

MINISTERIO DE INDUSTRIA Y ENERGIA
Registro de la Propiedad Industrial



ESPAÑA

Concedido el Registro de acuerdo
con los datos que figuran en la pre-
sente descripción y según el con-
tenido de la memoria a junta.

ES

11

21

22

NUMERO
478.862
FECHA DE PRESENTACION
22-Marzo-1.979

A1

PATENTE DE INVENCION

30 PRIORIDADES:		
31 NUMERO	32 FECHA	33 PAIS
78/10502	20-10-78	Holanda
47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL	52 PATENTE DE LA QUE ES DIVISORIA
	G 03 G 9/08	
63 TITULO DE LA INVENCION		
"PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UN POLVO VIRADOR FIJABLE POR CALOR, PARA REVELAR IMAGENES ELECTROSTATICAS LATENTES"		
71 SOLICITANTE (S)		(Case 78012)
OCÉ-VAN DER GRINTEN N.V.		
DOMICILIO DEL SOLICITANTE		
St. Urbanus-weg 102, Venlo, Holanda		
72 INVENTOR (ES)		
Martinus, Theodorus, Johannes Peters		
73 TITULAR (ES)		
74 REPRESENTANTE		(P.-70.608)
DON ALBERTO DE ELZABURU MARQUEZ		
MCS/.		

POOR
QUALITY

La presente invención se refiere a un polvo virador, adecuado para revelar imágenes electrostáticas latentes y que puede ser fijado por calor, comprendiendo esencialmente partículas de virador coloreado finamente dividido, material termoplástico, constituyentes colorantes y, si se desea, un regulador de carga. La invención se refiere más particularmente a un polvo virador cuyo material termoplástico comprende principalmente resina epoxídica cuyos grupos epoxídicos originales han sido bloqueados de una manera dada y en un tanto por ciento dado. La invención se refiere también a un procedimiento para preparar tal polvo virador, un revelador de dos componentes que contiene tal polvo virador, y un revelador de un solo componente que comprende tal polvo virador.

Los polvos viradores se usan ampliamente en forma de los reveladores llamados de un solo y de dos componentes, para hacer visibles imágenes electrostáticas latentes del tipo formado sobre una superficie adecuada en electrografía o electrofotografía.

Los reveladores de dos componentes tienen un polvo virador cuyas partículas de virador contienen un material termoplástico aislante mezclado con partículas de soporte relativamente grandes. Por contacto con o fricción contra las partículas de soporte, las partículas de virador reciben una carga electrostática y, en consecuencia, se adhieren a las partículas de soporte. En general, las partículas de virador y de soporte están adaptadas unas a otras de tal manera que las partículas de virador asumen una carga que tiene una polaridad opuesta a la imagen electrostática latente a revelar. Cuando el revelador se pone

en contacto con la imagen, las partículas de virador son desprendidas de las partículas de soporte por la carga electrostática de la imagen, y se depositan sobre la imagen latente, de modo que ésta se hace visible.

5 Son ejemplos de partículas de soporte adecuadas, entre otros, el metal pulverulento, p. ej. hierro o níquel, óxido metálico, p. ej. óxido de cromo u óxido de aluminio, vidrio, arena o cuarzo. En la práctica se usan mucho partículas de soporte metálicas, particularmente partículas
10 de hierro. De hecho, las partículas de hierro se usan mucho en reveladores en polvo para el llamado revelado con cepillo magnético, en el que el revelador es transferido a la imagen electrostática a revelar por medios magnéticos de transferencia, en forma de un cepillo rotatorio para
15 polvo.

Los reveladores del tipo de un solo componente comprenden un polvo virador que es aislante o virtualmente aislante, es decir, tiene generalmente una resistencia específica $> 10^{12} \Omega \cdot \text{cm}$, o se hace conductor aplicando material conductor de la electricidad, finamente dividido,
20 a la superficie de los granos del polvo, o distribuyéndolo en ellos homogéneamente, de manera que su resistencia esté en general bien por debajo de $10^{12} \Omega \cdot \text{cm}$. Tales reveladores se aplican generalmente a la imagen latente a revelar
25 con ayuda de un sistema revelador de cepillo magnético. En este caso, el polvo de virador contiene un pigmento de hierro magnetizable que también puede servir de colorante.

