



ESPAÑA

(19) ES	(11) NUMERO	(10) A1
(21)	458636	
(22)	FECHA DE PRESENTACION	
	10-5-77	

PATENTE DE INVENCION

(30) PRIORIDADES:		
(31) NUMERO	(32) FECHA	(33) PAIS
76/05372	20-5-76	Holanda
(47) FECHA DE PUBLICIDAD	(51) CLASIFICACION INTERNACIONAL	(62) PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	G03G	
(54) TITULO DE LA INVENCION		
"PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UN POLVO VIRADOR"		
(71) SOLICITANTE (S)		
OCE-VAN DER GRINTEN N.V.		
DOMICILIO DEL SOLICITANTE		
St. Urbanusweg 102, Venlo, Holanda		
(72) INVENTOR (ES)		
Martinus, Theodorus, Johannes Peters.		
(73) TITULAR (ES)		
(74) REPRESENTANTE		
DON OSCAR DE ELZABURU FERNANDEZ		P.- 65.642 Case 76011

1 La invención se refiere a un procedimiento pa-
ra preparar un polvo virador y a un revelador de dos com-
ponentes, que contiene un tal polvo virador, para el de-
sarrollo de imágenes electrostáticas latentes. La inven-
5 ción se refiere, en particular, a un procedimiento para
preparar un polvo virador que puede ser cargado positiva-
mente y que consiste, sustancialmente, en partículas de vi-
rador coloreadas, finamente divididas, que contienen una
resina termoplástica aislante, materiales colorantes y un
10 agente de control de la polaridad.

 En la electrofotografía, las imágenes electros-
táticas latentes se forman sobre una superficie adecuada.
Para hacer visibles estas imágenes, se utilizan ampliamen-
te reveladores en polvo del tipo denominado de dos compo-
15 nentes. Estos son reveladores que contienen partículas de
virador finas, negras o coloreadas de otro modo partículas
de virador y partículas de soporte comparativamente gran-
des. Por contacto con, o por fricción contra, las particu-
las de soporte, las partículas de virador toman una carga
20 electrostática y, como resultado de ello, se adhieren a
las partículas de portador. En general, la composición de
las partículas de virador y de portador se elige de tal
modo que las partículas de virador tienen una carga de
una polaridad opuesta a la de la imagen electrostática la-
25 tente que ha de ser revelada. Cuando el polvo virador se
pone en contacto con esta imagen, las partículas de vira-
dor son liberadas de las partículas de soporte por la car-
ga electrostática de la imagen y son depositadas sobre la
imagen latente, como resultado de lo cual, ésta se hace
30 visible. En la electrofotografía directa, la imagen de

1 polvo se fija, generalmente, por el calor sobre la super-
ficie sobre la cual aquélla ha sido depositada. En la elec-
trofotografía indirecta, la imagen de polvo se transfiere
a una superficie receptora y se fija sobre ella. El calen-
5 tamiento tiene lugar, la mayor parte de las veces, por ca-
lor radiante en un dispositivo denominado de fusión por
radiación, o llevando la imagen de polvo, en un dispositi-
vo denominado de fusión por contacto, a un contacto con
una superficie calentada, tal como un cilindro y/o cinta,
10 efectuándose, así, una combinación de fijación por calor
y por presión. Los reveladores en polvo, de dos componen-
tes, pueden contener, como partículas de soporte, materia-
les en polvo de una composición ampliamente variable. Es-
tos pueden consistir, por ejemplo, en metal, por ejemplo
15 hierro o níquel, óxidos metálicos, por ejemplo, óxido de
cromo u óxido de aluminio, vidrio, arena o cuarzo. Las
partículas de soporte metálicas, especialmente las partícu-
las de hierro, se utilizan en la práctica con frecuencia.
En particular, las partículas de hierro son utilizadas
20 frecuentemente en reveladores en polvo para ser empleados
en el revelado que se denomina de frote magnético, en la
cual técnica el revelador es llevado por medio de transpor-
te magnético hasta la imagen electrostática que ha de ser
revelada.

25 Las partículas de virador en los reveladores en
polvo de dos componentes, consisten, sustancialmente, en
una resina termoplástica aislante, o en una mezcla de ta-
les resinas, y uno o más materiales colorantes. Los polí-
meros convencionales, naturales y sintéticos, se utilizan
30 como resinas termoplásticas. Ejemplos de resinas termoplás-

1 ticas que se utilizan ampliamente, son el poliestireno,
los copolímeros de estireno con un acrilato y/o metacrilato,
las poliamidas, las resinas de fenolformaldehído modificadas,
las resinas de poliéster y las resinas epoxídicas.
5 Generalmente, se añade negro de humo como material colorante
en los polvos viradores negros, y en los polvos viradores
coloreados empleados, por ejemplo, en procedimientos
de reproducción a varios colores electrográficos, se añaden
colorantes orgánicos a la resina termoplástica.

10 Generalmente, las resinas anteriormente mencionadas
no pueden cargarse por sí mismas positivamente hasta
un grado suficiente. La mayoría de ellas se cargan negativamente
por contacto con las partículas de hierro. Por lo tanto,
es necesaria la adición de un agente de control de
15 la polaridad, es decir un agente que hace suficientemente
positiva a la carga triboeléctrica, si se desea un revelador
en polvo, de dos componentes, cargable positivamente,
adecuado para el revelado por frote magnético. Los agentes
de control de la polaridad que han mostrado ser eficaces,
20 incluyen compuestos amínicos, compuestos de amonio cuaternario
y colorantes orgánicos, en particular, colorantes básicos
y sus sales, tales como los clorhidratos. Ejemplos
de agentes de control de la polaridad convencionales, son
el cloruro de bencildimetil-hexadecilamonio y el cloruro
25 de deciltrimetilamonio, la base de nigrosina, el clorhidrato
de nigrosina, la safranina T y el violeta cristal.
Se utilizan con especial frecuencia como agente de control
de la polaridad, la base de nigrosina y el clorhidrato de
nigrosina.

