

①9 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
—
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
—
PARIS
—

①1 N° de publication : **2 574 571**

(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

②1 N° d'enregistrement national : **85 18194**

⑤1 Int Cl^a : G 03 G 9/16; 9/12.

⑫

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②2 Date de dépôt : 9 décembre 1985.

③0 Priorité : US, 10 décembre 1984, n° 06/679 906.

④3 Date de la mise à disposition du public de la
demande : BOPI « Brevets » n° 24 du 13 juin 1986.

⑥0 Références à d'autres documents nationaux appa-
rentés :

⑦1 Demandeur(s) : *Société dite : SAVIN CORPORATION.*
— US.

⑦2 Inventeur(s) : Benzion Landa, Peretz Ben-Auraham, Jo-
seph Hall Jr. et Georgé A. Gibson.

⑦3 Titulaire(s) :

⑦4 Mandataire(s) : Cabinet Beau de Loménie.

⑤4 Agent de virage, composition de développement et procédé de fabrication d'agent de virage pour appareil de
reproduction électrostatique.

⑤7 L'invention concerne des particules d'agent de virage
destinées au développement d'images électrostatiques la-
tentes.

Elle se rapporte à une composition liquide contenant des
particules munies de fibres 4, 5, 6, 7, 8, 12, 14 qui permettent
un emboîtement et un empilement des particules dans une
image développée. De cette manière, les qualités de l'image
peuvent être très bonnes, à la fois au point de vue de la
densité et de la netteté. Les particules sont formées par des
procédés particuliers dans lesquels les particules sont écartées
les unes des autres afin qu'elles forment des fibres.

Application aux copieurs électrostatiques.



FR 2 574 571 - A1

D

L'invention concerne un agent de virage, une composition de développement le contenant et un procédé de fabrication d'un tel agent de virage, utiles pour la reproduction électrostatique.

5 Selon la technique connue, une image électrostatique latente est développée à l'aide de particules d'un agent de virage à sec ou par des particules d'un agent de virage disposées dans un liquide isolant non polaire. Les particules sèches d'agent de virage ne peuvent pas
10 être trop fines, car elles peuvent alors être entraînées par l'air et peuvent présenter un risque sanitaire si elles s'échappent dans l'atmosphère ambiante. En outre, les particules sèches doivent être fixées par fusion à température élevée et nécessitent ainsi une source
15 d'énergie. Le développement des images électrostatiques latentes par des agents secs de virage donne des images qui n'ont pas le degré souhaitable de résolution. Cependant, les agents de virage véhiculés par un liquide peuvent être aussi fins qu'on peut les réaliser puisqu'ils ne
20 risquent pas d'être entraînés dans l'atmosphère. Ainsi, on peut les utiliser pour la formation de copies ayant une résolution élevée.

Une image électrostatique peut être réalisée par disposition d'une charge électrostatique uniforme sur
25 une couche photoconductrice puis par décharge de la charge électrostatique par exposition à un faisceau modulé d'énergie sous forme d'un rayonnement. Il faut noter que d'autres procédés peuvent être utilisés pour la formation d'une image électrostatique, par exemple la réalisation d'un
30 support ayant une surface diélectrique et le report d'une charge électrostatique préalablement formée sur la surface. La charge peut être formée avec un arrangement de styles.

L'invention est décrite en référence aux copieurs de bureaux, mais il faut noter qu'elle s'applique à d'autres
35 applications de l'électrophotographie.

Dans un copieur de bureau, lorsque l'image électrostatique latente a été formée, habituellement

par projection de l'information voulue sur un photoconduc-
teur chargé se trouvant dans l'obscurité, l'image est
développée par un liquide contenant des particules pigmen-
tées d'un agent de virage, dispersées dans un liquide
5 non polaire et non toxique ayant une résistivité élevée
en volume, dépassant 10^9 Ω .cm, une faible constante diélec-
trique, inférieure à 3,0, et une tension élevée de vapeur.
Des liquides qui conviennent, agissant comme des disper-
sants, sont des hydrocarbures aliphatiques isomérisés
10 préparés par Exxon Corporation et vendus sous les marques
de fabrique "ISOPAR-G", "ISOPAR-H", "ISOPAR-L" et "ISOPAR-M",
ayant chacun une température de distillation finale et
une tension de vapeur différentes de celles des autres.

Lorsque l'image a été développée, elle est
15 reportée sur une feuille de support. Pendant le report,
l'image subit dans une certaine mesure un étalement,
un maculage ou un écrasement. La résolution est alors
réduite. En outre, l'ensemble de l'image n'est pas reporté
du photoconducteur à la feuille de support. Il reste
20 ainsi sur le photoconducteur un résidu de l'agent de
virage correspondant à l'image qui vient d'être reportée.
L'effet d'écrasement peut être évité par disposition
d'un espace entre l'image développée sur le photoconducteur
et la feuille de support sur laquelle l'image doit être
25 reportée. La densité de l'image et la résolution du procédé
de transfert dans un tel espace sont bonnes, mais l'inven-
tion les améliore encore.

L'invention concerne d'excellentes particules
d'agent de virage destinées au développement d'images élec-
30 trostatiques latentes avec une densité accrue et une
plus grande résolution, en dispersion dans un véhicule
liquide non polaire, un procédé de fabrication de ces
particules et une composition liquide destinée à la disper-
sion des particules d'agent de virage. L'invention concerne
35 une particule d'agent de virage, de préférence pigmentée,
qui comporte des fibres, des vrilles, des tentatules,
des filets, des fibrilles, des ligaments, des cheveux, des

prolongements, des extensions, des poils, des pics ou analogues (appelés "fibres" dans la suite du présent mémoire).

5 Le brevet des Etats-Unis d'Amérique n° 3 278 439 décrit un mélange sec formant révélateur dans lequel des particules d'un véhicule, ayant des formes irrégulières et constituées d'un matériau ferromagnétique, sont destinées à s'imbriquer, s'emboîter ou se lier afin qu'elles forment une structure analogue à une brosse et destinées à transporter une poudre thermoplastique électroscopique. Ce
10 brevet ne décrit pas l'invention.

Le brevet des Etats-Unis d'Amérique n° 3 419 411 cherche à réaliser un liquide de développement ayant un pigment et une "matière formant un réseau" (colonne 2, lignes 12 et suivantes). Le brevet décrit sa "substance
15 formant un réseau" comme étant "des matières polymères présentant une molécule ramifiée c'est-à-dire différente d'une chaîne linéaire ou d'une chaîne fermée ... qui, en solution apparente dans un liquide, a une structure moléculaire dans laquelle une dimension est supérieure
20 d'au moins un facteur 10 à ses dimensions dans deux autres directions perpendiculaires mutuellement ..." (colonne 2, lignes 31 et suivantes). Ce document suppose que les molécules, linéaires dans une direction seulement, ne
25 sont pas capables de former une fibre de dentelle (colonne 2, lignes 48 et suivantes). On considère que la théorie indiquée n'est pas pertinente. Les dimensions des molécules sont de l'ordre de grandeur de 10 Å. Ceci est tout à fait différent des particules d'agent de virage dans
30 lesquelles les ordres de grandeur sont de l'ordre de milliers d'angstroems. Dans l'exemple 1, ce document décrit la dispersion d'un pigment dans un polystyrène modifié par du caoutchouc. On sait que "Solvesso" 100 a un indice de butanol Kauri de 93. Il dissout donc le composé caout-
35 chouteux. La solution est plus probablement un revêtement qu'un "réseau". L'image est supportée par le revêtement de caoutchouc. Dans l'exemple 2, un vernis d'huile de

lin polymérisée assure la retenue. La cire de paraffine porte simplement le pigment. Le brevet désigne le vernis comme un "adjuvant de broyage". De même, dans l'exemple 3, un vernis contenant de la colophane hydrogénée et de l'huile de lin polymérisée, est utilisé. Là encore, le vernis est appelé "adjuvant de broyage". Dans l'exemple 4, de la cire de paraffine et un vernis sont utilisés dans chacun des quatre agents de virage et sont encore appelés "adjuvants de broyage". Il est important de noter que, lorsque la cire de paraffine est utilisée, l'indice de butanol Kauri KB élevé du "Solvesso" est tel qu'il dissout la cire de paraffine. Ainsi, en ce qui concerne l'exemple 4, l'indice KB du "Solvesso" doit être réduit par dilution par du "Shellsol" T qui a un indice KB de 26 seulement. Il faut noter que, lors de l'utilisation d'un faible indice KB, une bonne résolution n'est pas possible sans une grille en demi-teinte (colonne 6, lignes 1 et suivantes). L'exemple 5 est identique à l'exemple 4, mis à part le fait que le vernis élimine la colophane hydrogénée et remplace le résinate de calcium. Dans l'exemple 6, les agents de virage représentés mettent en oeuvre de la "Lucite" dans du toluène et de l'éthylcellulose dans du "Solvesso". Le toluène a un indice KB dépassant 100. D'après cette description, il apparaît que le pigment assure le développement de l'image et un revêtement de vernis, de cire, d'éthylcellulose, de polystyrène modifié par un caoutchouc ou de "Lucite" se forme sur le pigment déposé. Ce revêtement est formé lorsque la résine ou la cire se dépose alors que le solvant s'évapore. C'est le revêtement déposé sur le pigment qui empêche l'étalement des particules de pigment. Les particules d'agent de virage elles-mêmes n'ont pas de fibres telles que considérées selon la présente invention.

Le brevet des Etats-Unis d'Amérique n° 3 668 127 décrit une particule d'agent de virage ayant un premier revêtement de résine sur un pigment. Ce revêtement est insoluble dans l'agent dispersant. La particule est cependant

revêtue d'un second revêtement résineux qui est gonflable, c'est-à-dire solvatable, dans l'agent dispersant. Selon la présente invention, la résine doit être insoluble aux températures ambiantes et solvatable uniquement aux températures élevées. La possibilité de gonflement de la résine indique que la solvatacion a eu lieu. Dans ce document, rien ne suggère des fibres partant de la particule d'agent de virage, ces fibres étant destinées à s'imbriquer, s'emboîter ou s'empiler afin qu'elles donnent les résultats obtenus selon l'invention.

Le brevet des Etats-Unis d'Amérique n° 3 909 433 concerne une particule d'agent de virage formée par revêtement d'un pigment par une résine dérivée de la colophane. La particule revêtue est alors broyée sous forme d'une poudre fine. Cette poudre est alors mise en suspension dans un véhicule liquide non polaire avec un polymère alkylé d'un monomère hétérocyclique N-vinyle de manière que la particule d'agent de virage revêtue de résine ait une polarité positive. Rien n'indique la présence de fibres.

Le brevet des Etats-Unis d'Amérique n° 3 949 116 cherche à éviter le mouillage du photoconducteur portant l'image électrostatique latente ou de la feuille de support sur laquelle l'image développée doit être reportée, par un excès de liquide. Les brevets obtiennent ce résultat par formation d'un gel d'une résine pigmentée et d'un liquide dispersant, ce gel ayant des propriétés thixotropes. Lorsqu'une image latente doit être développée, le gel est transmis sous un rouleau ou analogue afin que le révélateur passe d'un état gélatineux à un état liquide au voisinage du rouleau. Seule la zone subissant une contrainte de cisaillement se transforme en un liquide. Lorsque la contrainte de cisaillement a disparu, le révélateur reprend l'état gélatineux. Aucun agent de virage ayant des fibres n'est décrit.

Le brevet des Etats-Unis d'Amérique n° 3 998 746 concerne un agent de virage contenant des particules colorées revêtues de caoutchouc. Le revêtement de caoutchouc

est appliqué à partir d'une solution du caoutchouc qui a été soumise à une température élevée supérieure à 150°C. Bien qu'aucune description de particules d'agent de virage comportant des fibres ne soit donnée, il est manifeste que des fibres éventuellement présentes, qui sont la caractéristique essentielle de la présente invention, seraient revêtues du caoutchouc et ne pourraient pas donner les résultats de l'invention.