Generalmente se añade negro de humo al material termoplástico, como constituyente colorante en el caso de
30 los polvos de virador negros, mientras que se añaden colo-

rantes orgánicos en el caso de polvos de virador coloreados, p. ej. para uso en procedimientos de reproducción electrográfica en colores múltiples. Como material termoplástico se usan polímeros o resinas conocidos, naturales o

5 sintéticos. Son ejemplos de materiales termoplásticos adecuados el poliestireno, copolímeros de estireno con un acrilato y/o metacrilato, poliamidas, resinas de fenol-formaldehído modificadas, resinas de poliéster y resinas epoxídicas.

10 La imagen de polvo formada durante el revelado se fija de la manera siguiente. Esto puede tener lugar directamente en la superficie sobre la que se forma, o después de transferencia a otra superficie receptora. La fijación tiene lugar generalmente por calentamiento con ayuda de calor radiante, o por una combinación de calentamiento

15 y presión, en un aparato llamado de fijación por contacto, siendo puesta en contacto la imagen de polvo con una superficie calentada tal como un rodillo y/o banda.

20 Unos polvos viradores que comprenden principalmente resina epoxídica, cuyos grupos epoxídicos originales han sido bloqueados de una manera dada y en un tanto por ciento dado, están descritos en la solicitud de patente holandesa 76.05372 publicada con anterioridad, de la firma solicitante. Los polvos viradores allí descritos consisten

25 en al menos 50% de resina epoxídica que tiene una masa molar epoxídica de al menos 10.000, bloqueando sus grupos epoxídicos originales en parte por reacción química con un ácido carboxílico monofuncional y/o en fenol monofuncional, y en parte por unión o enlace mediante una reacción

30 intermolecular o mediante un endurecedor epoxídico polifun

cional.

Parecería que los polvos viradores antes mencionados satisfacerían los principales requisitos pedidos a los polvos viradores, tales como una polaridad claramente definida, buenas características de carga, aptitud adecuada para carga, distribución uniforme de la carga, estabilidad de carga y baja sensibilidad a la luz y temperatura, buenas propiedades de fijación, características de fijación fácilmente reproducibles, estabilidad térmica, y buena permanencia durante uso prolongado.

La temperatura de transición vítrea (T_g) y la posición del intervalo de fusión del polvo virador se pueden reducir significativamente añadiendo compuestos mencionados en la solicitud de patente holandesa 74.15325, publicada con anterioridad, de la firma solicitante, como codisolventes, es decir, agentes para ayudar a disolver colorantes dados, en las resinas epoxídicas, durante la preparación de los polvos viradores descritos en la solicitud de patente holandesa 76.05372, publicada con anterioridad, de la firma solicitante. De esta manera se pueden obtener polvos viradores cuya T_g solo está justamente por encima del límite mínimo requerido para uso satisfactorio, generalmente entre 45 y 55°C, mientras que el límite inferior del intervalo de fusión empieza justamente por encima de la T_g . Tales polvos viradores se pueden fijar satisfactoriamente, con rapidez, mediante un mínimo de calor, lo que conduce a importantes ventajas prácticas.

Sin embargo, la firma solicitante ha hallado que el uso de los anteriores codisolventes para el fin indicado conduce a un cierto número de fenómenos secundarios me-

nos deseados.

Ya durante la preparación del polvo virador al que se añade el codisolvente, se evapora una proporción del mismo que no es despreciable. Además, durante el tiempo en que el polvo virador está en el aparato de copias se evapora parte del codisolvente del polvo virador, conduciendo a un riesgo de migración del regulador de carga, y ensuciando el aparato de copias y las partículas de soporte.

El objeto de la presente invención es proporcionar polvos viradores basados en resina epoxídica bloqueada que tiene una Tg baja, y cuyo intervalo de fusión empieza justamente por encima de la Tg, sin que sea necesario usar un codisolvente, y al tiempo que se evitan las anteriores desventajas.

El polvo virador según la invención comprende esencialmente partículas de virador finamente dividido que contienen constituyentes colorantes, si se desea un regulador de carga y material termoplástico que comprende principalmente resina epoxídica cuyos grupos epoxídicos originales están bloqueados en parte por reacción química con un compuesto orgánico monofuncional, y en parte por unión y/o enlace, caracterizado porque la resina epoxídica tiene una masa molar epoxídica entre aproximadamente 2.000 y 7.500, y comprende resina epoxídica modificada obtenida por bloqueo de los grupos epoxídicos de una resina epoxídica con una masa molar de aproximadamente 1.000 como máximo y con una masa molar epoxídica de aproximadamente 700 como máximo, en proporción de aproximadamente 25-95% por reacción química con un ácido carboxílico, fenol o dia-

