



República Federativa do Brasil
Ministério do Desenvolvimento, Indústria
e do Comércio Exterior
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(21) BR 10 2014 000658-3 A2



* B R 1 0 2 0 1 4 0 0 0 6 5 8 A 2 *

(22) Data de Depósito: 10/01/2014

(43) Data da Publicação: 28/07/2015
(RPI 2325)

(54) Título: ADITIVOS DE TONER

(51) Int.CI.: G03G9/097

(30) Prioridade Unionista: 18/01/2013 US 13/745,535

(73) Titular(es): XEROX CORPORATION

(72) Inventor(es): PADAM K. ANGRA, RICHARD P. VEREGIN

(57) Resumo: ADITIVOS DE TONER. A divulgação refere-se geralmente a aditivos de toner, e em particular, aditivos de toner que proveem carga de toner maior e estável desejável. Os aditivos de toner compreendem nanotubos de sílica em combinação com ou no lugar dos aditivos de particulado de sílica ou titânia comumente utilizados.

ADITIVOS DE TONER

[001] A divulgação refere-se geralmente a aditivos de toner, e em particular, a aditivos de toner que proveem carga de toner maior e estável desejável. Os aditivos de toner compreendem nanotubos de sílica em combinação com ou no 5 lugar de ou em combinação com os comumente utilizados aditivos de toner, tais como sílica (SiO_2).

[002] Toners podem compreender pelo menos uma resina aglutinante, um corante e um ou mais aditivos de superfície externa. Qualquer aglutinante de resina adequado para uso na preparação de toner pode ser empregado sem 10 limitação. Os aditivos de superfície externa podem ser adicionados em pequenas quantidades. Exemplos de aditivos de superfície externa incluem, por exemplo, sílica, dióxido de titânio, estearato de zinco e semelhantes. As propriedades de um toner são influenciadas pelos materiais e pelas quantidades dos materiais do toner. As características de carga de um toner também podem depender do 15 transportador utilizado numa composição de desenvolvedor, tal como, o revestimento de transporte.

[003] Toners tendo carga triboelétrica dentro da faixa de cerca de $-30 \mu\text{C/g}$ a cerca de $-45 \mu\text{C/g}$ podem ser obtidos ao incluir partículas de sílica de menor tamanho como aditivos externos, por exemplo partículas de sílica tendo tamanhos 20 médios menores que cerca de 20 nm, tais como, por exemplo, R805 ($\sim 12\text{nm}$) e/ou R972 ($\sim 16\text{nm}$) (Evonik, NJ). No entanto, capacidade de desenvolvimento em áreas de baixa cobertura de área de toner se degrada ao longo do tempo. O problema com aditivos de menor tamanho pode ser resolvido ao utilizar aditivos de maior tamanho, isto é, aditivos tendo um tamanho de cerca de 40nm ou 25 maiores tais como, por exemplo, sílica RX50, sílica RX515H ou titânia SMT5103 (Evonik, NJ). No entanto, tais toners não exibem uma carga triboelétrica tão alta e também exibem carga através.

[004] Aditivos de superfície também sofrem com a alta impactação de aditivo devida ao pequeno tamanho de partícula primária de 7 a 160 nm. Enquanto 30 impactação pode ser reduzida pelo uso de tamanhos de partículas maiores, os tamanhos de partículas maiores fazem com que o aditivo seja menos aderido à superfície do toner o que pode levar à contaminação de outras superfícies, tais como o fotorreceptor e BCR. Por exemplo, devido ao seu pequeno tamanho, sílica é incorporada na superfície de toner sob baixo rendimento ou condições etárias 35 elevadas de toner e perde sua eficácia o que causa perda de capacidade de desenvolvimento e eficiência de transferência. Aditivos espaçadores de tamanho

maior podem ser utilizados para proteger sílica de tamanho pequeno de impactar na superfície do toner, no entanto, estes aditivos de tamanho maior acrescentam custos desnecessários e também se anexam mal à superfície do toner e contaminam o material do desenvolvedor, compartimento de desenvolvedor, dispositivos de carregamento, fotorreceptor, dispositivos de transferência, e componentes do fusor.

[005] Assim, há uma necessidade de novos aditivos de superfície que possam prover carga de toner alta e estável, e impactação de aditivo reduzida com adesão melhorada do aditivo à superfície do toner sem o uso de aditivos espaçadores de tamanho maior.

[006] As presentes modalidades proveem uma composição de toner compreendendo: partículas de toner compreendendo uma resina e um corante; e um ou mais aditivos de superfície aplicados a uma superfície das partículas de toner, os um ou mais aditivos de superfície compreendendo nanotubos de sílica.

