



ESPAÑA

6 NOV. 1978

ES

11

21

NUMERO  
460980

10 A1

Concedido el Registro de acuerdo con los datos que figuran en la presente descripción y según el contenido de la Memoria adjunta.

22

FECHA DE PRESENTACION  
22 Julio 1.977

PATENTE DE INVENCION

30 PRIORIDADES:		
31 NUMERO	32 FECHA	33 PAIS
710,495 711.006	2 Agosto 1.976 2 Agosto 1.976	E.E.U.U. E.E.U.U.
47 FECHA DE PUBLICIDAD	61 CLASIFICACION INTERNACIONAL	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	G03G	
64 TITULO DE LA INVENCION		
UN METODO DE FORMACION DE UN VIRADOR.		
71 SOLICITANTE (S)		
XEROX CORPORATION		
DOMICILIO DEL SOLICITANTE		
Xerox Square, Rochester, New York 14644 - Estados Unidos.		
72 INVENTOR (ES)		
Edward Vanzo y Lewis S. Smith, ambos de nacionalidad estadounidense.		
73 TITULAR (ES)		
74 REPRESENTANTE		
D. BERNARDO UNGRIA GOIBURU		

RESUMEN DE LA INVENCION

1           Un método de formación de un virador utilizando un procedimiento  
en dos etapas, donde el monómero que contiene el pigmento se reduce a un  
tamaño especificado mediante mezclado con alto grado de cizallamiento en  
5           una primera etapa y después se polimeriza con agitación a poca velocidad  
en la segunda etapa, para formar partículas de virador.

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

          Esta invención se refiere a electrofotografía y más  
especialmente a materiales reveladores electrostatográficos,  
a su manufactura y uso.

10           La formación y revelado de imágenes sobre la superfi-  
cie de materiales fotoconductores por medios electrostáticos  
es muy conocida. El procedimiento xerográfico básico, des-  
crito por C.F. Carlson en la patente estadounidense núm.  
15           2.297.691, consiste en disponer una carga electrostática  
uniforme sobre una capa aislante fotoconductor, exponer la  
capa a una imagen de luces y sombras para disipar la carga  
de las zonas de la capa expuestas a la luz y revelar la ima-  
gen electrostática latente resultante por deposición sobre  
20           la imagen de un material electrosópico finamente dividido  
denominado "virador". El virador será normalmente atraído  
a las zonas de la capa que retienen una carga, formando así  
una imagen de virador correspondiente a la imagen electros-  
tática latente. Esta imagen de polvo puede ser después trans-  
25           ferida a una superficie de soporte tal como un papel. La  
imagen transferida puede ser posteriormente fijada permanen-  
temente sobre la superficie de soporte, por ejemplo por la  
acción del calor. En lugar de la formación de una imagen la-  
tente cargando uniformemente la capa fotoconductor y des-  
30           pués exponiendo la capa a una imagen de luces y sombras, pue-  
de formarse la imagen latente cargando directamente la capa

1 en la configuración de la imagen. La imagen en polvo puede  
ser fijada a la capa fotoconductora si se desea eliminar  
la operación de transferencia de la imagen en polvo. Otros  
5 medios fijadores adecuados, como tratamiento con disolventes  
o revestimientos superiores, pueden ser utilizados en lugar  
de las operaciones de termofijado anteriores.

Se conocen varios métodos para aplicar las partículas  
electroscópicas a la imagen electrostática latente que ha  
de ser revelada. Un método de revelado, descrito por E.N.  
10 Wise en la patente estadounidense 2.618.552, es conocido co-  
mo revelado "en cascada". En este método, el material reve-  
lador constituido por partículas de portador relativamente  
grandes con partículas de virador finamente dividido electro-  
15 táticamente adheridas a aquéllas, se transporta y se deja  
rodar o caer en cascada a través de la superficie que lleva  
la imagen latente electrostática. La composición de las par-  
tículas portadoras está seleccionada de manera que cargan  
triboeléctricamente a las partículas de virador con la pola-  
20 ridad deseada. A medida que la mezcla cae en cascada o rue-  
da a través de la superficie portadora de la imagen, las  
partículas de virador son electrostáticamente depositadas y  
fijadas a la parte cargada de la imagen latente y no son de-  
positadas sobre las partes de la imagen no cargadas o de  
25 fondo. La mayoría de las partículas de virador accidentalmen-  
te depositadas en el fondo son separadas por el portador ro-  
dante, debido aparentemente a la mayor atracción electrostá-  
tica entre el virador y el portador que entre el virador y  
el fondo descargado. El portador y el exceso de virador son  
30 después reciclados. Esta técnica es extraordinariamente bue-  
na para el revelado de imágenes lineales.

1

Otro método de revelado de las imágenes electrostáticas es el procedimiento de "cepillo magnético" descrito, por ejemplo, en la patente estadounidense n° 2.874.063. En este método, el material revelador que contiene el virador y partículas de portador magnético son soportados por un imán. El campo magnético del imán produce la alineación del portador magnético en una configuración en forma de cepillo. Este "cepillo magnético" se adhiere a la superficie portadora de la imagen electrostática y las partículas de virador son pasadas desde el cepillo a la imagen latente por atracción electrostática.

5

10

15

Todavía otra técnica para revelar imágenes latentes electrostáticas es el procedimiento en "nube de polvo" descrito por ejemplo, por C.F. Carlson en la patente estadounidense n° 2.221.776. En este método, se hace pasar junto a la superficie provista de la imagen electrostática latente un material revelador constituido por partículas de virador eléctricamente cargadas en un fluido gaseoso. Las partículas de virador son pasadas por atracción electrostática desde el gas a la imagen latente. Este procedimiento es especialmente útil en el revelado de tonos continuos.

20

25

Otros métodos de revelado como el de "contacto", como el descrito por R.W. Gundlach en la patente estadounidense 3.166.432, pueden ser también utilizados cuando resulten adecuados.

30

Los viradores se han preparado en general mezclando íntimamente la resina ablandada y el pigmento para formar una dispersión uniforme, por ejemplo mezclando estos ingredientes en un mezclador de caucho o similar y después pulve-

1 rizando este material para formar partículas pequeñas del  
mismo. Más frecuentemente, esta división de la dispersión  
de resina y pigmento se realiza por pulverización a chorro  
5 del material. Aunque esta técnica de manufactura de virado-  
res ha producido algunos excelentes, suele presentar algunos  
inconvenientes. Por ejemplo, generalmente produce una gama  
bastante amplia de tamaño de partícula en las partículas de  
virador. Aunque el tamaño medio de partícula del virador pre-  
parado de acuerdo con esta técnica generalmente oscila entre  
10 5 y 10 micras aproximadamente, no es infrecuente que se produ-  
zcan partículas individuales cuyo tamaño oscila entre submi-  
croscópico y más de 20 micras. Además, se trata de un proce-  
dimiento discontinuo que suele ser lento, costoso, ruidoso  
y polvoriento. Además, esta técnica de producción de virado-  
15 res impone ciertas limitaciones sobre el material selecciona-  
dos para el virador debido a que la dispersión de resina-pig-  
mento debe ser suficientemente friable para que pueda ser  
pulverizada a una velocidad de producción económicamente fac-  
20 tible. El problema que surge de este requisito es que, cuan-  
do la dispersión de resina-pigmento es suficientemente fria-  
ble para poder ser pulverizada realmente a gran velocidad,  
suele formar una gama todavía más amplia de tamaños de partí-  
cula durante la pulverización, incluyendo porcentajes relati-  
25 vamente grandes de finos. Además, estos materiales altamente  
friables frecuentemente están expuestos a posteriores pulve-  
rificaciones cuando se emplean para revelar en los aparatos  
de copias xerográficas. Todos los otros requisitos de los re-  
veladores o viradores xerográficos, incluidos los requisitos  
30 de que sean estables en almacenamiento, no aglomerables, que

1 presenten las propiedades triboeléctricas adecuadas para el  
revelado, que formen buenas imágenes, que no formen pelícu-  
5 las ni suciedad sobre la placa xerográfica de selenio y que  
presenten un bajo punto de fusión para ser fundidos por la  
acción del calor, se acumulan a los requisitos adicionales  
impuestos por este procedimiento de formación del virador.