30 Los requerimientos básicos que debe satisfacer un

1 polvo virador en general, y un polvo virador positivamente
cargable en particular, son una polaridad pronunciada, bue
nas características de carga, tales como una aptitud para
la carga suficiente, una distribución de carga uniforme,
5 una estabilidad de carga y una baja sensibilidad frente a
la humedad y a la temperatura, buenas propiedades de fusión
que sean también apropiadamente reproducibles, estabilidad
térmica y una buena permanencia durante un uso prolongado.
Además, para un polvo virador que ha de ser utilizado en
10 una electrocopiadora con un dispositivo de fusión por con-
tacto, el margen de fusión debe ser, deseablemente, tan
amplio como sea posible. Para ser utilizado en un aparato
copiador con un dispositivo de fusión por radiación, el
margen de fusión debe ser, preferiblemente, tan pequeño
15 como sea posible.

Aunque cierto número de los polvos viradores nega-
tivamente cargables propuestos hasta ahora, satisfacen las
propiedades anteriormente mencionadas hasta un grado razo-
nable, con los polvos viradores positivamente cargables
20 esto ocurre en un grado bastante menor. Puede decirse esto,
en particular, de su estabilidad de carga, de la reproduci-
bilidad de las propiedades de fusión, de la estabilidad tér-
mica, especialmente, de su aptitud para la carga uniforme
y de su permanencia. Para obtener una aptitud de carga con
25 una buena permanencia de las partículas de virador, el
agente de control de la polaridad debe distribuirse de una
manera completamente homogénea por la resina. Como es bien
sabido, los polvos viradores se preparan, en general, por
medio del llamado método de amasado, del método de extru-
30 sión o del método de fusión en caliente. En estos procedi-

1 mientos, la resina se mezcla homogéneamente en un estado
fundido, con los materiales colorantes, con el agente de
control de la polaridad y, si se desea, con otros ingre-
dientes. Después de enfriar, la masa sólida así obtenida
5 se muele hasta partículas del grado de finura deseado, y
todas estas partículas deben tener exactamente la misma
composición, con el fin de obtener un polvo virador me-
diante el cual pueda conseguirse una buena calidad de ima-
gen. Sin embargo, los agentes de control de la polaridad
10 que actúan positivamente, los cuales se utilizan con fre-
cuencia preferentemente, no se disuelven o solamente se
disuelven escasamente, en las resinas termoplásticas o mez-
clas de resinas que han de ser utilizadas para los polvos
viradores, como resultado de lo cual no puede obtenerse
15 la homogeneidad deseada. Esto puede decirse en particular,
de la base de nigrosina y del clorhidrato de nigrosina al-
tamente preferidos.

En los pocos casos en los que hay agentes de con-
trol de la polaridad que actúan positivamente, para la fina-
20 lidad pretendida, se disuelven suficientemente en la resi-
na termoplástica, como en el caso de las poliamidas por
ejemplo, la resina misma posee varias propiedades no muy
favorables, como resultado de las cuales los polvos vira-
dores preparados a base de ésta, no cumplen muy bien las
25 propiedades básicas anteriormente mencionadas, tales como,
por ejemplo, la sensibilidad de la carga a la humedad y a
la temperatura.

El objeto de la presente invención es proporcionar
un polvo virador positivamente cargable, que satisfaga en
30 general los requerimientos básicos anteriormente menciona-

1 dos y, en particular, que satisfaga en gran manera los
requerimientos que han demostrado ser difíciles de conse-
guir, especialmente para los polvos viradores positivamen-
te cargables, en lo que respecta a la aptitud de carga uni-
5 forme, a la estabilidad y permanencia de la carga, a la re-
producibilidad de las propiedades de fusión, a la estabili-
dad térmica y a la sensibilidad a la humedad. Un objeto
adicional es proporcionar un método mediante el cual el
polvo virador de acuerdo con la invención, pueda producir-
10 se a medida, de un modo sencillo y económico.

El polvo virador positivamente cargable, de acuer-
do con la invención, consiste sustancialmente en partícu-
las de virador coloreadas, finamente divididas, que con-
tienen una resina termoplástica aislante, materiales colo-
15 rantes y un agente de control de la polaridad, y se carac-
teriza porque la resina termoplástica consiste en por lo
menos un 50% en peso de una resina epoxídica que tiene una
masa equivalente de epóxido de por lo menos 10.000, conse-
guida mediante la modificación de los grupos epoxi en por
20 lo menos un 5%, con un ácido carboxílico monofuncional y/o
un fenol monofuncional que no llevan sustituyentes, a excep-
ción del grupo carboxilo o del grupo hidroxilo, que sean
reactivos en las condiciones de preparación del polvo vi-
rador, frente a los grupos epoxi de la resina y, como má-
25 ximo en un 95%, mediante reacción intermolecular o median-
te reticulación con la ayuda de un endurecedor epoxídico
polifuncional.

Por resinas epoxídicas se entiende en el contexto
de esta invención, los productos de condensación de un po-
30 lifenol, en particular un bisfenol, con una halohidrina,

1 en particular epíclorhidrina.

La resina epoxídica modificada que ha de ser utilizada en el polvo virador de acuerdo con la invención, puede obtenerse, por ejemplo, modificando de la manera in
5 dicada anteriormente, una de las resinas epoxídicas asequibles en el comercio, o una mezcla de tales resinas, que, como es bien sabido, tienen una masa equivalente de epóxi
do (a la que se hace referencia en lo que sigue como E.E.M.), que es considerablemente inferior al mínimo de 10.000 re-
10 querido en el presente caso. La elección de la resina o de las resinas que han de ser utilizadas como producto de partida para esta finalidad, viene determinada principalmente por el requerimiento de que el polvo virador debe
ser estable a temperaturas de hasta 50°C, y de que aquél
15 debe tener un punto de fusión comprendido entre 65 y 150°C. El primer requerimiento está relacionado con el aspecto de que, hasta la operación de fusión, pueden darse temperaturas de hasta 50°C en cualquier etapa, tales como al-
macenamiento, paradas y tratamiento, en el aparato copia-
20 dor. El segundo requerimiento está relacionado especialmente, con la temperatura máxima permisible del papel de copia durante la fusión, debido a que de otro modo puede ocurrir una decoloración o incluso un quemado. En el apa-
rato copiadore en el que se emplea un substrato menos in-
25 flamable que el papel, por ejemplo vidrio o metal, pueden desde luego emplearse también para el polvo virador resinas que tengan un punto de fusión más alto.

