



ESPAÑA

ES

11

21

22

NUMERO	456.970
FECHA DE PRESENTACION	17-3-77

A 1

PATENTE DE INVENCION

30 PRIORIDADES:	32 FECHA	33 PAIS
31 NUMERO		
682,827	3-5-76	ESTADOS UNIDOS

47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	C09C / G03G	

64 TITULO DE LA INVENCION

METODO PARA FORMAR UN PIGMENTO

71 SOLICITANTE (S)

XEROX CORPORATION

DOMICILIO DEL SOLICITANTE

Xerox Square, Rochester, New York 14644 Estados Unidos.

72 INVENTOR (ES)

Theodore Davidson, de nacionalidad estadounidense.

73 TITULAR (ES)

74 REPRESENTANTE

D. BERNARDO UNGRIA GOIBURU

Concedido el Registro de acuerdo con los datos que figuran en la presente descripción y según el contenido de la Memoria adjunta. UTILICESE COMO PRIMERA PAGINA DE LA MEMORIA

20 JUN 1978

EXTRACTO DE LA DESCRIPCION

Se describe un revelador superparamagnético que incluye unas partículas de material superparamagnético dispersas en un polímero sólido. El revelador se forma añadiendo un ferrofluido constituido por una dispersión coloidal del material superparamagnético en un medio líquido que puede ser ya sea un solvente del polímero o miscible con un solvente del polímero, a una solución del polímero en el solvente; y secando mediante pulverización la dispersión coloidal resultante.

ANTECEDENTES DEL INVENTO

El invento se refiere a reveladores magnéticos; y, más particularmente, a un revelador seco superparamagnético de componente único. Recientemente se ha presentado un sistema magnético de formación de imagen que utiliza una imagen magnética latente en un medio de registro magnetizable, el cual puede utilizarse a continuación para un proceso de transmisión electrónica o para un proceso de reproducción mediante pigmentación repetitiva o transferencia de la imagen revelada. Dicha imagen magnética latente se obtiene por cualquier procedimiento de magnetización adecuado, en el cual una capa magnetizada de material de impresión se magnetiza y dicho magnetismo se transfiere bajo la forma de una imagen al sustrato magnético. Dicho procedimiento se describe más completamente en la patente de los Estados Unidos, número 3.804.511 a nombre de Rait y socios.

La imagen magnética latente, de manera análoga a la formación de imagen por el procedimiento xerográfico, se revela con un revelador magnético para que la imagen magnética latente sea visible. A continuación, se transfiere la imagen magnética revelada visible a un receptor, tal como por ejem-

plo una hoja de papel para obtener una copia o impresión final. Esta copia o impresión final se llama típicamente copia final.

5 Simultáneamente con el incremento del interés hacia la formación magnética de imágenes, se ha producido un incremento de interés hacia los reveladores magnéticos que permiten hacer visibles las imágenes magnéticas latentes. Por ejemplo, la patente de los Estados Unidos de América, número 3.221.315 a nombre de Brown y socios, se refiere a la utilización de ferrofluidos encapsulados en un medio de registro magnético en el cual la orientación del ferrofluido en presencia de un campo magnético presenta una característica variable de respuesta a la luz. En este caso, el medio de registro magnético es auto-revelador en el sentido de que el material de impresión magnético no necesita ser utilizado para presentar una imagen visible. En otras situaciones, se hacen visibles las imágenes magnéticas latentes por medio de material de impresión magnético. Por ejemplo, la patente de los Estados Unidos de América, número 3.627.682 a nombre de Hall y socios se refiere a pigmentos binarios para revelar imágenes magnéticas latentes. Estos pigmentos binarios incluyen un material magnético duro en forma de partículas y un material magnético blando en forma de partículas en cada partícula de pigmento. Las partículas de pigmento incluyen estos dos materiales así como un material aglomerante. Para el revelado en seco, las partículas de pigmento se mezclan mecánicamente con perlitas de poliestireno para formar un revelador de dos componentes.