Otro método de formación del virador consiste en mez-  
clar un látex acuoso de la resina viradora deseada con un co-  
lorante y después secar por atomización este sistema combina-  
10 do al tamaño de partícula deseado. La operación de secado  
por atomización consiste en atomizar la mezcla de colorante  
y látex acuoso en pequeñas gotitas, mezclar éstas con un gas  
y mantener las gotitas en suspensión en el gas hasta que la  
evaporación expulsa el líquido de las gotitas y el calor y  
15 las fuerzas de tensión superficial hacen que las partículas  
de resina en cada gotita se unan rodeando al colorante in-  
cluido en esa gotita. En el caso más frecuente, en el secado  
por atomización se emplea aire como gas para la etapa de  
secado. El gas se calienta para elevar la temperatura de las  
20 partículas de resina hasta un punto en el que se unen de ma-  
nera que las muchas partículas pequeñas que se originan en  
cualquier gotita formada durante la atomización se unen en-  
tre sí para formar una pequeña partícula esférica y dura de  
virador que atrapa cualquier colorante inicialmente incluido  
25 dentro de la gotita. El colorante utilizado puede ser soluble  
en agua, en cuyo caso puede ser simplemente agregado y di-  
suelto en el látex de resina o puede ser un tinte insoluble  
en agua, en cuyo caso puede ponerse primero en suspensión  
acuosa y después agregarse al látex de resina. Los viradores  
30 secados por atomización no son totalmente satisfactorios ya

1 que es difícil eliminar por completo todo el disolvente y el disolvente  
que permanece en las partículas de virador actúa afectando a las propiedades  
triboeléctricas y contribuye al bloqueo del virador en uso.

5 En la patente estadounidense 3.391.082 de Maclay, se propone formar el virador directamente a partir de un sistema de polimerización en emulsión. Sin embargo, este método no es totalmente satisfactorio ya que el virador está constituido por aglomerados de las pequeñas partículas de látex (0,03 a 0,25 micras) y el secado total del sistema es difícil, conduciendo a problemas de bloqueo y también la aparición de huecos en las  
10 partículas puede producir debilidad estructural y propiedades triboeléctricas no uniformes.

15 En la patente británica 1.319.815 se ha propuesto que el virador sea preparado directamente a partir del monómero por polimerización de este último en partículas tamizadas de virador que contienen un colorante. El método de la patente británica consiste en preparar un componente amasado en fase oleosa, constituido por uno o más monómeros resinosos líquidos, un material colorante, el iniciador de la polimerización y un estabilizante de la dispersión, inorgánico y finamente dividido, tal como un polvo metálico o una sal inorgánica o un óxido y un aditivo resinoso polar que es soluble  
20 en un monómero. Después de la polimerización en suspensión del monómero, si es necesario, se separa el estabilizante de la dispersión finamente dividido por disolución en un  
25 ácido y las partículas de polímero se separan de la fase acuosa y se secan para producir el virador. Sin embargo, este procedimiento no es totalmente satisfactorio ya que requiere una elevada proporción de estabilizante inorgánico que tiene que ser eliminado o que afecta a la calidad del  
30 virador. Además, la eliminación del estabilizante inorgá-

1 nico añade una etapa al procedimiento, reduciendo con ello  
la ventaja de formar un virador en una sola operación a par-  
tir del monómero. En cualquier caso, este procedimiento fre-  
5 cuentemente da lugar a una polimerización incompleta que de-  
ja monómero residual que afecta a las propiedades triboeléc-  
tricas, de bloqueo y fijadoras del virador. Esta polimeriza-  
ción incompleta del monómero se supone que es debida al pig-  
mento que inhibe la polimerización. El procedimiento de  
Maeda y colaboradores también implica la separación del com-  
10 ponente inorgánico y plantea problemas de polimerización  
incompleta. (patente estadounidense 3.634.251).

Un método de producción de pequeñas partículas de me-  
tacrilato de metilo está descrito en la patente estadouni-  
dese 2.701.245 de Lynn. Este procedimiento utiliza grandes  
15 cantidades de agente humectante, un periodo de mezclado cor-  
to para dividir el monómero y no agita durante la polime-  
rización. Sin embargo, este procedimiento no produce perlas  
coloreadas y la gran cantidad de agentes humectantes requere-  
da contiene impurezas indeseables en los viradores y ade-  
20 más presenta una amplia gama de tamaños de partícula.

Un artículo en Journal of Applied Polymer Science, volu-  
men 16, pág. 1867 y 1868 (1972) señala que la polimerización  
de polímeros de pequeño tamaño de partícula puede realizarse  
después de dividir mediante agitación a gran velocidad con  
25 un agitador de paletas. Sin embargo, el artículo indica que  
el control de la granulometría es difícil y no trata de las  
complicaciones causadas por la introducción del colorante  
en el sistema.

También se ha propuesto realizar un procedimiento de  
30 polimerización en suspensión similar al de la patente bri-

1 tánica antes citada pero sin hacer uso de estabilizante  
inorgánico para producir un virador encapsulado. Este pro-  
cedimiento se lleva a cabo generalmente mezclando un monóme-  
ro, un colorante y un iniciador para formar una fase orgá-  
5 nica soluble en aceite; dispersar esta fase soluble en acei-  
te con un tamaño controlado entre 5 y 20 micras en una fa-  
se acuosa, empleando un agente suspensor, por ejemplo alco-  
hol polivinílico; polimerizar, empleando técnicas convencio-  
nales de polimerización en suspensión; introducir un segun-  
10 do monómero que se deja difundir en el primer polímero y  
que, consiguientemente, hincha al polímero; introducir un  
iniciador soluble en agua y calentar esta mezcla de reac-  
ción para efectuar la polimerización del segundo monómero  
y formar el virador deseado. Se ha encontrado que el segundo  
15 iniciador, el iniciador soluble en agua, genera un radical  
libre que ataca la superficie de la partícula hinchada de  
polímero y provoca la polimerización en la superficie por  
reacción con un monómero que se encuentra en dicha superfi-  
cie, disminuyendo con ello la concentración de monómero y  
20 produciendo por difusión el transporte de monómero a la su-  
perficie. Se ha hallado que este procedimiento es auto-ex-  
tinguible cuando la cantidad total de monómero sorbido ha  
sido convertida en polímero de la superficie, formando así  
un virador encapsulado. Sin embargo, aunque este procedimien-  
25 to puede ser utilizado para producir viradores encapsulados,  
todavía no constituye un método aceptable para la producción  
de viradores no encapsulados y que puedan resistir a la abra-  
sión, a las tensiones y a las variaciones de humedad a las  
cuales están sometidos los viradores en los sistemas revela-  
30 dores normales.

1  
5  
10  
15  
20  
25  
30

Una dificultad con los procedimientos de polimerización en suspensión es que es difícil mantener las partículas de virador con un tamaño de unas 5 a 30 micras en los grandes equipos de polimerización en suspensión. Para obtener tamaños de partícula del orden de 10 micras, se requieren unas velocidades del agitador superiores a 1000 rpm. A la vista de estas grandes velocidades de agitación, el diseño de grandes reactores es cada vez más difícil a medida que aumenta el tamaño. Los reactores de gran tamaño a gran velocidad son mucho más caros de diseño y operación que un reactor normal de polimerización en suspensión, que opera a la velocidad de agitación normal de unos 75 a 100 rpm. La formación de partículas del tamaño del virador a velocidades lentas por utilización de grandes cantidades de agentes suspensores crea dificultades como se ha visto antes, ya que los agentes suspensores en grandes cantidades deben ser separados de las partículas para que estas últimas funcionen eficazmente como partículas viradoras. Los reactores convencionales con agitadores de paletas, cuando operan a grandes velocidades, producen una amplia gama de tamaños de partícula.

Como puede verse, prevalece la necesidad de un procedimiento de producción de viradores que no implique extensas operaciones de procesado como formación del polímero, adición del colorante, mezclado y formación de partículas.

Continúa existiendo la necesidad de un procedimiento que produzca partículas de virador directamente a partir del monómero, que presenten buenas propiedades triboeléctricas, resistencia a la abrasión, resistencia al bloqueo y capacidad de carga del colorante. Como los métodos de formación anteriores son deficientes en uno o más de los aspectos citados, exis

1 te la continua necesidad de un método mejorado de formación de viradores para uso en el revelado electrofotográfico.

COMPENDIO DE LA INVENCION

5 Por lo tanto, un objeto de esta invención es proporcionar un virador que no presente las deficiencias antes observadas.

10 Otro objeto de esta invención es proporcionar un método de producción de un virador que supere las deficiencias antes mencionadas en los procedimientos de producción de viradores.