[007] A divulgação refere-se a aditivos de toner que proveem carga de toner maior e estável desejável. Os aditivos de toner compreendem nanotubos de sílica (SiNTs) no lugar de ou em combinação com os aditivos de toner de sílica (SiO_2) comumente utilizados. Estes novos aditivos têm um formato único que lhes permite prover controle de carga, auxílio de fluxo e auxílio de transferência ao toner. SiNTs têm uma estrutura cilíndrica estreita que lhes permite atuar como pequenas partículas em uma dimensão e aderir fortemente à superfície do toner, reduzindo, assim, a contaminação dos vários componentes do equipamento xerográfico. A dimensão mais longa destes SiNTs adicionalmente lhes permite atuar como partículas grandes oferecendo menor ou nenhuma impactação na superfície do toner sob baixo rendimento ou condições etárias elevadas de toner, fornecendo assim capacidade de desenvolvimento mais consistente e eficiência de transferência sem a necessidade de aditivos espaçadores de tamanho maior.

[008] Titânia e sílica particuladas são os dois aditivos de superfície de toner xerográfico comumente utilizados. Sílica é não cristalina e tem propriedades desejáveis de carga alta, porém sofre de alta sensibilidade a RH, em parte por causa da elevada adsorção de água dos grupos hidroxila de sílica. Enquanto a sílica é amorfa, titânia tem duas estruturas tetragonais, anatase e rutilo (isto é, estruturas cúbicas que são alongadas em uma direção cristalina), ambas caracterizadas por uma [101] face predominante. Estas estruturas dos aditivos convencionais são geralmente compostas de partículas esféricas ou aglomerados de partículas esféricas, enquanto alguns aditivos de particulado de rutilo

convencionais podem ser compostos de cristais em forma acicular isolados ou em feixes.

[009] Titânia particulada também é caracterizada pela [101] face sendo fortemente coberta por grupos hidroxila de superfície. Titânia provê carga menor,

5 porém também sensibilidade a RH melhorada quando comparada a sílica, apesar de titânia também possuir sensibilidade a RH significante. Para resolver estes problemas, tem sido comum em projetos de desenvolvedor de toner adicionar ambas a titânia e a sílica para obter uma harmonização razoável para carga e sensibilidade a RH. No entanto, mesmo esta solução tem seus problemas. Por 10 exemplo, a inclusão de sílica torna difícil obter uma sensibilidade a RH que esteja próxima ao valor desejável de 1. No entanto, sem a sílica a carga é muito baixa.

[010] Aditivos de superfície também sofrem com a alta impactação de aditivo devida ao pequeno tamanho de partícula primária de 7 a 160 nm. Enquanto impactação pode ser reduzida pelo uso de tamanhos de partículas maiores, os

15 tamanhos de partículas maiores fazem com que o aditivo seja menos aderido à superfície do toner o que pode levar à contaminação de outras superfícies, tais como o fotorreceptor e BCR. Assim, partículas primárias de 7 nm são mais sensíveis a impactação, enquanto aquelas de 150 nm são menos sensíveis a impactação mas mais prováveis de serem perdidas a partir da partícula de toner.

20 [011] ADITIVOS DE TONER

[012] As presentes modalidades resolvem problemas enfrentados por aditivos de toner utilizados convencionalmente. As presentes modalidades proveem nanotubos de sílica como um aditivo de toner. Em modalidades, os nanotubos de

25 sílica podem compreender um material selecionado a partir do grupo que consiste em silício, oxigênio, monóxido de silicone, dióxido de silicone e suas misturas. Como brevemente explicado acima, estes nanotubos de sílica aditivos têm um formato único que lhes permite prover controle de carga, auxílio de fluxo e auxílio de transferência ao toner. Em particular, SiNTs têm uma estrutura cilíndrica

estreita que lhes permite atuar como pequenas partículas em uma dimensão e 30 aderir fortemente à superfície do toner, reduzindo, assim, a contaminação dos vários componentes do equipamento xerográfico. No entanto, a dimensão mais longa destes SiNTs adicionadamente lhes permite atuar como partículas grandes oferecendo menor ou nenhuma impactação na superfície do toner sob baixo rendimento ou condições etárias elevadas de toner, fornecendo assim capacidade

35 de desenvolvimento mais consistente e eficiência de transferência sem a necessidade de aditivos espaçadores de tamanho maior.