5 rilsulfonamida monofuncionales, y en proporción de aproximadamente 5-75% por enlace y/o unión mediante reacción intermolecular con los grupos hidroxilo de la propia resina y/o mediante un endurecedor epoxídico, o de una mezcla de al menos 20 partes en peso de tal resina epoxídica modificada con 80 partes en peso, como máximo, de una resina fenoxídica y/o una resina epoxídica modificada obtenida por bloqueo de al menos 5% de los grupos epoxídicos de una resina epoxídica con una masa molar de al menos aproximada-

10 mente 1.500 y una masa molar epoxídica de al menos aproximadamente 900 por enlace y/o unión mediante reacción intermolecular o un endurecedor epoxídico.

15 En la presente invención se entiende que la expresión resina epoxídica significa productos de condensación de un polifenol, particularmente bisfenol, con una halohidrina, y en particular epiclorhidrina. La expresión resinas fenoxídicas se refiere a productos del tipo de resina epoxídica, en cuya preparación se usa 4,4'-isopropilidendifenol como endurecedor epoxídico bifuncional. En general tienen estructura lineal, y una masa molar entre

20 10.000 y 80.000. Una resina fenoxídica disponible comercialmente es la Rütapox 0717 (masa molar 30.000), de la sociedad Bakelite.

25 Son ejemplos de resinas epoxídicas con una masa molar de 1.000 como máximo y una masa molar epoxídica de 700 como máximo, adecuadas para producir el polvo virador según la invención, la Epikote 1002 (masa molar media (en lo sucesivo M.M.) = 1050, y masa molar epoxídica (en lo sucesivo M.M.E.) = 575-700), Epikote 1001 (M.M. 900, M.M.E. 450-500), Epikote 828 (M.M. 370, M.M.E. 184-194), y Epiko-

30

te 827 (M.M. 360, M.M.E. 180-190).

5 Son ejemplos de resinas epoxídicas con una M.M. de al menos aproximadamente 1.500 y una M.M.E. de al menos aproximadamente 900, adecuadas para producir un polvo virador según la invención, la Epikote 1004 (M.M. 1400, M.M.E. 850-940), Epikote 1006 (M.M. 2.800, M.M.E. 1550-1900) y Epikote 1009 (M.M. 3750, M.M.E. 2300-3400). Epikote es marca registrada de Shell, y los valores de M.M. y M.M.E. fueron suministrados por el fabricante.

10 En la preparación de un polvo virador según la invención se da preferencia al uso de una resina epoxídica modificada obtenida bloqueando los grupos epoxídicos de una resina epoxídica líquida con una M.M. de aproximadamente 500 como máximo, y una M.M.E. de aproximadamente 300 como máximo, en proporción de aproximadamente 50-95% por reacción química con un ácido carboxílico, fenol o diarilsulfonamida monofuncionales, y en proporción de aproximadamente 5-50% por unión o enlace mediante reacción intermolecular y/o un endurecedor epoxídico.

20 De esta manera se pueden obtener polvos viradores cuya Tg está entre aproximadamente 45 y 55°C y que tienen un amplio intervalo de fusión que empieza justamente por encima de este último valor, preferiblemente tras mezclar con resina fenoxídica y/o con una resina epoxídica modificada obtenida por bloqueo de los grupos epoxídicos de una resina epoxídica con una M.M. de al menos aproximadamente 2.500, y una M.M.E. de al menos aproximadamente 2.000, en magnitud mínima de 5% por enlace y/o unión mediante reacción intermolecular y/o un endurecedor epoxídico.

30 Tales polvos viradores son particularmente ade-

cuados para uso en un aparato de copias de gran volumen, con un dispositivo de fijación por contacto. En comparación con viradores usuales, tales como, p. ej., viradores basados en polímeros de estireno-acrilato, se pueden fijar excelentemente a una temperatura extremadamente baja, en un par de centésimas de segundo.

Los ácidos carboxílicos, fenoles o arilsulfonamidas monofuncionales usados para bloquear la resina o resinas epoxídicas elegidas como producto de partida no han de contener, aparte del grupo carboxilo, hidroxilo o amida, ningún otro sustituyente que bajo las condiciones durante la modificación pueda reaccionar con los grupos reactivos de la resina epoxídica.

