

MINISTERIO DE INDUSTRIA Y ENERGIA

Registro de la Propiedad Industrial



ESPAÑA

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

PATENTE DE INVENCION

(18) ES (11) (21) (22)	NUMERO 467.191	(19) A1
	FECHA DE PRESENTACION 21 febrero 1.978	

A1. 467.191 790801 G 03 G 9/08		
(30) PRIORIDADES: (31) NUMERO 773.083	(32) FECHA 28.2.1977	(33) PAIS Estados Unidos
(34) FECHA DE PUBLICIDAD	(35) CLASIFICACION INTERNACIONAL G 03 C	(36) PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
(37) TITULO DE LA INVENCION PROCEDIMIENTO DE PREPARACION DE UNA COMPOSICION DE PIGMENTO FINAMENTE DIVIDIDA, UTIL COMO MATERIAL DE REVELADO XEROGRAFICO.		
(38) SOLICITANTE (S) XEROX CORPORATION.		
DOMICILIO DEL SOLICITANTE Xerox Square - Rochester, New York 14644 Estados Unidos.		
(39) INVENTOR (ES) Meurig W. Williams, de nacionalidad británica y Christopher J. Auclair, de nacionalidad estadounidense.		
(40) TITULAR (ES) El mismo solicitante.		
(41) REPRESENTANTE DON BERNARDO UNGERIA GOIBURU.		

POOR QUALITY

EXTRACTO DE LA DESCRIPCION

Se describe una composición de pigmento finamente dividida que incluye una resina de vinilo termoplástica y un aditivo activo superficialmente elegido en el grupo que consiste en agentes activos superficialmente fluorados. La composición de pigmento presenta propiedades de carga triboeléctrica controladas, mientras que sus otras propiedades generales permanecen sin cambios. Se describen igualmente composiciones de revelador y procedimientos electrostatográficos de formación de imagen.

ANTECEDENTES DEL INVENTO

El invento se refiere a los sistemas de formación de imagen, y más particularmente a materiales de revelado xerográficos, a su fabricación y a su utilización.

La formación y el revelado de imágenes en la superficie de materiales fotoconductores por medios electrostáticos son bien conocidos. El procedimiento xerográfico básico, descrito en la patente de los Estados Unidos, número 2,297,691 a nombre de C. F. Carlson, consiste en aplicar una carga electrostática uniforme sobre una capa fotoconductoras aislante, en someter la capa a una imagen que presenta zonas luminosas y sombreadas para disipar la carga en las superficies de la capa expuestas a la luz y en revelar la imagen electrostática latente resultante depositando sobre la imagen un material electrosκόpico finamente dividido que se llama en esta técnica "pigmento" ("toner"). El pigmento es normalmente atraído por aquellas zonas de la capa que conservan una carga, formando así una imagen pigmentada que corresponde a la imagen electrostática latente. Esta imagen de polvo puede ser transferida a una superficie de soporte, tal como un papel. La imagen

transferida puede a continuación ser fijada de manera permanente sobre la superficie de soporte, por ejemplo por medio de calor. En lugar de la formación de una imagen latente mediante la carga uniforme de la capa fotoconductora y la exposición ulterior de la capa a una imagen que incluye zonas luminosas y zonas sombreadas, es posible formar la imagen latente cargando directamente la capa en forma de imagen. La imagen de polvo puede ser fijada en la capa fotoconductora si se desea iluminar la operación de transferencia de imagen de polvo. Otro dispositivo de fijación adecuado, tal como un tratamiento con un solvente, o un recubrimiento superficial, puede utilizarse en lugar de las operaciones de fijación del calor mencionadas más arriba.

Se conocen varios métodos para aplicar las partículas electroscópicas sobre la imagen electrostática latente que ha de ser revelada. Un método de revelado, que se describe en la patente de los Estados Unidos, número 2.618.552, a nombre de E. N. Wise, es conocido bajo el nombre de revelado en "cascada". En este método, un material revelador que incluye partículas de soporte de tamaño relativamente importante, que han sido revestidas electrostáticamente con partículas de pigmento finamente divididas, es transportado hasta la superficie de soporte de la imagen electrostática latente y se hace rodar o se derrama a través de ésta. La composición de partículas de soporte se elige de tal manera que carguen por triboelectricidad las partículas de pigmento con la polaridad deseada. Mientras la mezcla se derrama o rueda a través de la superficie de soporte de imagen, las partículas de pigmento se depositan electrostáticamente y se fijan en la porción cargada de la imagen latente, y no se depositan en las porciones no cargadas o de

fondo de la imagen. La mayoría de las partículas de pigmento que se han depositado accidentalmente en el fondo se eliminan por medio del soporte rodante, lo que se debe aparentemente al hecho de que la atracción electrostática entre el pigmento y el soporte es superior a la que existe entre el pigmento y el fondo no cargado. El soporte y el sobrante de pigmento se reciclan a continuación. Esta técnica es extremadamente favorable para el revelado de imágenes copiadas en serie.

