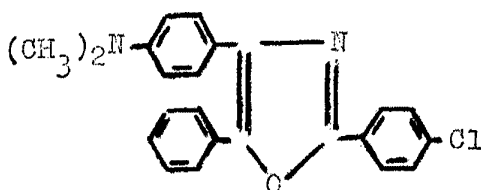
Fórmula 18



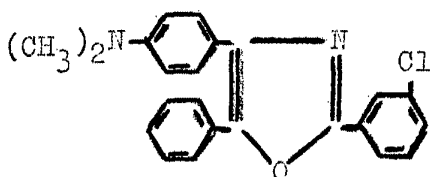
Fórmula 19



Fórmula 20



Fórmula 21

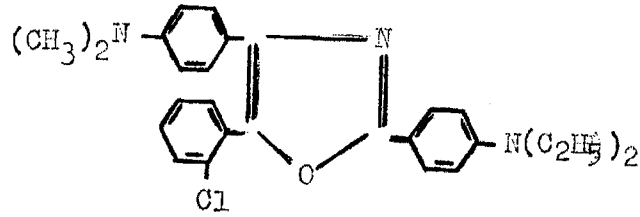


251830

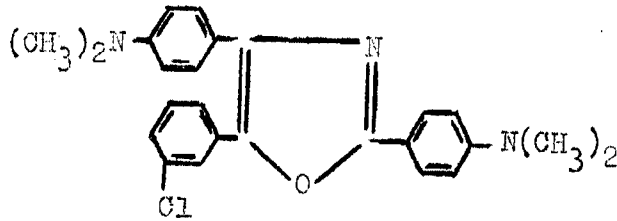
20



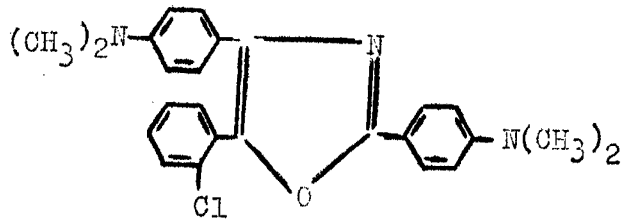
Fórmula 22



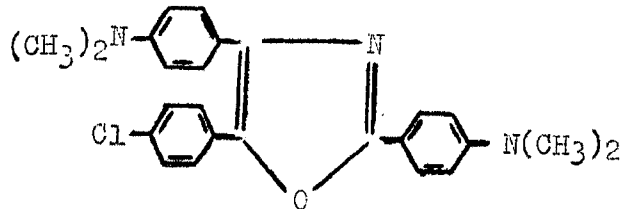
Fórmula 23



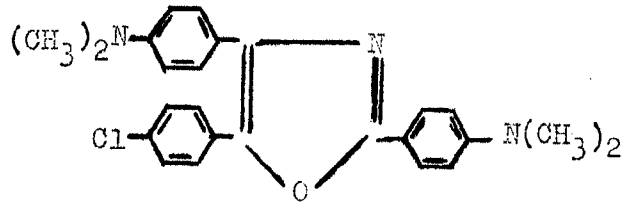
Fórmula 24



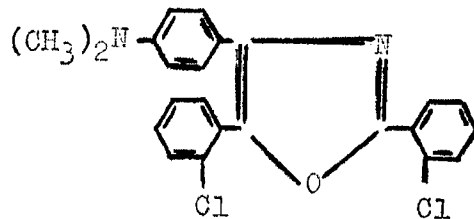
Fórmula 25



Fórmula 26



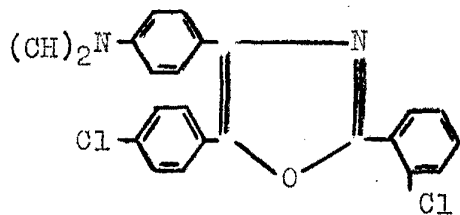
Fórmula 27



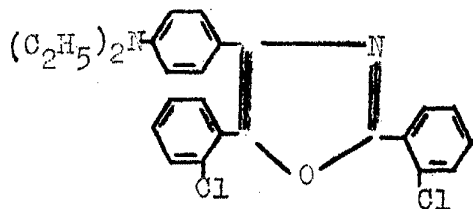
251855



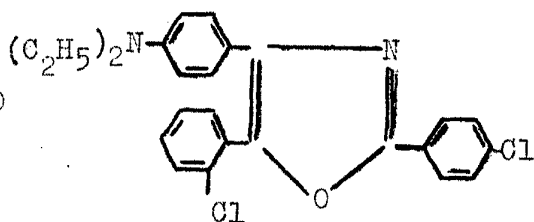
Fórmula 28



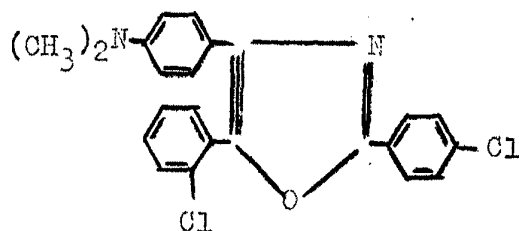
Fórmula 29



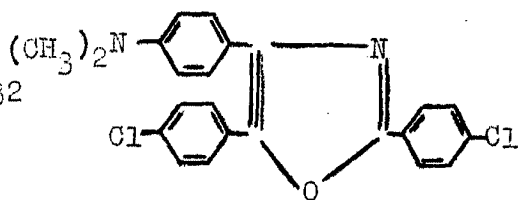
Fórmula 30