[013] SiNTs podem ser produzidos por diferentes morfologias utilizando vários métodos. SiNTs podem ter comprimentos de 37 a 340 nm e diâmetros menores que 50 nm. Em uma outra síntese reportada, foi mostrado que nanotubos obtidos mostram ser de paredes múltiplas com um diâmetro de 13 nm. Estes atributos

5 fazem dos SiNTs um excelentes candidato como aditivos de toner.

[014] Um outro benefício dos presentes nanotubos é a adesão aumentada dos nanotubos de sílica à superfície do toner o que a torna menos provável de causar contaminação de outros subsistemas xerográficos tais como o fotorreceptor ou

10 rolo de carga induzida (BCR). O quanto bem os SiNTs aderirão à superfície do

toner dependerá principalmente do seu tamanho relação de aspecto. A força de arrancamento para um aditivo é proporcional a sua massa ($F=ma$), enquanto a força de adesão é proporcional à área em contato e à natureza da interação química — na ausência de ligações químicas específicas, esta última simplesmente será as Forças de *Van der Waals* as quais não variam muito com a

15 composição do material. Assim, quanto bem o aditivo se afixa à superfície do toner

depende principalmente da razão da área de superfície em contato para a massa, para aditivos de sílica a área de superfície para volume, uma vez que densidade é a mesma para todos. Assim, por exemplo, um nanotubo de 12 nm diâmetro e 500 nm de comprimento como descrito abaixo tem a mesma razão área de

20 superfície/massa que uma partícula de sílica esférica de 17 nm. Como um resultado, os nanotubos de sílica aderem à superfície do toner como uma sílica pequena. Além disso, uma vez que é um pequeno raio em uma dimensão, em

termos de propriedades como fluxo de toner um nanotubo atua como uma partícula pequena, e assim, provê fluxo melhor (já que a coesão é proporcional ao

25 raio da partícula) que uma partícula grande. No entanto, em termos de

impactação de aditivo, a área em contato para um nanotubo é equivalente àquela de uma partícula maior. Assim, é mais difícil impactar os nanotubos. Desse modo, para impactação, os nanotubos de sílica acima são o equivalente de uma sílica esférica de 55 nm. Na medida em que o nanotubo se torna mais longo estes

30 efeitos aumentam. O efeito global é que para carga, fluxo e adesão ao toner, se espera que nanotubos atuem desejavelmente como partículas pequenas, mas também desejavelmente como partículas grandes para impactação.

[015] Nas presentes modalidades, o toner com nanotubos de sílica tem excelente fluxo de toner. Fluxo de toner pode ser medido como descrito na Patente No. US

35 7,485,400, a qual é aqui incorporada com referência na sua totalidade, provendo

uma coesão de a partir de cerca de 10% a cerca de 40%, ou a partir de cerca de 20% a cerca de 70%, ou a partir de cerca de 10% a 78%.

[016] Nas presentes modalidades, o toner com nanotubos de sílica pode prover alta adesão dos nanotubos à partícula de toner, de modo que os nanotubos de sílica permaneçam na partícula de toner durante o processo de impressão. A adesão dos nanotubos de sílica à partícula de toner pode ser medida como descrito na Patente No. US 7,485,400, a qual é aqui incorporada com referência na sua totalidade, provendo um valor percentual de Distribuição de Força de Adesão de Aditivo (AAFD) maior que cerca de 40% em energia de sonificação em 12 quilojoules de energia, em a partir de cerca de 10 a 12 minutos de sonificação. Em modalidades, a AAFD pode ter um valor maior que cerca de 40% em 6 quilojoules de energia, em a partir de cerca de 5 a 6 minutos de sonificação, e em modalidades adicionais, a AAFD pode ter um valor de 40% em 3 quilojoules de energia, em a partir de cerca de 2.5 a 3 minutos de sonificação.

[017] Em modalidades, o toner feito a partir das presentes modalidades mantém uma alta carga de a partir de cerca de -15 a cerca de -80 microcoulombs/grama ou a partir de cerca de -20 a cerca de -70 microcoulombs/grama ou a partir de cerca de -20 a cerca de -60 microcoulombs/grama.

[018] Nas presentes modalidades, é provida uma composição de toner compreendendo nanotubos de sílica. Os toners podem ser preparados por métodos químicos (emulsão/agregação) e métodos físicos (trituração), ambos os quais podem ser igualmente aplicados. Assim, o toner pode ser qualquer toner convencional. Em modalidades específicas, o toner pode também ser um toner de agregado de emulsão. Em modalidades, estes nanotubos de sílica estão inclusos na superfície do toner como aditivos de superfície de toner. Os nanotubos de sílica estão inclusos no lugar de ou em combinação com outros aditivos de superfície de toner convencionais, tais como, por exemplo, sílica ou titânia particuladas.

