



ES	454996	A 1
FECHA DE PRESENTACION		
13-1-77		

PATENTE DE INVENCION

P.- 64.700
GVDB/MVHG- 76003

60 PRIORIDADES:		
61 NUMERO	62 FECHA	63 PAIS
76/00686	23-1-76	Holanda
47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	G03G	
54 TITULO DE LA INVENCION		
"PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR PARTICULAS DE RESINA TERMOPLASTICA".		
71 SOLICITANTE (S)		
OCE-VAN DER GRINTEN N.V.		
DOMICILIO DEL SOLICITANTE		
St. Urbanusweg 102, Venlo, Holanda.		
72 INVENTOR (ES)		
Adrianus, Marie, Petrus Hectors y Gerardus, Johannes Crommentuyn		
73 TITULAR (ES)		
74 REPRESENTANTE		
DON ALBERTO DE ELZABURI MARQUEZ		

LFG.

1 La presente invención se refiere a un polvo reve-
lador de un componente, para revelar imágenes electrostáti-
cas, teniendo dicho polvo una conductividad eléctrica tan
5 grande que se puede depositar por atracción inductiva sobre
una imagen electrostática. La invención se refiere también
a un procedimiento para preparar el polvo revelador de un
componente.

 Se conocen polvos reveladores de un componente que
10 tienen una conductividad eléctrica tan grande que se pueden
depositar sobre un patrón de carga electrostática por atrac-
ción inductiva. La memoria descriptiva de la patente de los
EE.UU. 3.196.032 y la solicitud de patente holandesa 7203523
15 describen polvos reveladores de un componente que consisten
en un núcleo de resina que puede contener, o no, material
finamente dividido que puede ser atraído magnéticamente, y
que tiene partículas finas de carbono depositadas sobre su
superficie. Estos polvos reveladores tienen a menudo la des-
20 ventaja de que las partículas de carbono, están insuficiente-
mente ancladas sobre el núcleo de resina, y se desprenden de
la superficie de resina bajo la influencia de las cargas me-
cánicas a que están continuamente sometidos los polvos reve-
ladores en los aparatos de copia electrostáticos, causando
así una seria contaminación del aparato de copia. Cuando es-
25 tos polvos reveladores se aplican en el llamado aparato de
copia electrofotográfico indirecto, las finas partículas de
carbono se pueden adherir sobre el intermedio fotoconductor,
acortando así considerablemente el tiempo de vida de trabajo
de dicho intermedio.

 La preparación de las partículas de resina cubier-
30 tas con partículas de carbono tampoco es cosa sencilla. Dado

1 que los métodos de preparación se basan en hacer pegajosos
los núcleos de resina y depositar partículas de carbono so-
bre la superficie pegajosa de la resina, las condiciones de
preparación se han de controlar cuidadosamente para evitar
5 la aglomeración de los núcleos de resina.

Además, la preparación de los polvos reveladores
en un lecho fluidizado usando un disolvente orgánico que
ablanda y hace pegajosa la superficie de los núcleos de re-
sina, según se describe en la antes mencionada memoria des-
criptiva de la patente de los EE.UU. 3.196.032, requiere un
10 equipo complejo, incluyendo instalaciones para recuperar el
disolvente o quemarlo completamente. La memoria descriptiva
de la patente de los EE.UU. 3.166.510 describe un polvo re-
velador de un componente, atraible inductivamente, que com-
prende partículas de resina termoplástica en las que se ha
15 dispersado al menos 35% en peso de carbono, para dar la con-
ductividad eléctrica deseada a dichas partículas. Dado que
estos polvos reveladores ya tienen que contener un alto con-
tenido de sólidos para adquirir la conductividad eléctrica
deseada, apenas se puede hacer que sean adecuados para apli-
cación en los métodos de revelado por cepillo magnético usual-
mente preferidos. Para hacer que los polvos sean adecuados
para uso en métodos de revelado por cepillo magnético se ha
de incorporar adicionalmente en las partículas de resina
25 una cantidad considerable (aprox. 50% en peso) de material
atraible magnéticamente, siendo el resultado que la totali-
dad del contenido de sólidos de las partículas se hace tan
grande que sus propiedades de fusión son insuficientes.