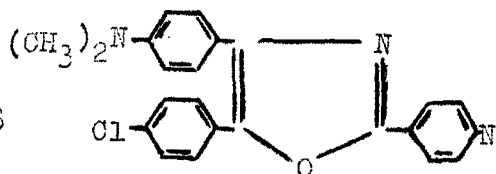
Fórmula 31



Fórmula 32

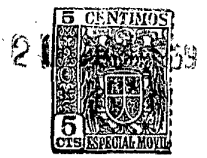
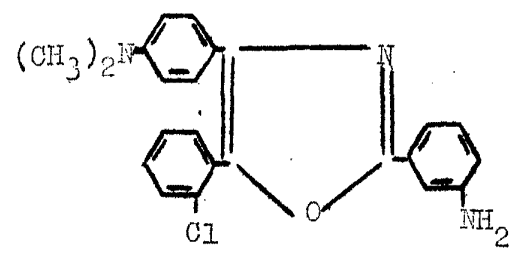


Fórmula 33



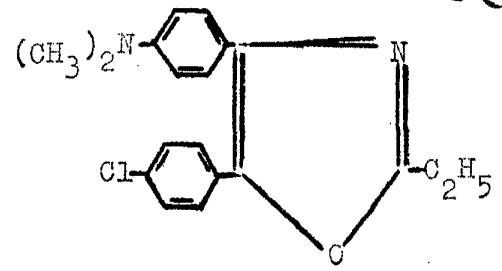
32

Fórmula 34

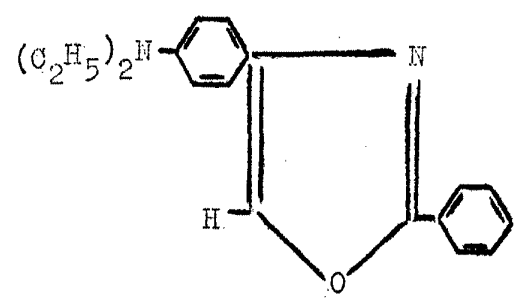


251855

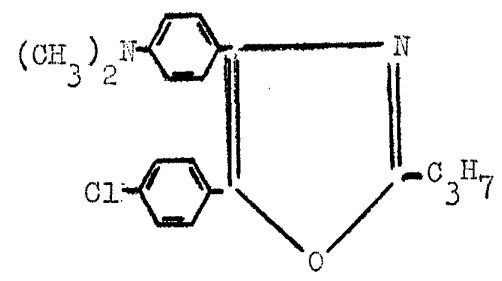
Fórmula 35



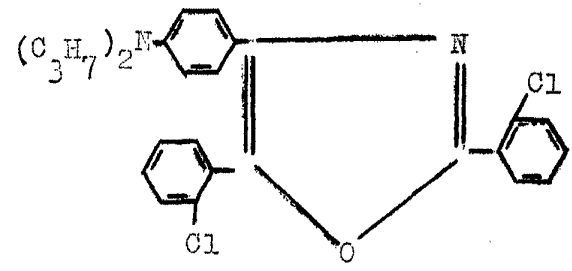
Fórmula 36



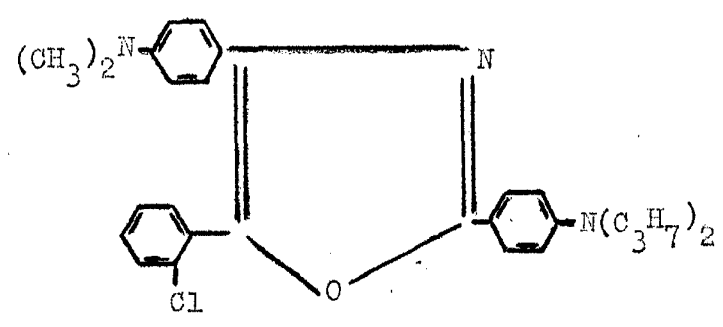
Fórmula 37

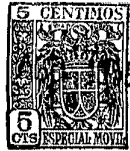


Fórmula 38



Fórmula 39

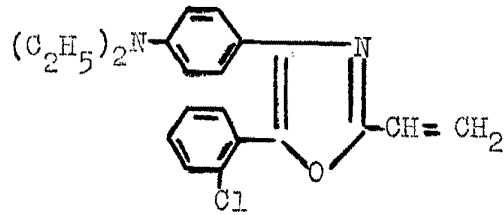




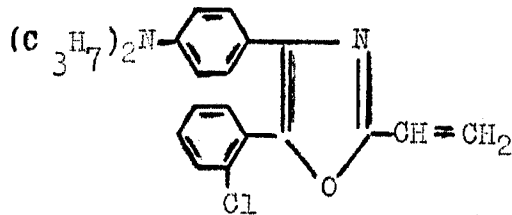
20

251855

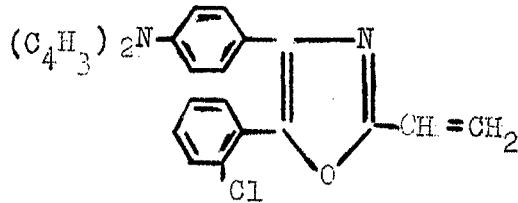
Fórmula 40



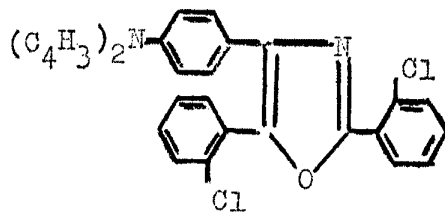
Fórmula 41



Fórmula 42



Fórmula 43



Fórmula 44