Los ácidos carboxílicos que se pueden usar con particular ventaja son ácidos carboxílicos aromáticos tales como ácido benzoico, y aquellos sustituidos con uno o más grupos alcohol, aralcohol, cicloalcohol, arilo, alcoholarilo, alcoxi o ariloxi, y que bajo las condiciones durante la modificación no sean nada o apenas volátiles.

Son ejemplos de tales ácidos carboxílicos el ácido 2,4-dimetilbenzoico, ácido 4-(α , α -dimetilbencil)-benzoico, ácido 4-fenilbenzoico y ácido 4-etoxibenzoico. Sin embargo, también se pueden usar ácidos carboxílicos alifáticos tales como, p. ej., ácidos heptanoico, nonanoico, dodecanoico, isododecanoico, hexadecanoico y octadecanoico.

Son ejemplos de compuestos de fenol adecuados el 4-n-butilfenol, 4-n-pentilfenol, 2,3,4,6-tetrametilfenol, 2,3,5,6-tetrametilfenol, 4-(α , α -dimetil)-bencilfenol, 4-ciclohexilfenol, 3-metoxifenol, 4-metoxifenol y 4-etoxifenol. De los compuestos anteriores se da particular pre-

ferencia al ácido benzoico sin sustituir y al 4-(α , α -dimetil)-bencilfenol.

Son ejemplos de diarilsulfonamidas adecuadas la bencenosulfoanilida y sus derivados, tales como, p. eje., aquellos en los que uno o dos núcleos de benceno llevan uno o más grupos alcohilo o alcoxi inferior.

Aunque se puede bloquear separadamente las resinas epoxídicas elegidas como productos de partida, y preparar luego el polvo virador con ayuda de resina epoxídica modificada o mezclas de resinas epoxídicas modificadas obtenidas de otras fuentes, el bloqueo también puede tener lugar, sin embargo, durante la preparación del polvo de virador, lo que conduce a considerables ahorros en tiempo y material. Se ha hallado que el procedimiento de bloqueo se puede mantener fácilmente bajo control y se puede regular como se requiera. De esta manera se puede obtener un polvo virador hecho a la medida, de una calidad particularmente buena. Otra ventaja de tal procedimiento de preparación combinado es que cuando se desea preparar un polvo virador con un regulador de carga positiva del tipo de amina, en muchos casos el regulador de carga positiva puede servir también para asegurar un funcionamiento correcto del bloqueo, evitando así la necesidad de un catalizador separado, o cualesquiera otras adiciones.

El polvo virador según la invención se puede preparar con ayuda de métodos conocidos en general para el fin de preparar polvos virador, p. ej. métodos de amasado, extrusión o fusión en caliente.

En los dos primeros métodos, la resina, los constituyentes colorantes y, si se desea, cualesquiera otros

constituyentes, tales como, p. ej., un regulador de carga, se pueden mezclar entre ellos, en general a aproximadamente 90-130°C, mientras que en el último método se usan temperaturas de aproximadamente 150 a 250°C. Tras enfriar, el material se muele a partículas de la finura deseada, en general 2-50 μ m.

De los tres métodos de preparación antes definidos, el método de fusión en caliente ha resultado muy adecuado para la preparación del polvo virador según la invención, particularmente si las reacciones de bloqueo han de tener lugar durante la preparación del polvo virador, lo que es ventajoso por las razones dadas antes. El polvo virador preparado por este método preferido parece tener propiedades aún mejores que cuando se usan los otros dos métodos, y esto es particularmente válido para la calidad y reproducibilidad de la carga, estabilidad, y comportamiento en la fijación. Esto está ayudado por el hecho de que por el método preferido se pueden controlar y regular fácilmente las temperaturas y los tiempos de permanencia.

Si se desea preparar un polvo virador cuya resina epoxídica modificada se obtiene parcialmente partiendo de una resina epoxídica líquida y parcialmente partiendo de una resina epoxídica sólida, las dos resinas se pueden mezclar entre ellas antes de efectuar la reacción de bloqueo. Sin embargo, también se pueden bloquear en una primera fase, en una cierta proporción del tanto por ciento finalmente deseado, y preferiblemente al menos 70-80% del mismo, los grupos epoxídicos de la resina epoxídica líquida elegida como producto de partida, por reacción con uno de los antes mencionados agentes de bloqueo monofunciona-

les, preferiblemente en combinación con la reacción intermolecular. Tras esto se añaden la resina epoxídica sólida o la mezcla de resinas epoxídicas elegida como producto o productos de partida, y se deja que tenga lugar el bloqueo hasta el tanto por ciento final deseado, en una segunda fase. Los otros ingredientes deseados se añaden preferiblemente en la primera fase, para obtener la máxima homogeneidad de mezcla.