También se conocen, por la memoria descriptiva de
30 la patente británica 940.577, polvos reveladores de un com-

1 ponente, que pueden ser atraíbles inductivamente, que com-
prenden partículas de resina termoplástica que tienen agentes
antiestáticos solubles en agua, tales como cloruros de amonio
5 cuaternarios, alcohol-sulfonatos, ésteres fosfóricos, poliácido metacrílico, o derivados de polióxido de metileno, depositados sobre su superficie. Estos polvos reveladores tienen el inconveniente de que su conductividad eléctrica depende mucho del contenido de humedad de la cubierta conductora, como resultado de lo cual siempre se obtienen resultados variables con estos polvos. Bajo las condiciones bastante secas que pueden prevalecer en los aparatos de copia que están en funcionamiento durante algún tiempo, la conductividad eléctrica de los polvos reveladores es generalmente insuficiente. Además, los polvos reveladores tienen la desventaja de que la cubierta del agente antiestático es pegajosa, especialmente si contiene la cantidad de humedad requerida para obtener una conductividad eléctrica apropiada, como resultado de lo cual las propiedades de flujo del polvo dejan mucho que desear.

20 La invención proporciona un polvo revelador de un componente perfeccionado, que se puede depositar por atracción inductiva sobre una imagen electrostática, y que no muestra, o al menos en una medida apreciablemente más ligera, las desventajas antes mencionadas.

25 La invención proporciona también un procedimiento para preparar el polvo revelador perfeccionado.

30 El polvo revelador de un componente según la invención, que se puede depositar por atracción inductiva sobre una imagen electrostática, comprende partículas de resina termoplástica que pueden contener aditivos, tales como mate-

1 rial colorante y/o material atraible magnéticamente, y que
contienen una sal de amonio cuaternario finamente dividida,
que en agua a 25°C, es soluble en una magnitud menor que 3%
5 en peso. Dado que las partículas individuales del polvo re-
velador de un componente según la invención no llevan cubier-
ta conductora de la electricidad que pueda ser eliminada por
influencias mecánicas, las propiedades de copia del polvo re-
10 velador permanecen casi sin cambiar, incluso durante copia
prolongada, y se evita la contaminación del aparato de copia
debida a polvo abrasivo fino. Las propiedades de flujo del
polvo revelador según la invención son superiores a las de
15 polvos de forma idéntica, o de forma casi idéntica, que tie-
nen una cubierta de un agente antiestático soluble en agua,
mientras que, también en comparación con los últimos polvos,
también sus propiedades conductoras dependen en grado marca-
damente menor del contenido de humedad, y siempre son sufi-
cientes bajo las condiciones en que los polvos reveladores
se usan en la práctica. La cantidad de sal de amonio cuater-
20 nario insoluble en agua presente en las partículas de resina
debe ser lo suficientemente alta para hacer al polvo revela-
dor relativamente conductor de la electricidad, de manera
que se pueda depositar por atracción inductiva sobre una ima-
gen electrostática. La resistencia específica que el polvo
25 revelador deba poseer depende de cómo se pone en contacto el
polvo con la imagen electrostática a revelar, la composición
y propiedades eléctricas del material que lleva la imagen
electrostática, y el tiempo de revelado. Generalmente, la
resistencia específica del polvo, revelador de un componente
30 ha de ser menor que 10^{13} ohm.cm, y se usan principalmente
polveros reveladores que tienen una resistencia específica en-

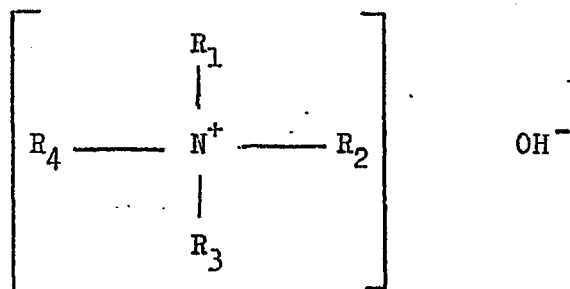
1 tre aproximadamente 10^5 y 10^{11} ohm.cm. Según la invención,
se obtienen polvos reveladores de un componente, que tienen
una resistencia específica entre 10^7 y 10^{11} ohm.cm, incorpo
5 rando 8 a 35% en peso de sal de amonio cuaternario insoluble
de polvo, según se ha definido antes, en las partículas

Para obtener polvos reveladores que tienen una re-
sistencia específica entre 10^5 y 10^7 ohm.cm se divide fina-
mente en las partículas de polvo de 10 a 15% en peso de un
10 pigmento apropiadamente conductor, tal como negro de humo,
o polvo muy fino de hierro o cobre, además de la sal cuater-
naria insoluble en agua.