Le brevet des Etats-Unis d'Amérique n° 4 157 974 décrit un perfectionnement du brevet des Etats-Unis d'Amérique n° 3 939 085 qui décrit un organosol formant un révélateur liquide destiné à développer une image électrostatique latente en formant une image développée collante. Cette image peut être portée sur une feuille de support simplement à cause des propriétés d'adhésivité de l'image et sans utilisation d'un champ électrique. La difficulté présentée par ce type de révélateur est qu'il s'agglomère lorsqu'il n'est pas utilisé. Ce document cherche à former des colloïdes protecteurs destinés à empêcher l'agglomération du polymère pigmenté dans le liquide dispersant. Les brevetés forment des polymères pigmentés qui sont collants. Les images développées, avec les agents de virage, peuvent être transférées par simple contact (colonne 10, lignes 57 et suivantes). L'adhésivité peut être accrue par addition d'un solvant formé d'un hydrocarbure aromatique tel que "Solvesso" 100 (colonne 10, lignes 62 et suivantes). En outre, les particules d'agent de virage sont de forme sphérique (colonne 7, lignes 18 et suivantes). Rien ne suggère un agent de virage ayant des fibres.

Le brevet des Etats-Unis d'Amérique n° 4 411 976 décrit une composition d'agent de virage destinée à être utilisée pour le développement d'une image électrostatique latente dans un espace séparant la feuille de support de l'image développée. Il est vrai que la composition peut être utilisée pour le développement d'une image par report par contact du liquide de développement avec l'image électrostatique latente à développer. Cependant, l'écran-

sement, qui est la caractéristique essentielle supprimée par l'invention, existe véritablement. Ce document ne décrit aucune particule d'agent de virage ayant des fibres. Dans le cas d'un développement par contact et non par
5 l'intermédiaire d'un espace, l'image développée, lorsqu'elle est reportée sur une feuille de papier, présente un phénomène de traversée, dans de nombreux cas.

La demande publiée de brevet japonais n° 56/1981-93330 déposée le 16 juin 1981, qui a été mise à l'inspection
10 publique le 18 décembre 1982 sous le n° 57/1982-207259, décrit la formation de petites saillies à la surface d'une particule sphérique d'un agent de virage. Ces saillies sont formées d'une résine contenant une poudre insoluble. Le rôle des saillies est de permettre un enlèvement facile
15 de l'image développée de la surface sur laquelle elle a été développée afin que la lame qui nettoie la surface ait une plus grande durée de vie. La matière préférée est une résine thermodurcissable. Rien n'est décrit sur la formation de fibres.

La demande de brevet japonais n° 58-2851 publiée le 8 janvier 1983 dont l'inventeur est Obata, décrit la fabrication d'un agent de virage humide destiné à la fabrication de clichés d'impression. Dans ce document, un copolymère d'éthylène et d'acétate de vinyle partiellement saponifié et du noir de carbone sont mélangés à du
25 toluène et le polymère est dissous par chauffage à 80°C. La solution chauffée est alors refroidie avec agitation, dans du n-hexane. Des particules sont formées et précipitent au fond du récipient. Une image électrostatique latente
30 a été développée à partir de l'agent de virage tel que décrit. Un exemple donné est un polymère d'éthylène et d'acétate de vinyle plongé dans de l'azote liquide puis pulvérisé avec un marteau. La poudre ainsi obtenue a été dispersée dans de l'"Isopar H". Rien n'est indiqué sur
35 la plastification du polymère et soit sur la formation d'une éponge soit sur la prévention de la formation d'une éponge afin que des fibres soient formées. Aucune descrip-

tion ne porte sur la formation des fibres à un endroit quelconque. En fait, la formation d'une poudre avec un marteau est contraire à la présence de particules ayant des fibres.

5 L'invention concerne de façon générale la formation d'une particule d'agent de virage possédant une morphologie constituée de nombreuses fibres, ce terme ayant la définition indiquée précédemment. Ces fibres sont formées à partir d'un polymère thermoplastique et sont telles
10 qu'elles peuvent s'imbriquer, s'emboîter ou s'accrocher mutuellement selon un processus physique, dans une image développée avec un liquide de développement dans lequel les particules d'agent de virage selon l'invention ont été dispersées. Le résultat est une image ayant une netteté,
15 une acuité linéaire, c'est-à-dire une acuité des bords, et un degré de résolution très élevés. La caractéristique essentielle de l'image développée est qu'elle possède une bonne résistance à la compression, c'est-à-dire qu'elle peut être reportée de la surface sur laquelle elle est
20 développée à une feuille de support, sans écrasement. Etant donné l'imbricement des particules d'agent de virage, une image épaisse peut être construite, avec cependant une bonne netteté. L'épaisseur peut être réglée par variation du potentiel de la charge appliquée au photoconducteur,
25 par variation du temps de développement, par variation de la concentration des particules d'agent de virage, par variation de la conductivité des particules d'agent de virage, par variation des caractéristiques de la charge des particules d'agent de virage, par variation de la
30 dimension particulaire, ou par variation des propriétés chimiques superficielles des particules. Un tel procédé ou une combinaison quelconque de ces procédés peut être utilisé.

35 En plus de sa propriété d'être thermoplastique et de pouvoir former des fibres telles que décrites précédemment, le polymère doit avoir les caractéristiques suivantes:

1. il doit permettre la dispersion d'un pigment (lorsqu'il est souhaitable qu'un pigment soit présent),

2. il doit être insoluble dans le liquide dispersant à des températures inférieures à 40°C afin qu'il ne se dissolve pas ou ne se solvate pas lors du stockage,

3. il doit pouvoir se solvater à des températures supérieures à 50°C,

4. il doit pouvoir être broyé sous forme de particules dont le diamètre est compris entre 0,1 et 5 µm,

5. il doit pouvoir former une particule de dimension inférieure à 10 µm,

6. il doit pouvoir s'associer par fusion à des températures supérieures à 70°C, et

7. dans les applications à la photocopie, une éponge formée de telles particules (comme décrit dans la suite du présent mémoire) doit avoir une dureté, mesurée au pénétromètre universel de précision, qui dépasse 120, bien que, dans de nombreux cas, un polymère de cette dureté soit encore trop mou.

Les polymères formant les particules d'agent de virage peuvent gonfler ou devenir gélatineux par solvation. Ceci indique la formation de complexes par combinaison des molécules du polymère avec les molécules du liquide dispersant.

Trois procédés de formation de particules d'agent de virage ayant la morphologie fibreuse voulue ont été découverts selon l'invention. L'un comprend essentiellement la dispersion ou la dissolution d'un pigment dans un polymère plastifié à des températures comprises entre 65 et 100°C. La matière plastifiée, après refroidissement, a la forme d'une éponge. Celle-ci est alors brisée en plus petits morceaux et broyée. Ce procédé est décrit plus en détail dans la suite.

Un autre procédé de formation des particules d'agent de virage comprend la dissolution d'un ou plusieurs polymères dans un agent dispersant non polaire, avec les particules d'un pigment tel que du noir de carbone ou analogue. La solution se refroidit alors lentement naturellement, sous agitation, dans une étape essentielle de

ce procédé de formation des particules d'agent de virage ayant des fibres. Lorsque la solution se refroidit, une précipitation se manifeste et les particules précipitées possèdent des fibres qui en dépassent.

5 Un troisième procédé comprend un chauffage d'un polymère au-delà de sa température de fusion et la dispersion d'un pigment dans le polymère. Dans ce procédé, des fibres sont formées par application de forces de traction au polymère thermoplastique pigmenté sans
10 formation initiale d'une éponge.

Les particules fibreuses d'agent de virage formées par l'un quelconque des procédés précités sont dispersées dans un véhicule liquide non polaire, avec un agent directeur de charge connu dans la technique
15 afin qu'une composition de développement soit formée.

L'invention concerne ainsi la formation d'une image électrostatique développée plus dense que les images qui peuvent être réalisées par la technique antérieure.

Elle concerne aussi une composition de développement contenant un agent de virage qui permet un report
20 complet de l'image électrostatique développée.

Elle concerne aussi le report d'une image électrostatique développée sur une feuille sans écrasement.

Elle concerne aussi la formation d'une image
25 électrostatique développée qui peut être reportée avec une résolution élevée.

Elle concerne aussi la formation d'une image électrostatique développée qui peut être reportée avec un contraste exceptionnel.

Elle concerne aussi la formation d'une image
30 électrostatique développée qui peut être reportée sur une feuille sans traversée de celle-ci.

Elle concerne aussi la formation d'images électrostatiques développées qui peuvent être reportées sur
35 des supports en divers matériaux ayant des rugosités superficielles très diverses.

Elle concerne aussi un procédé de fabrication de telles particules d'agent de virage.

Elle concerne aussi une composition liquide, contenant les particules d'agent de virage selon l'invention, destinée au développement d'images électrostatiques par un liquide.

5 D'autres caractéristiques et avantages de l'invention ressortiront mieux de la description qui va suivre, faite en référence aux dessins annexés sur lesquels :

la figure 1 est une photomicrographie au microscope électronique fonctionnant par transmission, avec
10 un grandissement de 13 000, représentant une dispersion contenant les particules d'agent de virage selon l'invention ;

la figure 2 est une photomicrographie au microscope électronique fonctionnant par transmission, d'une
15 particule d'agent de virage représentée sur la figure 1, avec un grandissement de 45 000 ;

la figure 3 est une photomicrographie au microscope électronique fonctionnant par transmission d'une autre
20 particule d'agent de virage selon l'invention, représentée sur la figure 1, avec un grandissement de 45 000 ;

la figure 4 est une photomicrographie au microscope électronique à balayage, avec un grandissement de 1 000,
représentant une éponge réalisée dans une étape intermédiaire d'un procédé de fabrication des particules d'agent de
25 virage selon l'invention ;

la figure 5 est une photomicrographie au microscope électronique à balayage avec un grandissement de
23 800, représentant plusieurs particules d'agent de
30 virage selon l'invention ;

la figure 6 est une photomicrographie au microscope électronique à balayage ayant un grandissement de
38 400, représentant plusieurs particules d'agent de
35 virage selon l'invention ; et

la figure 7 est une photomicrographie au microscope électronique à balayage, avec un grandissement de
20 000, représentant des particules d'agent de virage selon
l'invention préparées par un autre procédé de fabrication
des particules selon l'invention.

La caractéristique essentielle de l'invention est une particule d'agent de virage formée avec des fibres, c'est-à-dire une particule ayant une telle morphologie. La particule d'agent de virage selon l'invention permet la formation d'une composition de développement d'images électrostatiques latentes par dispersion des particules dans de petites quantités d'un liquide non polaire tel que l'"Isopar". Le poids de particules d'agent de virage peut être aussi faible que 0,2 % du poids du liquide dispersant. Les particules d'agent de virage sont pigmentées et sous forme d'une résine polymère. Un agent directeur de charge est ajouté à la composition en petites quantités, pouvant être aussi faibles que 0,1 % du poids des particules d'agent de virage dans la composition de développement. L'agent directeur de charge peut être choisi afin qu'il donne une charge positive ou négative aux particules d'agent de virage, suivant la charge de l'image latente. Les hommes du métier savent que la charge des particules d'agent de virage est en général de polarité opposée à celle de la charge portée par l'image électrostatique latente.

Les liquides dispersants non polaires sont de préférence des hydrocarbures aliphatiques à chaîne ramifiée et plus précisément les "Isopar-G", "Isopar-H", "Isopar-K", "Isopar-L" et "Isopar-M". Ces hydrocarbures sont des coupes étroites de fractions d'hydrocarbures isoparaffiniques ayant des degrés de pureté très élevés. Par exemple, la plage d'ébullition de l'"Isopar-G" est comprise entre 156 et 176°C, la température médiane d'ébullition de l'"Isopar-L" est d'environ 194°C, et l'"Isopar-M" a un point d'éclair de 77°C et une température d'auto-inflammation de 338°C. Des spécifications de fabrication extrêmement sévères limitent la présence d'impuretés telles que le soufre, les acides, les groupes carboxyle et les chlorures, à quelques parties par million. Ces hydrocarbures sont pratiquement inodores et ne possèdent qu'une très faible odeur paraffinique douce. Ils ont une excellente stabilité

d'odeur et sont tous fabriqués par the Exxon Corporation. Des huiles minérales légères telles que "Marcol" 52 ou "Marcol" 62, fabriquées par the Humble Oil and Refining Company peuvent être utilisées. Il s'agit de liquides formés d'hydrocarbures aliphatiques à température d'ébullition plus élevée.