10

15

20

25

30 En la patente de los Estados Unidos de América, número 2.826.634 a nombre de Atkinson y socios, se describe la utilización de partículas de hierro o de óxido de hierro, ya sea por separado o bien encapsuladas en resinas o aglomerantes de

bajo punto de fusión, para revelar imágenes magnéticas latentes. Las partículas magnéticas de hierro o de óxido de hierro de dimensiones relativamente importantes presentan una baja densidad óptica y una respuesta relativamente reducida a los campos magnéticos débiles. Otras patentes que demuestran el interés continuo hacia los aceleradores magnéticos mejorados incluyen la patente de los Estados Unidos, número 3.520.811 a nombre de Swoboda, y la patente de los Estados Unidos de América, número 3.905.841 a nombre de Simonetti. La patente de Swoboda está basada en el descubrimiento de que las partículas magnéticas de dióxido de cromo parecen catalizar una polimerización superficial de vehículos orgánicos de formación de película que se secan al aire, tales como los que se emplean en pinturas a base de aceite, de tal manera que se forma un revestimiento de vehículo polimerizado alrededor de la partícula. La patente de Simonetti se refiere a la prevención de la aglomeración y a la formación de una dispersión homogénea de partículas de cobalto fosforoso en un aglomerante de resina orgánica mediante tratamiento con una solución que contiene ácido sulfúrico.

En campos de la tecnología nuevos y en expansión, es a menudo conveniente disponer de componentes con funciones mejoradas que se preparan mediante procedimientos relativamente sencillos.

RESUMEN DEL INVENTO

Por tanto, un objeto del invento consiste en proporcionar un nuevo revelador magnético.

Otro objeto del invento consiste en proporcionar un revelador magnético que incluye un solo componente.

Otro objeto del invento consiste en proporcionar un

revelador superparamagnético.

Otro objeto más del invento consiste en proporcionar un procedimiento directo relativamente sencillo para preparar un revelador superparamagnético que incluye un solo componente.

5

Los objetos que anteceden, así como otros se obtienen de acuerdo con el invento formando una dispersión coloidal líquida homogénea mediante adición de un ferrofluido que incluye partículas superparamagnéticas ultra finas en suspensión en un solvente de polímero a una solución de dicho polímero en el mismo solvente; y secando por pulverización la dispersión coloidal líquida. El revelador superparamagnético resultante proporciona: unas permeabilidades más elevadas en comparación con las partículas de dimensiones relativamente más importantes de los mismos materiales magnéticos, una magnetización remanente nula, ninguna histeresis, y la posibilidad de utilizar una menor cantidad de material magnético para obtener una magnetización inicial equivalente. Pueden obtenerse copias finales de buena calidad visual con reveladores que presentan una carga relativamente reducida del elemento magnético.

10

15

20

DESCRIPCION DETALLADA DE LOS MODOS DE REALIZACION PREFERIDOS

La expresión "ferrofluidos" que se utiliza aquí, indica dispersiones coloidales estables de partículas ferri- o ferro-magnéticas en un medio líquido. Estas partículas no flocculan ni sedimentan bajo la influencia del campo de la gravedad o de campos magnéticos. Los ferrofluidos se comportan de una manera muy parecida a su vehículo líquido en ausencia de campo magnético; sin embargo, cuando se aplica un campo, las partículas coloidales presentan su revestimiento de agente activo superficialmente bajo la forma de un forro de solvatación

25

30

sustancial a lo largo del gradiente de campo. Típicamente, el agente superficialmente activo que se utiliza es un ácido orgánico de cadena larga, tal como el ácido oléico, el ácido linoleico, o el derivado del ácido succínico ECA 3852 fabricado por la Exxon Corporation. Las partículas tienen un tamaño inferior a un tamaño crítico de modo que sean coloidalmente estables y para que la energía de formación de pared del dominio sea superior a la energía de rotación de todos los espines contenidos en la partícula.

Para una descripción de los ferrofluidos, véase "Fluidos Magnéticos", por S.E. Khalafalla en Chem. Tech., página 540, Septiembre de 1975; y "Algunas Aplicaciones de los Ferrofluidos Coloidales Magnéticos", por Kaiser y Miskolczy, IEEE Transactions on Magnetics, página 694, volumen MAG-6. número 3, septiembre 1970.