Ha resultado que en polvos reveladores que ya con-
tienen 50% en peso de pigmento atraible magnéticamente se
15 pueden usar tantos por ciento en peso de pigmento conductor
que no excedan de 15%, sin reducir las propiedades de fusión
del polvo revelador hasta un nivel inaceptable. Sin embargo,
las propiedades de fusión de los polvos serán insuficientes
si, además de 50% en peso de pigmento atraible magnéticamen-
20 te, se usa más de 15% en peso de un pigmento apropiadamente
conductor, como es necesario con los polvos reveladores usua
les que no contienen sal de amonio cuaternario soluble en
agua para obtener la conductividad eléctrica deseada. (La
resistencia específica de los polvos reveladores se mide se-
gún el primer método descrito en el Ejemplo 1 de la solici-
25 tud de patente holandesa 7203523).

Las sales de amonio cuaternario usadas según la in-
vención son solubles en agua a 25°C en menos de 3 y preferi-
blemente menos de 1% en peso. Hay amplia elección de tales
30 sales de amonio cuaternario insolubles en agua. Son sales de

1 amonio cuaternario muy adecuadas las sales, solubles en agua
en menos de 3% en peso, de bases de amonio cuaternario polí-
5 meras. El grupo de amonio cuaternario de estos polímeros pue
de estar unido directa o indirectamente a la cadena polímera,
o puede formar parte de esa cadena. Son ejemplos de bases de
amonio cuaternario polímeras: polialcoholcimininas cuaterni-
zadas, por ejemplo polietilenimina cuaternizada; polímeros
que contienen un anillo de nitrógeno heterocíclico cuaterni-
10 zado en su cadena, por ejemplo los productos de condensación
de dihaloalcanos con pirazina cuaternizada; piperazina o un
dipiridil-alcano, tal como el producto de condensación de 1,3-
-di-4-piridilpropano con 1,2-dicloroetano; poliolefinas con
grupos amonio cuaternario que estén unidos directa o indirec-
tamente a la cadena polímera, tal como hidróxido de polivi-
15 nil-trimetilamonio, poli(hidróxido de N-metilvinilpiridinio)
e hidróxido de polialcoholtrimetilamonio; poliestirenos cu-
yo grupo fenilo ha sido sustituido directa o indirectamente
con un grupo amonio cuaternario, tal como base de polivinil-
bencil-trimetilamonio; poliésteres acrílicos o poliamidas
20 acrílicas cuyo grupo éster o amida lleva un grupo amonio cua-
ternario, tal como polimetacrilato de (3-trimetilamonio)pro-
pilo y poliamida (N-3-trimetilamonio propil)acrílica, y pro-
ductos de polimerización de hidróxidos de dialcoholamonio se-
gún se describen en la memoria descriptiva de la patente de
25 los EE.UU. 3.288.770. También se pueden aplicar las sales in-
solubles en agua de bases de amonio cuaternario no polímeras,
en los polvos reveladores de un componente según la inven-
ción. Particularmente, se pueden mencionar las sales insolu-
bles en agua de bases de amonio cuaternario que satisfacen
30 la fórmula general:



donde R_1 , R_2 , R_3 y R_4 representan grupos hidrocarburo alifáticos o aromáticos que tienen juntos al menos 12 átomos de carbono. Son ejemplos de tales bases de amonio cuaternario: hidróxido de deciltrimetilamonio, hidróxido de hexadecilbencildimetilamonio, hidróxido de bencilfenildimetilamonio, hidróxido de hexadeciltrimetilamonio, cloruro de bencilstearyl dimetilamonio, cloruro de diestearildimetilamonio y cloruro de didecildimetilamonio.

Entre otras bases de amonio cuaternario adecuadas se incluyen las bases nitrogenadas heterocíclicas cuaternizadas, cuyo átomo de nitrógeno puede estar o no sustituido con uno o dos grupos hidrocarburo (p.ej. grupos alcohol), tal como hidróxido de cetilpiridinio.

Preferiblemente, el anión de las sales de amonio cuaternario insolubles en agua se deriva de un ácido carboxílico o sulfónico que tiene al menos 6 átomos de carbono. Son ejemplos de tales ácidos: ácido caproico, ácido heptoico, ácido pelargónico, ácido cáprico, ácido láurico, ácido mirístico, ácido palmítico, ácido esteárico, ácido oleico, ácido azelaico, ácido sebácico, ácido p-toluensulfónico, hidrogenosulfato de laurilo, hidrogenosulfato de decilo e hidrogenosulfato de dodecilo. El anión también se puede derivar de ácidos orgánicos polímeros, sobre todo si la base de amo-

1 nio cuaternario es un compuesto no polímero. Son ejemplos de
ácidos polímeros: poliácido acrílico, carboximetil-celulosa,
ácido algínico, y copolímeros de compuestos vinílicos con áci
5 dos carboxílicos insaturados en α , β .