[019] Como descrito acima, os nanotubos têm estruturas que podem ser cilíndricas esféricas em uma dimensão e mais lineares em outras dimensões. Em modalidades, os nanotubos de sílica têm um diâmetro de partícula médio de a partir de cerca de 5 nm a cerca de 100 nm, ou a partir de cerca de 5 a cerca de 50 nm, ou a partir de cerca de 6 a cerca de 20 nm. Em modalidades, os nanotubos de sílica têm um comprimento de partícula médio de a partir de cerca de 50 nm a cerca de 2 microns, ou a partir de cerca de 100 nm a cerca de 1 micron, ou a partir de cerca de 150 nm a cerca de 500 nm.

[020] Em modalidades adicionais, os nanotubos de sílica estão presentes em uma quantidade de a partir de cerca de 0.1 a cerca de 5 por cento em peso, ou de a partir de cerca de 0.5 a cerca de 3 por cento em peso, ou de a partir de cerca de 1 a cerca de 4 por cento em peso do peso total da partícula de toner. Em outras 5 modalidades, os nanotubos de sílica são utilizados em combinação com os aditivos de superfície de toner particulado convencionais. Em tais modalidades, os nanotubos de sílica estão presentes em uma quantidade de a partir de cerca de 0.1 a cerca de 5 por cento em peso, ou de a partir de cerca de 0.5 a cerca de 3 por cento em peso, ou de a partir de cerca de 1 a cerca de 4 por cento em peso 10 do peso total da partícula de toner enquanto os aditivos de superfície de toner convencionais estão presentes em uma quantidade de a partir de cerca de 0.1 a cerca de 5 por cento em peso, ou de a partir de cerca de 0.5 a cerca de 3 por cento em peso, ou de a partir de cerca de 1 a cerca de 4 por cento em peso do peso total da partícula de toner. Os aditivos de superfície de toner convencionais 15 são selecionados a partir do grupo que consiste em SiO_2 , ou metal oxides tais como TiO_2 e AlO_2 , e suas misturas. A titânia particulada pode ser de estrutura de anatase ou rutilo. Os aditivos de superfície de toner convencionais podem ser tratados à superfície.

[021] Os nanotubos de sílica podem também ser tratados à superfície. Em 20 modalidades, os nanotubos de sílica são tratados à superfície com compostos incluindo dodeciltrimetoxissilano (DTMS) ou hexametildissilazano (HMDS). Exemplos destes aditivos são nanotubos de sílica revestidos com uma mistura de HMDS e aminopropiltrióxido de silício, nanotubos de sílica revestidos com PDMS (polidimetilsiloxano), nanotubos de sílica revestidos com 25 octametilciclotetrasiloxano, nanotubos de sílica revestidos com dimetildiclorosilano, nanotubos de sílica de DTMS compreendendo um núcleo de nanotubos de sílica revestido com DTMS, e nanotubos de sílica revestidos com um organopolissiloxano amino-funcionalizado.

[022] TONER DE AGREGAÇÃO EM EMULSÃO

30 [023] Em modalidades, um desenvolvedor é divulgado incluindo um transportador revestido de resina e um toner, em que o toner pode ser um toner de agregação em emulsão, contendo, mas não se limitando a, uma resina de látex, uma cera e uma concha de polímero.

[024] Em modalidades, a resina de látex pode ser composta de uma primeira e 35 uma segunda composição de monômero. Qualquer monômero adequado ou mistura de monômeros adequada pode ser selecionado para preparar a primeira

composição de monômero e a segunda composição de monômero. A seleção de monômero ou mistura de monômeros para a primeira composição de monômero é independente daquela para a segunda composição de monômero e vice versa. No caso de uma mistura de monômeros ser utilizada, tipicamente o polímero de

5 látex será um copolímero.

[025] Em algumas modalidades, a primeira composição de monômero e a segunda composição de monômero podem, independentemente uma da outra, compreender dois ou três ou mais monômeros diferentes. O polímero de látex, portanto, pode compreender um copolímero.

10 [026] Em modalidades, a primeira composição de monômero e a segunda composição de monômero podem ser substancialmente insolúveis em água, tais como, hidrofóbicas, e podem ser dispersas em uma fase aquosa com agitação adequada quando adicionadas a um vaso de reação.

15 [027] A razão de peso entre a primeira composição de monômero e a segunda composição de monômero pode ser na faixa de a partir de cerca de 0.1:99.9 a cerca de 50:50, incluindo a partir de cerca de 0.5:99.5 a cerca de 25:75, a partir de cerca de 1:99 a cerca de 10:90.