En términos generales, el material magnético puede presentar tres modos de comportamiento magnético según el tamaño de las partículas. El comportamiento superparamagnético que constituye uno de estos tres modos, se presenta en diferentes materiales con tamaños de partículas que varían con la identidad del material. Una relación simplificada que permite determinar aproximadamente el diámetro máximo de las partículas para el cual un material dado presentará una característica de superparamagnetismo, viene dada por la ecuación "volumen crítico = $25 kT/K$ ", en la cual k es la constante de Boltzmann ($1,38 \times 10^{-16}$ erg/°), T es la temperatura en grados Kelvin, y K es la anisotropía magnética en erg/cm^3 . Esta ecuación es una aproximación para partículas esféricas uniaxiales de idéntico tamaño. Los valores de anisotropía de K están relacionadas con las constantes de anisotropía medibles K_1 y K_2

por la siguiente relación: $K = K_1/4$ cuando K_1 es superior a 0; y por la relación $K = K_1/12 + K_2/27$ cuando K_1 es inferior a 0. Por ejemplo, a $T = 298^\circ$ Kelvin, los diámetros máximos de comportamiento superparamagnético en partículas esféricas de hierro, cobalto, y magnetita, son respectivamente: 250Å, 120Å y 600Å. Para una descripción más detallada del superparamagnetismo, véase "Superparamagnetismo" por C. P. Bean y J.D. Livingston, J. Appl. Phys., suplemento a volumen 30, número 4, página 1205 (1959).

Unos ferrofluidos adecuados típicos para ser utilizados de acuerdo con la práctica del presente invento pueden prepararse mediante trituración en un molino de bolas de partículas magnéticas durante periodos de aproximadamente 1000 horas en presencia de un agente activo superficialmente según se describe en "Propiedades Magnéticas de Dispersiones Estables de Partículas de Magnetita de Sub-Dominio", J. Appl. Phys., volumen 41, página 1064, por R. Kaiser y G. Miskolczy (1970). El material residual basto debe ser centrifugado o se le debe permitir sedimentarse con el objeto de obtener un ferrofluido estable por este método de trituración mecánica. Otros métodos de preparación de ferrofluidos incluyen métodos de precipitación química. Véase, por ejemplo, "Preparación de Fluidos Magnéticos por un Método de Peptización", U.S. Bureau of Mines Technical Progress Report 59, G.W. Reimers y S.E. Khalafalla, septiembre de 1972; y la patente de los Estados Unidos de América, número 3.228.881 a nombre de Thomas que se refiere a un método de preparación de una dispersión de partículas separadas de metales ferromagnéticos.

La expresión "ultra-finas" que se utiliza aquí, significa tamaño o tamaños de partículas a los cuales los mate-

5 riales magnéticos presentan al mismo un dominio único y super
paramagnetismo. Véase, "Introducción a Materiales Magnéticos"
por B.D. Cullity, Addison-Wesley Publishing Co., Reading, Ma-
ssachusetts, 1972, página 387. El diámetro máximo de una par-
tícula uniaxial supuestamente esférica a la cual cualquier ma-
terial magnético particular presenta superparamagnetismo, vie-
ne dado por la ecuación mencionada más arriba. Por consiguien-
te, por cualquier material magnético dado, las partículas con
diámetros iguales e inferiores a este diámetro máximo que co-
rresponde a este material, entran en la definición de "ultra-
finas".

10 Los ferrofluidos disponibles en el comercio, tales
como los ferrofluidos que presentan un comportamiento super-
paramagnético pueden ser utilizados en la práctica del inven-
to. Estos ferrofluidos pueden adquirirse comercialmente en
15 la Ferrofluidics Corporation of Burlington, Mass.