Tous les liquides dispersants ont une résistivité électrique en volume supérieure à $10^9 \Omega \cdot \text{cm}$ et une constante diélectrique inférieure à 3,0. Les tensions de vapeur à 25°C sont inférieures à 10 torr. Un "Isopar" souhaitable est l'"Isopar-G" qui a un point d'éclair de 40°C déterminé par la méthode de la coupelle fermée. L'"Isopar-L" a un point d'éclair de 61°C, déterminé par la même méthode, alors que l'"Isopar-M" a un point d'éclair de 77°C, déterminé par la méthode de Pensky-Martens. Bien qu'on ait décrit des agents dispersants préférables, les caractéristiques essentielles sont la résistivité en volume et la constante diélectrique. En outre, une caractéristique des agents dispersants est leur faible indice de butanol Kauri, voisin de 27 ou 28, suivant la norme ASTM D 1133.

Les polymères utilisés peuvent être thermoplastiques, et les polymères préférés sont connus sous la marque de fabrique "Elvax II" de E.I. du Pont de Nemours & Company. Les résines "Elvax" originales (EVA) étaient des copolymères d'éthylène et d'acétate de vinyle. La nouvelle famille de résines "Elvax" appelée "Elvax II", est formée de copolymères d'éthylène combinant la fonctionnalité d'un acide carboxylique, une masse moléculaire élevée et une bonne stabilité thermique. Les gammes d'indices d'acide sont les suivantes :

Résine	Indice d'acide	Indice de fusion à 190°C
5550	54	10
5610	60	500
5640	60	35
35 5650T*	60	11
5720	66	100
5950	90	25

* "T" désigne un terpolymère.

La stabilité thermique accrue et les meilleures propriétés de résistance mécanique des résines "Elvax II" sont dues à deux facteurs. D'abord, la présence d'un groupe alkyle sur le même atome de carbone de la chaîne polymère auquel est fixé un groupe acide carboxylique accroît la rigidité de la chaîne et l'énergie nécessaire à la rotation de la chaîne polymère. Ensuite, les liaisons hydrogène, obtenues par dimérisation intermoléculaire et intramoléculaire, établissent une configuration stabilisée en résonance.

Les résines préférées de copolymère d'éthylène sont les résines "Elvax II" 5720 et 5610. D'autres polymères qui ont été essayés sont le polypropylène isotactique (cristallin). D'autres polymères qui sont utilisables sont les copolymères "Elvax" originaux et le téréphtalate de polybutyle. D'autres polymères éprouvés sont les séries des polymères d'acrylate d'éthyle et d'éthylène fabriqués par Union Carbide et vendus sous la marque de fabrique "Bakelite". Ces polymères sont par exemple "DPD 6169", "DPDA 6182 naturel" et "DTDA 9169 naturel". D'autres polymères utiles fabriqués par Union Carbide sont les polymères "DPDA 6479 naturel 7" et "DQDA 6832 naturel 7". Il s'agit de résines d'éthylène et d'acétate de vinyle.

Une autre catégorie de polymères utiles pour la mise en oeuvre de l'invention est constituée par les polymères vendus sous la marque de fabrique "Elvacite" par E.I. du Pont de Nemours & Company. Il s'agit de résines de méthacrylate telles que le polyméthacrylate de butyle (qualité 2044), le polyméthacrylate d'éthyle (qualité 2028) et le polyméthacrylate de méthyle (qualité 2041). Le cas échéant, une petite quantité de cire de carnauba peut être ajoutée à la composition. Cependant, ceci a tendance à provoquer une traversée du support et la formation d'une frange d'huile sur la copie et n'est pas avantageux. En outre, lors de l'utilisation d'un polymère dur tel que le 5650T, une petite quantité d'hydroxyéthylcellulose peut être ajoutée. Ceci n'est pas préférable.

Les polymères sont normalement pigmentés afin que l'image latente soit visible, bien que ceci ne soit pas obligatoire dans certaines applications. Le pigment peut être présent en quantité comprise entre 10 et 35 % du poids du polymère, lorsque le pigment est le pigment noir "Cabot Mogul L". Lorsque le pigment est un colorant, il peut être présent en quantité comprise entre 3 et 25 % du poids du polymère. Lorsqu'aucun colorant n'est utilisé, par exemple lors de la fabrication d'un agent de virage pour le développement d'une image latente d'un cliché d'impression, une certaine quantité de silice telle que "Cabosil" peut être ajoutée afin que le broyage soit facilité. Des exemples de pigments sont les suivants : bleu "Monastral" G (C.I. Pigment Blue 15 C.I. n° 74160), rouge de toluidine Y (C.I. Pigment Red 3), magenta "Quindo" (Pigment Red 122), agent de virage écarlate brillant "Indo" (Pigment Red 123, C.I. n° 71145), rouge de toluidine B (C.I. Pigment Red 3), rouge "Watchung" B (C.I. Pigment Red 48), Permanent Rubine F6B13-1731 (Pigment Red 184), jaune "Hansa" (Pigment Yellow 98), jaune "Dalamar" (Pigment Yellow 74, C.I. n° 11741), jaune de toluidine G (C.I. Pigment Yellow 1), bleu "Monastral" B (C.I. Pigment Blue 15), vert "Monastral" B (C.I. Pigment Green 7), pigment écarlate (C.I. Pigment Red 60), brun "Auric" (C.I. Pigment Brown 6), vert "Monastral" G (Pigment Green 7), noir de carbone, et Stirling NS N 774 (Pigment Black 7, C.I. n° 77266). Les indications entre parenthèses correspondent aux désignations de l'ouvrage de référence "Color Index".

Le cas échéant, une matière ferromagnétique finement broyée peut être utilisée comme pigment. Bien que 40 à 80 % environ en poids de noir "Mapico" soient préférables, une quantité d'environ 65 % étant optimale, d'autres matières convenables sont les métaux, notamment le fer, le cobalt, le nickel, divers oxydes magnétiques tels que Fe_2O_3 , Fe_3O_4 et d'autres oxydes magnétiques, certaines ferrites, par exemple de zinc, de cadmium, de baryum, de manganèse, le bioxyde de chrome, divers alliages

magnétiques tels que "Permalloy" et d'autres alliages notamment cobalt-phosphore, cobalt-nickel et analogues, ainsi que des mélanges de telles matières.

5 Une première étape préférable, dans le procédé de fabrication des particules d'agent de virage selon l'invention, comprend la formation d'un gel ou d'une éponge à cellules ouvertes ayant une dureté d'au moins 120, mesurée au pénétrromètre universel de précision (avec minuterie incorporée) n° 73 515, fabriqué par GCA Precision Scientific, et utilisé selon la norme ASTM D5-83. Une 10 aiguille lestée de 1,02 mm de diamètre (masse totale 50 g) pénètre dans les échantillons pendant 5 s.

Dans le procédé de l'invention, le plastifiant peut être identique au véhicule liquide ou un liquide 15 plus lourd tel que "Isopar-M" ou une huile minérale "USP" (viscosité de 36 cSt). Elle est préférable dans le cas des résines "Elvax II". Lorsque le polymère est le chlorure de polyvinyle, le dioctylphtalate est le plastifiant préféré. Dans le cas de "Nylon" (polyamide), de l'alcool 20 benzylique peut être utilisé comme plastifiant. La gamme utile des rapports de plastification va de 1/1 à 1/5, en poids.

L'addition de substances cireuses telles que de la cire de carnauba réduit le temps de broyage. En plus 25 de la cire de carnauba, d'autres substances cireuses telles que le beurre de cacao, la cire japonaise, la cire d'abeilles, la cire microcristalline et des polyoléfines de faible masse moléculaire, telles que le polyéthylène et les copolymères d'éthylène et d'acétate de vinyle, peuvent être ajoutés. Des précautions doivent 30 être prises afin que des cires qui peuvent jouer le rôle d'agents directeurs de charge ne soient pas utilisées.

Dans son aspect le plus simple, le procédé commence, comme indiqué précédemment, par la plastification 35 d'une certaine quantité d'un polymère voulu à l'aide d'un pigment et en coopération avec un plastifiant, et par mélange jusqu'à ce que l'homogénéité soit obtenue. Après

un mélange poussé, le matériau est retiré du broyeur et se refroidit. Il a la forme d'une éponge. Comme indiqué précédemment, l'éponge doit avoir au moins une dureté de 120. Une dureté comprise entre 25 et 45 est préférable.

5 La température de mélange peut être comprise entre 65 et 100°C et elle est de préférence de 90°C. Les temps de mélange peuvent être compris entre 10 min et 3 h. Un temps avantageux est de l'ordre de 90 min. Tout dispositif convenable de mélange ou de malaxage peut être utilisé,

10 par exemple le mélangeur planétaire double "Ross" (fabriqué par Charles Ross and Son, Hauppauge, New York).

Après refroidissement du mélange, celui-ci est tranché en bandes et broyé par un hachoir à viande de tranchage d'emploi universel (fabriqué par General Slicing/Red Goat Dispensers, Murfreesboro, Tennessee).

15 La matière broyée est alors chargée dans un broyeur par attrition, un broyeur à disque, un broyeur à sable, un broyeur d'attrition à roue, un broyeur par énergie vibrante, ou analogue. Le rôle de ce broyage est d'écarter les particules relativement grosses et, dans cette opération, de former des fibres sur les particules d'agent de virage. Ceci est contradictoire avec les agents de virage de la technique antérieure dont le broyage est simplement destiné à réduire la dimension particulaire.

20

25 Une caractéristique importante de ce procédé est le broyage de la composition à l'état humide. Le liquide utilisé pendant l'opération de broyage peut être l'"Isopar-H" qui est présent à raison de 70 à 90 % du poids par rapport au polymère. Pendant le broyage, la dimension

30 particulaire est déterminée par une analyse centrifuge à l'aide d'un analyseur granulométrique centrifuge "Horiba" modèle CAPA 500, fabriqué par Horiba Instruments, Inc., Irvine, Californie. Les transitions thermiques sont mesurées à l'aide d'un analyseur thermique "Du Pont" 1090 à double

35 cellule DSC n° 912, à l'aide de cuves non hermétiques, avec une vitesse de balayage de 20°C/min, dans une gamme de température allant de - 40 à + 200°C et avec plusieurs balayages.

L'évaluation des propriétés de l'agent de virage est réalisée de la manière suivante. Une solution à 5 % de pétronate de baryum basique (Witco Chemical, Sonneborne Division, New York, New York) est préparée dans l'"Isopar-H".

5 La solution concentrée d'agent de virage est diluée jusqu'à une quantité de matières solides de 1,5 % dans "Isopar-H", et 2 kg de cette dispersion sont placés dans la cuve de développement du copieur de bureau "Savin" 870 (Savin Corporation, Stamford, Connecticut). Le pétronate de

10 baryum basique qui constitue un agent directeur de charge, est ajouté progressivement, avec mise à l'équilibre de 24 h après chaque addition. Pour chaque concentration à l'équilibre d'agent directeur de charge, la conductivité de la dispersion est mesurée (avec un dispositif fabriqué par

15 Savin Corporation, Johnson City, New York), et les propriétés de l'agent de virage sont évaluées. La densité de la région continue, l'influence de la fusion sur la densité, la résolution des traits et le rendement de report d'image du photoconducteur au substrat et la qualité générale

20 de l'image sont évaluées sur plusieurs substrats : un substrat glacé pour impression offset "Plainwell", des papiers "Savin" 2200 et 2100 et "Gilbert Bond" (50 % de chiffon), et sur une matière transparente "Savin" (lisse et mate).

25 Après la fin du broyage, la composition peut être filtrée ou séparée par centrifugation. Le filtrat est alors dispersé dans l'"Isopar-H" et est mélangé à un agent directeur de charge afin qu'une solution concentrée soit formée. Celle-ci a une teneur en matières solides

30 de 10 à 30 % en poids. La quantité d'agent directeur de charge dépend de ses caractéristiques et des critères fixés par l'utilisation de l'agent de virage.