Otro método de revelado de imágenes electrostáticas es el procedimiento de "cepillo magnético" que se describe, por ejemplo, en la patente de los Estados Unidos, número 2.374.063. En este método, un material revelador que contiene partículas de pigmento y de soporte magnético, está soportado por un imán. El campo magnético del imán produce la alineación del soporte magnético en forma de cepillo. Este "cepillo magnético" se pone en contacto con la superficie de soporte de imagen electrostática, y las partículas de pigmento son atraídas desde el cepillo hasta la imagen latente por atracción electrostática.

Otra técnica de revelado de imágenes latentes electrostáticas es el procedimiento llamado "nube de polvo" que se describe, por ejemplo, en la patente de los Estados Unidos, número 2.221.776 a nombre de C. F. Carlson. En este método, un material revelador que incluye partículas de pigmento cargada eléctricamente en un fluido gaseoso se hace pasar cerca de la superficie que soporta la imagen electrostática latente. Las partículas de pigmento son atraídas por atracción electrostática desde el gas hasta la imagen latente. Este procedimiento es particularmente útil en el revelado continuo con pigmento.

Otros métodos de revelado, tales como el revelado

"por toques" ("touchdown") que se describe en la patente de los Estados Unidos, número 3.166.432, a nombre de R. W. Gundlach, puedan utilizarse en caso de que sea conveniente.

5 Por tanto, está claro que el material de pigmento debe ser capaz de recibir una carga de polaridad correcta cuando se pone en contacto rozante con la superficie de los materiales de soporte, en los sistemas de revelado en cascada, de cepillo magnético o de "touchdown". Algunos materiales resinosos que presentan numerosas propiedades adecuadas para
10 pigmentos xerográficos fluyen con dificultad y no pueden ser utilizados para máquinas automáticas de copiado y reproducción. Otras resinas fluyen perfectamente, pero forman imágenes caracterizadas por una reducida densidad, una reproducción mediocre, o un fondo intenso. Además, ciertas resinas
15 son inadecuadas para procedimientos en los cuales se emplea la transferencia electrostática. Ya que la mayoría de los materiales de pigmento son deficientes en uno o varios de estos objetos mencionados más arriba, existe una necesidad continua de pigmentos y reveladores mejorados.

20

RESUMEN DEL INVENTO

Por tanto, un objeto del invento consiste en proporcionar un pigmento que subsana los inconvenientes mencionados más arriba.

25

Otro objeto del invento consiste en proporcionar un pigmento resistente a la formación de película cuando se utiliza en aparatos convencionales de copiado y reproducción xerográficos.

30

Otro objeto del invento consiste en proporcionar un pigmento xerográfico que forma imágenes dotadas de un fondo reducido.

Otro objeto del invento consiste en proporcionar un pigmento que fluye libremente y que es resistente a la aglomeración.

5 Otro objeto del invento consiste en proporcionar un pigmento xerográfico que presenta propiedades triboeléctricas mejoradas.

Otro objeto del invento consiste en proporcionar un pigmento xerográfico que forma imágenes de elevada resolución.

10 Otro objeto del invento consiste en proporcionar un pigmento xerográfico resistente al desgaste mecánico durante el proceso de revelado.

Otro objeto del invento consiste en proporcionar un pigmento xerográfico que presenta características de transferencia electrostáticas mejoradas.

15 Otro objeto del invento consiste en proporcionar un pigmento y un revelador que tienen propiedades físicas y químicas superiores a las de los pigmentos y reveladores conocidos.

20 Los objetos descritos más arriba, así como otros, se obtienen utilizando una composición de pigmento finamente dividida constituida por un colorante, una resina termoplástica, y un agente aditivo activo superficialmente capaz de aplicar a la composición de pigmento la polaridad y la magnitud de potencial de carga triboeléctrica deseadas. Además, de proporcionar las propiedades triboeléctricas mencionadas más arriba a las composiciones de pigmento del invento, el aditivo activo superficialmente permite también obtener composiciones de pigmento que están dotadas de propiedades antiadhesivas o de baja energía superficial, reduciendo así la formación en
25
30 las partículas de soporte de películas debidas a choques, y

que tienen igualmente propiedades mejoradas de transferencia triboelectrostática.