Cuando el ferrofluido superparamagnético ha sido pre-
parado, cualquiera que sea el método utilizado, o cuando ha
sido adquirido en el comercio, puede ser añadido a polímeros
20 en solución y la dispersión resultante puede secarse por pul-
verización para facilitar una partícula de polímero sólido
que contiene material superparamagnético disperso. Como se ha
indicado más arriba, el vehículo o la porción líquida del fe-
rrofluido puede ser un solvente del polímero que ha de ser u-
tilizado o un líquido misible con el solvente del polímero.
25 Una solución del polímero y del solvente se prepara por sepa-
rado para que se unan el ferrofluido y la solución del polí-
mero con el objeto de formar una dispersión coloidal líquida
homogénea. Si el ferrofluido preparado u obtenido contiene
30 un líquido portador que no es un solvente del polímero que se

desea emplear, las partículas superparamagnéticas del ferrofluido se separan del líquido que sirve de vehículo mediante secado o utilizando otras técnicas adecuadas y redispersando las partículas coloidales en el solvente adecuado para el polímero deseado con la ayuda de agentes dispersantes. Las patentes de los Estados Unidos, número 3.971.538 y 3.928.220 se incorporan aquí a título de referencia de las enseñanzas de técnicas adecuadas de intercambio de líquido portador. Además, las partículas ultra-finas en un vehículo acuoso pueden ser extraídas o separadas en un soporte a base de hidrocarburo por medio de agente de transferencia o mediante utilización de técnicas de lavado tales como las que se indican por H.N. Steuber en American Ink Maker, volumen 30, página 6, 1952. Unos métodos de preparación de ferrofluidos, de transferencia y de separación de partículas magnéticas contenidas en los ferrofluidos desde vehículos acuosos a vehículos a base de hidrocarburos, así como la identificación de los ferrofluidos superparamagnéticos disponibles en el comercio son bien conocidos en la técnica y no han de ser repetidos aquí.

De manera similar, los métodos de secado por pulverización para producir pigmentos y reveladores electrostatográficos (xerográficos) y magnéticos, son conocidos en la técnica anterior y cualquiera de los métodos convencionales de secado por pulverización puede ser utilizado, tanto si se desea utilizar el modo de Rayleigh, o el modo de pulverización por disco, u otros modos.

Se observará igualmente que pueden introducirse varias modificaciones en el revelador según el invento sin alejarse del espíritu del mismo. Por ejemplo, para reducir la triboelectrificación del revelador, el polímero utilizado puede

de ser mezclado con agentes antiestáticos, polímeros electroconductores, o agentes de relleno conductores. Estos aditivos pueden dispersarse en cada una de las partículas del revelador añadiendo los adhesivos en la dispersión coloidal líquida homogénea antes del secado por pulverización. En variante, estos aditivos pueden ser añadidos tan solo sobre la superficie de las partículas de revelador.

Las imágenes magnéticas latentes reveladas con el revelador supermagnético de polímero sólido según el invento, son de un color casi totalmente negro, aunque presentan una tonalidad ligeramente marrón-roja. Esta tonalidad puede ser alterada añadiendo tintes o pigmentos, como es convencional y bien conocido en la técnica de artes gráficas. Por ejemplo, la adición de un colorante a base de cianuro aumenta la dispersión y/o la absorción en la región roja del espectro y por tanto dan un color totalmente negro al revelador. En variante, puede añadirse negro de carbón a la dispersión antes del secado por pulverización y en una cantidad igual o inferior a 2% en peso. Esta pequeña cantidad de negro de carbón tendrá solamente una influencia reducida sobre la circulación del revelador en estado fundido.

El polímero sólido puede incluir cualquier polímero convencional para pigmentos xerográficos o un polímero semicristalino con una temperatura de fusión baja, es decir una temperatura inferior a la temperatura de tostado del papel. Preferentemente, el polímero sólido es fusible y por tanto se trata preferentemente de un termoplástico con una baja temperatura de transición de vidrio y una viscosidad de fusión reducida. Los polímeros típicos para pigmentos xerográficos incluyen el estireno-n-butilmetacrilato, el poliestireno, y los po