Dans une opération au cours de laquelle le polymère d'origine n'a pas été plastifié, il n'est pas

35 souhaitable d'utiliser un polymère dont la température de fusion dépasse 160°C. L'opération de mélange et l'opération de broyage humide prennent beaucoup plus de temps dans le

cas d'un polymère non plastifié. On a constaté qu'il était avantageux d'ajouter un plastifiant, dans la première étape, dans un rapport de l'ordre de trois parties de plastifiant pour une partie de résine, en poids.

5 Des exemples du procédé de formation des particules d'agent de virage sont donnés à titre purement illustratif et non limitatif.

Exemple 1

10 On a combiné dans un mélangeur planétaire "Ross", 500 g de polymère "Elvax II" 5720 et 500 g d'"Isopar-L" à 78°C. Après mélange pendant 30 min, on a ajouté 125 g de noir de carbone ("Mogul L"), et le mélange a été poursuivi pendant 1 h à 82°C. A ce moment, l'addition de 1 000 g d'"Isopar-L" a commencé et a été poursuivie pendant 1 h.

15 La matière a été évacuée à 90°C par un orifice de 0,5 mm dans de l'eau glacée. La matière avait la forme d'une éponge. L'éponge a été transmise à un hachoir à viande qui l'a sectionnée en morceaux de dimension permettant son passage par un tamis à orifices de 297 µm. Les morceaux ont subi

20 alors l'opération de broyage humide. 28,8 g de morceaux d'éponge ont été broyés avec 171,2 g d'"Isopar-H" pendant une période de 75,5 h dans un appareil "Attritor" 0-1 (Union Process Company) ayant un refroidissement par l'eau du robinet et des billes d'acier de 4,8 mm. Le broyage a

25 écarté les particules de polymère élastomère avec formation de fibres. La solution concentrée a été diluée à 2 % de matières solides et un agent directeur de charge a été ajouté afin qu'un liquide de développement soit constitué. L'agent directeur de charge a été ajouté à un certain

30 nombre d'échantillons en quantités variant entre 1 et 100 milligrammes par gramme de matières solides de l'agent de virage. Un liquide de développement a alors été dilué par l'"Isopar-G" afin que les particules d'agent de virage soient présentes à raison de 0,2 % en poids par rapport à

35 l'agent dispersant "Isopar", et les copies ont été réalisées sur un copieur "Savin" 870. Après report de l'image électrostatique développée sur une feuille, le copieur a été arrêté et des morceaux de ruban adhésif ont été placés

sur le photoconducteur afin que le résidu de l'image développée soit retiré du photoconducteur. On constate que le report a dépassé 90 %.

Exemple 2

5 Dans un mélangeur planétaire "Ross", 750 g de "Elvax II" 5610 et 353 g d'"Isopar-G" ont été combinés à 85°C. Après mélange pendant 30 min, un mélange broyé de 132 g de pigment bleu Monastral BT-383-D et de 397 g d'"Isopar-H" a été ajouté et mélangé pendant 1 h. A ce moment, 2250 g d'"Isopar-G" ont été ajoutés sur une période 10 d'une heure, et le mélange a alors été agité pendant 30 min. Une éponge ainsi formée a été refroidie à 80°C et évacuée avec une pompe dans des cuves d'aluminium. Après refroidissement de l'éponge, elle a subi une abrasion à 15 une faible dimension particulière comme décrit dans l'exemple 1. Un appareil "Attritor" S-0, ayant un refroidissement par de l'eau du robinet et muni de billes d'acier de 4,8 mm, a reçu 1101 g des particules d'éponge et 899 g d'"Isopar-H". Le mélange a été broyé pendant 65 h. La matière broyée 20 a alors été utilisée comme décrit dans l'exemple 1 pour la formation d'un liquide de développement, et on a noté un mauvais report.

Exemple 3

25 Le procédé de l'exemple 1 a été utilisé avec un mélange de 25 parties en poids de résine "Elvax II" 5650T, 50 parties en poids d'"Unirez" (résine polyamide de Union Camp), et 25 % en poids de noir de carbone, par rapport à la teneur en matières solides du mélange. Pendant l'opération de broyage, on n'a pas constaté la formation de 30 fibres convenables. Cette composition n'est pas avantageuse puisque de nombreuses fibres sont cassées à cause de leur fragilité.

Exemple 4

35 Lorsque le procédé de l'exemple 1 est suivi avec un polymère de 4-méthylpentène, on constate que le polymère ne disperse pas facilement le noir de carbone.

Exemple 5

On a mélangé 500 g de "Bakélite" DPD 6169 avec

500 g d'"Isopar-L" dans un mélangeur planétaire "Ross" à 100°C pendant 1 h. On a alors ajouté 166,6 g de noir de carbone ("Mogul L") au mélange et on l'a mélangé pendant 1 h supplémentaire, moment auquel on a constaté que le mélange était homogène. On l'a alors évacué dans des moules à gâteaux et on l'a laissé se refroidir. Le procédé de l'exemple 1 a été suivi et on a obtenu d'excellents résultats. Un report pratiquement total a été obtenu sur une feuille de support formée de papier revêtu d'argile (papier pour imprimeur). Il s'agissait d'une surface lisse et non absorbante. On n'a pas observé d'écrasement ou de salissure, et l'acuité et la définition des bords étaient tout à fait exceptionnelles. La satisfaction de cet essai s'est révélée particulièrement difficile dans le cas des agents de virage véhiculés par un liquide, de type connu.

Exemple 6

On a placé 37,5 parties en poids de cire de carnauba, 37,5 parties en poids de polypropylène et 25 parties en poids de noir de carbone dans un mélangeur planétaire "Ross" et on a mélangé le tout jusqu'à ce qu'il soit homogène. On l'a alors retiré, laissé se refroidir et traité comme décrit dans l'exemple 1. Il est resté pendant 36 h dans l'"Attritor" et on l'a alors étudié. On a constaté que le report de l'image développée, au lieu d'être de 90 % ou plus, n'était que de l'ordre de 60 %. Cependant, une image satisfaisante a été obtenue.

Exemple 7

On a combiné, dans un mélangeur planétaire "Ross", 1 kg de "Elvax II" 5720 et 1 kg d'"Isopar-L" à 85°C, et on a mélangé pendant 30 min. A ce moment, on a ajouté 176 g de silice "Cabosil" et on a mélangé la matière pendant 1 h. La matière a alors été avacuée dans des cuves d'aluminium et refroidie à température ambiante. Après usure sous forme de particules comme indiqué dans l'exemple 1, l'éponge a été soumise à un broyage dans un broyeur "Attritor" pendant 25 h. La présence de silice facilite le broyage. Aucun

pigment noir ou coloré n'était présent dans l'agent de virage. Celui-ci a pu être utilisé comme réserve contre l'attaque chimique pour la fabrication de plaquettes de circuit imprimé et pour la fabrication de clichés d'impression et analogues.

Exemple 8

On a mélangé, dans un mélangeur planétaire "Ross" à double paroi, 500 g de polymère "Elvax II" 5720 et 250 g d'"Isopar-L" à une température de 90°C afin que le polymère soit plastifié. On a alors ajouté 166,6 g de noir de carbone ("Mogul L") et on a mélangé le tout jusqu'à la dispersion du pigment. Cette dispersion a été obtenue en une heure environ, l'ensemble formant une masse visqueuse. L'agitation a été poursuivie avec addition de 1750 g supplémentaires d'"Isopar-L" sur une période de 2 h. Lorsque la matière a été homogène, le chauffage a été interrompu et l'agitation a été poursuivie. Le mélange avait atteint une température ambiante de 25°C environ. La poursuite de l'agitation pendant le refroidissement du mélange est une caractéristique primordiale de ce procédé de formation des particules d'agent de virage ayant de nombreuses fibres. L'opération empêche la formation d'une éponge et permet la précipitation des particules pigmentées d'agent de virage à partir de la dispersion formée par addition de la quantité supplémentaire d'"Isopar-L", et assure l'encapsulation ou l'association d'une autre manière du pigment et du polymère. Les éléments de mélange du mélangeur fonctionnent par rotation à environ 20 tr/min. Lorsque les particules d'agent de virage pigmentées qui viennent d'être formées ont été ainsi préparées, elles sont présentes à raison d'environ 30 % en poids par rapport au poids du liquide. Il faut noter que d'autres liquides non polaires ayant des tensions de vapeur élevées, tels que d'autres "Isopars" ou des hydrocarbures liquides légers, peuvent être utilisés sous forme liquide. Le liquide de développement qui a une concentration élevée de particules d'agent de virage, peut être conditionné et dilué dans un copieur,

le cas échéant, le récipient de mélange peut être refroidi par de l'eau du robinet et la formation des particules d'agent de virage portant des fibres peut être accélérée. On peut utiliser un mélange d'un certain nombre de polymères différents simultanément. Un agent convenable directeur de charge peut être ajouté pendant la période d'agitation ou a tout moment commode. La composition liquide de développement est alors aspirée hors du récipient. La concentration des particules d'agent de virage a été réduite à 2 % en poids avec l'"Isopar" et un agent de virage ainsi préparé a été utilisé pour le développement d'une image électrostatique latente dans un copieur de bureau "Savin". L'image développée a été reportée sur une feuille et on a constaté qu'elle avait d'excellentes caractéristiques de densité élevée et d'excellentes résolutions. En outre, le report de la surface du photoconducteur à feuille de support était excellent, et le résidu à la surface du photoconducteur était réduit.

Exemple 9

On dépose, dans un mélangeur planétaire "Ross", 166 g de "Mogul L", 500 g de résine "Elvax II" de qualité 5720 et 500 g d'"Isopar-L", le mélange étant chauffé à 90°C. Le mélange a été agité vigoureusement et la température a été maintenue à $90 \pm 10^\circ\text{C}$, jusqu'à dispersion poussée du pigment. 1 500 g d'"Isopar-L" ont alors été ajoutés lentement. Le mélange homogène a alors été évacué dans un moule métallique peu profond et refroidi à température ambiante avec formation d'une matière gélatineuse donnant, au pénétromètre, une lecture de $35 \pm 0,5$. Cette matière spongieuse a alors été découpée en petites bandes et broyée à l'aide du hachoir à viande d'emploi universel (fabriqué par General Slicing/Red Goa Dispensers, Murfreesboro, Tennessee). De l'"Isopar-H" et 665 g de la matière spongieuse broyée ont été chargés dans un broyeur à boulets avec agitation du type "Attritor" 1-S (Union Process Company, Akron, Ohio) contenant des billes d'acier inoxydable de 4,8 mm, afin que les particules subissent une

réduction finale de dimension. Le broyeur fonctionnait à faible vitesse pendant le chargement. Lorsque l'addition a été terminée, la vitesse de broyage a été augmentée et le broyage a été poursuivi pendant 30 h environ afin que
5 la répartition granulométrique soit telle que 10 % au plus des particules aient une dimension supérieure à 3 μm (déterminée en surface) et de manière que la dimension particulière moyenne (déterminée en surface) soit de $1,0 \pm 0,5 \mu\text{m}$. Le broyeur a été déchargé et la dispersion a été diluée
10 dans une quantité supplémentaire d'"Isopar-H" avec formation d'une composition liquide de développement électrographique à 2 % de matières solides.

Les propriétés ont été déterminées pour deux concentrations d'un agent directeur de charge, 37 et
15 47 mg/g de matières solides de l'agent de virage, par mise en oeuvre du procédé décrit précédemment. La concentration de 47 mg/g est proche de la valeur optimale pour la qualité de l'image. La qualité globale de l'image est bonne, avec un faible écrasement et une bonne acuité des bords, par
20 rapport aux images obtenues avec un agent de virage "Savin" 870 du commerce. Le rendement de report de l'image est aussi amélioré par rapport à celui qui est observé avec l'agent de virage du commerce. La densité des plages continues et la résolution des traits sont aussi excel-
25 lentes.