De acuerdo con el invento, el aditivo activo superficialmente se dispersa sobre el material de pigmento en lugar de recubrirlo. En una preparación de la composición de pigmento según el invento, es preferible que los componentes de resina sean fundidos o disueltos después de lo cual se efectúa la adición del colorante y del aditivo activo superficialmente, mezclándose los componentes cuidadosamente para obtener una mezcla uniforme del aditivo en el cuerpo de resina termoplástica. A continuación, se seca por pulverización la composición mezclada resultante para obtener partículas de pigmento que tienen un tamaño medio de partículas inferior a 30 micrones aproximadamente y preferentemente incluido entre 7 y 12 micrones. De este modo, el aditivo activo superficialmente forma parte del material del pigmento propiamente dicho, pero sin embargo, debido a sus propiedades de baja energía superficial, el aditivo activo superficialmente está situado generalmente sobre la superficie de las partículas de pigmento o cerca de ellas.

Los aditivos activos superficialmente según el invento se eligen entre los materiales altamente fluorados. Unos materiales típicos incluidos los agentes activos superficialmente fluorados o "pentámeros" disponibles en el comercio bajo la marca comercial Monflor, que puede obtenerse de la ICI America, Zonyl, de E. I. duPont y Fluorad de la 3M. Estos materiales contienen grupos aniónicos, catiónicos o noniónicos que facilitan una amplia gama de comportamientos activos superficialmente. Todos son extremadamente activos, y en concentraciones muy superiores a 0,1% pueden obtenerse para redu

cir la tensión superficial de los polímeros hasta valores no superiores a 20 dinas/cm. Estos aditivos activos superficialmente, en razón de su reducida energía superficial o del grado de su compatibilidad o asociación con la matriz de polímero, se sitúan preferentemente cerca de la superficie de separación entre polímero y aire, siempre y cuando se permita que se produzca un equilibrio termodinámico en el periodo de tiempo del tratamiento. La concentración necesaria para la modificación de las propiedades superficiales del polímero, tales como la carga triboeléctrica, es extremadamente reducida y por tanto las demás propiedades generales de la composición de pigmento, tales como la resistencia a los impactos y la fusión, no se ven perjudicadas.

Unos resultados satisfactorios pueden obtenerse con aditivos activos superficialmente, tales como los monómeros y polímeros que contienen grupos iónicos, por ejemplo el bromuro de tetraheptil amonio, el ácido acrílico neutralizado o la vinilpiridina conteniendo copolímeros, y las siliconas. Sin embargo, los aditivos activos superficialmente que se prefieren según el invento, son los agentes activos superficialmente fluorados mencionados más arriba que contienen un grupo catiónico o aniónico porque, cuando están presentes en pequeñas cantidades, tales como 0,01 a 0,05% de la composición de pigmento en peso, el aditivo hará que el material de pigmento se cargue triboeléctricamente de manera positiva con relación a un material de soporte metálico, tal como partículas de acero no revestidas. Sin el aditivo activo superficialmente en la composición de pigmento, el material de pigmento se carga negativamente con el material de soporte descrito. En la literatura existente, es bien conocido que los materiales fluorados

presentan siempre propiedades de carga triboeléctrica negativa. Invariablemente, estos materiales se sitúan en la extremidad más negativa de cualquier serie triboeléctrica. Por tanto, no está previsto utilizar materiales fluorados como aditivos activos superficialmente en materiales de pigmento no obtener composiciones de pigmento que se cargan positivamente con relación a las partículas de soporte de acero. Aunque no se entienden completamente las razones de este descubrimiento imprevisto, se cree que la reducida energía superficial del componente fluor del aditivo activo superficialmente fluorado, es la que permite su concentración en las capas sub-superficiales del material de pigmento, y que las propiedades de carga triboeléctricas del material de pigmento se deben principalmente al grupo iónico del aditivo activo superficialmente fluorado.

Se ha comprobado que los grupos iónicos que son catiónicos o aniónicos permiten obtener composiciones de pigmento modificadas que generan cargas triboeléctricas positivas mientras que cuando el grupo iónico es noniónico, las composiciones de pigmento generan cargas triboeléctricas negativas. Además, se ha descubierto que el hecho de que los aditivos activos superficialmente fluorados iónicos proporcionan o no propiedades de carga triboeléctrica positiva o negativa a una composición de pigmento depende del procedimiento utilizado para preparar las composiciones de pigmento. Esto quiere decir que cuando se utiliza una preparación de pigmento mediante secado por pulverización, el aditivo activo superficialmente aplicará a las partículas de pigmento un potencial de carga triboeléctrico positivo. Esto puede deberse al conflicto en la dirección de polaridad de carga, es decir negativa o positiva, que se debe a que el componente de fluor tiene tendencia a cargar-

se con polaridad negativa, mientras que el componente iónico tiene tendencia a cargarse con polaridad positiva. En las composiciones de pigmento según el invento, los resultados de carga triboeléctrica obtenidos son función crítica del proceso de preparación del pigmento. Por tanto, secando por pulverización las composiciones de pigmento según el invento, las fuerzas de carga triboeléctricas del componente iónico del aditivo activo superficialmente fluorado son predominantes y dan lugar a una carga triboeléctrica positiva neta en las composiciones de pigmento que contienen un material fluorado.