liesteres de bajo punto de fusión. Otros materiales termoplásticos adecuados incluyen el Staybelite Ester 10, es decir un ester de resina parcialmente hidrogenado procedente de la Hercules Corporation, que se describe más particularmente en la
5 patente de los Estados Unidos, número 3.307.941 a nombre de Gundlach; el Floral Ester, es decir un triester de resina hidrogenado y el Neolyne 23, una resina alkida, todos de la Hercules Corporation; las resinas de silicona tipo SR disponible en la General Electric Corp.; el Benzoato de Sucrosa, de la
10 Eastman Chemicals; el Velsicol X-37, copolimero de poliestireno-olefina de la Velsicol-Chemical Corp.; el Piccopale 100 hidrogenado; el Piccopale H-2, olefina altamente ramificada; el Piccotex 100, copolimero de estireno-vinil-tolueno; el Piccolastic A-75, 100 y 125, todos ellos poliestirenos; el Piccodiene
15 2215, copolimero de poliestireno-olefina, todos procedentes de la Hercules Incorporated; la Araldite 6060 y 6071, resinas epoxy procedentes de Ciba; el R5061A, resina de silicona de fenilmetilo de la Dow Corning; el Epon 1001, resina de epoxy bisfenil A-epiclorohidrina, de la Shell Chemical Corp.; y los
20 PS-2, PS-3, ambos poliestirenos, y el ET-693, resina de fenol formaldehida, de la Dow Chemical; copolimeros sintetizados de encargo del estireno y del hexilmetacrilato; un polidifenilsiloxano sintetizado de encargo; un poliadipato sintetizado de encargo, resinas acrílicas disponibles bajo la marca comercial
25 Acryloyd de Rohm y Haas Company disponibles bajo la marca comercial Lucite en la E.I. DuPont de Nemours y Compañía; las resinas termoplásticas disponibles bajo la marca comercial Pliolite de la Goodyear Tire and Rubber Company; un hidrocarburo clorurado disponible bajo la marca comercial Aroclor de
30 Monsanto Chemical Co.; resinas de polivinilo termoplásticas

disponibles bajo la marca comercial Vinylite de la Union Carbide Co.; así como otros termoplásticos descritos en la patente de los Estados Unidos, número 3.196.011 a nombre de Gunther y socios.

5 Los materiales ablandables conductores típicos, cuando se desea incorporarlos en la mezcla para evitar la triboelectrificación, incluyen el Ethocel, material a base de etilcelulosa de la Dow Chemical Co.; el sebacato de poli-hexametileno; el alcohol de polivinilo; el cloruro de polivinilbenzil
10 trimetil amonio, y otros. Como se ha indicado anteriormente, los materiales preferidos deberán tener una temperatura de transición de vidrio o temperatura de fusión baja. El término "bajo" se refiere a materiales que tienen una temperatura de transición inferior a 60°C aproximadamente.

15 Los polímeros sólidos pueden disolverse en cualquier solvente adecuado. Unos solventes adecuados típicos incluyen el tolueno, el tricloroetileno, el xileno, la metil-hetil ketona, la ciclohexanona, el queroseno, el tetracloruro de carbono, el eter de petróleo, los aceites de silicona, tales como los dimetilpolisiloxanos, los aceites de hidrocarburos alifáticos de cadena larga, el clorobenceno, el benceno, el hexa
20 no, la acetona, los aceites vegetales, los halocarbonos fluorados, el Shio Odorless Solvent 3440, fracción de queroseno disponible en la Standard Oil of Ohio, etc. Se observará que la selección de los solventes se hace basándose en el polí
25 ro sólido elegido y en los requisitos de volatibilidad durante el secado por pulverización.

 El invento se describirá ahora más detalladamente a título de ejemplos. Todas las partes y porcentajes se indican
30 en peso salvo indicación contraria. Estos ejemplos están des-

tinados a ilustrar unos modos de realización preferidos del presente invento, y se entiende que el invento no se limita a estos ejemplos.

EJEMPLO I

5 Una solución de polímero se preparó añadiendo aproximadamente 1,22 gramos de poliestireno disponible en el comercio procedente de la Dow Chemical Co., bajo la marca comercial Styron, número 666U, a 113 mililitros de tolueno. El ferrofluido utilizado está constituido por partículas ultra-finas de magnetita (Fe_3O_4) dispersas en tolueno, comercialmente disponibles en la Ferrofluidics Corporation, F436B. Añadiendo 1,56 mililitros de ferrofluido a la solución de polímero preparada anteriormente, se forma una dispersión coloidal líquida homogénea que no se separa, y que presenta un color marrón oscuro.