Le liquide perfectionné de développement réalisé avec les particules d'agent de virage selon l'invention, utilisé sur un papier glacé pour impression offset "Plainwell", a donné une densité relativement élevée
30 de 3,0 avec une résolution de 9 paires de traits par millimètre. La résolution, obtenue sur du papier "Savin" 2100, est restée à 9, mais la densité mesurée au densitomètre "Macbeth" par réflexion, est tombée à 1,6. Sur une matière mate et transparente, la résolution est tombée à
35 8 et la densité à 1,6. Sur une matière lisse et transparente, la densité a été portée à 1,9 et la résolution était de 9. Sur du papier "Gilbert Bond", la densité

est tombée à 1 et la résolution était de 6,3. Ceci est à comparer à l'agent de virage "Savin" de type connu pour lequel la densité était de 1,6 pour le papier glacé d'impression offset "Plainwell", avec une résolution de 8, la densité de 1,4 sur le papier 2100 avec une résolution de 8, la densité de 1,2 et une résolution de 5 sur une matière lisse et transparente, la densité de 1,2 et une résolution de 10 sur une matière mate et transparente, et la densité de 1 et une résolution de 5 sur le papier "Gilbert Bond". Le rendement de report d'une image développée avec l'agent de virage selon l'invention est d'environ 80 % alors qu'il est de 60 % dans le cas de l'agent connu.

Exemple 10

On a chargé 500 g d'"Isopar-L" chauffé à 110°C et 214,2 g de pigment "Mogul 1" et 500 g de résine "Elvax II" de qualité 5720 dans un mélangeur planétaire double "Ross". Le mélange a été agité soigneusement jusqu'à dispersion du pigment. 2 000 g d'"Isopar-L" ont alors été lentement ajoutés jusqu'à ce que le mélange soit homogène. On l'a alors évacué, refroidi, décheté et broyé comme décrit dans l'exemple 9. L'éponge ainsi formée avait une lecture, au pénétromètre, de $35,0 \pm 0,5$. La qualité de l'agent de virage a été déterminée par les opérations indiquées dans l'exemple 9. La réduction finale de dimension des particules a été réalisée comme dans l'exemple 9. On a obtenu une résolution, un report et une densité optique excellents.

Exemple 11

On a répété l'exemple 9 (500 g de résine "Elvax II" de qualité 5720, 500 g d'"Isopar-L"), mais on a utilisé 88,2 g du pigment "Mogul L". On a agité le mélange à 70°C et maintenu la température jusqu'à dispersion poussée du pigment. On n'a pas ajouté de plastifiant supplémentaire. On a utilisé, pour le broyage, 330 g de matière spongieuse broyée et 1 800 g d'"Isopar-H". L'éponge pigmentée avait une lecture au pénétromètre de $1,0 \pm 0,5$. Les caractéris-

tiques de l'agent de virage étaient égales à celles de l'agent de l'exemple 1.

Exemple 12

On a préparé une composition d'agent de virage magnétique-électrostatique à l'aide du pigment "Day Ferrix" 8600 (Fe_3O_4 de $0,2 \mu\text{m}$). De la résine "Elvax II" 5720 (25 g) de l'"Isopar-L" (125 g) et du "Day Ferro" (25 g) ont été chargés dans un broyeur "Attritor" pneumatique 01 à 90°C et mélangés jusqu'à ce que le mélange obtenu soit homogène. Le broyeur a été refroidi à température ambiante alors que le broyage a été poursuivi, et de l'"Isopar-H" (150 g) a été ajouté. Le broyage a été poursuivi à température ambiante jusqu'à l'obtention d'une dimension particulière voisine de $2 \mu\text{m}$. La dispersion a alors été diluée par de l'"Isopar-H" et un agent directeur de charge a été ajouté. L'agent de virage a été utilisé de la manière suivante.

Un cliché d'impression magnétique a été préparé par formation d'une image avec un éclair sur un film revêtu de CrO_2 à structure magnétique (base de "Mylar" aluminée de $0,1 \text{ mm}$ d'épaisseur, portant une couche de CrO_2 de $5 \mu\text{m}$). L'oxyde de chrome a pris une structure magnétique correspondant à 394 traits par centimètre. L'image a été formée avec un éclair à l'aide d'un appareil "Cirtrak" fonctionnant à un réglage d'énergie de 87. Le cliché d'impression magnétique a été monté sur un tambour d'impression d'un copieur "Savin" 770 à la place de la couche de sélénium normalement utilisée. La machine a été chargée de l'agent électrostatique-magnétique de virage décrit précédemment. On a obtenu des images sur papier par fonctionnement de la machine de manière classique, mais l'électrode de charge a été arrêtée et l'électrode de développement et le film de CrO_2 ont été mis à la masse. Les surfaces du métal ont aussi reçu des images par mise en oeuvre de ce procédé.

Exemple 13

On a utilisé le même procédé que dans l'exemple 9

avec 450 g de résine "Elvax II" 5720 dans un mélangeur "Baker-Perkins" dans lequel la température de la double enveloppe a été portée à 125°C avec de la vapeur d'eau, et le mélange a commencé et a été poursuivi à cette température jusqu'à fusion de la résine qui a eu lieu à 103°C. Le mélange a été poursuivi avec addition de 125,5 g de colorant magenta "Quindo" et 23,9 g d'agent de virage écarlate brillant Indo. La dispersion à l'état fondu a été poursuivie pendant 23 h, et 450 g d'"Isopar-L" ont été ajoutés et le mélange a été poursuivi jusqu'à obtention d'un mélange homogène. Celui-ci a été évacué dans une cuve et refroidi afin qu'il donne 856,1 g d'une première éponge polymère pigmentée. Cette éponge a été refroidie cryogéniquement à l'azote liquide puis brisée avec un marteau. Les morceaux ainsi formés ont été placés dans une étuve sous vide à 50°C afin que l'eau qui s'est condensée sur les fragments refroidis soit chassée.

Un autre gel pigmenté a été préparé par ce procédé avec la résine "Elvax II" 5610, mais la température pendant la préparation de la matière fondue a été maintenue à 122°C et la dispersion à l'état fondu a été poursuivie pendant 19 h, la température de la double enveloppe a alors été abaissée à 100°C avant addition d'"Isopar-L". L'agitation a été poursuivie pendant 2 h afin que 934,3 g d'une seconde éponge polymère pigmentée soient formés.

Un mélange de 71 g de la première éponge polymère pigmentée et 29 g de la seconde éponge polymère pigmentée, avec 129 g d'"Isopar-L", a été placé dans un bécher de matière plastique ayant un mélangeur "Jiffy" et un agitateur exerçant un couple élevé. Le bécher a été placé au bain-marie à 90°C et agité pendant 2 h. Le mélange chaud a alors été coulé dans un bocal et a donné 197,5 g d'éponge polymère de couleur magenta ayant une lecture au pénétromètre de 34. Cette éponge a alors été pulvérisée. 120 g d'"Isopar-H" ont été placés dans un mélangeur "Attritor" type 01 (Union Process Company) équipé de billes d'acier inoxydable de 4,8 mm. Le moteur pneumatique a été mis

en route à faible vitesse pendant l'addition de 128 g d'éponge polymère magenta pulvérisée. Après l'addition de l'éponge, la quantité d'air transmise au moteur a été portée à 2,8 bars et la double enveloppe du mélangeur a été refroidie par de l'eau froide du robinet. Le mélangeur a fonctionné pendant 29,5 h et a formé une suspension d'agent de virage. Elle a été alors passée dans un filtre à peinture de qualité grossière, avec une quantité supplémentaire d'"Isopar-H" afin que l'agent de virage ait une concentration de 2 % de matières solides. Une analyse granulométrique a indiqué que la dimension moyenne des particules (en surface) était de 1,21 μm . L'agent obtenu de virage a donné des images non satisfaisantes.

Exemple 14

On a chauffé 75 g de résine "Elvax II" 5610 à 100°C et on l'a fondue sur les cylindres d'une calandre. On a ajouté 15 g d'une huile minérale ("Marcol 52") et on mélangé alors 15 g de noir de carbone. Le mélange est devenu homogène en une heure environ et la matière fondue a été retirée des cylindres. Le mélange a été refroidi à l'azote liquide et transféré dans un broyeur centrifuge "Brinkman" ZM1. On a alors placé 29,2 g de la matière broyée et 160 g d'"Isopar-H" dans un broyeur de recherche "Attritor" (modèle 01 de Union Process Company) ayant un dispositif de refroidissement par l'eau du robinet et des billes d'acier de 4,8 mm. Le mélange a été broyé 24 h et avait alors la morphologie selon l'invention, c'est-à-dire de nombreuses fibres. Il faut noter que, lorsqu'une poudre sèche est formée par broyage, la matière broyée est tamisée ordinairement par un tamis à orifices de 105 μm . Après broyage, la poudre sèche a été diluée afin qu'elle forme une composition liquide, et un agent directeur de charge a été ajouté. Plusieurs échantillons ont été formés avec diverses quantités d'agent directeur de charge comprises entre 1 et 100 milligrammes par gramme de matières solides de l'agent de virage. Lorsqu'une quantité suffisante de plastifiant est ajoutée au polymère dans la première

étape pour la formation d'une éponge, le polymère est suffisamment mou pour qu'il n'ait pas à être broyé cryogéniquement.

Il faut noter qu'on peut mélanger un certain nombre de polymères avec les copolymères d'éthylène et d'acétate de vinyle, par exemple du polypropylène, des polyamides et analogues. On a noté que l'utilisation d'adjuvants tels que du polyéthylène, de la cire de carnauba ou analogue, réduit le temps de broyage et réduit aussi le nombre de fibres fixées aux noyaux polymères. On a préparé un grand nombre de particules d'agent de virage ayant des fibres à l'aide de diverses résines thermoplastiques. Des compositions liquides d'agent de virage contenant les particules selon l'invention dispersées dans la masse présentent des perfectionnements divers portant sur la densité et la résolution qui sont accrues. Ces compositions liquides permettent le développement d'images électrostatiques et les images développées permettent un meilleur report du photoconducteur ou de la surface diélectrique à une feuille de support. Les excellents résultats sont aussi obtenus sur des feuilles de support ayant des surfaces dont les rugosités sont diverses.

Exemple 15

On a utilisé 37,5 % en poids de résine "Elvax II" de qualité 5610, 37,5 % en poids de résine "Elvax II" de qualité 5640 et 25 % en poids de noir de carbone (Mogul L") dans le procédé de l'exemple 1. Un liquide de développement à 2 % de matières solides dans le concentré ainsi formé, utilisé pour le développement de l'image électrostatique latente, a donné des images denses et une excellente résolution des traits. En outre, le report de l'image du photoconducteur à la feuille de support a donné un rendement excellent, lors de l'utilisation sur un copieur "Savin" 870.

Exemple 16

Cet exemple est semblable à l'exemple 15 mais 37,5 % en poids de résine "Elvax II" de qualité 5720 sont utilisés à la place de la résine de qualité 5640. Les

images et le rendement de report sont semblables ou supérieurs à ceux de l'exemple 15.

Exemple 17

5 On utilise le procédé de l'exemple 1 avec 97 % en poids de polymère "Elvax II" de qualité 5720 et 3 % de pigment bleu "Monastral" G (fabriqué par E.I. Du Pont De Nemours & Company). On a obtenu des images ne donnant pas satisfaction.

Exemple 18

10 On a répété l'exemple 23 avec 2,7 g de pigment bleu BT-383D CPC et 8,0 g de silice fumée ("Cab-O-Sil" HF-5) à la place du noir de carbone "Mogul L". La résolution était égale à 9, le rendement de report de 75 % et la densité était de 2,0.

Exemple 19

15 On a répété l'exemple 23 qui suit à l'aide de 0,6 g de "RV 6300" et 3,1 g de "RV 6803" (il s'agit de deux pigments magenta) et 4,8 g de silice "Cab-O-Sil" EH-5 à la place du noir de carbone "Mogul L". La résolution
20 était de 6,3, le rendement de report de 84 % et la densité de 1,7.