5 La resina termoplástica de las partículas de polvo
revelador según la invención puede ser una de las resinas co
nocidas para la preparación de tales polvos, teniendo dichas
resinas un punto de ablandamiento entre 50 y 130°C, pero pre
feriblemente entre 65 y 115°C. Entre los ejemplos de tales
10 resinas se incluyen poliestireno, copolímeros de estireno con
un acrilato o metacrilato, copolímeros de estireno con buta
dieno y/o acrilonitrilo, poliacrilatos y polimetacrilatos,
copolímeros de un acrilato o metacrilato con cloruro de vi
nilo o acetato de vinilo, policloruro de vinilo, copolímeros
15 de cloruro de vinilo con cloruro de vinilideno, copolímeros
de cloruro de vinilo con acetato de vinilo, resinas de poliés
ter, resinas epoxídicas y poliamidas. Además de resina termo
plástica y sal de amonio cuaternario insoluble en agua, las
partículas de polvo revelador según la invención pueden con
20 tener los aditivos bien conocidos, en cantidades conocidas
para tales aditivos, tales como material colorante y material
atraible magnéticamente. El material colorante puede ser un
tinte orgánico o un pigmento inorgánico, tal como negro de
humo, minio o amarillo de cromo. Generalmente, la cantidad
25 de material colorante presente en las partículas de polvo
no excede de aproximadamente 15% en peso.

30 El material atraible magnéticamente puede ser,
por ejemplo, hierro, níquel, óxido de cromo, óxido de hierro,
o ferrita de fórmula general MFe_2O_4 , donde M es un metal bi
valente tal como hierro, cobalto, zinc, níquel o manganeso.

1 El polvo revelador de un componente según la inven
ción se puede preparar fundiendo la resina termoplástica o
una mezcla de resinas termoplásticas, dividiendo luego fina-
5 mente una o más sales de amonio cuaternario insolubles en
agua, así como los demás aditivos, si se usan, en la resina
fundida, usando la maquinaria de mezcla y amasado conocida
para tal fin, enfriando luego la masa fundida hasta una masa
sólida, y finalmente moliendo la masa sólida a partículas del
10 tamaño de partícula deseado. También se puede preparar el
polvo revelador de un componente disolviendo la resina ter-
moplástica (o resinas) y la sal (o sales) de amonio cuater-
nario insolubles en agua, en un disolvente orgánico común,
o mezcla de disolventes, incorporando los otros aditivos, si
15 los hay presentes, en la solución, y subsiguientemente secan-
do por pulverización el líquido de la manera conocida por sí
misma, o por evaporación del disolvente o disolventes, y mo-
liendo el residuo sólido a partículas del tamaño de partícu-
la deseado. Según una variante de este método de preparación,
20 la sal de amonio cuaternario no se disuelve, sino que se
dispersa finamente en la solución de resina termoplástica.

Dado que las sales de amonio cuaternario insolu-
bles en agua usadas según la invención no se pueden mezclar
fácilmente con una masa fundida de resinas termoplásticas,
que frecuentemente se aplican en polvos reveladores, con el
25 primer método de preparación a menudo no se obtiene una dis-
tribución fina de la sal de amonio cuaternario en la resina
termoplástica, o solo tras una mezcla prolongada y muy in-
tensa. El último método de preparación requiere el uso de
disolventes orgánicos exclusivos, y por tanto su aplicación
30 práctica no es muy atractiva. La invención también propor-