Ejemplos de resinas epoxídicas que son muy útiles como producto de partida para la preparación de la resina
30 epoxídica modificada que ha de ser aplicada al polvo virador

1 dor de acuerdo con la invención, son la Epikote 1004 (punto de fusión 90 a 100°C, E.E.M. 850 a 940, ambos datos de acuerdo con las especificaciones del suministrador),
5 Epikote 1006 (115 - 125°C, E.E.M. 1.550 - 1.900), Epikote 1007 (120 - 130°C, E.E.M. 1.700 - 2.050), y Epikote 1009 (140 - 155°C, E.E.M. 2.300 - 3.400). Sin embargo, como se explicará en lo que sigue en la memoria, en ciertas circunstancias es también posible utilizar resinas epoxídicas que tengan puntos de fusión inferiores o superiores que los mencionados anteriormente, como producto de partida.
10 da.

El polvo virador de acuerdo con la invención puede contener resina epoxídica de la cual entre un 5 y un 100% de los grupos reactivos están modificados con un ácido carboxílico y/o fenol monofuncionales. La E.E.M. requerida de 10.000 o superior, puede obtenerse mediante la modificación de aproximadamente el 80 al 100% de los grupos epoxi de la resina epoxídica escogida como producto de partida, con un ácido carboxílico y/o fenol monofuncionales. Sin embargo, puede conseguirse también modificando por lo menos aproximadamente el 80% de los grupos epoxi de la resina epoxídica, parcialmente, con un ácido carboxílico y/o fenol monofuncionales y, parcialmente, mediante reacción intermolecular. Desde luego, entonces debe asegurarse durante el procedimiento de modificación, el que las condiciones requeridas para efectuar ambas clases de modificaciones se hallen disponibles. En general, éstas son satisfechas si la temperatura y la duración del procedimiento de modificación se seleccionan apropiadamente. La reacción intermolecular entre los grupos epoxi de la resina
15
20
25
30

1 epoxídica, transcurre generalmente de manera satisfacto-
ria a temperaturas comprendidas entre 150 y 250°C y tiem-
pos de permanencia de 120 a 5 minutos. A dichas tempera-
5 turas, la modificación por medio del ácido carboxílico
y/o fenol monofuncionales, transcurre con una rapidez con-
siderablemente mayor que la reacción intermolecular.

10 La E.E.M. mínima deseada, puede obtenerse igual-
mente, combinando la modificación por medio de un ácido
carboxílico y/o fenol monofuncionales, con una modifica-
ción efectuada por reticulación, utilizando uno de los
endurecedores epoxídicos polifuncionales en sí conocidos.
Ejemplos de endurecedores adecuados para la finalidad,
15 son el anhídrido succínico, el anhídrido maleico, el áci-
do succínico y el bisfenol A. Como tales reacciones de re-
ticulación transcurren en general muy rápidamente a 110 -
150°C, dicha combinación conduce al resultado deseado,
ya en el espacio de varios minutos, cuando la modifica-
ción tiene lugar a temperaturas comprendidas entre apro-
ximadamente 100°C y 150°C.

20 En todos los casos, sin embargo, por lo menos el
5% de los grupos epoxi de la resina epoxídica escogida
como producto de partida para la preparación del polvo
virador de acuerdo con la invención, deben ser modifica-
25 dos con un ácido carboxílico y/o fenol monofuncionales,
porque, de otro modo, el polvo virador no satisface los
requerimientos expuestos en lo que antecede en relación
con el punto de fusión y la reproducibilidad del compor-
tamiento en la fusión.

1
2
3
4
5
6
7
8
9
10
11
12
13
14
15
16
17
18
19
20
21
22
23
24
25
26
27
28
29
30

Qué porcentaje de los grupos epoxi se modifica con un ácido carboxílico y/o fenol monofuncionales, y cuál mediante reacción intermolecular y endurecimiento epoxídico respectivamente, dependen de la finalidad a que ha de servir el polvo virador de acuerdo con la invención.

Si el polvo virador está destinado a la preparación de un revelador para ser utilizado en un aparato equipado con un dispositivo de fusión por radiación, es aconsejable modificar un porcentaje tan alto como sea posible, pero en general de por lo menos un 50% y, preferiblemente, de por lo menos un 75% de los grupos epoxi de la resina escogida como producto de partida, con un ácido carboxílico y/o fenol. El hecho es que para ser utilizado en un dispositivo de fusión por radiación, el polvo virador debe tener un margen de fusión tan pequeño como sea posible, con un punto de fusión inicial tan bajo como sea posible. Modificando un porcentaje tan elevado como sea posible de los grupos epoxi con un ácido carboxílico y/o fenol monofuncionales, y un porcentaje tan bajo como sea posible por reacción intermolecular o por endurecimiento epoxídico, el margen de fusión, que la mayor parte de las veces es bastante pequeño en sí, y el punto de fusión inicial de la resina epoxídica escogida como producto de partida para efectuar la modificación, solamente se varían en un grado prácticamente despreciable. Una ventaja adicional de una modificación casi exclusivamente con un ácido carboxílico y/o fenol monofuncionales,

1 es que la modificación puede efectuarse muy rápidamente y a temperaturas relativamente bajas, de una manera altamente reproducible.

5 Si el polvo virador está destinado a la preparación de un revelador para ser utilizado en dispositivos de fusión por contacto, los cuales se prefieren a los dispositivos de fusión por radiación, especialmente en los aparatos copiadores que han de alcanzar altas velocidades de impresión, se obtendrán los mejores resultados si la modificación de los grupos epoxi de la resina, escogida como producto de partida, con un ácido carboxílico y/o fenol monofuncionales, es más cercana a la proximidad de la magnitud mínima requerida del 5%, mientras que el porcentaje de modificación restante, requerido para alcanzar la masa equivalente epoxídica mínima de 10.000, se obtiene por reacción intermolecular entre los grupos epoxi de la resina epoxídica o por endurecimiento epoxídico. La resina así obtenida y, por lo tanto, el polvo virador preparado a partir de ella, tiene un margen de fusión grande, lo cual es una propiedad deseada para los polvos viradores para reveladores destinados a ser utilizados en aparatos equipados con un dispositivo de fusión por contacto. En general, el margen de fusión de la resina epoxídica modificada aumenta a medida que el porcentaje de modificación con un ácido carboxílico y/o fenol monofuncionales, es más próximo a la magnitud mínima del 5%. Sin embargo, el punto de fusión de la resina modificada se desplaza entonces hasta un nivel superior, de tal modo que puede ser deseable, en ciertos casos, modificar

10

15

20

25

30

1 más del 5% de los grupos epoxídicos con un ácido carbo-
xílico y/o fenol monofuncionales, porque, de otro modo,
el punto de fusión de la resina obtenida será demasiado
alto para una fusión apropiada y económica. Sin embargo,
5 dentro de ciertos límites, esta desventaja puede superar
se partiendo de una resina epoxídica que tenga un punto
de fusión relativamente bajo, tal como la Epikote 1004,
1002 o 1001.