Los polvos viradores según la invención se cargan generalmente de manera suficientemente negativa respecto a los soportes usuales, tales como, p. ej., polvo de hierro o polvo revestido de hierro, de manera que no hay necesidad de añadir un regulador de carga para este fin. Sin embargo, si se desea, se puede añadir un regulador de carga negativa. Un compuesto que se puede usar para este fin es, p. ej., el Atlac 382E (poli-4,4'-isopropilidendifenil-óxido de propileno-fumarato), marca registrada de Atlas Company.

El polvo virador se puede mezclar con soportes especiales conocidos para este fin, para obtener un revelador de dos componentes en el que el polvo virador según la invención adquiere carga positiva. Tales soportes están descritos, por ejemplo, en las patentes británicas números 1.251.752, 1.342.748, 1.373.000, 1.389.744 y 1.438.973.

Si se desea mezclar el polvo virador según la invención con un soporte usual, tal como hierro, níquel, óxido metálico, vidrio, arena o cuarzo, el polvo ha de contener un regulador de carga positiva para que tenga una susceptibilidad de carga positiva suficiente. Para este fin se puede usar uno de los reguladores de carga positiva

usuales, los mejores conocidos de los cuales son la nigrosina base y clorhidrato de nigrosina. Sin embargo, el regulador de carga positiva preferido para el polvo virador según la invención es una epoxiamina que es el producto de reacción química de una resina epoxídica con una amina básica.

En la preparación de tales epoxiaminas se puede usar uno de los muchos tipos de resinas epoxídicas disponibles comercialmente.

La resina epoxídica elegida como resina de partida tiene preferiblemente una M.M. de 1.500 como máximo y una M.M.E. entre 150 y 1.000, siendo ejemplos de tales productos comerciales Epikote 828, 1001 y 1004. La resina epoxídica elegida como resina de partida se hace reaccionar con una amina básica, que ha de ser una amina mono- o polifuncional, primaria o secundaria, con un valor $pK_a > 3$, y preferiblemente entre 8 y 11. La funcionalidad de una amina está determinada por el número de átomos de hidrógeno en los átomos de nitrógeno básico de la molécula. Para el significado del valor pK_a se debe hacer referencia al libro "Dissociation Constants of Organic Bases in Aqueous Solution", de la International Union of Pure and Applied Chemistry, edición de 1965, páginas 1 y 2.

Una ventaja adicional de usar una epoxiamina como regulador de carga positiva es que eligiendo una amina de partida con un valor pK_a dado se puede controlar la susceptibilidad de carga de la resina viradora preparada con ella, dentro de ciertos límites. Esto conduce a mayor libertad en la elección del soporte a usar en el revelador, y se está hallando una necesidad de aumento de ello.

En la preparación de la epoxiamina se da preferencia al uso de aminas alifáticas de bajo peso molecular, sustituidas o no sustituidas, así como aminas cicloalifáticas y heterocíclicas. Son ejemplos de aminas alifáticas monofuncionales no sustituidas, que se pueden usar ventajosamente, las aminas dipropílica, diisopropílica, dibutílica, dipentílica y dihexílica. Se obtienen resultados particularmente buenos con hidroxialcoholaminas alifáticas, y en particular 2-metilaminoetanol y 2,2'-iminodietanol. Son ejemplos de aminas polifuncionales ensayadas con éxito el 2-aminoetanol, etilendiamina, dietilentriamina y 2,2'-(etilendiimino)-dietanol.

Las epoxiaminas se pueden mezclar fácilmente con la resina viradora, debido a que su estructura está próximamente relacionada con la resina epoxídica modificada, y no revelan virtualmente ninguna tendencia a la migración. Como resultado, el polvo virador preparado con ellas tiene buena susceptibilidad de carga uniforme, y buena estabilidad en almacenamiento. En vista del hecho de que también son virtualmente incoloras, se puede preparar con ellas polvos virador susceptibles de carga positiva en cualquier color que se desee.

Las cantidades de epoxiamina a usar están generalmente entre 0,01 y 1 equivalente de base/kg de virador, dependiendo, entre otras cosas, del soporte a usar en el revelador junto con el polvo virador. Con los soportes usados hasta ahora, el nivel de carga deseado se obtiene en la mayoría de los casos si hay presente entre 0,025 y 0,25 equivalentes de base en forma de epoxiamina, por kg de polvo virador.