1 ciona un procedimiento sencillo para efectuar una distribu-
ción fina de sal de amonio cuaternario insoluble en agua, en
resina termoplástica. Según el procedimiento de la invención,
5 una emulsión acuosa que contiene partículas muy finas de re-
sina termoplástica, y uno de los iones requeridos para for-
mar una sal de amonio cuaternario insoluble en agua, se coa-
gula en un coagulador que contiene el otro ión requerido pa-
ra formar la sal de amonio cuaternario insoluble en agua. En
10 el procedimiento según la invención, la sal de amonio cua-
ternario insoluble en agua se forma durante la coagulación
de la emulsión de resina, y esta sal necesita ser incorpora-
da casi cuantitativamente, y en estado finamente dividido,
en las partículas de resina coagulada. El polvo revelador
15 de un componente se obtiene luego separando del coagulante
las partículas de resina coagulada finamente divididas, que
contienen sal de amonio cuaternario insoluble en agua y se-
cándolas, tras lo cual se tamizan, si se requiere, o se mue-
len y tamizan, para obtener el tamaño de partícula deseado.
Si el polvo revelador aún ha de contener aditivos, tales
20 como material atraible magnéticamente y/o material colorante,
estos aditivos se pueden incorporar fundiendo las partículas
de resina tras haber sido separadas del coagulante, disper-
sando finamente los aditivos en la masa fundida de resina,
enfriando la masa fundida a una masa sólida, y moliendo la
25 masa sólida a partículas del tamaño de partícula deseado.

Sin embargo, se ha hallado que los aditivos tam-
bién se pueden incorporar en estado finamente dividido, jun-
to con la sal de amonio cuaternario insoluble en agua, en
las partículas de resina coagulada, dispersándolos en el
30 coagulante antes de la coagulación de la emulsión de resina,

1 ya que ha resultado que también los materiales sólidos dis-
persados en el coagulador se incorporan casi enteramente
en la resina coagulada. La cantidad de material sólido que
se puede dividir finamente de esta manera en las partículas
5 de resina puede ascender a 50% en peso, o incluso más.

Además de finas partículas de resina termoplástica,
la emulsión de resina aplicada en el procedimiento se-
gún la invención contiene uno de los iones requeridos para
formar una sal de amonio cuaternario insoluble en agua. Este
10 ión puede ser el catión, es decir, el ión amonio cuaternario,
o el anión.

La emulsión de resina se puede obtener según las
técnicas usuales de polimerización en emulsión, en las que
uno o más monómeros polimerizables se emulsifican en agua
15 mediante un emulgente, y subsiguientemente se inicia la po-
limerización del monómero o monómeros en una atmósfera exen-
ta de oxígeno, por ejemplo bajo nitrógeno, por adición de
un iniciador de polimerización, por ejemplo persulfato potásico
o un peróxido, tal como peróxido de benzofilo. El emul-
sionante usado para esta polimerización en emulsión es al
20 mismo tiempo la sustancia que produce el primer ión requeri-
do para formar la sal de amonio cuaternario insoluble en agua.
Así, se usan como emulsionante una o más sales de amonio cua-
ternario solubles en agua, por ejemplo los haluros (cloruros,
25 p.ej.) de las bases de amonio cuaternario según la anterior
fórmula general, o una o más sales solubles en agua de áci-
dos orgánicos con un grupo hidrocarbonado hidrófobo. Entre
los ejemplos de tales emulsionantes se incluyen: cloruro de
deciltrimetilamonio, cloruro de dodeciltrimetilamonio, clo-
30 ruro de hexadeciltrimetilamonio, cloruro de hexadecil-ben-

1 cildimetilamonio, cloruro de bencil-fenildimetilamonio, lau-
rato potásico, miristato potásico, oleato sódico, estearato
sódico, palmitato potásico, decilsulfonato sódico, dodecil-
5 sulfonato sódico, laurilsulfato sódico y dodecilsulfato sódico. El uso de esos emulsionantes en polimerizaciones en emul-
sión es conocido por sí mismo.

Como ejemplos de monómeros polimerizables en emul-
sión se pueden mencionar: estireno, metil-estireno, butadie-
no, acrilonitrilo, metacrilonitrilo, acetato de vinilo, clo-
10 ruro de vinilo, cloruro de vinilideno, ésteres de ácido acrí-
lico y metacrílico tales como acrilato de metilo, acrilato
de butilo, metacrilato de metilo, metacrilato de etilo, me-
tacrilato de isobutilo, amidas acrílicas y amidas metacríli-
cas, tales como amida N,N-dimetil-acrítica y amida N-metil-
15 -metacrítica. Además, como es bien sabido, se puede incor-
porar en la mezcla de polimerización un agente de transfe-
rencia de cadena para controlar la longitud de las cadenas
polímeras formadas en el procedimiento de polimerización en
emulsión. Particularmente, los alcohol-mercaptanos con 4 a
20 16 átomos de carbono, por ejemplo dodecil-mercaptano, son
agentes de transferencia de cadena adecuados.