Todavía otro objeto de esta invención es proporcionar un virador de bajo precio de coste.

15 Otro objeto de esta invención es proporcionar un método de polimerización directa de viradores coloreados.

Otro objeto de esta invención es proporcionar un equipo simplificado para la producción de viradores.

20 Todavía otro objeto de esta invención es proporcionar un procedimiento de producción de viradores de bajo precio de coste.

Todavía otro objeto de esta invención es proporcionar un método de formación de una suspensión de monómeros del tamaño de un virador para formar viradores.

25 Un objeto adicional de esta invención es permitir el uso de menos carbono en las partículas de virador.

Un objeto adicional es producir partículas del tamaño de los viradores que utilizan agitación a poca velocidad de la suspensión de monómero.

30 Otro objeto es producir partículas de virador con una estrecha gama de tamaños.

Otro objeto es proporcionar un procedimiento de poli-

1 merización directa para la formación de virador pigmentado.

Estos y otros objetos de esta invención se consiguen, en general, mediante un procedimiento de dispersión en agua del monómero que contiene el pigmento en una fase al tamaño de partícula del virador comprendido aproximadamente entre 5 y 30 micras. Estas partículas de monómero pigmentado, después de la suspensión inicial y reducción al tamaño especificado, son estables de tal manera que pueden ser transferidas a un reactor y agitadas a velocidades relativamente bajas aproximadamente entre 75 y 100 rpm, y permanecen en suspensión durante la polimerización para formar el virador.

BREVE DESCRIPCION DE LOS DIBUJOS

La Figura 1 es una vista de una mezcladora de rotor-estator.

La Figura 2 es una vista del elemento estático de una mezcladora de rotor-estator.

La Figura 3 es una vista del elemento giratorio de la mezcladora.

La Figura 4 ilustra una construcción básica de una mezcladora de rotor-estator.

DESCRIPCION DETALLADA DE LA INVENCION

El procedimiento de formación de virador de esta invención se realiza en un caso mediante el uso de un monómero estirénico al que se agrega peróxido de lauroilo y negro de humo Molacco-H que ha sido tratado con un agente dispersante silánico activo, tal como trietoxisilano ("Siliclad"), un silano reactivo. Las partículas de carbono se recubiertas con el silano por suspensión del carbono en agua, seguida de adición de trietoxisilano ("Siliclad", Clay Adams Division of Becton Dickinson Co.). La mezcla de silano y carbono se agi-

1 ta para permitir que el silano forme una capa sobre la super-  
ficie de las partículas de carbono. El carbono tratado  
(recubierto) se dispersa en un monómero estirénico con peró-  
xido de lauroilo. Después utilizando un corto periodo de  
5 mezclado en una mezcladora a gran velocidad y alto grado de  
cizallamiento, se suspende el monómero en un medio acuoso y  
se forman las partículas del tamaño propio del virador. La  
suspensión de monómero pigmentado del tamaño del virador se  
transfiere después a un reactor que se agita con un agitador  
10 a unas 75 rpm mientras tiene lugar la polimerización. Una  
vez completada la polimerización, se recuperan las particu-  
las y se ha encontrado que son adecuadas para uso como mate-  
riales viradores sin ningún nuevo tratamiento.

15 En el procedimiento de formación de viradores de es-  
ta invención puede utilizarse cualquier material polimérico  
que pueda formarse por polimerización en dispersión y que  
tenga un punto de fusión dentro del intervalo adecuado para  
uso como virador. Las unidades monoméricas típicas que pue-  
den emplearse para formar polímeros son : estireno, p-cloro-  
20 estireno; vinilnaftaleno; monoolefinas etilénicamente insa-  
turadas como etileno, propileno, butileno, isobutileno y  
similares; ésteres vinílicos como cloruro de vinilo, bromu-  
ro de vinilo, fluoruro de vinilo, acetato de vinilo, propio-  
nato de vinilo, benzoato de vinilo, butirato de vinilo y si-  
25 milares; ésteres de ácidos monocarboxílicos alifáticos  $\alpha$ -me-  
tilénicos tales como acrilato de metilo, acrilato de etilo,  
acrilato de n-butilo, acrilato de isobutilo, acrilato de do-  
decilo, acrilato de n-octilo, acrilato de 2-cloroetilo, acri-  
lato de fenilo,  $\alpha$ -cloroacrilato de metilo, metacrilato de  
30 metilo, metacrilato de etilo, metacrilato de butilo y simi-

1 lares; acrilonitrilo, metacrilonitrilo, acrilamida, éteres  
vinílicos como éter vinilmetílico, éter vinilisobutílico,  
éter viniletílico y similares; vinilcetonas como vinilmetil-  
5 cetona, vinilhexilcetona, metilisopropenilcetona y similares;  
haluros de vinilideno como cloruro de vinilideno, clorofluoru-  
ro de vinilideno y similares y compuestos N-vinílicos como  
N-vinilpirrol, N-vinilcarbazol, N-vinilindol, N-vinilpirro-  
lídono y similares y mezclas de los mismos. En general, las  
10 resinas vinílicas adecuadas empleadas en el virador tienen  
un peso molecular promedio en peso comprendido entre 3000  
y 500.000 aproximadamente.

Las resinas viradoras que contienen un porcentaje rela-  
tivamente elevado de resinas estirénicas son las preferidas  
típicamente. Se prefiere la presencia de una resina estiré-  
15 nica porque se consigue un mayor grado de definición de la  
imagen con una cantidad dada de material aditivo. Además,  
se obtienen imágenes más densas cuando hay presente en el  
virador como mínimo alrededor del 25 % en peso, calculado  
sobre el peso total de la resina en el virador, de una re-  
20 sina estirénica. La resina estirénica puede ser un homopo-  
límero de estireno o de homólogos estirénicos o copolímeros  
de estireno con otros grupos monoméricos que contienen un  
solo grupo metileno unido a un átomo de carbono por un do-  
ble enlace. Así, son materiales monoméricos típicos que pue-  
25 den ser copolimerizados con el estireno por polimerización  
por adición los siguientes: p-cloroestireno; vinilnaftaleno;  
monoolefinas etilénicamente insaturadas como etileno, propi-  
leno, butileno, isobutileno y similares; ésteres vinílicos  
como cloruro de vinilo, bromuro de vinilo, fluoruro de vini-  
30 lo, acetato de vinilo, propionato de vinilo, benzoato de vi-

1 nilo, butirato de vinilo y similares; ésteres de ácidos  
monocarboxílicos alifáticos  $\alpha$ -metilénicos como acrilato de  
metilo, acrilato de etilo, acrilato de n-butilo, acrilato  
de isobutilo, acrilato de dodecilo, acrilato de n-octilo,  
5 acrilato de 2-cloroetilo, acrilato de fenilo,  $\alpha$ -cloroacri-  
lato de metilo, metacrilato de metilo, metacrilato de etilo,  
metacrilato de butilo y similares; acrilonitrilo, metacri-  
nitrilo, acrilamida, éteres vinílicos como vinilmetiléter,  
vinilisobutiléter, viniletiléter y similares; vinilcetonas  
10 como vinilmetilcetona, vinilhexilcetona, metilisopropenilce-  
tona y similares; haluros de vinilideno como cloruro de vini-  
liden, clorofluoruro de vinilideno y similares; y compues-  
tos N-vinílicos como N-vinilpirrol, N-vinilcarbazol, N-vi-  
nilindol, N-vinilpirrolideno y similares; y mezclas de los  
15 mismos. Las resinas estirénicas también pueden formarse por  
polimerización de mezclas de dos o más de estos materiales  
monoméricos insaturados con un monómero estirénico. La ex-  
presión "polimerización por adición" pretende incluir las  
técnicas de polimerización conocidas, tales como los pro-  
20 cesos de polimerización por radicales, aniónicos y catiónicos.  
Se ha encontrado que los monómeros formadores de poliestire-  
no y copolímeros de estireno y metacrilato de n-butilo son  
especialmente adecuados para el proceso de polimerización  
de esta invención ya que producen buenos rendimientos de mo-  
25 nómeros completamente polimerizados que son adecuados para  
uso como materiales viradores porque poseen buenas propieda-  
des triboeléctricas y de fusión.