Pero en cuanto al grupo carboxilo e hidroxilo res-
pectivamente, los ácidos carboxílicos y/o fenoles mono-
funcionales que han de ser utilizados para modificación
de la resina epoxídica escogida como producto de partida,
pueden no contener ningún sustituyente adicional que pue-
da reaccionar con los grupos epoxi de la resina epoxídica
15 en las condiciones que reinan durante el procedimiento de
modificación. Particularmente adecuados son los ácidos
carboxílicos aromáticos y los fenoles, así como aquellos
que están sustituidos por uno o más grupos alcohol, aral-
cohol, cicloalcohol, arilo, alcoholarilo, alcoxi o ari-
loxi, y que no son volátiles, o no lo son sustancialmente
20 en las condiciones que reinan durante el procedimiento de
modificación.

Ejemplos de tales ácidos carboxílicos son el ácido
benzoico, el ácido 2,4-dimetilbenzoico, el ácido 4-(alfa,
25 alfa-dimetilbencil)-benzoico, el ácido 4-fenilbenzoico y
el ácido 4-etoxibenzoico. Además, los ácidos carboxílicos
alifáticos saturados: ácido heptanoico, ácido nonanoico,
ácido dodecanoico y ácido isododecanoico, ácido hexadeca-
noico y ácido octadecanoico.

30 Ejemplos de los compuestos fenólicos anteriores
son el 4-n-butilfenol, 4-n-pentilfenol, 2,3,4,6-tetrame-

1 tilfenol, 2,3,5,6-tetrametilfenol, 4-(alfa,alfa-dimetil)bencilfenol, 4-ciclohexilfenol, 3-metoxifenol, 4-metoxifenol, 4-etoxifenol.

5 De los compuestos mencionados anteriormente, el ácido octadecanoico, el ácido benzoico, sustituido o no sustituido, y el 4-(alfa,alfa-dimetil)bencilfenol, son los utilizados con mayor preferencia.

10 La modificación de la resina epoxídica escogida como producto de partida para convertirse en la resina epoxídica modificada para ser utilizada en el polvo virador de acuerdo con la invención, tiene lugar, preferiblemente, durante la preparación del polvo virador propiamente dicho. Sorprendentemente, ha resultado que de este modo, el procedimiento de modificación puede efectuarse bien y puede ser 15 satisfactoriamente controlado, de tal modo que, de esta manera, se puede obtener un polvo virador hecho a medida, de excelente calidad. Además, en tal caso no se requiere ningún catalizador especial ni ningún otro aditivo, para efectuar satisfactoriamente la modificación con el ácido carboxílico y/o fenol monofuncionales, lo cual constituye una 20 ventaja adicional.

Se reconoce que podría ser también posible realizar la modificación de la resina epoxídica, escogida como producto de partida, en un procedimiento independiente.

25 Sin embargo, son varias las dificultades que van unidas a este procedimiento y, por consiguiente, es menos aconsejable. Por ejemplo, se necesita una operación especial y, en la mayoría de los casos, un catalizador, para un control correcto de la modificación con el ácido carboxílico y/o fenol monofuncionales. En la mayor parte de los 30 casos, este catalizador debe ser eliminado por completo

1 nuevamente, junto con los disolventes que puedan haber si-
do utilizados. Esto no es solamente oneroso, sino que con
frecuencia no ocurre en un grado suficiente, como resulta
5 do de lo cual el polvo virador preparado con la resina así
modificada, se deteriorará en general rápidamente.

El polvo virador de acuerdo con la invención puede
prepararse por medio de uno de los métodos generalmente
conocidos para las preparaciones de polvos viradores, ta-
les como, por ejemplo, los métodos de amasado, extrusión
10 o fusión en caliente. De acuerdo con los dos primeros mé-
todos, la resina, el agente de control de la polaridad,
los materiales colorantes y, si se desea, los otros ingre-
dientes, se mezclan en general entre sí a una temperatura
de aproximadamente 90 a 130°C, teniendo lugar este mezcla-
15 do en general a unos 200°C, de acuerdo con el método últi-
mamente mencionado. Después de enfriar, la masa resultan-
te se muele hasta partículas del grado de finura deseado,
en general, comprendido entre 2 y 50 micrometros.

De los tres métodos de producción mencionados ante-
riormente, el método de fusión en caliente ha demostrado
20 ser el más adecuado para la preparación del polvo virador
de acuerdo con la invención. El polvo virador preparado
de acuerdo con este método, demuestra incluso ser más sa-
tisfactorio y ser reproducible en un mayor grado, en parti-
25 cular en lo que respecta a sus propiedades más esenciales,
tales como comportamiento de carga, comportamiento de esta-
bilidad y de fusión, que cuando se aplican los otros dos
métodos. Además, la mayoría de los agentes de control de
la polaridad y de colorantes se disuelven suficientemente
30 en la resina a temperaturas de alrededor de los 200°C, de

1 tal como que se puede conseguir la composición homogénea del polvo virador requerida para las propiedades de carga, sin necesidad de efectuar disposiciones especiales.

5 Sin embargo, el polvo virador de acuerdo con la invención de una calidad satisfactoria, puede obtenerse también por los métodos de amasado y de extrusión, siempre que se observen ciertas condiciones. El hecho es que a las temperaturas a que se efectúan generalmente estos
10 dos métodos, a saber aproximadamente 90 a 130°C, la mayoría de los agentes de control de la polaridad y colorantes convencionales, no se disuelven lo suficiente en la resina, para llevar a efecto la mezcla homogénea deseada. Esto se aplica en particular, en lo que respecta a los
15 agentes de control de polaridad preferidos, del tipo de la nigrosina.

En tales casos, se puede hacer un uso con éxito de una sustancia capaz de favorecer la disolución del agente de control de la polaridad, tal como la que se describe en la solicitud de patente holandesa número 7415325 de la solicitante, no publicada anteriormente.
20

En general, las cantidades a ser utilizadas oscilan entre unos pocos tantos por ciento y algunas decenas de tantos por ciento.