Según el procedimiento de la invención, la emul-
sión de resina obtenida por polimerización en emulsión, en
la que las partículas de resina tienen un tamaño de partí-
25 cula menor que 1 micrómetro, usualmente entre 0,03 y 0,3 mi-
crómetros, se coagula en un coagulante que contiene el se-
gundo ión requerido para formar la sal de amonio cuaternario
insoluble en agua. Este ión es un ión amonio cuaternario
si la emulsión de resina contiene el anión, y un anión
30 si la emulsión de resina contiene el ión amonio cuaternario.

1 El ión amonio cuaternario, o el anión, se pueden derivar de las bases de amonio cuaternario de ácido orgánico ya mencionadas antes. Se llevan al coagulante en forma de una sal que sea soluble en este medio.

5 El coagulante puede ser una solución de electrolito acuoso, una mezcla de agua con uno o más disolventes orgánicos miscibles con agua, o simplemente un disolvente orgánico miscible con agua. Preferiblemente, el disolvente orgánico es un alcohol miscible con el agua, tal como etanol.

10 Desde luego, ambos iones formadores de la sal de amonio cuaternario en la emulsión de resina y coagulante se eligen de tal manera que durante la coagulación se forme una sal de amonio cuaternario que en agua a 25°C sea soluble en magnitud menor que 3 y preferiblemente menor que 1% en peso. Preferiblemente, las sustancias que proporcionan los iones necesarios para formar la sal de amonio cuaternario insoluble en agua están presentes en la emulsión de resina y coagulante en cantidades estequiométricas, y en una concentración que sea necesaria para incorporar la cantidad deseada de sal de amonio cuaternario insoluble en agua en las partículas de resina coagulada.

15 En la realización del procedimiento según la invención, las condiciones de coagulación se pueden fijar de manera que la emulsión de resina se coagule a partículas cuyo tamaño de partícula esté principalmente en el intervalo preferido para el tamaño de partícula de los polvos reveladores de un componente, es decir, entre aproximadamente 10 y 45 micrómetros. En tal caso, el polvo revelador de un componente según la invención se puede obtener simplemente separando las partículas del coagulador, secándolas y tamizando cualquier pequeña cantidad de partículas demasiado finas y demasiado

20

25

30

1 bastas, para separarlas del polvo. El tamaño de partícula
de las partículas coaguladas puede estar influido, entre
otras cosas, por variación de la composición y temperatura
5 del coagulador, por variación de la velocidad de adición de
la emulsión de resina y la intensidad de agitación del coa-
gulador.

Como ya se ha descrito antes, los aditivos, tales
como material atraible magnéticamente y negro de humo, se
pueden incorporar en las partículas de polvo revelador se-
10 gún la invención en estado finamente dividido, dispersando
esos aditivos en el coagulador. Este método de incorporación
de partículas sólidas finas en partículas de resina termo-
plástica no solo es atractivo para preparar polvo revelador
de un componente según la invención, sino también para pre-
15 parar cualquier otra clase de polvos que consistan en parti-
culas de resina en las que estén dispersadas finas partícu-
las sólidas, por ejemplo para preparar polvos viradores pa-
ra los llamados reveladores en polvo binarios, o para polvos
reveladores para sistemas de reproducción magnetográficos.
20 Hasta ahora, tales polvos se preparaban de manera bastante
tortuosa fundiendo resina termoplástica, dispersando en la
masa fundida las partículas sólidas finas tales como pigmen-
to, agente de control de la polaridad o material atraible
magnéticamente, y, tras enfriar la masa fundida, moliendo
25 la masa a partículas finas o secando por pulverización una
dispersión de las partículas sólidas finas en una solución
o dispersión de la resina. Según el procedimiento de la in-
vención, tales polvos se preparan simplemente coagulando una
emulsión de la resina en una dispersión de las partículas só-
30 lidas finas en un coagulante, en cuyo caso el coagulante no

1 necesita contener un ión que forme sal de amonio cuaternario
insoluble en agua con el anión o catión del emulsionante de
la emulsión de resina.

5 La invención se aclara más con referencia a los si-
guientes ejemplos.

Ejemplo 1

Bajo agitación, y mientras se pasa nitrógeno a
través de ella, una solución de
180 g de oleato sódico en
10 5 l de agua desmineralizada
se calienta a 70°C. Mientras se pasa nitrógeno continuamen-
te, la solución se agita a esa temperatura durante 30 minu-
tos, tras lo cual se añaden

15 980 g de estireno
420 g de metacrilato de butilo y
42 g de dodecil-mercaptano.