El polvo virador según la invención se puede usar también como revelador de un solo componente, es decir, sin soporte, para los fines del revelado llamado unario. Entonces se da preferencia al uso del método de revelado con cepillo magnético, en el que el polvo virador se aplica a la superficie a revelar, en forma de un cepillo de polvo formado sobre la superficie exterior rotatoria de un rodillo revelador que tiene un núcleo magnético. Para este fin se dispersa homogéneamente en las partículas de virador un material magnetizable finamente dividido, tal como, p. ej., partículas de hierro. En general, dicho material se mezcla íntimamente con la resina viradora durante la preparación del polvo virador cuando está aún en fase líquida. Las cantidades necesarias de polvo de hierro representan generalmente 30 a 80% en peso, basado en la resina.

Ha resultado ventajoso usar un regulador de carga en el polvo de virador, para el uso de tal polvo según la invención. Esto es más particularmente aplicable al revelado de imágenes electrostáticas negativas, en cuyo caso se ha de usar, naturalmente, un regulador de carga positiva.

La invención se ilustra más en lo que sigue, mediante ejemplos no limitativos.

Ejemplo 1

Los siguientes constituyentes se introducen sucesivamente en un recipiente de mezcla provisto de agitador y calentamiento por baño de aceite.

22,0 g de Epikote 828 (M.M.E. = 185)

19,0 g de 4- α , α -dimetilbencilfenol

6.0 g de un producto de reacción de Epikote 1001

con 2-metilaminoetanol como regulador de carga positiva.

6,0 g de carbono.

5 Luego se calentó la mezcla a 180°C y se agitó a esta temperatura durante 90 minutos. El agente de bloqueo fenólico reaccionó cuantitativamente con la resina epoxídica, siendo el residuo menor que 0,1%. La M.M.E. de la mezcla era 3800, lo que significa que había reaccionado aproximadamente 88% de los grupos epoxídicos. Se añadieron 10 47,0 g de Epikote 1009 (M.M.E. = 3150), y se continuó la agitación durante 90 minutos a 200°C. La M.M.E. de la mezcla era ahora 4250, lo que significa que ha reaccionado aproximadamente 82% de todos los grupos epoxídicos de las dos resinas epoxídicas. La carga enfriada se molió y tamizó, dando partículas en el intervalo de aproximadamente 15 a 24 μ m. La temperatura de transición vítrea (T_g) era 51°C, determinada a partir del termograma D.S.C. registrado con el analizador térmico DuPont 990. Se mezclaron 4 partes virador con 96 partes de polvo de hierro oxidado. La carga 20 era $\pm 15 \mu$ C/g, y la permanencia era > 100.000 copias. Cuando se usó el virador en un aparato de copias bajo condiciones prácticas, no se halló que hubiese ninguna característica desventajosa que se pudiera atribuir a la presencia de grupos epoxídicos libres. El virador tenía un comportamiento de fijación muy favorable. 25

30 Cuando se usa en un aparato de copias con un dispositivo de fijación por contacto provisto de rodillo cubierto de caucho de silicona, cuyo revestimiento superior había sido previamente envejecido (disposición de medida A), se halló un intervalo de fijación de 75-103°C (28°C)

en el caso de un tiempo de contacto efectivo de 1,6 segundos. El límite inferior del intervalo de fijación es la temperatura a la que la imagen justamente es fijada de manera adecuada. El límite superior es la temperatura a la que aparecen por primera vez las llamadas imágenes offset, por transferencia de la imagen al rodillo de fijación y desde allí de nuevo al papel. El intervalo de un polvo virador disponible comercialmente, a base de copolímero de estireno-acrilato de butilo era 102-133°C.

El polvo virador preparado de la manera antes descrita se fijaba perfectamente en un aparato de fijación por contacto cuyo rodillo de caucho de silicona estaba cubierto con un revestimiento delgado de aceite de silicona (disposición de medida B), con un tiempo de contacto efectivo de 0,03 segundos y una temperatura del rodillo de contacto de 165°C. Se necesitaba una temperatura de rodillo de contacto de 210°C para fijar el polvo de virador de la técnica anterior a base, de copolímero de estireno-acrilato de butilo, en el mismo tiempo.