30 En el procedimiento de esta invención puede utilizarse  
cualquier pigmento adecuado. Unpigmento en general debe ser  
capaz de dispersarse en un polímero, ser insoluble si se uti-

1 liza agua en el proceso de recubrimiento y producir colores  
intensos, claros y permanentes cuando se utilizan en los  
viradores. Son típicos de estos pigmentos las ftalocianinas,  
los litoles y el toluideno y pigmentos inorgánicos como  $TiO_2$  y colorantes.  
5 Son típicos de los pigmentos de ftalocianina la ftalocianina de cobre, mono-  
nócloro-ftalocianina de cobre, hexadecacloro-ftalocianina de cobre, ftalo-  
cianina exenta de metales, monócloro-ftalocianina exenta de me-  
tales y hexadecacloro-ftalocianinas exentas de metales; pig-  
mentos de tina antraquinónicos tales como: amarillo de tina  
10 6 GL CI 1127, amarillo de quinona 18-1, indantrona CI 1106,  
pirantrona CI 1096; pirantronas bromadas como: dibromopiran-  
trona, naranja brillante de tina RK, marrón de antrimida CI  
1151, verde dibenzantrona CI 1101, amarillo de flavantrona  
CI 1118; pigmentos de tioíndigo tales como: rojo y rosa de  
15 tioíndigo FF; pigmentos azo tales como: rojo de toluidina  
CI 69 y amarillo hansa y pigmentos metalizados como amarillo  
azo (oro verde) y rojo permanente. Se ha encontrado que el  
negro de humo es un colorante preferido ya que es barato,  
puede ser completamente recubierto y proporciona intensas  
20 imágenes negras a cargas relativamente bajas de colorante.  
El negro de humo puede ser cualquiera de los tipos conocidos  
tales como negro channel o negro de horno. Se prefiere el ne-  
gro de horno debido a que es más barato. El negro de humo  
contiene comúnmente radicales libres y estructuras quinoideas  
25 sobre la superficie que son centros químicamente activos. La  
cantidad de negro de humo necesaria en el virador está com-  
prendida típicamente entre 1 y 20 % aproximadamente. Se ha  
encontrado que una carga entre 5 y 10 % aproximadamente en  
el virador es adecuada para el procedimiento de esta inven-  
30 ción.

1 Si es necesario, en la invención puede utilizarse  
cualquier material reactivo que permita el recubrimiento de  
los pigmentos para evitar la inhibición o la reacción con  
el monómero durante la polimerización. En el caso de la ma-  
5 yoría de los colorantes y de los pigmentos inorgánicos, no es  
necesario el recubrimiento. Son típicos de estos materiales  
los monómeros solubles en agua que precipitan sobre el negro  
de humo u otros pigmentos, tales como el ácido poliacrílico  
neutralizado y los silanos reactivos como los copolímeros  
10 de aminosilato-organosilano. El acrilonitrilo monómero ha  
resultado un monómero soluble en agua adecuado que precipita  
sobre el carbono. Los silanos reactivos de los tipos emulsio-  
nables o solubles en agua son adecuados para el proceso de  
recubrimiento. Son típicos de los silanos organofuncionales  
15 adecuados los silanos con función amino, los silanos con  
función metacrilato, los silanos con función epóxido, los  
silanos con función poliamina, los silanos con función mer-  
capto, los silanos con función vinilo y los silanos con fun-  
ción cloroalquilo; son típicos de los alcoxisilanos adecua-  
20 dos el metiltrimetoxisilano, feniltrimetoxisilano, metilfe-  
nildimetoxisilano y difenildimetoxisilano y como silazano  
típico adecuado podemos citar el hexametildisilazano.

Un silano preferido es el trietoxisilano ( $C_{18}-Si(C_2H_5O)_3$ )  
25 vendido como "Siliclad" por la Clay Adams Division of Becton  
Dickinson and Company, que produce un buen recubrimiento po-  
limérico sobre el negro de humo que evita las reacciones hi-  
drofílicas y de otros tipos. Un sistema conteniendo carbono  
recubierto se polimerizará aproximadamente en el mismo tiem-  
30 po que un sistema que no contenga carbón.

En agente recubridor cuando se utiliza, se emplea en

1 cualquier cantidad que proporcione un recubrimiento sobre  
el pigmento suficiente para evitar que el pigmento inhiba  
la polimerización completa para formar el virador. En gene-  
5 ral, el agente recubridor se utiliza en una cantidad que es  
la mínima que producirá un recubrimiento completo ya que  
esto mantiene en valores bajos el precio de coste y el tiem-  
po de recubrimiento. Típicamente, puede utilizarse una can-  
10 tidad de agente recubridor de alrededor de 0,05 a 10 % del  
peso del pigmento. Se ha encontrado que una proporción ade-  
cuada es alrededor de 0,1 a 4 % del peso del pigmento. Una  
proporción preferida en el caso del trietoxisilano es alre-  
dedor de 0,3 a 1 % para cubrir completamente a bajo precio.

15 En el procedimiento de esta invención puede utilizar-  
se cualquier iniciador que sea compatible con el monómero  
particular utilizado. Son iniciadores típicos para la po-  
limerización los iniciadores de peróxido y azo. Entre los  
adecuados para uso en el procedimiento de esta invención  
están el azo-bis(2-metilpropionitrilo) y peróxido de lauroí-  
20 lo, que producen una polimerización completa sin dejar ma-  
teriales residuales perjudiciales ni requerir elevadas tem-  
peraturas o presiones.

25 El iniciador puede ser agregado al monómero durante  
la dispersión del negro de humo o puede ser mezclado des-  
pués de la dispersión del negro de humo. Se prefiere que el  
iniciador de la polimerización, el negro de humo tratado y  
el monómero sean mezclados con agitación de alto grado de  
cizallamiento para producir una dispersión estable del ne-  
gro de humo en el monómero. El carbono en dispersión esta-  
30 ble se separa en partículas de tamaño submicroscópico dis-  
tribuidas uniformemente por todo el monómero. La mezcla pue-

1 de ser calentada durante la dispersión. En general, el ini-  
ciador se utiliza en la cantidad necesaria para conseguir  
la polimerización completa sin desperdiciar iniciador. Se  
5 ha encontrado adecuada una cantidad de alrededor del 2 al  
10 % en peso de iniciador, con respecto al monómero. Unos  
límites preferidos son alrededor de 2 a 5 % en peso de ini-  
ciador con respecto al monómero, para obtener una polimeri-  
zación completa sin desperdicios, a bajo precio de coste.  
La cantidad óptima en el caso del peróxido de lauroilo con  
10 sistemas monoméricos estirénicos es alrededor del 2 % ya  
que así se obtiene una polimerización completa a bajo cos-  
te y se obtienen buenas propiedades del virador.

15 En el virador de esta invención puede utilizarse  
cualquier portador adecuado para formar un revelador. Los  
materiales portadores adecuados, recubiertos y no recubier-  
tos, para el revelado en cascada y con cepillo magnético,  
son conocidos en la técnica. Las partículas portadoras pue-  
den ser eléctricamente conductoras, aislantes, magnéticas  
20 o no magnéticas, siempre que adquieran una carga de pola-  
ridad opuesta a la de las partículas de virador cuando se po-  
nen en estrecho contacto con estas últimas, de manera que  
las partículas de virador se adhieran a las partículas de  
portador y las rodeen. Cuando se desea una reproducción po-  
sitiva de una imagen electrostática, se selecciona la par-  
25 tícula de portador de manera que las partículas de virador  
adquieran una carga con una polaridad opuesta a la de la  
imagen latente electrostática. Alternativamente, si se de-  
sea una reproducción invertida de la imagen electrostática,  
los portadores se seleccionan de manera que las partículas  
30 de virador adquieran una carga con la misma polaridad que la