Las composiciones de pigmento según el invento pueden contener aditivo activo superficialmente a razón de 0,001 a 0,5% en peso, basándose en el peso de la composición del pigmento. Preferentemente, las composiciones de pigmento según el invento contienen el aditivo activo superficialmente en una cantidad incluida entre 0,01% y 0,2% en peso aproximadamente, para conseguir la polaridad y la magnitud deseadas de potencial de carga triboeléctrica. Los resultados óptimos se obtienen cuando las composiciones de pigmento según el invento contienen aditivos activos superficialmente según el invento a razón de 0,03-0,06% en peso aproximadamente, basándose en el peso de la composición de pigmento. Además, las composiciones de pigmento según el invento permiten obtener un impacto reducido sobre las partículas de soporte, prolongando así la vida útil de las partículas del soporte.

Cualquier resina adecuada que tenga un punto de fusión de por lo menos $43,3^{\circ}\text{C}$ (110°F) puede ser utilizada en los pigmentos según el invento. De manera preferida, la resina es una resina de vinilo que puede ser un homopolímero o un copolímero de dos o más monómeros de vinilo. Las unidades mono

méricas típicas que pueden ser utilizadas para formar los polímeros de vinilo incluyen: estireno, p-cloroestireno, vinilnaftaleno; mono-olefinas etilénicamente insaturadas tales como etileno, propileno, butileno, isobutileno, etc.; esterés de vinilo tales como cloruro de vinilo, bromuro de vinilo, fluoruro de vinilo, acetato de vinilo, propionato de vinilo, benzoato de vinilo, butirato de vinilo, etc.; esterés de ácidos monocarboxílicos alifáticos de alfa metileno tales como metilacrilato, etilacrilato, n-butilacrilato, isobutilacrilato, dodecilacrilato, n-octilacrilato, 20 cloretilacrilato, fenilacrilato, metilalfa cloroacrilato, metilmetacrilato, etilmetacrilato, butilmetacrilato, etc.; acrilonitrilo, metacrilonitrilo, acrilamida, etenens de vinilo tales como vinilmetileter, vinil isobutileter, vinileter, etc.; cetonas de vinilo tales como vinilmetilcetona, vinilhexilcetona, metilisopropenilcetona, etc.; halogenuros de vinilideno, tales como cloruro de vinilideno, cloro-fluoruro de vinilideno, etc.; y compuestos de N-vinilo, tales como N-vinilpirol, N-vinilcarbazol, N-vinilindol, N-vinilpirolideno, etc; y mezclas de éstos. En general las resinas adecuadas que se utilizan en el pigmento tienen un peso molecular medio incluido entre 3.000 y 500.000 aproximadamente.

Las resinas de pigmento conteniendo un porcentaje relativamente elevado de resina estireno son las preferidas. La presencia de una resina de estireno es preferida 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 existe en el pigmento una cantidad de resina de estireno igual por lo menos a 25% en peso, basándose en el peso total de la resina contenida en el pigmento. La resina de estireno puede ser un homopolímero de estireno o bien homólo-

gos de estireno o copolímeros de estireno con otros grupos monómeros que contienen un solo grupo metileno sujeto a un átomo de carbono por una unión doble. Por tanto, los materiales monómeros típicos que pueden copolimerizarse con estireno mediante

5 polimerización de adición incluyen: p-cloroestireno; vinilnftaleno; mono-olefinas etilénicamente insaturadas tales como etileno, propileno, butileno, isobutileno, etc.; ésteres de vinilo tales como cloruro de vinilo, bromuro de vinilo, fluoruro de vinilo, acetato de vinilo, propionato de vinilo, benzoato

10 de vinilo, butirato de vinilo, etc.; ésteres de ácidos monocarboxílicos alifáticos de alfa metileno tales como metilacrilato, atilacrilato, n-butilacrilato, isobutilacrilato, dodecilacrilato, n-octilacrilato, 2-cloretilacrilato, fenilacrilato, metilalfa-cloroacrilato, metilmetacrilato, etilmetacrilato, butilmetacrilato, etc.; acrilonitrilo, metacrilonitrilo, acrilamida,