Ejemplo 2

Se repitió el procedimiento del Ejemplo 1, pero en este caso se usaron 47 g de Epikote 1006 (M.M.E. = 1690) en vez de Epikote 1009. El tiempo de mezcla fue 160 minutos y la Tg era 53°C.

La M.M.E. de la mezcla de virador era 5070 (había reaccionado 87% de los grupos epoxídicos).

Las características del virador estaban de acuerdo con las del Ejemplo 1.

Ejemplo 3

Se repitió el Ejemplo 1, pero en este caso se usó

ácido benzoico como agente de bloqueo, en vez de 4- α , α -di
metilbencilfenol. El tiempo de mezcla tras añadir el Epikote 1009 era 40 minutos.

Ingredientes:

5

26,0 g de Epikote 828 (M.M.E. = 185)

12,0 g de ácido benzoico

6,0 g de producto de reacción de Epikote 1001/
2-metilaminoetanol

6,0 g de carbono

10

50,0 g de Epikote 1009 (M.M.E. = 3150)

La Tg era 49°C. La M.M.E. era 5600 (es decir, había reaccionado el 88% de los grupos epoxídicos).

El intervalo de fusión en la disposición de medida A era 88-122°C (34°C).

15

El límite inferior en la disposición de medida B era 171°C.

En un revelador según se ha descrito en el Ejemplo 1, la polaridad del virador era positiva.

Ejemplo 4

20

Una mezcla de:

28,7 de Epikote 828 (M.M.E. = 185)

24,3 g de 4- α , α -dimetilbencilfenol

6,0 g de producto de reacción de Epikote 1001/2-metilaminoetanol se calentó durante 90 minutos acompañada por agitación a 180°C, tras lo cual se añadieron en un periodo de 360 minutos 41,0 g de Epikote 1009 (M.M.E. = 3150), y se mezcló a 200°C. La carga se transfirió a un amasador de laboratorio, y se mezcló a la temperatura de equilibrio de amasado durante 60 minutos, con 100 g de magnetita (pigmento).

30

Luego se molió la carga enfriada, se sometió a un tratamiento de acabado térmico conocido por sí mismo, y se tamizó a una distribución de tamaño de partícula entre aproximadamente 10 y 30 μ m. El virador de un solo componente se puede usar de manera ventajosa para revelar fotoconductores cargados negativamente (entre otros los basados en ZnO), y se puede fijar sobre papel sencillo con la disposición de fijación especificada en el Ejemplo 1 (1,6 segundos de tiempo de contacto), entre 93 y 125°C.

La Tg del virador era 47°C.

La M.M.E., basada en la sustancia orgánica (excluyendo magnetita) era 5100, es decir, había reaccionado 88% de los grupos epoxídicos.

Ejemplo 5

Se repitió el Ejemplo 1, pero con los siguientes ingredientes:

25,3 g de Epikote 828 (M.M.E. = 185)

21,7 g de 4- α , α -dimetilbencilfenol

0,5 g de cloruro de tetrametilamonio

6,0 g de carbono

46,5 g de Epikote 1009 (M.M.E. = 3150)

Las características térmicas del virador eran aproximadamente las mismas que las del virador del Ejemplo 1. Se dió al virador una polaridad negativa cuando se mezcló con polvo de hierro azulado térmicamente, en proporción de 96 g de hierro : 4 g de virador.

La Tg era 52°C, y la M.M.E. 4100.

Ejemplo 6

Se preparó un polvo virador mezclando durante 90 minutos, en un recipiente de mezcla:

45,4 g de Epikote 1001 (M.M.E. = 495)

12,6 g de 4- α , α -dimetilbencilfenol

6,0 g de un producto de reacción de Epikote 1001
con 2-metilaminoetanol

5 8,0 g de carbono.

Luego se añadieron:

28,0 g de Epikote 1009 (M.M.E. = 3500), y subsi-
guientemente se agitó la mezcla a 200°C durante otros 90
minutos. Tras enfriar la carga, se molió y tamizó, dando
10 partículas comprendidas entre aproximadamente 8 y 25 μ m.
La Tg era 63°C, y la M.M.E. = 5400, lo que indica que se
había bloqueado aproximadamente 79% de los grupos epoxiú-
cos originales, originalmente presentes en el material de
partida.

15 Un polvo revelador que comprende 4% en peso del
polvo virador así preparado, en mezcla con 96% en peso de
un polvo de hierro, produjo buenas copias y mostró alta
permanencia durante uso prolongado. El polvo virador se
podía fijar a temperaturas relativamente bajas, y tenía
20 alta estabilidad de polvo.