1 de la imagen electrostática. Así, los materiales para las partículas portadoras se seleccionan de acuerdo con sus propiedades triboeléctricas con respecto al virador electroscópico, de manera que cuando se mezclan o se ponen en contacto mutuo, un componente del revelador esté cargado positivamente si el otro componente está debajo del primero en la serie triboeléctrica y  
5 negativamente si el otro componente está encima del primero en la serie triboeléctrica. Mediante la selección adecuada de materiales de acuerdo con sus efectos triboeléctricos, las polaridades de su carga cuando están mezclados son tales que las partículas de virador electroscópico se adhieren y quedan aplicadas sobre las superficies de las partículas de portador y también se adhieren a aquellas porciones de las superficies portadoras de la imagen  
10 electrostática que presentan por el virador una atracción mayor que las partículas de portador. Los portadores típicos son el cloruro sódico, cloruro amónico, cloruro de aluminio y potasio, sal de Rochelle, nitrato sódico, nitrato de aluminio, clorato potásico, zirconio granulado, silicio granulado, metacrilato de metilo, vidrio, acero, níquel, hierro, ferritas, materiales  
15 ferromagnéticos, dióxido de silicio y similares. Los portadores pueden emplearse con o sin recubrimiento. Muchos de los portadores anteriores y típicos están descritos por L.E. Walkup en la patente estadounidense n° 2.618.551; L.E. Walkup y colaboradores en la patente estadounidense n° 2.638.416; E.N.Wise en la patente estadounidense n°2.618.552; R.J. Hagenbach  
20 y colaboradores en la patente estadounidense n°3.591.503 y 3.533.835 y B.J. Jacknow y colaboradores en la patente estadounidense n° 3.526.533. Los portadores adecuados para ser utilizados con los viradores de esta invención son los granos de níquel, las ferritas recubiertas y el acero recubierto con un terpolímero  
25 metílico. El grano de níquel es una partícula de níquel nodular descrita en la patente estadounidense número 3.767.568, con una superficie granulada. El portador de acero recubierto de terpolímero metílico es un núcleo de acero recubierto con una composición como la del Ejemplo 13 de la patente estadounidense n°3.526.533. Es adecuado un diámetro final de la  
30

1 partícula portadora recubierta entre 50 y 1000 micras apro-  
ximadamente, porque entonces las partículas portadoras poseen  
una densidad y una inercia suficientes para evitar la adhe-  
rencia a las imágenes electrostáticas durante el proceso de  
5 revelado en cascada. Generalmente se prefiere una gama de  
alrededor de 75 a 400 micras para obtener imágenes nítidas  
y claras. La adherencia de las perlas portadoras a las super-  
ficies del tambor xerográfico es indeseable debido a la for-  
mación de profundas rayaduras sobre la superficie durante  
10 las operaciones de transferencia de la imagen y limpieza del  
tambor, especialmente cuando la limpieza se realiza con un  
limpiador de gasa como la gasa descrita por W.P. Graff, Jr.  
y colaboradores en la patente estadounidense 3.186.838. Tam-  
15 bién se borra el impreso cuando las perlas de portador se  
adhieren a las superficies de imagen electrostatográfica.

En general es conveniente utilizar un agente estabili-  
zante distinto del monómero propiamente dicho en la solu-  
ción. Este agente favorece la formación de partículas que  
permanecerán dispersas en el agua durante la polimerización.  
20 El agente estabilizante estabiliza a las partículas de mane-  
ra que permanecen dispersas y no se aglomeran durante la po-  
limerización. Durante la polimerización, las partículas pa-  
san por fases pegajosas donde presentan una gran tendencia  
a aglomerarse. Puede utilizarse cualquier agente estabili-  
25 zante adecuado. Son típicos de estos estabilizantes los es-  
tabilizantes poliméricos solubles en agua, iónicos y no ió-  
nicos, tales como metilcelulosa, etilcelulosa, sal sódica  
de carboximetilcelulosa, ácidos poliacrílicos y sus sales,  
alcohol polivinílico, gelatinas, almidones, gomas, algina-  
30 tos, zeína y caseína. Son agentes estabilizantes adecuados

1 el ácido poliacrílico, ácido polimetacrílico, poliacrilami-  
da y óxido de polietileno. Los agentes estabilizantes prefe-  
5 ridos para esta invención son los copolímeros de bloque de  
óxido de polietileno-polipropileno y el alcohol polivinílico,  
que forman una buena suspensión a concentraciones pequeñas  
y un estrecho intervalo de tamaños de partícula. El estabi-  
lizante se agrega generalmente en una proporción basada en  
10 la cantidad de agua. Es adecuada una proporción de alrededor  
de 0,2 a 5 % en peso de estabilizante a agua. Se prefiere  
una proporción de alrededor de 0,2 a 1,5 % para obtener una  
buena suspensión a bajo coste y bajas impurezas en el vira-  
dor. Una cantidad óptima para uso en la formación de virado-  
res es alrededor de 0,75 a 1 % para obtener materiales de  
15 bajo precio de coste en estrecha distribución de tamaños.  
El alcohol polivinílico preferido contiene alrededor de 1  
a 20 moles por ciento de grupos poli(acetato de vinilo). La  
cantidad óptima de poli(acetato de vinilo) es alrededor de  
16 moles por ciento para obtener una buena dispersión a ba-  
20 ja concentración y un estrecho intervalo de tamaños de par-  
tícula. El peso molecular de los alcoholes polivinílicos  
adecuados está comprendido aproximadamente entre 10.000 y  
125.000 de peso molecular promedio en número. Un alcohol po-  
livinílico preferido es el Monsanto 20-60 con un peso mole-  
25 cular promedio en peso de 90.000 aproximadamente. Los copo-  
límeros de bloque de óxido de polietileno-polipropileno  
(PEO-PPO) preferidos contienen alrededor de 40 a 80 % en pe-  
so de óxido de etileno. Los pesos moleculares adecuados del  
copolímero de bloque (PEO-PPO) están comprendidos aproxima-  
30 damente entre 3000 y 27.000 de peso molecular promedio en  
peso. Una gama preferida de pesos moleculares está compren-

1 dida aproximadamente entre 10.000 y 15.000 de promedio en peso para obtener una buena dispersión a baja concentración.

5 La dispersión del pigmento conteniendo el monómero puede realizarse en cualquier tipo adecuado de mezcladora que produzca partículas de virador con una distribución estrecha de tamaños, en suspensión estable, en menos de unos 3 minutos. La mezcladora puede ser del tipo discontinuo o en línea. Son adecuadas para el procedimiento de esta invención las mezcladoras ultrasónicas del tipo de lengüeta como 10 las mezcladoras Dispersionic y las mezcladoras de paletas. Un tipo preferido de mezcladora para el procedimiento es la mezcladora del tipo de rotor-estator como la Polytron en la que un elemento es estacionario y el otro gira en estrecha tolerancia con aquél, mientras que el líquido es pasado 15 a través de las aperturas del elemento estático. La velocidad de rotación es generalmente superior a unas 3000 rpm. El grado de cizallamiento debe ser superior a  $10^3$  segundos<sup>-1</sup>. Un agitador de turbina axial que comprende una serie de discos y paletas es el otro tipo preferido de mezcladora. Las 20 mezcladoras de turbina axial forman dispersiones estables de estrecha distribución de tamaños de partícula a velocidades comprendidas aproximadamente entre 200 y 3000 rpm.

25 Las figuras ilustran un tipo preferido de mezcladora de rotor-estator. La mezcladora comprende un elemento estático 22 mostrado en la Figura 2. El elemento estático está constituido por elementos 15 elevados, separados por ranuras con un fondo 12. El elemento estático está montado sobre la base 21 soportada por el elemento de montaje 24. En el montaje del elemento se utilizan juntas como la 23. La Figura 30 3 ilustra el elemento giratorio 31 de la mezcladora. El ele-

1           mento giratorio dispone de unas paletas 34 cuya altura co-  
rresponde a la profundidad de las ranuras del elemento está-  
tico. El rotor está provisto de una base 32 con una porción  
5           dentada para la conexión a unos medios propulsores adecuados,  
no mostrados, tales como un mezclador de gran velocidad. La  
Figura 1 ilustra el rotor y el elemento estático montado so-  
bre la unidad mezcladora 11. El rotor está muy próximo al  
elemento estático y gira alrededor del centro 14. La Figura  
10           4 ilustra los medios de conexión de la mezcladora, donde un  
collar 42 está situado sobre la base 24 del elemento estáti-  
co 22. El elemento estático está fijado con la tuerca 42,  
la arandela enchavetada 44 y el diafragma de goma 45. Las  
porciones indentadas del rotor permiten un mejor flujo del  
material en tratamiento.

15           La fuerza de cizallamiento aplicada por la mezclado-  
ra calibradora es la que produce la estrecha distribución  
de tamaños. La mezcladora de rotor-estator preferida apli-  
ca un cizallamiento superior a  $10^3$  segundos<sup>-1</sup> durante unos  
20           10 segundos a 2 minutos para conseguir unos tamaños compren-  
didos aproximadamente entre 2 y 30 micras, con alrededor  
del 95 % entre unas 5 y unas 20 micras. El tamaño medio de  
partícula en volumen es alrededor de 12 a 13 micras.