15 éteres de vinilo tales como vinilmetileter, vinilisobutileter, viniletileter, etc.; cetonas de vinilo tales como vinilacetona, vinilhexilcetona, metilisopropenilcetona, etc.; halogenuros de vinilo tales como cloruro de vinilideno, clorofluoruro de vinilideno, etc.; y compuestos de N-vinilo tales como

20 N-vinilpirrol, N-vinilcarbazol, N-vinilindol, N-vinilpirrolideno, etc.; y mezclas de éstos. Las resinas de estireno pueden también formarse mediante la polimerización de mezclas de dos o más de estos materiales monómeros insaturados con un monómero

25 de estireno. La expresión "polimerización de adición" incluye las técnicas de polimerización conocidas tales como procedimientos de polimerización de radical libre, de polimerización aniónica y de polimerización catiónica.

Las resinas, que incluyen las resinas del tipo estireno, pueden también mezclarse con una o varias otras resinas

30

si se desea. Cuando la resina se mezcla con otra resina, la resina añadida es preferentemente una resina de vinilo, porque la mezcla resultante se caracteriza por una estabilidad triboeléctrica especialmente favorable y una resistencia uni
5 forme a la degradación física. Las resinas de pigmento utili
zadas para su mezclado con la resina de tipo estireno u otra resina de vinilo pueden prepararse por polimerización de adi
ción de cualquier monómero adecuado tal como los monómeros de vinilo descritos más arriba. Por tanto, otras resinas ter
10 moplásticas que pueden mezclarse con las resinas de pigmento según el invento incluyen las resinas no vinílicas tales como las resinas de formaldehído de fenol modificadas con colo
fonia, las resinas epoxy modificadas con aceite, las resinas de poliuretano, las resinas celulósicas, las resinas de po
15 liéster y mezclas de las mismas. La resina de pigmento puede tener una distribución de sección molecular única o bimodal, y puede estar por lo menos parcialmente degradada. Cuando el
componente de resina del pigmento contiene estireno, copolime
rizado con otro monómero insaturado o una mezcla de poliesti
20 reno y otra resina, un componente de estireno que representa por lo menos aproximadamente un 25% en peso, basándose en el peso total de la resina presente en el pigmento es preferi
ble porque se obtienen imágenes más densas y un mayor grado
de definición de las imágenes con una cantidad dada de mate
25 riales aditivos.

La combinación del componente de resina, del colo
30 ranse y del aditivo, tanto si el componente de resina es un homopolímero, un copolímero o una mezcla, debe tener una temperatura de bloqueo de por lo menos 42,3°C (110°F) y una vis
cosidad en estado fundido inferior aproximadamente $2,5 \times 10^{-4}$

poise a temperaturas superiores a $232,2^{\circ}\text{C}$ (450°F) aproximadamente. Cuando el pigmento está caracterizado por una temperatura de bloqueo inferior a $43,3^{\circ}\text{C}$ (110°F) aproximadamente, las partículas de pigmento tienden a aglomerarse durante su almacenado y durante su mecanizado y forman también películas indeseables en la superficie de los fotorreceptores utilizables de nuevo que afectan de manera perjudicial la calidad de la imagen. Si la viscosidad de fusión del pigmento es superior a aproximadamente $2,5 \times 10^{-4}$ poise a temperaturas superiores a $232,2^{\circ}\text{C}$ (450°F), el material de pigmento según el invento no se adhiere adecuadamente a la hoja destinada a recibirlo, incluso en las condiciones de fusión de las máquinas xerográficas convencionales, y puede ser eliminado fácilmente por frotamiento.

Cualquier colorante adecuado puede ser utilizado como colorante para las partículas de pigmento. Los colorantes de pigmento son bien conocidos e incluyen, por ejemplo, el negro de humo, el colorante de nigrosina, el azul de anilina, el azul de aceite de calco, el amarillo de cromo, el azul marino, el rojo de aceite duPont, el amarillo de quinolina, el cloruro azul de metileno, el azul de ftalocianina, el oxalato verde de malaquita, el negro de hollín, el rosa bengala y mezclas de ellos. Los colorantes deben estar presentes en el pigmento en una cantidad suficiente para que tenga un color intenso de tal modo que forme una imagen claramente visible sobre el elemento de registro. Por ejemplo, cuando se desean obtener copias xerográficas convencionales de documentos escritos a máquina, el pigmento puede incluir un pigmento negro tal como negro de humo o un colorante negro tal como el colorante Azaplast Black, que puede obtenerse de la National Aniline Pro