Exemple 20

25 On a répété l'exemple 8 avec 35 g de jaune Dalamar YT-858D et 95 g de "Cab-O-Sil" EH-5 à la place du noir de carbone "Mogul L". La résolution était de 4,5, le rendement de report de 40 % et la densité de 0,9. Une mauvaise qualité d'image était due à une adhérence excessive et un comportement très tentaculaire, à l'excès.

Exemple 21

30 On a préparé une image d'agent de virage sur un substrat conducteur. L'opération peut être réalisée par exemple avec un agent de virage de l'exemple 1 sur un copieur "Savin" 870, le substrat étant du "Mylar" aluminé,
35 ou par report d'une image d'agent de virage d'un support intermédiaire sur une plaque de cuivre. Le métal exposé a été attaqué avec une solution acide (161 g de dihydrate de chlorure cuivrique, 568 cm³ d'acide chlorhydrique

concentré et 350 cm³ d'eau). L'agent de virage a alors été dissous (toluène et n-butanol dans un rapport 1/1 à chaud) afin qu'un dessin conducteur soit formé avec la même qualité d'image que l'image originale formée par l'agent de virage.

Exemple 22

On a placé 500 g d'"Isopar-L" et 500 g de résine "Elvax II" de qualité 5720 dans le mélangeur "Ross". Le mélange a été agité et chauffé à 85-90°C jusqu'à ce que la résine fonde. On a alors ajouté 66,7 g de jaune Dalamar YT-858D et 100 g de silice "Cab-O-Sil" M-5. Le mélange a été poursuivi à la même température jusqu'à la dispersion des pigments. 1 500 g d'"Isopar-L" ont alors été ajoutés en plus avec une vitesse telle que la température a été maintenue à 85-90°C. Après addition de tout l'"Isopar", le gel relativement liquide a été versé dans des moules à gâteaux et s'est refroidi à température ambiante. Une partie du gel a été broyée dans un mélangeur "Waring". 100 g du gel broyé et 100 g d'"Isopar-H" ont été placés dans un bocal de broyage de céramique contenant 750 g de cylindres de "Burundum" de 2,54 x 2,54 cm. Le bocal a été placé sur des rouleaux tournant à 250 tr/min et a tourné pendant 186 h. La solution concentrée résultante a été retirée du bocal et diluée par une quantité supplémentaire d'"Isopar-H" et par un agent directeur de charge tel que décrit dans l'exemple 1 afin qu'un agent jaune de virage soit obtenu. La résolution était de 6,3, le rendement de report de 63 % et la densité de 1,4 à 1,5.

Exemple 23

Cet exemple permet la préparation d'un agent liquide de virage dans un seul appareil et sans manutention de la matière entre les étapes. 25 g de résine "Elvax II" 5720 et 125 g d'"Isopar-L" sont chauffés à 90°C dans un broyeur "Attritor" pneumatique 01 et broyés par des billes d'acier inoxydable de 4,8 mm. Lorsque le mélange de résine et de solvant est homogène, on ajoute et on broie 8,0 g de noir de carbone "Mogul L" jusqu'à dispersion. Dans une variante, le pigment peut être ajouté

avec la résine et l'"Isopar-L" et broyé à 90°C jusqu'à dispersion du pigment. Le broyeur est refroidi à température ambiante pendant le broyage et 130 g d'"Isopar-H" sont ajoutés. Le broyage est poursuivi à température ambiante
5 jusqu'à l'obtention de la dimension particulaire voulue, de 1 à 2 µm. La dispersion est alors diluée par de l'"Isopar-H" et reçoit un agent directeur de charge. L'agent de virage préparé par cette opération est équivalent de celui de l'exemple 9.

10 A l'aide de ce procédé, on broie 200 g de résine "Elvax II" 5720, 67 g de noir de carbone "Mogul L", 1000 g d'"Isopar-L" et 700 g d'"Isopar-H" dans un broyeur "Attritor" 1-S avec formation d'un agent de virage qui équivaut à celui de l'exemple 9.

15 On se réfère maintenant aux dessins ; les particules d'agent de virage représentées sur les figures 1, 2 et 3 et l'éponge représentée sur la figure 4 sont toutes formées de la résine "Elvax II" de qualité 5720. Ces photomicrographies ont été réalisées par transmission.
20 Sur ces photomicrographies, une grille de cuivre a été revêtue d'une couche de collodion qui a subi une évaporation à température ambiante. Une goutte du liquide de développement, diluée à 3 % de matières solides de l'agent de virage, a été placée sur la grille ainsi préparée et s'est
25 évaporée. L'échantillon a été placé directement dans la cavité du microscope électronique, puis examiné.

Sur la figure 1, la particule 2 d'agent de virage présente des vrilles ou fibres 4, 5 et 6. Les vrilles 7 et 8 se sont associées à un groupe de particules
30 d'agent de virage. La particule 10 qui s'est détachée est munie de fibres 12 et 14. Le grandissement était de 13 000.

La figure 2 est une photomicrographie d'une particule 2 d'agent de virage de la figure 1, avec un grandissement de 45 000. On note que la fibre 8 est fixée au
35 groupe de particules 2 d'agent de virage alors que la fibre 7 dépasse d'une particule adjacente.

La figure 3 est une photomicrographie de la parti-

cule 10 représentée sur la figure 1 à un grandissement de 45 000. On note que des fibrilles partent de la particule 10 vers un groupe adjacent de particules.

5 Il faut noter qu'il est difficile d'obtenir de bonnes images de la morphologie de l'agent de virage car le faisceau électronique a tendance à faire fondre les fibres et à déguiser leur morphologie dans une certaine mesure.

10 La figure 4 représente une éponge, comme décrit précédemment, formée d'un polymère plastifié. Le grandissement de cette photomicrographie est égal à 1000, et les onze points représentés à la partie inférieure de la photomicrographie recouvrent une distance de 30 μm .

15 Les figures 5, 6 et 7 sont des photomicrographies réalisées avec un microscope à balayage. Lors de la mise en oeuvre de cet appareillage, une goutte de liquide de développement ayant une teneur en agent de virage de 2 % peut s'évaporer sur une lame de verre. Lorsque le liquide s'est évaporé à température ambiante, la lame
20 est cassée et un ou plusieurs morceaux sont associés à un adhésif conducteur ou à un ou plusieurs morceaux d'aluminium. Ces morceaux sont alors revêtus d'une couche d'or de 100 Å d'épaisseur, par dépôt sous vide, et l'échantillon est placé dans la cavité du microscope électronique.

25 L'échantillon représenté sur la figure 5 a été réalisé avec le liquide de développement de l'exemple 15. Le grandissement était de 23 800. Plusieurs niveaux de particules d'agent de virage apparaissent clairement sur la photomicrographie. La particule 30 a des fibrilles
30 32, 34 et 36 qui en dépassent. La particule 29 a une fibrille 18 qui en dépasse. Les fibres 24 et 26 partent d'une particule qui apparaît à un niveau plus éloigné. La particule 19 a des fibrilles 16 et 22 qui en dépassent. La particule 23 a une fibrille qui en dépasse. La particule
35 26 a une fibrille 20 qui en dépasse. Il faut noter que, pendant la prise de la photomicrographie, de nombreuses fibres dont des vestiges apparaissent ont été fondues par le faisceau d'électrons.

La figure 6 est une autre photomicrographie réalisée avec balayage, pour la composition de l'exemple 15. Le grandissement était de 38 400. Les traits alternés blanc et noir du côté droit du dessin représentent un micron. Les fibres des divers niveaux sont clairement représentées sur le dessin. Des fibres 62, 64 et 66 sont représentées comme partant de la particule 60. La fibre 68 est aussi représentée mais elle part d'une particule non identifiée. D'autres fibres sont représentées à des niveaux inférieurs.

La figure 7 représente plusieurs particules d'agent de virage préparées par mise en oeuvre d'un procédé selon l'invention de l'exemple 8, qui est le procédé le plus avantageux. La résine était la résine "Elvax II" de qualité 5720, c'est-à-dire le polymère le plus avantageux. Le grandissement était de 20 000. Les particules d'agent de virage ayant plusieurs fibres dont de nombreuses imbriquées, apparaissent clairement sur la figure.

Bien que l'invention ne soit pas limitée par une explication théorique quelconque, il apparaît que, en dispersion, toutes les particules d'agent de virage ont la même polarité de charge. Lorsque les particules se rapprochent, elles se repoussent étant donné qu'elles possèdent toutes des charges de même polarité. Lorsque l'image latente est développée, les particules d'agent de virage sont obligées de se diriger vers cette image électrostatique latente qui a un potentiel élevé et une charge de polarité opposée. Les particules sont donc obligées de s'associer et de s'empiler ou de s'imbriquer. L'intensité de l'image est telle que, lorsque le papier a une surface rugueuse, l'image forme des ponts sur les creux. Lorsque l'image est reportée sur une feuille, comme la charge de report est supérieure à la charge de l'image développée, l'emboîtement ou l'empilement est préservé. Ceci forme une image dense. Le fait que les particules d'agent de virage de l'image développée sont empilées permet un report plus complet du photoconducteur à la

feuille de support. L'empilement empêche aussi un étalement des bords de l'image et conserve son acuité. Le faible diamètre des particules d'agent de virage assure une bonne résolution, en plus des résultats indiqués précédemment.

5
Ainsi, l'invention concerne une particule d'agent de virage permettant la formation d'une image électrostatique plus dense que celles qui sont obtenues par la technique antérieure. Les particules d'agent de virage
10 selon l'invention peuvent s'empiler, lors du développement d'une image électrostatique latente, et elles permettent ainsi un report complet de l'image développée sur une feuille, par report par contact. Une image formée avec une composition liquide de développement ayant une disper-
15 sion des particules d'agent de virage selon l'invention peut être reportée sur une feuille sans écrasement. Les images développées avec les particules selon l'invention ne présentent pas de traversée du support. Les particules selon l'invention peuvent être utilisées pour la formation
20 d'une solution concentrée qui peut être diluée sous forme d'une composition liquide ayant une teneur en matières solides d'agent de virage aussi faible que 0,2 %. La description comprend aussi plusieurs procédés de fabrication des particules d'agent de virage ayant des fibres qui
25 en dépassent. Certains comprennent la plastification d'un polymère. Dans un procédé, le polymère plastifié peut former une éponge. Dans un autre procédé, un agent dispersant est ajouté de façon continue et agité afin qu'aucune éponge ne puisse se former.

30 Il faut noter que, selon une caractéristique indispensable selon l'invention, les particules d'agent de virage sont chargées, et on a indiqué l'addition d'un agent directeur de charge. Comme de tels agents sont bien connus, on ne les décrit pas en détail. On sait
35 que, lorsqu'une charge négative doit être donnée à des particules, des agents directeurs de charge tels que le pétronate de magnésium, le sulfonate de magnésium,

le pétronate de calcium, le sulfonate de calcium, le pétronate de baryum, le sulfonate de baryum ou analogue peuvent être utilisés. Les particules chargées négativement sont utilisées pour le développement d'image portant
5 une charge positive, par exemple dans le cas d'un photoconducteur à base de sélénium. Dans le cas d'un photoconducteur à base de cadmium, l'image latente porte une charge négative et les particules d'agent de virage doivent donc être chargées positivement. On peut appliquer une charge
10 positive aux particules d'agent de virage à l'aide d'un agent directeur de charge tel que le stéarate d'aluminium. La quantité d'agent directeur de charge qui est ajoutée dépend de la composition utilisée et elle peut être déterminée empiriquement par addition de diverses quantités à
15 des échantillons du liquide de développement, comme indiqué précédemment dans l'exemple 1.

Bien entendu, diverses modifications peuvent être apportées par l'homme de l'art aux produits et procédés qui viennent d'être décrits uniquement à titre d'exemples
20 non limitatifs sans sortir du cadre de l'invention.

REVENDEICATIONS

5 1. Particule d'agent de virage destinée à subir un déplacement par électrophorèse dans un liquide non polaire, caractérisée en ce qu'elle comprend un polymère thermoplastique ayant des fibres (4, 5, 6, 8, 12, 14) et un dispositif destiné à donner une charge électrostatique de polarité prédéterminée à la particule.