25           El tiempo de alto cizallamiento varía en parte con  
la viscosidad del medio acuoso en el que está suspendido el  
monómero pigmentado. En general, el agente estabilizante  
modifica la viscosidad del medio acuoso de suspensión. Una  
viscosidad adecuada oscila generalmente entre 1 y 100 centi-  
30           poises (cps) aproximadamente. La viscosidad preferida del  
medio acuoso de suspensión está comprendida aproximadamente  
entre 1 y 10 centipoises (cps) para conseguir un bajo coste

1 y una mezcla rápida. Unos límites óptimos son los comprendidos aproximadamente entre 1 y 3 cps para obtener una dispersión estable de monómero con un tiempo reducido de mezclado, bajo coste y pocas impurezas en el virador.

5 La mezcladora de rotor-estator de gran velocidad y alto grado de cizallamiento es capaz de producir unos intervalos estrechos de tamaños de partícula del virador. El intervalo de tamaños de partícula es afectado por la viscosidad de la solución acuosa, por la viscosidad del monómero  
10 y por la relación de monómero a medio acuoso de suspensión. Una mezcla es adecuada cuando el monómero que contiene el pigmento forma alrededor de 0,2 a 40 % del volumen total de la mezcla de monómero y agua. La gama de tamaños producida puede estar comprendida adecuadamente entre 2 y 30 micras  
15 aproximadamente. Sin embargo, para un mejor comportamiento del virador, se prefiere que la gama de tamaños de partícula esté comprendida entre 5 y 20 micras aproximadamente.

#### REALIZACIONES PREFERIDAS

20 Los siguientes ejemplos definen, describen y comparan métodos de preparación de reveladores de esta invención y de utilización de los mismos en aplicaciones electrofotográficas. Las partes y porcentajes se dan en peso salvo indicación en contrario.

#### EJEMPLO 1

25 - A 100 g de estireno se agregan 5 g de peróxido de lauroilo que se mezclan y se disuelven. A esta mezcla se añaden 7 g de un negro de humo recubierto, Molacco-H, que ha sido tratado con trietoxisilano, Siliclad, en una solución  
30 al 2 % con agua en un vaso de precipitados agitado, durante unos 5 minutos, para evitar la interferencia con la polimeri-

1 zación. Esta mezcla se calienta mezclándola en una mezcladora Waring a 70°C durante unos 5 minutos para obtener una buena dispersión del negro de humo en la mezcla monomérica. La mezcla monomérica pigmentada se vierte después en una 5 mezcladora Waring provista de una cabeza mezcladora Polytron junto con unos 500 cc de una solución acuosa al 1,25 % de alcohol polivinílico. La mezcla bifásica se agita después a unas 3000 rpm durante unos 30 segundos para producir una dispersión de gotitas pigmentadas con un tamaño medio de 10 12 micras.

La dispersión de tamaño especificado se transfiere a la vasija de un reactor formado por un matraz de fondo redondo de 1000 ml, equipado con un agitador de paletas. Con una velocidad de agitación de 60 a 80 rpm, se calienta 15 el matraz a 70°C y se controla esa temperatura mediante un baño de agua a temperatura constante.

El progreso de la polimerización es seguido inyectando muestras a diversos intervalos de tiempo en un cromatógrafo de permeación de gel. Así se determina la velocidad de desaparición del monómero y del catalizador. Al cabo de 6 horas la polimerización es completa y la suspensión de partículas pigmentadas con un tamaño de 12 micras se vierte en 3 litros de agua fría. La suspensión diluida resultante se centrifuga durante 15 minutos a 1000 rpm en una centrifuga del tipo de cubeta. Se decanta el líquido que sobrenada, constituido por el alcohol polivinílico diluido, se agrega agua limpia y la mezcla se sacude durante 5 minutos para dispersar las partículas. Este proceso de lavado se repite tres veces. Después del lavado final, la suspensión sedimentada se vierte en una bandeja de acero inoxidable y 30

1 se deja secar al aire. La torta resultante es muy friable  
y puede ser desmenuzada en partículas individuales volteándola  
5 en un molino de rodillos. Las partículas tienen un tamaño  
medio comprendido entre 8 y 12 micras aproximadamente.  
Las partículas divididas se utilizan en un procesador Modelo  
10 D y se encuentra que producen buenas imágenes.

EJEMPLO 2

15 En una mezcladora Waring se mezclan 100 partes de monómero  
constituído por estireno y metacrilato de n-butilo  
20 en una relación de 65:35, 10 partes de negro de humo tratado  
como en el Ejemplo 1, 1 parte de etilcelulosa y 2 partes  
de azo-bis-isobutironitrilo, para formar un negro de humo  
bien dispersado. Esta mezcla se agrega a 500 partes de una  
solución de alcohol polivinílico al 0,5 % en una mezcladora  
25 Waring provista de una cabeza mezcladora Polytron. La mezcla  
se agita a unas 3000 rpm durante 30 segundos para dispersar  
la fase monomérica pigmentada en la fase acuosa. La dispersión  
resultante se estabiliza más mediante la adición de una  
solución de alcohol polivinílico al 5 % en cantidad suficiente  
30 para dar una concentración del 2,6 % de alcohol polivinílico.  
Después la dispersión estabilizada se transfiere a un  
matraz de polimerización de 1000 ml. equipado con una purga  
de argon y un agitador de paletas y se calienta a 65°C mientras  
se agita a 60 rpm. Al cabo de 8 horas, la dispersión polimérica  
resultante se enfría vertiéndola en 3 litros de agua fría.  
Las partículas se recuperan por sedimentación y están  
constituídas por esferas uniformemente negras, con un diámetro  
medio de partícula de 10 micras. Estas partículas utilizadas  
en un procesador Modelo D producen imágenes de buena  
calidad.

1

EJEMPLO 3

5

Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 a excepción de que se emplea  $TiO_2$  en lugar del negro de humo y el pigmento no se recubre. Las partículas formadas presentan buenas propiedades xerográficas y están completamente polimerizadas. Las partículas pueden ser utilizadas en un proceso de reproducción xerográfica utilizando un procesador Modelo D y tienen un tamaño comprendido entre 5 y 15 micras.

10

EJEMPLO 4

Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 a excepción de que en lugar del Siliclad se utiliza el silano reactivo DC-Z-6020 de Dow Corning. Se encuentra que se produce un virador con buenas propiedades xerográficas.

15

EJEMPLO 5

20

Se lleva a cabo el procedimiento del Ejemplo 2, operaciones 7 y 8, de la patente británica 1.319.815, que se incorpora aquí por referencia, utilizando el negro de humo Molacco-H que ha sido recubierto de acuerdo con el procedimiento del Ejemplo 1 en lugar del negro de humo Asahi n° 35 de dicha patente. Se encuentra que el virador recuperado está completamente polimerizado, presenta buenas propiedades de copia y no es propenso a bloquearse. Además, la gama de tamaños es un 95 % de partículas entre 5 y 20 micras aproximadamente.

25

EJEMPLO 6

30

Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 a excepción de que se utiliza un agitador de turbina axial a 1000 rpm en lugar de la mezcladora de rotor-estator (Polytron). Las partículas producidas presentan una gama de tamaños de alrededor del 95 % entre 5 y 30 micras aproximadamente. Las par-

1 tículas pueden ser utilizadas como virador en un procesador  
Modelo D.

EJEMPLO 7

5 Como control, se repite el procedimiento del Ejemplo 1  
realizando la reducción de tamaños de partícula mediante  
agitación a gran velocidad del agitador de paletas a unas  
1000 rpm durante unos 15 minutos. Después se reduce la ve-  
locidad del agitador de paletas a unas 75 rpm para completar  
la polimerización. Las partículas recubiertas presentan una  
10 gama de tamaños de un 95 % entre 5 y 100 micras aproxima-  
mente y pueden funcionar como virador.

EJEMPLO 8

15 Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 utilizando  
acrilonitrilo monómero en una proporción de alrededor de  
1,7 % con agua, como agente recubridor. El virador producido  
es de buena calidad.

EJEMPLO 9

20 Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 a excepción  
de que después se emplea un 2,5 % en peso de acrilonitrilo  
monómero en lugar del trietoxisilano. El virador presenta  
buenas propiedades triboeléctricas, no es propenso a bloquear  
se y está completamente polimerizado.