Ejemplo 7

Se repitió el Ejemplo 1, pero prescindiendo del
agente de bloqueo 4 - α , α -dimetilbencilfenol. Tras mezclar
durante dos horas se obtuvo una mezcla caudoide que no se
25 podía moler y ya no se podía fijar.

REIVINDICACIONES

5 Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de la presente solicitud de Patente de Invención, en España, por VEINTE años, son los siguientes.

10 1ª.- Procedimiento para la preparación de un polvo virador fijable por calor, para revelar imágenes electrostáticas latentes, que comprende principalmente partículas de virador finamente dividido que contienen constituyentes colorantes, si se desea un regulador de carga y material termoplástico, caracterizado porque antes de o
15 durante la mezcla con los otros ingredientes se fabrica todo o la mayor parte del material termoplástico, ya sea modificando los grupos epoxídicos de una resina epoxídica con una masa molar de aproximadamente 1000 como máximo, y con una masa molar epoxídica de aproximadamente 700 como máximo, en proporción de aproximadamente 25-95% por bloqueo de dichos grupos epoxídicos haciéndolos reaccionar
20 con un ácido carboxílico, fenol o diarilsulfonamida monofuncionales, y en proporción de aproximadamente 5-75% por enlace y/o unión de dichos grupos epoxídicos mediante reacción intermolecular con los grupos hidroxilo de la propia
25 resina y/o mediante un endurecedor epoxídico, o por mezcla de al menos 20 partes en peso de tal resina epoxídica modificada con como máximo 80 partes en peso de una resina fenoxídica y/o una resina epoxídica modificada que se fabrica bloqueando al menos 5% de los grupos epoxídicos de
30

una resina epoxídica con una masa molar de al menos aproximadamente 1500 y una masa molar epoxídica de al menos aproximadamente 900, por unión y/o enlace mediante reacción intermolecular y/o un endurecedor epoxídico, de manera que se obtenga una resina epoxídica o mezcla de resinas epoxídicas, modificadas, con una masa molar epoxídica entre 2000 y 10.000.

5
10
15
20
25

2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque al menos 20% en peso de la resina epoxídica modificada se fabrica por bloqueo de los grupos epoxídicos de una resina epoxídica líquida con una M.M. de aproximadamente 500 como máximo y una M.M.E. de aproximadamente 300 como máximo, en proporción de aproximadamente 50-95% por reacción química con un ácido carboxílico, renol o diarilsulfonamida monofuncionales, y en proporción de aproximadamente 5-50% por unión o enlace mediante reacción intermolecular y/o un endurecedor epoxídico.

3ª.- Procedimiento según la reivindicación 2ª, caracterizado porque el resto de la resina epoxídica modificada se obtiene por mezcla de una resina fenoxídica y/o mezcla de una resina epoxídica modificada que se fabrica por bloqueo en proporción de 5% de los grupos epoxídicos de una resina epoxídica con una M.M. de al menos aproximadamente 2500 y una M.M.E. de al menos aproximadamente 2000, por unión o enlace mediante reacción intermolecular y/o un endurecedor epoxídico.

4ª.- Procedimiento según las reivindicaciones 1ª, 2ª ó 3ª, caracterizado porque se usa en el procedimiento de bloqueo 4- α , α -dimetilbencilfenol.

5ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª,

30

2ª ó 3ª, caracterizado porque se usa en el procedimiento de bloqueo una bencenosulfonanilida sustituida o no sustituida.

5 6ª.- Procedimiento según una o más de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque una epoxiamina que es el producto de reacción de una epoxiamina con una amina básica se mezcla con la resina epoxídica modificada, o se fabrica antes de o durante la fabricación de la resina epoxídica modificada.

10 7ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque la epoxiamina es el producto de reacción de una amina básica y una resina epoxídica con una M.M. de 1500 como máximo y una M.M.E. entre 150 y 1000.

15 8ª.- Procedimiento según la reivindicación 7ª, caracterizado porque la epoxiamina es el producto de reacción de una resina epoxídica y una amina básica con un valor pKa entre 8 y 11.

20 9ª.-"PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UN POLVO VIRADOR FIJABLE POR CALOR, PARA REVELAR IMAGENES ELECTROSTATICAS LATENTES".

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

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

Madrid, 18.ABR.1979

P.A.

Alberto de Elizaburu
For Foder.