10 2. Particule d'agent de virage destinée à subir un déplacement par électrophorèse dans un liquide non polaire, caractérisée en ce qu'elle comprend un polymère thermoplastique ayant des fibres (4, 5, 6, 7, 8, 12, 14), un pigment dispersé par le polymère, et un dispositif donnant une charge électrostatique de polarité prédéterminée à la particule.

15 3. Particule d'agent de virage destinée à subir un déplacement par électrophorèse dans un liquide non polaire, caractérisée en ce qu'elle comprend un polymère thermoplastique ayant un diamètre compris entre 0,1 et 5 μm , le polymère ayant des fibres (4, 5, 6, 7, 8, 12, 14), et
20 un dispositif destiné à donner une charge électrostatique de polarité prédéterminée à la particule.

25 4. Particule d'agent de virage destinée à subir un déplacement par électrophorèse dans un liquide non polaire, caractérisée en ce qu'elle comprend un polymère thermoplastique insoluble dans le liquide non polaire, à des températures inférieures à 40°C, le polymère étant muni de fibres (4, 5, 6, 7, 8, 12, 14), et un dispositif destiné à donner une charge électrostatique de polarité
30 prédéterminée à la particule.

35 5. Particule d'agent de virage destinée à subir un déplacement par électrophorèse dans un liquide non polaire, caractérisée en ce qu'elle comprend un polymère thermoplastique insoluble dans le liquide non polaire à des températures inférieures à 40°C et solvatable dans le liquide non polaire à des températures supérieures à 50°C, le polymère étant muni de fibres (4, 5, 6, 7, 8, 12, 14), et un dispositif destiné à donner une charge électro-

statique de polarité prédéterminée à la particule.

5 6. Particule d'agent de virage destinée à subir un déplacement par électrophorèse dans un liquide non polaire, caractérisée en ce qu'elle comprend une résine d'un copolymère d'éthylène muni de fibres (4, 5, 6, 7, 8, 12, 14), et un dispositif destiné à donner une charge électrostatique de polarité prédéterminée à la particule.

10 7. Particule d'agent de virage destinée à subir un déplacement par électrophorèse dans un liquide non polaire, caractérisée en ce qu'elle comprend une résine d'un copolymère d'éthylène muni de fibres (4, 5, 6, 7, 8, 12, 14), un pigment associé à la résine, et un agent directeur de charge destiné à donner une charge électrostatique de polarité prédéterminée à la particule.

15 8. Composition liquide de développement d'images électrostatiques latentes, caractérisée en ce qu'elle contient une quantité importante d'un liquide non polaire et non toxique, ayant une résistivité en volume supérieure à $10^9 \Omega \cdot \text{cm}$, une constante diélectrique inférieure à 3,0 et une tension de vapeur inférieure à 10 torr à 25°C, une
20 petite quantité d'un polymère thermoplastique muni de fibres (4, 5, 6, 7, 8, 12, 14), et un dispositif destiné à donner une charge électrostatique de polarité prédéterminée au polymère.

25 9. Composition liquide de développement d'images électrostatiques latentes, caractérisée en ce qu'elle comprend une quantité importante d'un liquide non polaire ayant une résistivité en volume supérieure à $10^9 \Omega \cdot \text{cm}$, une constante diélectrique inférieure à 3,0 et une tension
30 de vapeur inférieure à 10 torr à 25°C, 20 à 0,2 % en poids, par rapport au poids du liquide non polaire, d'une résine d'un copolymère d'éthylène, la résine étant munie de fibres (4, 5, 6, 7, 8, 12, 14), un pigment associé à la résine, et un dispositif destiné à donner une charge
35 électrostatique de polarité prédéterminée au polymère.

10. Procédé de préparation de particules d'agent de virage destinées à subir un déplacement par électro-

phorèse dans un liquide non polaire, caractérisé en ce qu'il comprend la plastification d'un polymère thermoplastique et d'un pigment par un liquide non polaire afin qu'une éponge soit formée, le déchiquetage de l'éponge en morceaux, l'addition d'une quantité supplémentaire d'un liquide non polaire, le broyage humide des morceaux afin qu'ils forment des particules, et la poursuite du broyage afin que les particules soient écartées les unes des autres et que des fibres dépassant des particules soient formées, les particules ayant un diamètre inférieur à 5 μm .

11. Procédé de préparation de particules d'agent de virage destinées à subir un déplacement par électrophorèse dans un liquide non polaire, caractérisé en ce qu'il comprend la plastification d'une résine d'un copolymère d'éthylène et d'un pigment à l'aide d'un liquide non polaire, à une température élevée afin qu'une éponge soit formée, le refroidissement de l'éponge, le déchiquetage de l'éponge en morceaux, l'addition d'une quantité supplémentaire d'un liquide non polaire, le broyage humide des morceaux afin qu'ils forment des particules, la poursuite du broyage afin que les particules soient écartées les unes des autres et forment des fibres qui en dépassent, et l'addition d'un agent directeur de charge destiné à donner une charge de polarité prédéterminée aux particules d'agent de virage.

12. Procédé de préparation de particules d'agent de virage destinées à subir un déplacement par électrophorèse dans un liquide non polaire, caractérisé en ce qu'il comprend la plastification d'un polymère thermoplastique à une température élevée à l'aide d'un liquide non polaire, l'agitation d'un pigment dans le polymère plastifié afin que le pigment soit dispersé, la poursuite de l'agitation afin qu'une éponge ne puisse pas se former, avec réduction de la viscosité du mélange par addition d'un liquide non polaire supplémentaire au mélange avec formation d'une dispersion, le refroidissement de la dispersion avec poursuite de l'agitation afin que le poly-

mère pigmenté puisse précipiter dans la dispersion en formant des particules pigmentées d'agent de virage ayant des fibres, et le retrait de la dispersion ayant une certaine concentration de particules d'agent de virage après le mélange.

5 13. Procédé selon la revendication 12, caractérisé en ce que le polymère thermoplastique est une résine d'un copolymère d'éthylène.

10 14. Procédé selon la revendication 12, caractérisé en ce que le pigment est une matière ferromagnétique finement divisée.

 15. Procédé selon la revendication 12, caractérisé en ce que le pigment est de la silice.

15 16. Procédé selon la revendication 12, caractérisé en ce que le pigment est du noir de carbone.

 17. Procédé selon la revendication 12, caractérisé en ce que le pigment est une matière colorée.

20 18. Procédé selon la revendication 12, caractérisé en ce qu'un agent directeur de charge est ajouté à la dispersion afin qu'une charge électrostatique de polarité prédéterminée soit donnée aux particules d'agent de virage.

 19. Procédé selon la revendication 12, caractérisé en ce que le refroidissement est accéléré.

25 20. Procédé selon la revendication 12, caractérisé en ce que plusieurs polymères thermoplastiques sont utilisés dans l'étape de plastification.

30 21. Procédé selon la revendication 12, caractérisé en ce qu'il comprend une étape supplémentaire de dilution de la dispersion par une quantité supplémentaire d'un liquide non polaire.

35 22. Procédé selon la revendication 21, caractérisé en ce que l'étape de dilution est réalisée de manière que la concentration des particules d'agent de virage soit réduite entre 3 et 0,2 % en poids par rapport au liquide non polaire.