EJEMPLO 10

25 Se repite el procedimiento del Ejemplo 2 a excepción  
de que se utiliza alrededor del 3 % en peso de hexametildi-  
silazano en lugar del dietoxisilano. El virador está comple-  
tamente polimerizado y presenta buenas propiedades triboeléc-  
tricas. Las partículas tienen un tamaño alrededor del 95 %  
30 entre unas 5 y 20 micras.

1

EJEMPLO 11

Como control, se repite el procedimiento del Ejemplo 1 a excepción de que la dispersión de negro de humo tratado y monómero se transfiere directamente a la vasija del reactor. Esta última contiene alrededor de 600 cc de una solución al 1,5 % en peso de Pluronic F-127, un copolímero de bloque de óxido de polietileno-polipropileno 70/30. Las paletas se hacen girar a unas 800 rpm durante 5 minutos y después se disminuye su velocidad hasta unas 85 rpm para la polimerización. Las partículas presentan unos tamaños comprendidos entre 5 y 85 micras aproximadamente. Las partículas desarrollan buenas imágenes cuando se utilizan en un procesador Modelo D. Las partículas están completamente polimerizadas. Esto ilustra el intervalo más amplio de tamaños de partícula que se obtiene sin la etapa de mezclado de alto cizallamiento y gran velocidad.

5

10

15

EJEMPLO 12

Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 empleando Monsanto 20-60, un alcohol polivinílico con un peso molecular promedio en peso de 90.000 aproximadamente, con unos 16 moles por ciento de grupos poli(acetato de vinilo), en lugar del alcohol polivinílico del Ejemplo 1. El virador presenta excelentes propiedades xerográficas y contiene un 95 % de partículas con un tamaño comprendido entre 5 y 25 micras aproximadamente.

20

25

EJEMPLO 13

Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 empleando alrededor de 2 % de metiltrimetoxisilano en lugar del silano reactivo de dicho ejemplo. Se encuentra que las partículas están completamente polimerizadas, presentan propieda-

30

1 des xerográficas satisfactorias y una gama de tamaños del  
95 % entre 5 y 20 micras aproximadamente.

EJEMPLOS 14 y 15

5 Se repite el procedimiento de los Ejemplos 1 y 2,  
empleando alrededor de 1 % en peso de difenildimetoxisilano  
en lugar de los silanos reactivos de dichos ejemplos. Los  
viradores producidos presentan buenas propiedades y están  
completamente polimerizados. Las partículas presentan una  
10 gama de tamaños de alrededor del 95 % entre unas 5 y unas  
20 micras.

Aunque en los procedimientos ilustrativos anteriores  
para la formación del virador de esta invención se han in-  
dicado materiales y condiciones específicas, se dan simplemen-  
te a título ilustrativo. Pueden emplearse en los ejemplos  
15 otros sustituyentes y procedimientos como los citados ante-  
riormente, con resultados similares. Además de las opera-  
ciones utilizadas para preparar el virador de esta invención,  
si se desea pueden utilizarse otras operaciones o modifica-  
ciones. Además, pueden incorporarse otros materiales al  
20 virador de la invención que aumenten, sinergicen o afecten  
deseablemente de alguna otra forma a las propiedades de es-  
tos materiales para la presente aplicación. Por ejemplo,  
pueden agregarse a la superficie de las partículas aditivos  
que aumenten la resistencia a la absorción de humedad o que  
25 comuniquen propiedades triboeléctricas.

Otras modificaciones de esta invención serán evidentes  
a los expertos en este campo mediante la lectura de esta me-  
30 moria. Por ejemplo, pueden utilizarse pigmentos magnéticos  
en el procedimiento si se desea producir un virador magnéti-  
co. Además, si se desea un virador para uso en procedimien-

1        tos de revelado distintos del magnético o en cascada, el  
tamaño de partícula debe ser regulado a un valor más pe-  
queño, por ejemplo de 1 a 5 micras, para uso en los pro-  
cesos de revelado en nube de polvo. Además, la reducción al  
5        tamaño especificado puede ser realizada mediante un proce-  
dimiento en línea en lugar de utilizar el procedimiento dis-  
continuo ilustrado.

      Si se desea, puede utilizarse cualquier agente de trans-  
ferencia de cadenas o agente reticulante adecuado en esta  
10        invención para modificar el virador polimérico y obtener  
propiedades especialmente deseables. Son agentes reticulantes  
típicos de la invención los compuestos divinílicos aro-  
máticos como divinilbenceno, divinilnaftaleno o sus deriva-  
dos; ésteres dietilencarboxílicos como metacrilato de dieti-  
15        lenglicol y acrilato de dietilenglicol; cualquier otro com-  
puesto divinílico como sulfuro de divinilo o divinilsulfona  
provistos de tres o más radicales vinilo; o mezclas de los  
compuestos anteriores. Los agentes de transferencia de cade-  
na actúan controlando el peso molecular por inhibición del  
20        crecimiento de la cadena. Son típicos de los agentes de  
transferencia de cadena de esta invención los mercaptanos  
como laurilmercaptano, fenilmercaptano, butilmercaptano y  
dodecilmercaptano o los hidrocarburos halogenados como te-  
tracloruro de carbono o tetrabromuro de carbono. También  
25        son ejemplos de materiales eficaces cuando se utilizan en  
proporción mucho mayor como disolvente del monómero viníli-  
co los compuestos aromáticos sustituidos tales como tolueno  
o isopropilbenceno o los ácidos grasos sustituidos como  
ácido tricloroacético o ácido tribromoacético. También son  
30        ejemplos de materiales que pueden ser agregados como monóme-

1 ro a incorporar al polímero resultante y controlar simultá-  
neamente el peso molecular, las monoolefinas etilénicamente  
insaturadas con radicales como propileno o isobutileno y los  
5 compuestos alílicos como alilbenceno, acetato de alilo o  
cloruro de alilideno.

En resumen, la Patente de Invención que se solicita  
deberá recaer sobre las siguientes:

REIVINDICACIONES

10 1. Un método de formación de un virador que consiste  
en dispersar un pigmento en un monómero, tratar con un alto  
grado de cizallamiento el monómero que contiene el pigmento  
en un medio acuoso para formar un monómero en suspensión  
del tamaño propio de un virador, agitar dicho monómero du-  
rante la polimerización y recuperar las partículas de vi-  
15 rador.

2. Un método según la Reivindicación 1, donde dicho  
pigmento es negro de humo.

3. Un método según la Reivindicación 1, donde el tra-  
tamiento con alto grado de cizallamiento utiliza una mez-  
20 cladora del tipo de rotor-estator.

4. Un método según la Reivindicación 1, donde dicho  
monómero comprende estireno.

5. Un método según la Reivindicación 1, donde la agi-  
tación se realiza durante más de unas 3 horas.

25 6. Un método según la Reivindicación 1, donde el ta-  
maño de las partículas de virador oscila entre 2 y 30 micras  
aproximadamente.

7. Un método según la Reivindicación 6, donde alrede-  
dor del 95 % de las partículas tienen un tamaño comprendido  
entre 5 y 20 micras aproximadamente.

30  
6

1

8. Un método según la Reivindicación 1, donde el monómero que contiene el pigmento constituye alrededor del 0,2 al 40 % del volumen total de la mezcla de monómero y agua.

5

9. Un método según la Reivindicación 1, donde hay presente un iniciador durante la dispersión del pigmento en el monómero.

10

10. Un método según la Reivindicación 9, donde dicho iniciador se encuentra en una proporción comprendida aproximadamente entre 2 y 10 % de dicho monómero.

11. Un método según la Reivindicación 9, donde el iniciador es peróxido de lauroilo.

15

12. Un método según la Reivindicación 1, donde hay presente una cantidad efectiva de estabilizante durante el tratamiento con alto grado de cizallamiento.

13. Un método según la Reivindicación 1, donde el estabilizante es alcohol polivinílico.

20

14. Un método según la Reivindicación 12, donde el estabilizante se encuentra en una proporción comprendida aproximadamente entre 0,2 y 5 % del peso de dicho medio acuoso.

25

15. Un método según la Reivindicación 12, donde el estabilizante se encuentra en una proporción de alrededor de 0,75 a 1 % del peso del agua.

16. Un método según la Reivindicación 12, donde el estabilizante comprende un material seleccionado entre el grupo formado por óxido de polietileno, ácido poliacrílico, ácido polimetacrílico, poliacrilamida y mezclas de los mismos.