ducts, Inc. Preferentemente, el pigmento se utiliza en una cantidad que varía entre 3% y 20% en peso aproximadamente, basándose en el peso total del pigmento coloreado. Si el colorante del pigmento utilizado es un tinte, pueden emplearse cantidades de colorante sustancialmente más pequeñas. Las composiciones de pigmento según el invento se preparan mediante secado por pulverización de los ingredientes hasta obtener el tamaño deseado de las partículas. Además, cuando se desea, las composiciones de pigmento según el invento pueden secarse por pulverización después de lo cual se trituran para reducir el tamaño de las partículas. Cuando las mezclas de pigmento según el invento deben utilizarse en un proceso de revelado del tipo de cepillo magnético, el pigmento debe tener un tamaño medio de partículas inferior a 30 micrones aproximadamente e incluido preferentemente entre 4 y 20 micrones aproximadamente para obtener los resultados óptimos. Para su utilización en métodos de revelado del tipo de nube en polvo, se prefieren emplear diámetros de partículas ligeramente inferiores a un micrón.

Los materiales de soporte revestidos y no revestidos adecuados para el revelado electrostatográfico son bien conocidos en la técnica. Las partículas de soporte pueden estar constituidas por cualquier material sólido adecuado, siempre y cuando las partículas de soporte adquieran una carga que tiene una polaridad opuesta a la de las partículas de pigmento cuando se ponen en contacto íntimo con las partículas de pigmento, de tal manera que las partículas de pigmento se adhieran a las partículas de soporte y las rodeen. De acuerdo con el presente invento, la partícula de soporte se elige de tal manera que las partículas de pigmento adquieran una carga positiva y que las partículas de soporte adquieran una carga triboeléctrica negati

va. Por tanto, los materiales de las partículas de soporte se eligen de acuerdo con sus propiedades triboeléctricas en relación con el pigmento electroscópico de tal manera que cuando se mezclan o se ponen en contacto mutuo, el componente del pigmento del revelador se cargue positivamente y el componente de soporte se cargue negativamente. Mediante una selección adecuada de los materiales de revelado, de acuerdo con sus propiedades triboeléctricas, las propiedades de su carga, cuando han sido mezclados, son tales que las partículas de pigmento electroscópico se adhieran a las superficies de las partículas de soporte y las revistan, y de tal manera que se adhieran también a aquella parte de la superficie de soporte de imagen electrostática que presenta una mayor atracción para el pigmento que para las partículas de soporte. Los soportes típicos incluyen el cloruro de sodio, el cloruro de amonio, el cloruro de aluminio-potasio, la sal de Rochelle, el nitrato de sodio, el nitrato de aluminio, el clorato de potasio, el circonio granular, el silicio granular, el metilmetacrilato, el vidrio, el sílice, el dióxido, el níquel, el acero, las ferritas, etc. Los soportes pueden ser utilizados con o sin revestimiento, pueden revestirse parcialmente con un polímero, ó pueden oxidarse por lo menos parcialmente. Muchos de los soportes mencionados más arriba, así como otros soportes típicos se describen en la patente de los Estados Unidos, número 2.638.416 a nombre de L. E. Walkup y socios y en la patente de los Estados Unidos, número 2.613.552 a nombre de E. N. Wise. Se prefiere un diámetro final de partículas de soporte incluida entre 50 micrones y 1.000 micrones aproximadamente, porque entonces las partículas de soporte presentan una densidad y una inercia suficientes para evitar su adherencia en las imágenes electros

táticas durante la operación de revelado. La adherencia de las partículas de soporte en los tambores electrostatográficos es indeseable en razón de la formación de profundas rayas en la superficie durante las operaciones de transferencia de imagen y de limpieza de tambor, particularmente cuando la limpieza se efectúa con un dispositivo limpiador en forma de placa, tal como la placa descrita en la patente de los Estados Unidos número 3.186.838 a nombre de W. P. Graff, Jr. y socios. Igualmente, se produce un borrado de la impresión cuando las partículas de soporte se adhieren a las superficies electrostatográficas de formación de imagen. En términos generales, se obtienen resultados satisfactorios cuando se emplea aproximadamente una parte de pigmento con aproximadamente 10 a 200 partes en peso de soporte.