FIG. 1

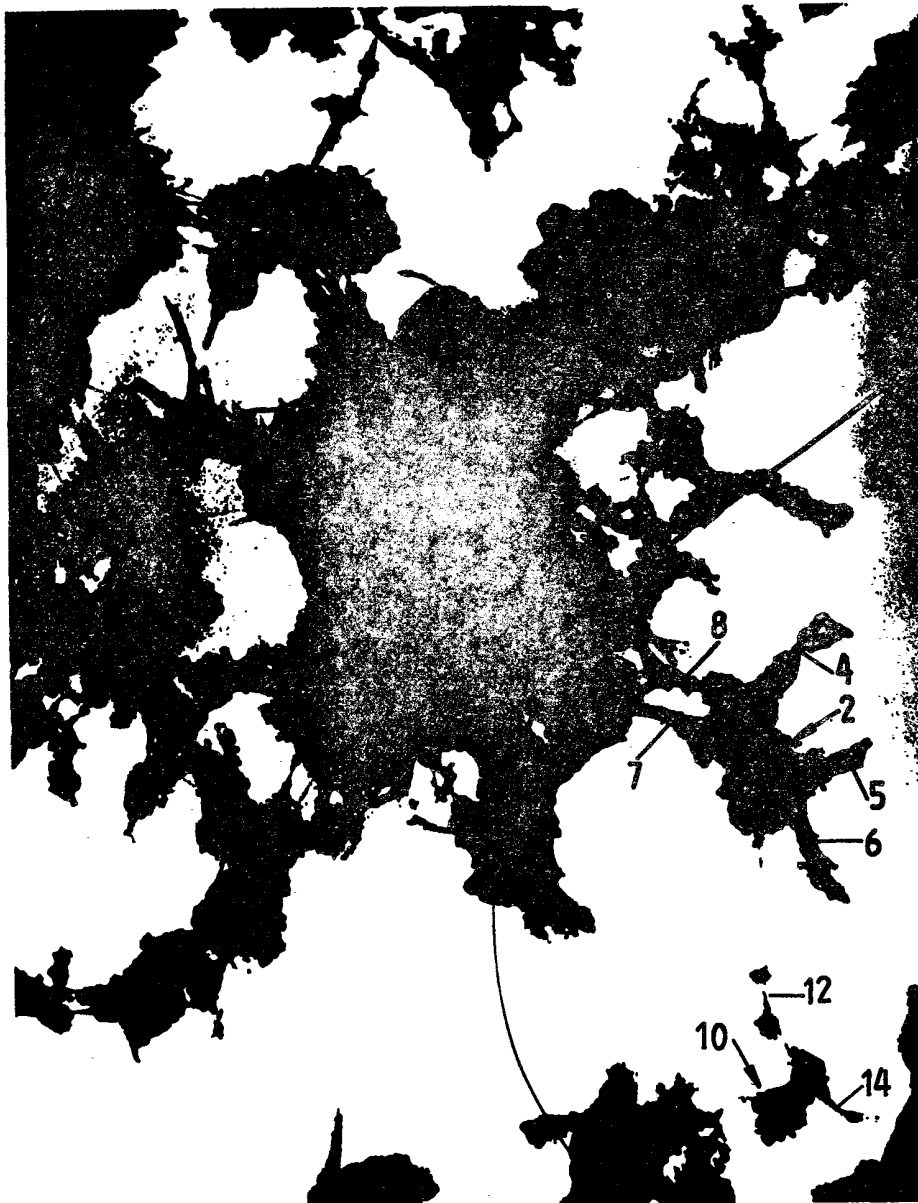


FIG. 2

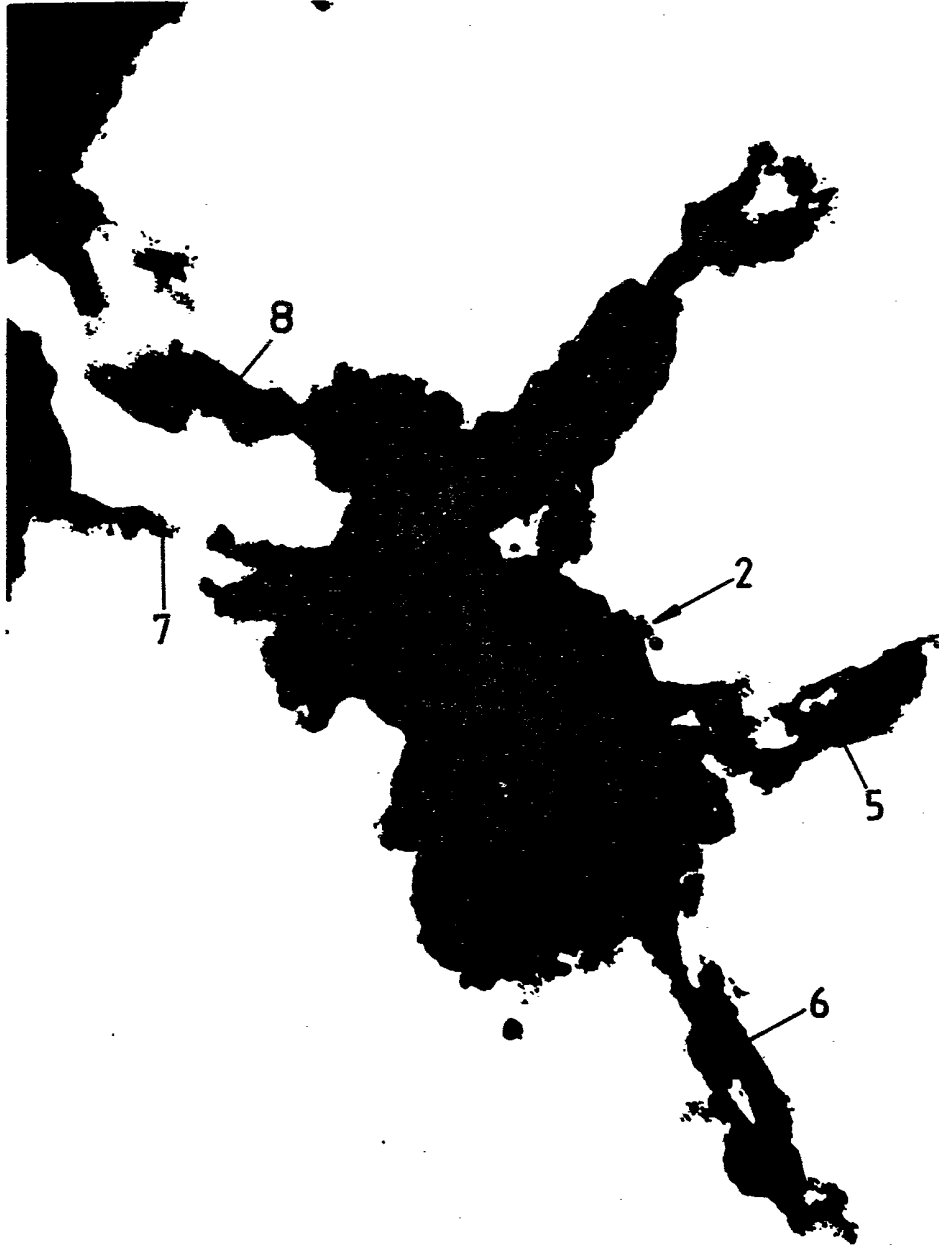


FIG. 3

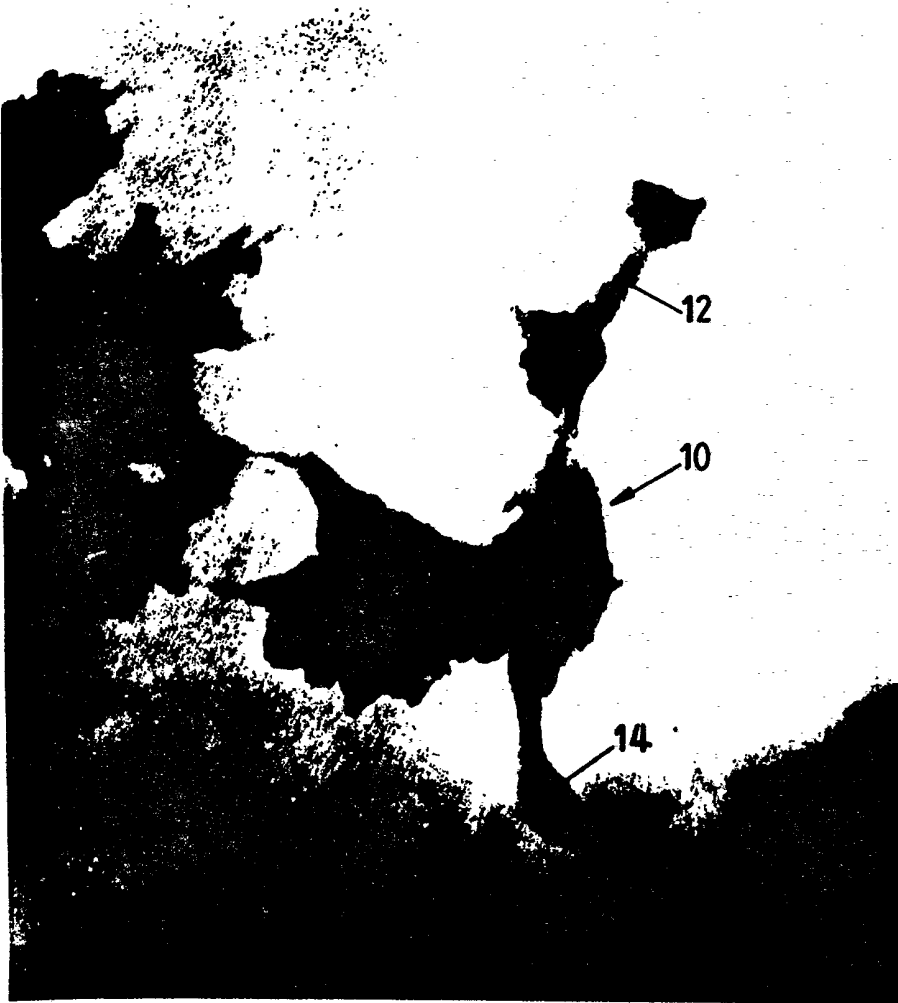


FIG. 4

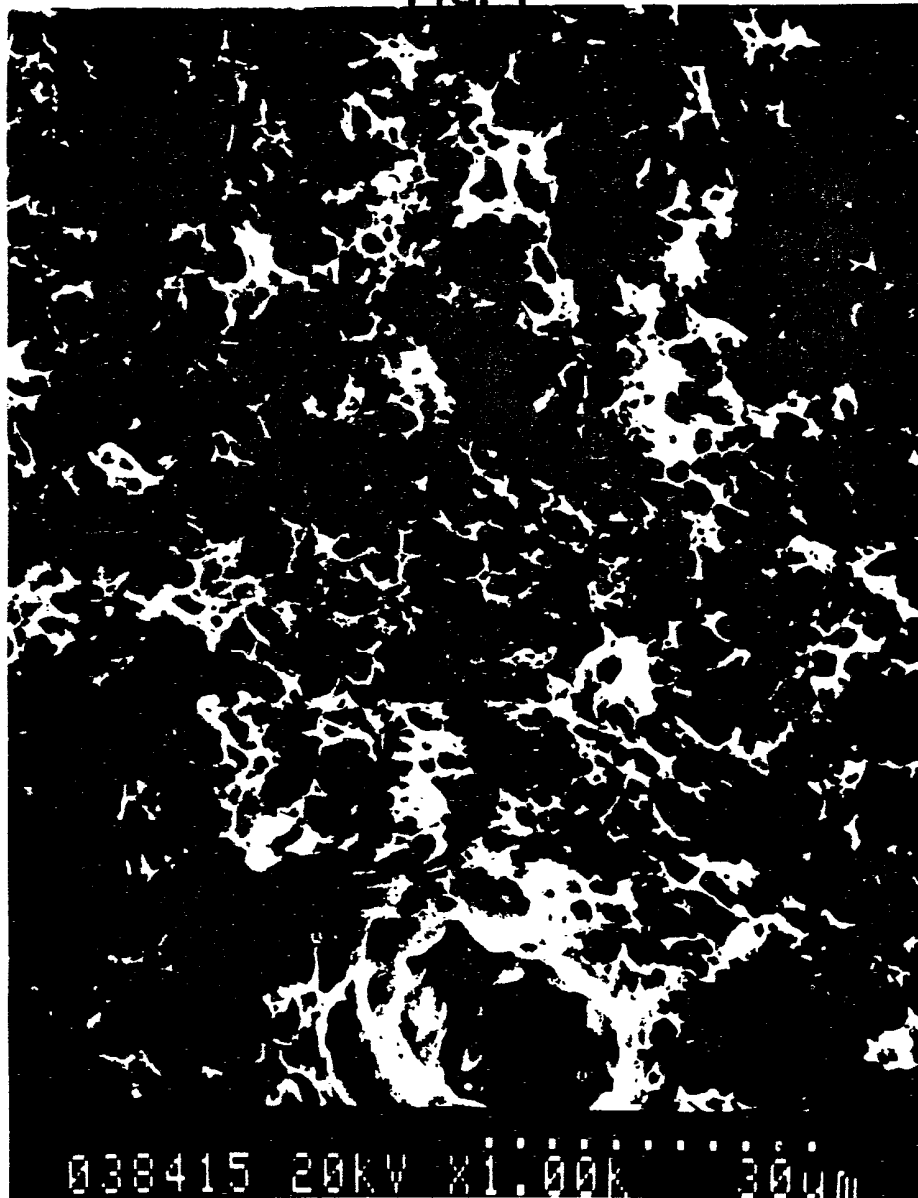


FIG. 5

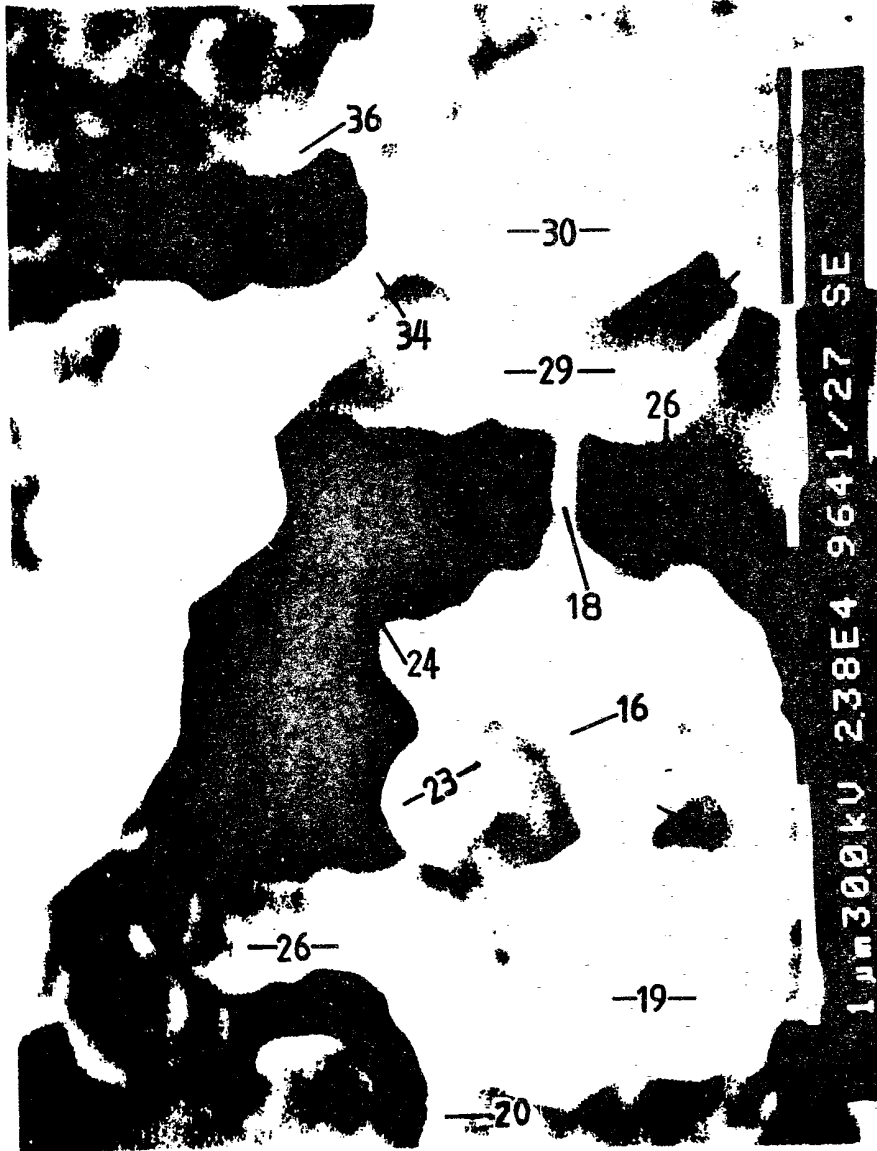


FIG. 6



FIG 7