Es particularmente aconsejable el uso del ftalato de difenilo o de la N-ciclohexil-p-toluensulfonamida, a los que se hace referencia en dicha solicitud de patente.
25

Además, como la modificación mediante reacción intermolecular de los grupos epoxi de la resina epoxídica escogida como producto de partida, transcurre con relativa lentitud a dichas temperaturas, es aconsejable, si se
30

1 desea efectuar sólo parcialmente con el ácido carboxíli-
co y/o fenol monofuncionales la modificación requerida de
los grupos epoxi, combinar la modificación con reticula-
ción por medio de un endurecedor epoxídico polivalente.

5 Aunque el uso de los compuestos descritos en di-
cha solicitud de patente holandesa como aceleradores de
la disolución, es de hecho superfluo si el polvo virador
de acuerdo con la invención se prepara por el método de
10 fusión en caliente, puede sin embargo ser también ventajo-
so en dicho caso, por varias razones, su uso. Por ejemplo,
su adición a la mezcla de reacción provoca un punto de fu-
sión menor del polvo virador últimamente obtenido, y por
ello la posibilidad de utilizar también, como producto de
15 partida para la preparación de polvo virador de acuerdo
con la invención, resinas epoxídicas cuyo punto de fusión
sea superior a 150°C. También es posible utilizar esta adi-
ción con el fin de restablecer el punto de fusión del pol-
vo virador hasta su nivel deseado, si éste ha llegado a
20 ser demasiado alto como resultado de que se han modificado
por reacción intermolecular o reticulación con un endurece-
dor epoxídico polivalente, la parte principal de los gru-
pos epoxi de la resina epoxídica.

25 Además de la resina epoxídica modificada o de la
mezcla de resinas epoxídicas modificadas, las partículas
de virador coloreadas finamente divididas del polvo vira-
dor de acuerdo con la presente invención pueden contener
otros ingredientes. La resina epoxídica modificada puede
ser mezclada, en particular, con una resina fenoxi, tal
como, por ejemplo, Rütapox 07-17, un producto de Messrs.
30 Bakelite. Sin embargo, la proporción de resina epoxídica

1 modificada : resina fenoxi, debe ascender hasta por lo me
nos 1:1, preferiblemente hasta por lo menos 1,5 - 1,75 : 1.

5 La adición de resinas fenoxi, un término genérico
para los poli(hidroxiéteres) amorfos que han sido deriva-
dos de difenoles y epiclorhidrina y que tienen un peso mo-
lecular alto, extiende el margen de fusión de las particu-
las de virador. Esto proporciona la posibilidad, por ejem-
plo, de producir un polvo virador a base de una resina
epoxídica, que ha sido exclusiva o predominantemente modi-
10 ficada con un ácido carboxílico y/o fenol monofuncionales,
adecuada también para ser utilizada en un aparato equipa-
do con un dispositivo de fusión por contacto.

15 Para preparar un revelador en polvo del tipo de
dos componentes, el polvo virador de acuerdo con la inven-
ción se mezcla, bien sea inmediatamente de su preparación
o en una etapa ulterior, con las partículas de soporte de
seadas. Si el revelador se destina para el revelado por
frote magnético, se utilizan como soporte partículas de
hierro que han sido provistas de una capa superficial.

20 Los tamaños de partícula deseados del soporte son conoci-
dos a los expertos en la técnica. En general, sus dimen-
siones oscilan entre 50 y 150 micrometros. Dependiendo del
tamaño de partícula de los dos componentes, el revelador
de dos componentes contiene, generalmente, de 1 a 8% en
25 peso de partículas de virador.

30 Los reveladores así obtenidos pueden utilizarse
satisfactoriamente para el revelado de imágenes electros-
táticas latentes, que tienen una carga negativa, tales co-
mo las que se obtienen, por ejemplo, sobre elementos elec-
trofotográficos a base de óxido de cinc.

La invención se ilustra adicionalmente, con referencia a los siguientes ejemplos:

Ejemplo 1:

En un recipiente provisto de un agitador y de calentamiento con baño de aceite, se añadieron gradualmente, a 200°C, 468 g de la resina epoxídica Epikote 1006 (E.E.M. = 1.700, suministrada por Shell) a una mezcla de 36 g de base de nigrosina (Colour Index, tercera edición, número 50415 : 1), 60 g de N-ciclohexil-p-toluensulfonamida y 30 g de ácido benzoico. Después de mezclar, los ingredientes se disolvieron completamente uno en otro. Subsiguientemente, se añadieron 36 g de carbón y el conjunto se agitó durante 2 horas a 200°C, consiguiéndose de este modo una dispersión apropiada del carbón. La masa fundida se enfrió seguidamente, y se molió y tamizó de una manera conocida en sí, hasta obtener un polvo virador que tenía partículas de un tamaño comprendido entre 8 y 27 micrometros. La E.E.M. de la resina modificada con ácido benzoico en el polvo virador, que se determinó de la manera análoga al método de análisis 2.3.2.7.2. practicado por el Synthetic Materials Institute T.N.O., Delft, excedía de 40.000. El contenido de ácido benzoico sin reaccionar en el polvo virador, era inferior al 0,1%. Por consiguiente, la resina había sido modificada en un 90% con ácido benzoico. El polvo virador tenía una temperatura de transición vítrea (Tg) de 56°C. La Tg se determinó a partir del termograma D.S.C. registrado por un aparato de análisis térmico 990 Du Pont. También después de un calentamiento prolongado a

1 200°C, una temperatura que está muy por encima de las tem-
peraturas usualmente aplicadas en los dispositivos de fu-
sión, la Tg permanecía constante a 56°C, lo que demuestra
que el virador era térmicamente estable.