10

15

La dispersión coloidal líquida homogénea se seca por pulverización en un pulverizador del tipo de Rayleigh para formar partículas casi esféricas de poliestireno sólido, con un diámetro incluido entre 5 y 15 micrómetros aproximadamente, que contienen las partículas ultra-finas de magnetita dispersas en el polímero. El tamaño medio de las partículas de polímero casi esféricas es aproximadamente de 11 micrómetros, según se determina utilizando un contador Coulter.

20

Se tomaron micrografías electrónicas en secciones de aproximadamente 500 \AA de espesor cortadas por un ultramicrotomo a partir de partículas de polímero casi esféricas empujadas en resina epoxy. Las micrografías revelan partículas de magnetita individuales de aproximadamente 150 \AA de diámetro y hacen ver que las partículas magnéticas están dispersas bajo la forma de agregados de partículas dentro del poliestire-

25

30

no. Los agregados de partículas de magnetita tienen un diámetro variable entre 30\AA y 2100\AA aproximadamente. Se ha descubierto que las partículas de polímero casi esféricas tienen, además de las partículas de magnetita dispersas en ellas, una costra de partículas de magnetita que rodea parcial o a veces completamente las partículas; el espesor de la costra es variable entre 250\AA y 2800\AA aproximadamente.

Las partículas de polímero casi esféricas tienen un color casi completamente negro y presentan las características de polvos móviles. Son fácilmente atraídas por una barra imantada. Las propiedades magnéticas han sido estudiadas utilizando un magnetómetro de muestra vibratoria. Dentro de la imprecisión estimada de las mediciones, se ha determinado que las partículas de polímero tienen una coercividad nula y una magnetización remanente nula. Por tanto, son superparamagnéticas como lo era el ferrofluido inicial. La magnetización M en unidades electromagnéticas/gramo en función del campo magnético H que se aplica tanto en sentido creciente como en sentido decreciente, expresado en unidades de Gauss, se obtuvieron utilizando el magnetómetro de muestra vibratoria. Estos valores se representan en la tabla I que sigue.

TABLA I*

	<u>Campo Creciente</u>		<u>Campo Decreciente</u>	
	<u>H (Gauss)</u>	<u>M (unidades electromagnéticas/gramo)</u>	<u>H (Gauss)</u>	<u>M (unidades electromagnéticas/gr)</u>
25	0,0	0,00	-4,5	-0,22
	5,7	0,29	-2,8	-0,13
	10,0	0,50	-1,6	-0,07
	25	1,19	-0,4	0,00
30	50	2,22	0,8	0,06

Tabla I (continuación)

	<u>H (Gauss)</u>	<u>M (unidades electro- magnéticas/gramo)</u>	<u>H (Gauss)</u>	<u>M (unidades electro- magnéticas/gramo)</u>
	75	3,16	25	1,24
5	100	4,05	50	2,28
	150	5,56	100	4,09
	200	6,83	150	5,58
	250	8,02		
	300	8,96	300	9,02
10	400	10,59		
	500	11,91		
	750	14,23		
	1.000	15,73	1.000	15,80
	1.500	17,55	1.500	17,62
15	2.000	18,74	2.000	18,81
	3.000	20,19		
	4.000	21,00		
	5.000	21,69		
	7.500	22,70		
20	10.000	23,26		
	12.000	23,64		
	14.000	23,89		

* Imprecisión estimada: H \pm 1 Gauss o \pm 1% por encima de 10 kilo-
25 gauss; M \pm 2%.

EJEMPLO II

30 Se repitió el ejemplo I salvo que la solución de po-
límero estaba constituida por una parte en peso de estireno-n-
butilmetacrilato disuelto en 113 mililitros de tolueno. Añadien-
do 1,6 mililitro de ferrofluido, se obtuvo un coloide homogéneo

sin ninguna evidencia de separación de fases. El secado por pulverización de esta dispersión coloidal homogénea, se efectuó mediante pulverización de acuerdo con el procedimiento de Rayleigh para obtener partículas casi esféricas de un diámetro incluido entre 5 y 15 micrómetros aproximadamente. Las esferas resultantes son de color marrón oscuro.