Las composiciones de pigmento según el invento pueden ser utilizadas para revelar imágenes electrostáticas latentes y en cualquier superficie de soporte de imagen electrostática latente adecuada, superficies fotoconductoras convencionales inclusive. Los materiales fotoconductores bien conocidos incluyen el selenio vidrioso, los fotoconductores orgánicos e inorgánicos empotrados en una matriz no fotoconductora, los fotoconductores orgánicos o inorgánicos empotrados en una matriz fotoconductora, etc. Unas patentes representativas en las cuales se describen estos materiales fotoconductores incluyen la patente de los Estados Unidos, número 2.303.542 a nombre de Ullrich, la patente de los Estados Unidos, número 2.970.906 a nombre de Bixby, la patente de los Estados Unidos, número 3.121.006 a nombre de Middleton, la patente de los Estados Unidos, número 3.121.007 a nombre de Middleton, y la patente de los Estados Unidos, número 3.151.982 a nombre de Corr

sin.

En los ejemplos que siguen, los valores triboeléctricos relativos generados por contacto de las partículas de soporte con las partículas de pigmento, han sido medidos utilizando una jaula de Faraday. El dispositivo incluye un cilindro de latón que tiene un diámetro de aproximadamente 25,4 mm (1 pulgada) y una longitud de aproximadamente 25,4 mm (1 pulgada). Un tamiz de malla 100 está situado en cada extremidad del cilindro. Se pesa el cilindro, se carga con aproximadamente 0,5 g de mezcla de partículas de soporte y pigmento y se conecta a tierra a través de un condensador y de un electrómetro conectados en paralelo. A continuación se sopla aire comprimido en seco a través del cilindro de latón para eliminar todo el pigmento de soporte. A continuación se lee la carga del condensador en el electrómetro. A continuación se pesa de nuevo la cámara para determinar la reducción de peso. Los datos resultantes se utilizan para calcular la concentración de pigmento y la carga en microcolumbios por gramo de pigmento. Ya que las mediciones triboeléctricas son relativas, para efectuar comparaciones, las mediciones deben ser realizadas en condiciones sustancialmente idénticas.

DESCRIPCION DE LOS MODOS DE REALIZACION PREFERIDOS

Los siguientes ejemplos definen, describen y comparan más completamente los métodos de preparación de los materiales de pigmento según el invento y su utilización para revelar imágenes electrostáticas latentes. Las proporciones y porcentajes se indican en peso salvo indicación contraria.

EJEMPLO I

Se prepara un material de pigmento de control que está constituido por aproximadamente 90 partes de componentes

de resina, incluyendo aproximadamente 65 partes en peso de estireno y 35 partes en peso de metacrilato de butilo. Después de disolución en acetona y después de un mezclado preliminar, se añaden aproximadamente 10 partes de negro de humo como colorante a la solución y se mezcla cuidadosamente para obtener una composición uniformemente dispersa. La mezcla resultante se seca por pulverización para obtener partículas de pigmento que tienen un tamaño medio de partículas de aproximadamente 10 micrones. A continuación, se sitúan las partículas de pigmento en un horno bajo vacío a una temperatura de aproximadamente 30°C para eliminar el solvente residual. Se ha mezclado aproximadamente una parte en peso de partículas de pigmento seco con aproximadamente 99 partes en peso de partículas de acero de soporte con un diámetro medio de aproximadamente 100 micrones. La mezcla de revelador resultante se mezcló durante aproximadamente 60 minutos, después de lo cual se valoró la respuesta de carga triboeléctrica, de acuerdo con el método indicado más arriba. Se ha comprobado que este material de pigmento obtenía una carga triboeléctrica de aproximadamente -15,0 microcolumbios por gramo de pigmento.

EJEMPLO II

Se preparó una composición de pigmento como en el ejemplo I, salvo que, basándose en el peso de la composición de pigmento se añadió 0,05 partes en peso de un aditivo activo superficialmente consistiendo en Zonyl FSC (agente activo superficial fluorado catiónico) procedente de E. I. DuPont, se añadió a la resina y a los componentes colorantes durante su dispersión y su mezclado. La mezcla resultante se secó por pulverización como en el ejemplo I y se obtuvieron partículas de pigmento con un tamaño medio de partículas de aproximada-

mente 10 micrones. A continuación, se secaron las partículas de pigmento como en el ejemplo I. Aproximadamente una parte en peso de partículas de pigmento seco se mezcló con aproximadamente 99 partes en peso de partículas de acero de soporte como en el ejemplo I. La mezcla de revelador resultante se mezcló durante aproximadamente 60 minutos después de lo cual se valoró la respuesta de carga triboeléctrica como en el ejemplo I. Se comprobó que este material de pigmento generaba una carga triboeléctrica de aproximadamente +20,0 microculombios por gramo de pigmento.