5 Cuatro partes en peso del polvo virador así prepara-
do, se mezclaron apropiadamente con 96 partes en peso de
polvo de hierro que tenía partículas comprendidas entre
aproximadamente 55 y 130 micrometros. El polvo virador en
el revelador así obtenido, tenía una polaridad pronuncia-
10 damente positiva. La carga triboeléctrica ascendía a + 13
Mc por gramo de polvo virador. Por medio de este revela-
dor, combinado con un fotoconductor a base de óxido de
cinc, como se describe en la solicitud de patente holan-
desa 7217484, se obtuvieron copias de primera calidad so-
15 bre papel ordinario, en un aparato copiador que funciona-
ba automáticamente, permitiendo amplias tolerancias en el
ajuste de sus funciones y de la concentración del virador.
El polvo virador poseía también una permanencia muy buena
durante un uso prolongado en el aparato copiador. En un
20 ensayo de resistencia o duración, durante el cual se man-
tuvo constante la concentración del virador en el revela-
dor, mediante la adición de polvo virador adicional, con
el fin de compensar el polvo virador utilizado en el pro-
cedimiento de copia, se obtuvieron todavía copias de buena
25 calidad después de una serie de 40.000 impresiones. En un
dispositivo de fusión por radiación como se describe en
la solicitud de patente holandesa 7205491, el polvo vira-
dor puede fijarse rápidamente y bien sobre papel, a una
temperatura ajustada de aproximadamente 150°C. El polvo
30 virador podría fijarse también en un dispositivo de fusión

1 por contacto. El dispositivo de fusión por contacto utili-
zado, estaba equipado con un cilindro recubierto con cau-
cho de silicona, cuya capa de acabado había sido previa-
mente envejecida en un procedimiento de copia prolongado.
5 Se encontraron márgenes de fusión, que eran más cortos,
pero que correspondían más a la práctica que los que se
encontraron con el uso de un caucho de silicona nuevo. El
tiempo de contacto eficaz de la copia con el cilindro ca-
lentado, ascendió a 1,3 segundos. El polvo virador poseía
10 un margen de fusión razonable, a saber, entre 87 y 109°C
(intervalo del margen 22°C). En tal caso, el límite infe-
rior era la temperatura para la cual era justo suficiente
la fusión del polvo virador, y el límite superior era la
temperatura para la cual comenzaba la transferencia del
15 polvo virador fundido al caucho de silicona.

Ejemplo 2.

Se repitió la preparación de acuerdo con el Ejem-
plo 1, en tandas de 630 g, 6,3 kg y 126 kg, respectivamen-
20 te. Los resultados de las mediciones y de las copias de
los polvos viradores así obtenidos, fueron prácticamente
idénticos a los descritos en el Ejemplo 1, de lo que puede
sacarse la conclusión de que la reproducibilidad de la pre-
paración es buena.

Ejemplo 3.

En un mezclador de polvos, se sometió a un mezcla-
do previo una mezcla molida de base de nigrosina, N-ciclo-
30 hexil-p-toluensulfonamida y ácido benzoico, a la temperatu

1 ra ambiente, con Epikote 1006 y carbón, en las proporcio-
nes mencionadas en el Ejemplo 1. Seguidamente, esta mezcla
se extruyó en una operación en un extrusor de laboratorio
de doble husillo, modelo Davo M.S, 2.1, a una temperatura
5 de 150°C en las zonas de amasado. El tiempo de permanencia
fue de aproximadamente 5 minutos. La masa fundida enfriada
se elaboró hasta obtener un polvo virador y se examinó de
la manera descrita en el Ejemplo 1, obteniéndose resulta-
dos prácticamente iguales. Estos resultados, obtenidos
10 después de una preparación en la que el tiempo de permanen-
cia y las condiciones de temperatura fueron claramente di-
ferentes de las utilizadas de acuerdo con el Ejemplo 1,
ilustran un amplio margen aplicable en las condiciones de
preparación útiles.

15 Ejemplo 4:

De acuerdo con el procedimiento descrito en el
Ejemplo 1, se preparó una masa fundida caliente, a partir
de 36 g de base de nigrosina, 60 g de N-ciclohexil-p-
20 -toluensulfonamida, 416,8 g de Epikote 1.006, 36 g de car-
bón, pero ahora con 51,2 g del compuesto de modificación
4-(α , α -dimetilbencil)fenol (=para-cumilfenol, suminis-
trado por Fluka). Después de enfriar, moler y tamizar, se
25 obtuvo un polvo virador que tenía un tamaño de partícula
comprendido entre 7 y 28 micrometros. La E.E.M. de la re-
sina epoxídica modificada era superior a 40.000. El grado
de modificación era del 100%. La Tg del polvo virador era
de 50°C y permanecía constante después de un prolongado ca-
lentamiento a 200°C.

30 En un revelador preparado como en el Ejemplo 1, se

1 pudo dotar al polvo virador con una carga pronunciadamente
positiva de $13 \mu\text{C/g}$. El polvo virador apenas producía pol-
vo durante el uso, lo que señala una distribución de car-
ga altamente uniforme. Se obtuvo una excelente calidad de
5 imagen. El polvo virador era eminentemente permanente y
podía ser fijado en un dispositivo de fusión por radiación,
a una temperatura ajustada de 145°C . El margen de fusión
por contacto era de 81 a 107°C (intervalo 26°C).

Utilizando la fórmula anterior, se preparó también
10 un polvo virador en un mezclador amasador A. M. K., a una
temperatura de equilibrio de aproximadamente 110°C y un
tiempo de permanencia total de 2 horas. La E.E.M. de la
resina modificada así obtenida, era 15.000 . La Tg era de
 54°C y permanecía todavía casi sin variación después de
15 un calentamiento durante algún tiempo a 200°C . Los resul-
tados de copia y de fusión fueron prácticamente iguales a
los del polvo virador preparado de acuerdo con el método
de fusión en caliente.

20 Ejemplo 5:

De acuerdo con el procedimiento del Ejemplo 1, se
preparó una masa fundida a partir de 36 g de base de nigro-
sina, 30 g de n-ciclohexil-p-toluensulfonamida, $406,6$ g
de Epikote 1006, 36 g de carbón, pero ahora con $61,4$ g de
25 compuesto de modificación de ácido octadecanoico (masa
equivalente = 285). Después de enfriar, moler y tamizar,
se obtuvo un polvo virador que tenía un polvo de partícu-
la comprendido entre 8 y 32 micrometros. La Tg era de 43°C
y permanecía constante también después de un calentamiento
30

1 durante algún tiempo hasta una temperatura de 200°C. La
E.E.M. de la resina modificada era 40.000. El grado de mo-
dificación era del 90%. En un revelador preparado como en
el Ejemplo 1, se pudo dotar al polvo virador con una car-
5 ga pronunciadamente positiva de 14 μ C/g. Producía polvo
muy ligeramente. Se obtuvo una calidad de imagen muy buena.
El polvo virador era apropiadamente permanente, podía ser
fijado en un dispositivo de fusión por radiación a 135°C,
y tenía un margen de fusión por contacto de 75 a 98°C (in-
10 tervalo 23°C).