Utilizando un magnetómetro de muestra vibratoria, la magnetización M en función del campo H aplicado en sentido creciente y en sentido decreciente, se determinó y se reseñó en la tabla II, que sigue:

TABLA II^{*}

	<u>Campo Creciente</u>		<u>Campo Decreciente</u>	
	<u>H (Gausse)</u>	<u>M (unidades electro- magnéticas/gramo)</u>	<u>H (Gauss)</u>	<u>M (unidades electro- magnéticas/gramo)</u>
15	0	0	0	0,04
	5	0,23	5	0,28
	10	0,46	10	0,48
	25	1,08	25	1,13
	50	2,05	50	2,08
20	75	2,90	75	2,92
	100	3,67	100	3,69
	150	5,03	150	5,04
	200	6,19	200	6,22
	250	7,21	250	7,22
25	300	8,02	300	8,10
	400	9,53	400	9,53
	500	10,73	500	10,73
	750	12,80	750	12,80
	1.000	14,15	1.000	14,15
30	1.500	15,82		

Tabla II (continuación)

	<u>Campo Creciente</u>		<u>Campo Decreciente</u>	
	<u>H (Gausse)</u>	<u>M (unidades electro- magnéticas/gramo)</u>	<u>H (Gausse)</u>	<u>M (unidades electro- magnéticas/gramo)</u>
5	2.000	16,86	2.000	16,86
	3.000	18,13	3.000	18,13
	4.000	18,93	4.000	18,93
	5.000	19,49	5.000	19,49
	7.500	20,36	7.500	20,36
10	10.000	20,92	10.000	20,92
	12.000	21,24	12.000	21,24
	14.000	21,48		

15 *Las imprecisiones estimadas son las mismas que en la tabla I.

EJEMPLO III

El revelador magnético constituido por partículas de magnetita ultra-finas dispersas en un polímero sólido fabricado de acuerdo con el ejemplo II, se utiliza para revelar una imagen magnética latente. El revelador superparamagnético obtenido con el ejemplo II incluye aproximadamente 41% en peso (12% en volumen) de magnetita dispersa en el estireno-n-butilmetracilato (índice de fusión 50). La imagen magnética latente se preparó exponiendo una cinta magnética pre-registrada disponible comercialmente en la firma Dupont bajo la marca comercial Crolyn a la acción de una lámpara de descarga de gas xenon a través de una máscara de modo que la luz entre en contacto con la cinta magnética formando una imagen con una intensidad suficiente para que la cinta presente una temperatura superior al punto de Curie (aproximadamente 130°C) en la configuración de la imagen. La exposición se

hace por medio de un destello y se realiza en ausencia de un campo magnético; se deja que la cinta se enfríe en ausencia de campo magnético, creando así por termo-remanencia una imagen magnética latente. El revelador de polímero superparamagnético se esparció en forma de polvo sobre la cinta magnética y se inclinó la cinta de un lado a otro para desplazar las partículas de polímero sobre la superficie de la cinta. Esto hizo aparecer la imagen magnética latente al ser atraídas magnéticamente las partículas de polímero hacia la zona de imagen. El exceso de revelador se eliminó inclinando la cinta y soplando suavemente con gas freon procedente de un bote presurizado.

La transferencia se efectuó situando la cinta revelada sobre un papel de 215,9 x 279,4 mm (8 1/2 x 11 pulgadas), disponible comercialmente en la Xerox Corporation bajo el nombre de papel Xerox 1024, y manteniendo la cinta en su posición sobre el papel con cinta transparente. Otra hoja del mismo papel se colocó encima de la imagen y esta estructura compuesta se hizo pasar entre unos rodillos de acero accionados por un motor. De este modo se transfirió el revelador desde la cinta magnética a la otra hoja de papel. El proceso de transferencia dió lugar a una imagen parcialmente fija. Se completó la fijación de manera convencional en un horno de tratamiento modelo D.