30

17. Un método según la Reivindicación 1, donde el tra-

1 tamiento con alto grado de cizallamiento se realiza durante  
10 segundos a 2 minutos aproximadamente.

18. Un método según la Reivindicación 1, donde las  
citadas partículas son esféricas.

5 19. Un método según la Reivindicación 17, donde el  
alto grado de cizallamiento comprende una velocidad de ciza-  
llamiento superior a  $10^3$  segundos<sup>-1</sup>.

10 20. Un método según la Reivindicación 1, donde el  
pigmento, el monómero y un iniciador de la polimerización  
se someten a mezclado con alto grado de cizallamiento para  
dispersar el pigmento en el monómero.

21. Un método según la Reivindicación 20, don--  
de se aplica calor durante la dispersión del pigmento en  
el monómero.

15 22. Un método según la Reivindicación 1, donde se  
aplica calor para favorecer la iniciación y el transcurso  
de la polimerización.

23. Un método según la Reivindicación 1, donde la  
polimerización es completa en unas 6 horas.

20 24. Un método según la Reivindicación 2, donde el  
pigmento se trata antes de la dispersión en el monómero por  
un método que consiste en suspender el pigmento en una solu-  
ción de agua y un monómero reactivo soluble en agua.

25 25. Un método según la Reivindicación 24, donde el  
monómero reactivo comprende un silano reactivo.

26. Un método según la Reivindicación 25, donde  
dicho silano está seleccionado entre el grupo formado por  
slanos organofuncionales, alcóxidosilanos y silazanos.

30 27. Un método según la Reivindicación 24, donde el  
monómero reactivo comprende un monómero acrilonitrílico.

lo

1 28. Un método según la Reivindicación 24, donde el tratamiento del pigmento consiste en formar un recubrimiento sobre el mismo.

5 29. Un método según la Reivindicación 24, donde el monómero reactivo se encuentra en una proporción de aproximadamente 0,1 a 4 % del peso del pigmento.

30. Un método según la Reivindicación 1, donde se utiliza una mezcladora de turbina axial para realizar el mezclado con alto grado de cizallamiento.

10 31. Un método según la Reivindicación 1, donde la viscosidad de dicho medio acuoso está comprendida entre 1 y 10 centipoises aproximadamente.

15 32. Un método según la Reivindicación 1, donde la viscosidad de dicho medio acuoso está comprendida entre 1 y 100 centipoises aproximadamente.

33. Un método según la Reivindicación 1, donde el monómero comprende además un material seleccionado entre el grupo formado por agentes reticulantes, agentes de transferencia de cadena y mezclas de los mismos.

20 34. Un método según la Reivindicación 1, donde el tratamiento con alto grado de cizallamiento se realiza en una primera vasija y la agitación se realiza en una segunda vasija, después de trasegar.

25 35. Un método según la Reivindicación 34, donde las partículas trasegadas de la primera vasija presentan una distribución de tamaños de 15 a 25 micras aproximadamente.

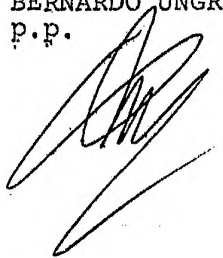
30 36. Un método según la Reivindicación 34, donde el tratamiento con alto grado de cizallamiento se realiza en una mezcladora de rotor-estator.

1                    37. Se reivindica por último como objeto sobre el  
que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita por  
UN METODO DE FORMACION DE UN VIRADOR.

5                    Todo conforme queda descrito y reivindicado en la  
presente memoria descriptiva que consta de treinta y siete  
páginas mecanografiadas y dibujos que se acompañan.

Madrid, 22 de Julio de 1.977

BERNARDO UNGRIA  
P.P.



10

15

20

25

30

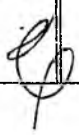


FIG. 1

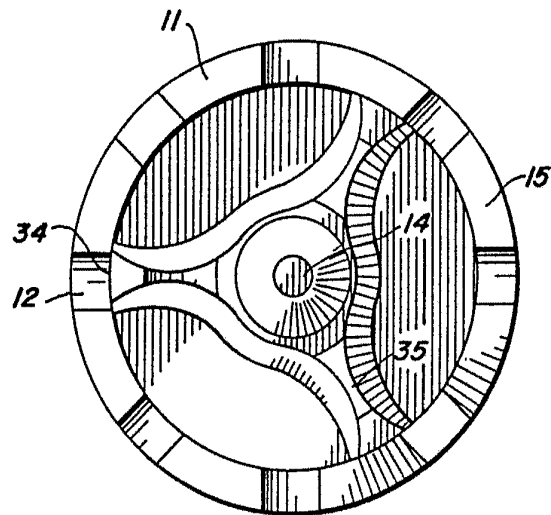
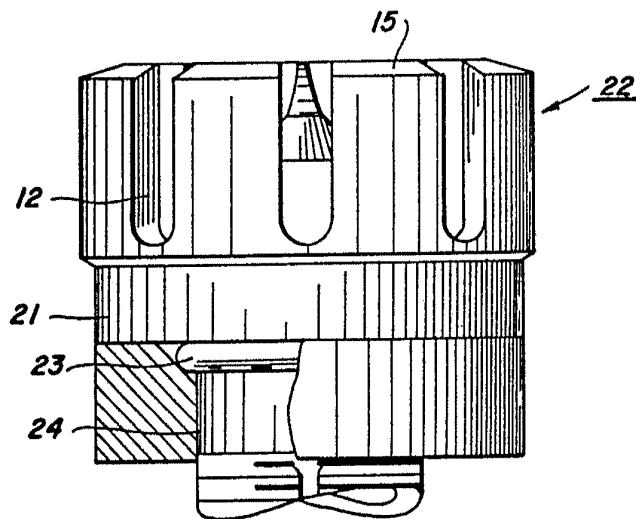


FIG. 2



ESCALA VARIABLE  
Madrid, 22 Julio 1.977  
BERNARDO UNGRIA  
P.P.

FIG. 3

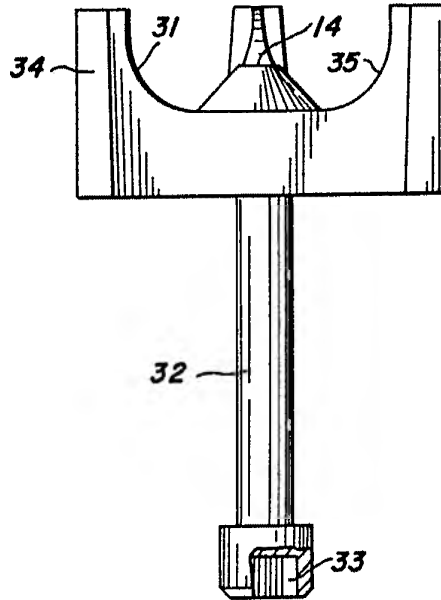
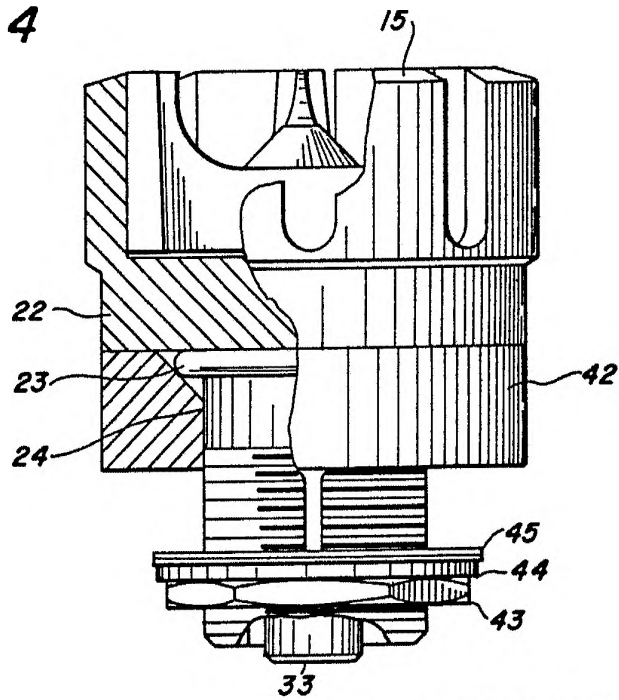


FIG. 4



ESCALA VARIABLE  
Madrid, 22 Julio 1.977  
BERNARDO UNGRIA  
P.P.