Ejemplo 6:

15 En un recipiente de reacción como se describe en
el Ejemplo 1, se mezclaron 528 g de Epikote 1004 (E.E.M. =
900), 36 g de base de nigrosina y 66 g de ácido benzoico,
durante una hora a 200°C. Los ingredientes se disolvieron
de este modo por completo uno en otro. Subsiguientemente,
se añadieron 36 g de carbón y se continuó la agitación du-
20 rante otra hora a 200°C. La masa fundida enfriada se molió
y se tamizó hasta obtener un polvo virador que tenía par-
tículas de un tamaño comprendido entre 8 y 24 micrometros.
La E.E.M. era de 40.000. Antes y después del calentamiento
a 200°C, el polvo virador tenía un valor de Tg constante
25 de 63°C. La carga del polvo virador en un revelador al 4%
era de 11 μ C/g. Se obtuvo una buena calidad de imagen.
El polvo virador podía ser fijado sobre papel a temperatu-
ra de 155°C, en el dispositivo de fusión por radiación.
El margen de fusión por contacto era de 87 a 103°C (inter-
30 valo 16°C).

Ejemplo 7:

Se repitió el Ejemplo 1, pero ahora con 36 g de clorhidrato de nigrosina (Colour Index, tercera edición, número 50415) en lugar de la base de nigrosina. La E.E.M. y el valor de Tg constante del polvo virador, eran de 40.000 y 66°C, respectivamente. Se obtuvieron satisfactorios resultados de copia y fusión.

Ejemplo 8:

Se repitió el Ejemplo 1, pero ahora con 31,9 g de ácido 2-hidroxibenzoico, en lugar del ácido benzoico, y con 436,1 g de Epikote 1006. El grado de modificación era del 90%. La E.E.M. y el valor de Tg constante eran de 40.000 y 57°C, respectivamente. Se obtuvieron satisfactorios resultados de copia y de fusión.

Ejemplo 9:

Se repitió el Ejemplo 1, pero ahora con 41,1 g de ácido 3,4-dimetoxibenzoico en lugar del ácido benzoico, y con 426,9 g de Epikote 1006. El grado de modificación era del 90%. La E.E.M. y el valor de Tg constante eran de 40.000 y 57°C, respectivamente. Se obtuvieron buenos resultados de copia y fusión.

Ejemplo 10 (Ejemplo comparativo)

Se repitió la preparación de acuerdo con el Ejemplo 1, pero ahora con la omisión del compuesto de modificación de ácido benzoico. La masa fundida enfriada pudo

1 ser molida solamente con dificultad, y el polvo virador
obtenido no pudo ser fijado en el dispositivo de fusión
por radiación por debajo del límite de carbonización del
papel.

5 Ejemplo 11:

De acuerdo con el método de preparación del Ejem-
plo 1, se preparó una masa fundida a partir de 30 g de ba-
se de nigrosina, 75 g de N-ciclohexil-p-toluensulfonamida,
10 12,5 g de (4- α , α -dimetilbencil)-fenol, 352,5 g de Epiko
te 1006 y 30 g de carbón. La E.E.M. era 21.000. El resto
del compuesto de modificación sin reaccionar era inferior
a 0,1%. La Tg era de 54°C y no variaba después de calenta-
miento durante 30 minutos 200°C.

15 El grado de modificación efectuado por el fenol,
ascendía al 30%. En un revelador preparado de la manera
descrita en el Ejemplo 1, el polvo virador preparado a
partir de la masa fundida enfriada y que tenía un tamaño
de partícula comprendido entre 7 y 31 micrometros, alqui-
20 rió una pronunciada carga positiva de 13 μ C/g. El polvo
virador proporcionó excelentes copias en un aparato copia-
dor, permitiendo amplias tolerancias en el ajuste de sus
funciones y de la concentración del virador. En un dispo-
sitivo de fusión por radiación pudo fijarse el polvo vira-
25 dor a una temperatura de 155°C. En el dispositivo de fu-
sión por contacto descrito antes, el margen de fusión fue
de 88 - 121°C (intervalo 33°C).

30

Ejemplo 12.

Análogamente al procedimiento del Ejemplo 1, se preparó una masa fundida caliente a partir de 36 g de nigrosina, 60 g de N-ciclohexil-p-toluensulfonamida, 51,6 g de ácido benzoico y 372 g de Epikote 1004. Después de mezclar durante una hora, la E.E.M. de la resina aumentó desde 900 a 40.000 (modificación del 90%). Subsiguientemente, se añadieron 36 g de carbón y 96 g de Rütapox 07-17 y se continuó la operación de agitación durante una hora a 220°C. (El Rütapox 07-17 es una resina fenoxi de bisfenol A-epiclorhidrina, con un peso molecular medio de 25 a 30.000, suministrada por Bakelite). La Tg de la mezcla era de 47°C y permanecía constante después de calentar a 200°C. El polvo virador preparado a partir de esta mezcla, tenía una distribución de tamaños de partícula comprendidos entre 9 y 28 micrometros. La carga obtenible era de 12 μ C/g. Se obtuvieron excelentes copias. El polvo virador podía ser fijado en un dispositivo de fusión radiante a 145°C, y tenía un amplio margen de fusión por contacto, a saber, de 79 a 114°C (intervalo 35°C).

Un polvo virador comparable, que no contenía Rütapox 07-17, sino solamente Epikote 1004 modificada, como resina, tenía un margen de fusión por contacto de 80 a 96°C (intervalo 16°C).

Ejemplo 13:

En un mezclador de polvo se mezcló previamente una mezcla molida de 36 g de base de nigrosina, 60 g de N-ciclohexil-p-toluensulfonamida, 9,7 g de ácido benzoico y 9,3 g.

1 de ácido succínico, con 36 g de carbono y 449 g de Epikote
1006. Esta mezcla se extruyó seguidamente a 160°C. El tiempo
de permanencia en el extrusor fue de aproximadamente 5
minutos. La mezcla tenía un valor de Tg constante de 61°C.
5 La E.E.M. era mayor de 40.000. El grado de modificación del
ácido benzoico era del 30%. El virador, después de ser mez-
clado con hierro hasta un revelador del 4%, proporcionaba
una buena calidad de imagen y tenía un amplio margen de
fusión por contacto de 89 a 129°C (intervalo 40°C).