Subsiguientemente se añade a la mezcla una solu-
ción de

20 80 g de persulfato potásico en
1.500 ml de agua desmineralizada

tras lo cual la mezcla de reacción, mientras se pasa nitró-
geno a través de ella continuamente, se sigue agitando a
70°C durante 5 horas. Luego se enfría la mezcla de reacción
25 hasta la temperatura ambiente, y se filtra pasándola a tra-
vés de un papel de filtro basto.

Bajo agitación enérgica, 500 ml de la emulsión de
resina así obtenida se añaden gota a gota a temperatura am-
biente a un coagulante consistente en:

30 75 g de óxido de hierro atraible magnéticamente,
con un tamaño de partícula de aproximadamen-

1 te 500 nanómetros.

6 g de carbono con un tamaño de partícula entre
25 y 100 nanómetros.

5 20 g de una solución acuosa de policloruro de piperidinio al 40%,

325 ml de etanol, y

325 ml de agua desmineralizada.

10 Tras haber añadido toda la emulsión de resina, la mezcla se agita durante 1 hora más a 45°C, luego se calienta a 60°C, y subsiguientemente se enfría rápidamente hasta temperatura ambiente.

15 Las partículas de resina coagulada se separan del coagulante, se secan al aire y finalmente se separan las partículas que tienen un tamaño de partícula entre 10 y 45 micrómetros, separándolas por tamizado del polvo. Se obtiene un polvo revelador de un componente atraíble magnéticamente, de aspecto negro, que contiene aproximadamente 10% en peso de polioleato de piperidinio, y que tiene una resistencia específica de $1,7 \times 10^9$ ohm.cm.

20 El polvo revelador se aplica con éxito en un dispositivo de copia electrofotográfico, según se describe respecto a la Figura 21 de la solicitud de patente holandesa 7214704. El dispositivo de copia está provisto de una banda fotoconductora consistente en un portador de película de poliéster ambos lados del cual están revestidos con una capa conductora de la electricidad, consistente en acetato-butirato de celulosa y carbono, en una relación en peso de 1:4, y un lado del cual está revestido por encima con una capa fotoconductora que contiene 7 partes en peso de óxido de zinc rosa y 1 parte en peso de una mezcla de poliacetato de vi-

25

30

1 nilo con un copolímero de acrilato de etilo y estireno (resina E202, de De Soto Chemical Company).

Ejemplo 2

5 Bajo agitación enérgica se añaden gota a gota
400 ml de emulsión de resina, preparada según el Ejemplo 1 a temperatura ambiente, a un coagulante consistente en:
16 g de cloruro de bencilhexadecildimetilamonio,
6 g de carbono con un tamaño de partícula entre
25 y 100 nanómetros, y
10 750 ml de agua desmineralizada.

Tras haber añadido completamente la emulsión de resina, la mezcla de coagulación se agita durante 1 hora más a 55°C, y subsiguientemente se enfría rápidamente hasta temperatura ambiente. Las partículas de resina coagulada se separan del líquido y se secan al aire. Finalmente, las partículas que tienen un tamaño de partícula entre 10 y 45 micrómetros se separan, tamizándolas del polvo seco.

15 Así se obtiene un polvo revelador de un componente, de aspecto negro, que tiene una resistencia específica de 2×10^9 ohm.cm, el cual polvo también produce buenos resultados cuando se usa en el dispositivo de copia del Ejemplo 1.

Ejemplo 3

25 Mientras se pasa nitrógeno a través de ella, se agita durante 30 minutos a 70°C una solución de
24,5 g de cloruro de bencilhexadecildimetilamonio en
600 ml de agua desmineralizada.

30 A esta temperatura, mientras se sigue pasando nitrógeno a través de ella, se añade subsiguientemente a la solución una mezcla de

- 1 49 g de estireno, y
21 g de metacrilato de butilo.
Luego se añaden a la mezcla
4 g de peróxido de benzoílo
- 5 y mientras se pasa nitrógeno a través de ella, la mezcla de
reacción se agita durante 6 horas a 70°C.
Tras enfriar hasta temperatura ambiente, la emul-
sión de resina obtenida se filtra pasándola a través de un
papel de filtro basto.
- 10 Luego se añaden gota a gota 400 ml de esta emulsión
de resina, a temperatura ambiente y con agitación enérgica,
a un coagulante consistente en
40 g de un óxido de hierro atraible magnéticamen-
te, que tiene un tamaño de partícula de apro-
ximadamente 500 nanómetros.
- 15 2,5 g de poliácido acrílico
1,4 g de hidróxido sódico
230 ml de etanol
340 ml de agua desmineralizada.
- 20 Después de haber añadido gota a gota toda la emul-
sión de resina, la mezcla de coagulación se agita durante
otros 30 minutos a 65°C, y luego se enfría hasta temperatura
ambiente.
Finalmente, las partículas de resina que tienen
un tamaño de partícula entre 10 y 45 micrómetros se aíslan
de la manera descrita en los ejemplos anteriores.
- 25 El polvo revelador de un componente obtenido tie-
ne una resistencia específica de 6×10^7 ohm.cm.
- Ejemplo 4
- 30 Bajo agitación enérgica, 400 ml de la emulsión de