La copia final resultante tiene una alta calidad visual con un fondo aceptable y un excelente recubrimiento de la superficie sólida, de una densidad máxima de aproximadamente 1,1. Utilizando el "Air Force Resolution Test Pattern" con la copia final, la resolución medida ha sido de aproximadamente 18 pares de líneas por mm, es decir el mismo orden que la resolución de la imagen magnética en la cinta magnética.

Aunque el invento haya sido descrito con respecto a unos modos de realización particularmente preferidos, los peritos en la materia observarán que el invento no se limita a éstos. Por ejemplo, cualquier material magnético designado convencionalmente por el término "duro" o "blando" puede ser utilizado para llevar a la práctica el presente invento, siempre y cuando las partículas sean suficientemente pequeñas para presentar un efecto de superparamagnetismo. Los tamaños típicos de estas partículas incluyen, aunque sin carácter limitativo partículas de 50Å a 600Å aproximadamente.

Además, el líquido o el solvente que sirve de vehículo para el ferrofluido inicial no necesita ser el mismo solvente donde se ha disuelto el polímero sólido; se entiende que la meta es la de conseguir una dispersión coloidal homogénea en el momento de la adición de la solución de polímero y del ferrofluido. Por consiguiente, el líquido que sirve de vehículo o el solvente del ferrofluido necesitan solamente ser miscibles con el solvente de la solución de polímero.

Además se entiende que cuando se desea utilizar solamente presión para la fijación, es preferible utilizar polímeros de peso molecular reducido que tienen un peso molecular aproximado igual o inferior a 25.000 aproximadamente.

En resumen, la presente patente de invención que se solicita deberá recaer en las siguientes:

25

REIVINDICACIONES

1. - Método para formar un pigmento que consiste en partículas superparamagnéticas dispuestas en un polímero sólido, que incluye las operaciones que consisten en:

(a) formar una dispersión coloidal líquida homogénea añadiendo un ferro fluido que incluye partículas superparamagné

30

m/e

ticas en suspensión en un líquido portador a una solución de polímero disuelta en un solvente, pudiendo dicho líquido de soporte y dicho solvente mezclarse; y

(b) secar por pulverización la dispersión coloidal líquida.

2. - Método según la reivindicación 1, caracterizado porque dichas partículas superparamagnéticas tienen un tamaño de partículas variable entre 50\AA y 600\AA aproximadamente.

3. - Método según la reivindicación 1, caracterizado porque dichas partículas superparamagnéticas están constituidas por magnetita.

4. - Método según la reivindicación 3, caracterizado porque dicha magnetita está constituida por partículas de un diámetro de 150\AA aproximadamente.

5. - Método según la reivindicación 3, caracterizado porque dicho polímero está constituido por poliestireno.

6. - Método según la reivindicación 3, caracterizado porque dicho polímero está constituido por estireno-n-butilmetacrilato.

7. - Método según la reivindicación 5, caracterizado porque dicho líquido portador y dicho solvente están constituidos por tolueno.

8. - Método según la reivindicación 6, caracterizado porque dicho líquido portador y dicho solvente están constituidos por tolueno.

9. - Método según la reivindicación 1, caracterizado porque dichas partículas superparamagnéticas están dispersas en dicho polímero bajo la forma de agregados de partículas que tienen un diámetro incluido entre 30\AA y 2.100\AA aproximadamente, después de la realización de la operación (b).

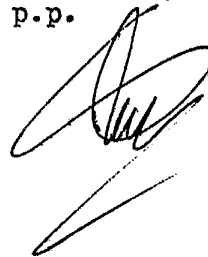
mte

10. - Método según la reivindicación 9, caracterizado porque el polímero secado por pulverización incluye una costra de partículas superparamagnéticas que tiene un espesor incluido entre 240Å y 2.800Å aproximadamente.

5 11. - Se reivindica por último como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita:
METODO PARA FORMAR UN PIGMENTO.

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

Madrid 17 de marzo de 1977
BERNARDO UNGRIA
P.P.

15 

20

25

30