10 Ejemplo 14:

De la misma manera que en el Ejemplo 1, se mezcla-
ron durante dos horas a 200°C, 36 g de base de nigrosina,
60 g de N-ciclohexil-p-toluensulfonamida, 468 g de Epikote
15 1006 y 36 g de carbón. Subsiguientemente, se añadió una
mezcla de 6 g de base de nigrosina, 10 g de N-ciclohexil-
-p-toluensulfonamida, 5,0 g de ácido benzoico, 79 g de Epi-
kote 1006 y 6 g de carbón, y se agitó durante otros 30 mi-
nutos a 200°C. Después de enfriar, moler y tamizar, se obtu-
20 vo un polvo virador que, por examen de la misma manera des-
crita en el Ejemplo 1, proporcionó una buena calidad de
copia con amplias tolerancias en la proporción de virador/
hierro y en el ajuste del aparato. El valor de Tg constan-
te era de 68°C; la E.E.M. era 40.000. La proporción de re-
25 sina epoxídica modificada con ácido benzoico en el virador,
era del 15%. El virador pudo ser bien fijado a una tempera-
tura de ajuste de 170°C, en el dispositivo de fusión radian-
te.

30 En la disposición descrita anteriormente, el margen

1 de fusión por contacto era de 99 a 148°C. (intervalo 49°C).

Ejemplo 15.

5 Sustancialmente de la misma manera que se ha descrito en el Ejemplo 1, se preparó una masa fundida caliente, calentando, mientras se agitaba continuamente, durante una hora y a 200°C, una mezcla de

341,6 g de Epikote 1001 (punto de fusión 60-70°C;

Durrance; EEM 450-500),

10 124,4 g de (4- α , α -dimetilbencil)-fenol,

48,0 g de base de nigrosina G.B.,

48,0 g de Printex G.

15 La EEM de la Epikote 1001 resultó que había aumentado hasta 16.300. Subsiguientemente, se añadieron gradualmente 240 g de Ritapox 07-17, mientras se mantenía la temperatura a 200°C y se agitaba continuamente. Después de aproximadamente otra hora, se encontró que la mezcla era completamente homogénea.

20 Seguidamente, se enfrió la mezcla, se molió y se tamizó hasta un polvo virador que tenía partículas de un tamaño comprendido entre 8 y 25 micrometros. El margen de fusión por contacto de este polvo virador era de 83 a 140°C, lo que lo hacía particularmente útil para aplicación en un revelador destinado a ser utilizado en una copiadora equipada con un dispositivo de fusión por contacto.

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 la preparación de un polvo virador cargable positivamente, en el que una resina termoplástica se mezcla homogéneamente en estado fundido con un agente de control de la polaridad e ingredientes de coloración, y la masa después de enfriar se muele hasta el grado deseado de finura, caracterizado porque la resina termoplástica consiste en un 50% en peso por lo menos, en una resina epoxídica que tiene una masa equivalente de epóxido de por lo menos 10.000, conseguida por modificación de sus grupos epoxi en un 5% por lo menos, con un ácido carboxílico monofuncional y/o fenol monofuncional, que no llevan ningún substituyente, a excepción del grupo carboxilo o hidroxilo, que sea reactivo en las condiciones de preparación del polvo virador, frente a los grupos epoxi de la resina, y como máximo en un 95%, por reacción intermolecular o por reticulación con la ayuda de un endurecedor epoxídico polifuncional.

2ª.- Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1ª, caracterizado porque el ácido carboxílico monofuncional empleado para la modificación de la resina epoxídica es un ácido carboxílico alifático saturado, sus

1 tituido o no sustituido.

3ª.- Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 2ª, caracterizado porque el ácido carboxílico monofuncional es ácido octadecanoico.

5 4ª.- Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1ª, caracterizado porque el ácido carboxílico monofuncional empleado para la modificación de la resina epoxídica es un ácido benzoico sustituido o no sustituido.

10 5ª.- Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1ª, 2ª o 4ª, caracterizado porque el ácido carboxílico y/o fenol monofuncionales, empleados para la modificación de la resina epoxídica está sustituido, por lo menos, por un grupo alcohilo, aralcohilo, cicloalcohilo, arilo, alcoholilarilo, alcoxi o ariloxi; y no es volátil o no lo es sustancialmente, en las condiciones de preparación.

15 6ª.- Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 5ª, caracterizado porque el fenol monofuncional es 4-(α , α -dimetilbencil)-fenol.

20 7ª.- Procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque la resina epoxídica contiene al mismo tiempo N-ciclohexil-p-toluensulfonamida.

25 8ª.- Procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque la resina termoplástica consiste en un 50% como máximo, en una resina fenoxi.

30 9ª.- Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 8ª, caracterizado porque la resina termoplástica consiste en un 60 a 70% en peso, en una resina epoxídica que tiene una E.E.M. de 16.000 a 16.500, obtenida por modifi-

1 cación de una resina epoxídica con un punto de fusión com
prendido entre 60 y 70°C, y una E.E.M. comprendida entre
450 y 500 con (4- α , α -dimetilbencil)-fenol y, en un 40
a 30% en peso, en una resina fenoxi con un peso molecular
5 medio de 25 a 30.000.

10 10ª.- Procedimiento de acuerdo con cualquiera de
las reivindicaciones precedentes caracterizado porque la
modificación de la resina epoxídica con el ácido carboxíli
co y/o fenol monofuncionales, y opcionalmente entre ellos
mediante reacción intermolecular o reticulación con un en
durecedor epoxídico polifuncional, se efectúa durante el
mezclado de los ingredientes.

15 11ª.- Procedimiento de acuerdo con la reivindi-
cación 10ª, caracterizado porque el mezclado y la modifi-
cación se consiguen a temperaturas comprendidas entre
aproximadamente 150 a 250°C.

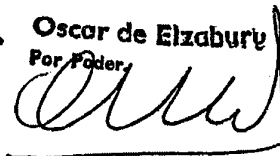
12ª.- Procedimiento para la preparación de un
polvo virador.

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

Esta Memoria consta de treinta y dos hojas es-
critas a máquina por una sola cara.

Madrid, 10. MAY 1977

25 P.A. Oscar de Elizabury
Por Poder



30

EBL.