EJEMPLO III

Se preparó una composición de pigmento como en el ejemplo II, salvo que el Zonyl FSC se sustituyó por aproximadamente 0,05 partes en peso de un aditivo activo superficialmente consistiendo en Zonyl FSP (agente activo superficialmente fluorado aniónico) procedente de E. I. DuPont. Después de secado por pulverización y secado suplementario como en el ejemplo I, se mezcló aproximadamente una parte de partículas de pigmento con aproximadamente 99 partes en peso de partículas de acero de soporte como en el ejemplo I. La mezcla de revelado resultante se mezcló durante aproximadamente 60 minutos después de lo cual se valoró la respuesta de carga triboeléctrica como en el ejemplo I. Se ha comprobado que este material de pigmento generaba una carga triboeléctrica de aproximadamente +15,0 microculombios por gramo de pigmento.

EJEMPLO IV

Se preparó una composición de pigmento como en el ejemplo II salvo que el Zonyl FSC se sustituyó por aproximadamente 0,2 partes en peso de un aditivo activo superficialmente consistiendo en Zonyl FSP (agente activo superficialmente

fluorado aniónico) procedente de E. I. DuPont. Después de
secado por pulverización y de un secado suplementario como
en el ejemplo I, se mezcló aproximadamente una parte de par-
tículas de pigmento con aproximadamente 99 partes en peso de
5 partículas de acero de soporte como en el ejemplo I. La mez-
cla de revelador resultante se mezcló durante aproximadamen-
te 60 minutos, después de lo cual se valoró su respuesta de
carga triboeléctrica como en el ejemplo I. Se ha comprobado
que este material de pigmento genera una carga triboeléctri-
ca de aproximadamente +20,0 microculombios por gramo de pig-
10 mento.

Aunque en los ejemplos que anteceden se indican ma-
teriales y condiciones específicos, se dan solamente a títu-
lo ilustrativo del presente invento. Varios otros componentes
15 resinosos termoplásticos adecuados para pigmentos, aditivos,
colorantes y procesos de revelado, tales como los que se
enumeran más arriba, pueden sustituirse por los de los ejem-
plos con resultados similares. También pueden añadirse otros
materiales al pigmento o al soporte para sensibilizar, ener-
20 gizar o mejorar de otro modo las propiedades de fusión u
otras propiedades convenientes del sistema.

Los expertos en la materia podrán idear otras modi-
ficaciones del presente invento después de leer la presente
descripción. Se entiende que estas modificaciones están in-
25 cluidas dentro del alcance del presente invento.

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

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento de preparación de una composición
30 de pigmento finamente dividida, útil como material de revela-

do xerográfico, que tiene un potencial positivo de carga triboeléctrica, caracterizándose dicho procedimiento porque incluye las operaciones que consisten en:

5 - preparar una composición de pigmento finamente dividida, por disolución de una resina termoplástica en un disolvente adecuado;

 - combinar con un colorante y un aditivo activo superficialmente capaz de dotar a dicha composición de una carga triboeléctrica; y

10 - secar por pulverización para obtener partículas de pigmento que tienen un tamaño medio de aproximadamente 10 micras.

2. Un procedimiento según la reivindicación 1, donde el aditivo activo superficialmente se elige entre materiales altamente fluorados que están constituidos por agentes activos superficialmente, fluorados.

3. Un procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque dichos agentes activos superficialmente fluorados están constituidos por agentes activos superficialmente aniónicos.

4. Un procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque dichos agentes activos superficialmente fluorados están constituidos por agentes activos superficialmente catiónicos.

5. Un procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque dicho aditivo activo superficialmente consiste en capas de dicha composición de pigmento situadas debajo de la superficie.

6. Un procedimiento según la reivindicación 1, ca-

racterizado porque dichas composiciones de pigmento tienen un tamaño medio de partículas inferior a 30 micrones aproximadamente.

5 7. Un procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque dicho aditivo activo superficialmente está presente en una cantidad variable entre 0,001% y 0,5% aproximadamente en peso, basándose en el peso de dicha composición de pigmento.

10 8. Un procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque dicho colorante, dicha resina termoplástica y dicho aditivo activo superficialmente han sido combinados cuidadosamente para obtener una combinación uniforme y a continuación secados por pulverización para formar partículas de pigmento finamente dividido.

15 9. Se reivindica por último como objeto que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita: PROCEDIMIENTO DE PREPARACION DE UNA COMPOSICION DE PIGMENTO FINAMENTE DIVIDIDA, UTIL COMO MATERIAL DE REVELADO XEROGRAFICO.

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

Madrid, 21 febrero 1.978

BERNARDO UNGRIA

P. P.



25

30