1 resina preparada según el ejemplo anterior se añaden gota a gota, a temperatura ambiente, a un coagulante consistente en:

5 40 g de óxido de hierro atraible magnéticamente, que tiene un tamaño de partícula de aproximadamente 500 nanómetros,
8,4 g de sal sódica de ácido p-toluensulfónico,
230 ml de etanol,
10 490 ml de agua desmineralizada.

Tras haber añadido toda la emulsión de resina, la mezcla de coagulación se agita durante algún tiempo a 60°C, y subsiguientemente se enfría hasta temperatura ambiente.

15 Luego se aíslan las partículas que tienen un tamaño de partícula entre 10 y 45 micrómetros, como se describe en los ejemplos anteriores.

El polvo revelador de un componente obtenido tiene una resistencia específica de $1,3 \times 10^{11}$ ohm.cm.

20 En vez de la sal sódica de ácido p-toluensulfónico se puede usar una cantidad equimolar de laurilsulfato sódico.

Ejemplo 5

25 Bajo agitación, 3 l de emulsión de resina preparada según el Ejemplo 1 se añaden, gota a gota, a temperatura ambiente, a un coagulante consistente en una solución de:

60 g de policloruro de piperidinio en
3 l de agua desmineralizada.

Las partículas de resina coagulada se separan del coagulante y se secan al aire.

30 350 g de la resina resultante, que contiene aproxi-

- 1 madamente 15% en peso de polioleato de piperidinio finamente dividido, se funden, tras lo cual se dividen homogéneamente en la masa fundida
- 5 500 g de óxido de hierro atraible magnéticamente, que tiene un tamaño de partícula de aproximadamente 500 nanómetros, y
150 g de carbono que tiene un tamaño de partícula entre 25 y 100 nanómetros.
- 10 Luego se enfría la masa fundida hasta una masa sólida, y la masa sólida se muele a partículas que tienen un tamaño de partícula entre 10 y 40 micrómetros.
El polvo revelador de un componente así obtenido tiene una resistencia específica de aproximadamente 3×10^6 ohm.cm.
- 15 Además de usar copolímeros de estireno y acrilato de butilo, como se muestra en los ejemplos anteriores, los polvos reveladores de un componente según la invención, que tienen una resistencia específica entre aproximadamente 10^6 y aproximadamente 10^{11} ohm.cm, se pueden obtener también
20 con ayuda de otras resinas. Así, también se obtienen polvos reveladores adecuados según la invención coagulando emulsiones de resina preparadas según la solicitud de patente alemana 1.522.650, de manera análoga a la descrita en los anteriores ejemplos, en un coagulador en el que se ha disuelto una sal de amonio cuaternario.
- 25
- 30

REIVINDICACIONES

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

1ª.- Procedimiento para preparar partículas de resina termoplástica que contienen, en estado finamente dividido, una sal de amonio cuaternario que, en agua a 25°C, es soluble en magnitud menor que 3% en peso, caracterizado porque una emulsión de la resina termoplástica, la cual también contiene uno de los iones requeridos para formar la sal de amonio cuaternario que es soluble en agua en menos que 3% en peso, se coagula en un coagulador que contiene el otro ion requerido para formar la sal de amonio cuaternario.

2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque el coagulador también contiene, en estado finamente dividido, un tinte orgánico o material inorgánico, opcionalmente atraible magnéticamente.

3ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª ó 2ª, caracterizado porque las condiciones de coagulación se fijan de manera que el tamaño de partícula de las partículas de resina formadas esté comprendido principalmente entre 10 y 45 micrómetros.

4ª.- Procedimiento para preparar partículas de resina termoplástica.

1

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y con los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de VEINTITRES hojas escritas a máquina por una sola cara.

5

Madrid, 13.ENE.1977

P.A. **Alberto de Elzaburu**
Por Poder



10

15

20

25

30

VAL.-