20 [028] A resina pode ser cristalina e pode estar presente, por exemplo, em uma quantidade de a partir de cerca de 5 a cerca de 50 por cento em peso dos componentes de toner, em modalidades a partir de cerca de 10 a cerca de 35 por cento em peso dos componentes de toner. A resina cristalina pode possuir vários pontos de fusão de, por exemplo, a partir de cerca de 30º C a cerca de 120º C, em modalidades a partir de cerca de 50º C a cerca de 90º C. A resina cristalina pode ter um peso molecular médio numérico (M_n), como medido por cromatografia de permeação em gel (GPC) de, por exemplo, a partir de cerca de 1,000 a cerca de 50,000, em modalidades a partir de cerca de 2,000 a cerca de 25,000, e um peso molecular médio em peso (M_w) de, por exemplo, a partir de cerca de 2,000 a cerca de 100,000, em modalidades a partir de cerca de 3,000 a cerca de 80,000, como determinado por Cromatografia de permeação em gel utilizando padrões de poliestireno. A distribuição de peso molecular (M_w/M_n) da resina cristalina pode ser, por exemplo, a partir de cerca de 2 a cerca de 6, em modalidades a partir de cerca de 3 a cerca de 4.

25 [029] Em modalidades, resinas amorfas adequadas incluem poliésteres, poliamidas, poliimidas, poliolefinas, polietileno, polibutileno, poliisobutirato, copolímeros de etileno-propileno, copolímeros de etileno vinil acetato, polipropileno, suas combinações, e semelhantes. Em modalidades, como notado

cima, uma resina de poliéster amorfo insaturado pode ser utilizada como uma resina de látex.

[030] Além disso, em modalidades, uma resina de poliéster cristalino pode estar contida na resina de aglutinação.

5 [031] SURFACTANTES

[032] Quaisquer surfactantes adequados podem ser utilizados para a preparação das dispersões de látex e cera de acordo com a presente divulgação. Dependendo do sistema de emulsão, qualquer surfactante não iônico ou iônico desejável tal como surfactante aniónico ou catiônico pode ser contemplado.

10 [033] INICIADORES

[034] Qualquer iniciador ou mistura de iniciadores adequados pode ser selecionado no processo de látex e no processo de toner. Em modalidades, o iniciador é selecionado a partir de iniciadores de polimerização de radicais livres conhecidos. O iniciador de radical livre pode ser qualquer iniciador de polimerização de radicais livres capaz de iniciar um processo de polimerização de radicais livres e suas misturas, tal iniciador de radical livre sendo capaz de prover espécies de radical livre em aquecimento acima de cerca de 30°C.

[035] Apesar de iniciadores de radicais livres solúveis em água serem utilizados em reações de polimerização de emulsão, outros iniciadores de radicais livres também podem ser utilizados. Iniciadores de radicais livres mais típicos incluem, mas não se limitam a, persulfato de amônio, peróxido de hidrogénio, peróxido de acetil, peróxido de cumil, peróxido de terc-butil, peróxido de propionilo, peróxido de benzoil, peróxido de clorobenzoil, peróxido de diclorobenzoil, peróxido de bromometilbenzoil, peróxido de lauroil, persulfato de sódio, persulfato de potássio, peroxicarbonato de diisopropil e semelhantes.

[036] Com base no peso total dos monômeros a serem polimerizados, o iniciador pode estar presente em uma quantidade a partir de cerca de 0.1% a cerca de 5%, a partir de cerca de 0.4% a cerca de 4%, a partir de cerca de 0.5% a cerca de 3%, apesar de que pode estar presente em quantidades maiores ou menores.

30 [037] Um agente de transferência de cadeia opcionalmente pode ser utilizado controlar o grau de polimerização do látex, e assim controlar o peso molecular e distribuição de peso molecular dos látex do produto do processo de látex e/ou do processo de toner de acordo com a presente divulgação.

[038] AGENTE DE TRANSFERÊNCIA DE CADEIA

35 [039] Em modalidades, o agente de transferência de cadeia tem uma ligação covalente carbono-enxofre. A ligação covalente carbono-enxofre tem um pico de

absorção em uma região de número de ondas variando a partir de 500 a 800cm⁻¹ em um espectro de absorção de infravermelho.

[040] Com base no peso total dos monômeros a serem polimerizados, o agente de transferência de cadeia pode estar presente em uma quantidade a partir de cerca de 0.1% a cerca de 7%, a partir de cerca de 0.5% a cerca de 6%, a partir de cerca de 1.0% a cerca de 5%, apesar de que pode estar presente em quantidades maiores ou menores.

[041] Em modalidades, um agente de ramificação opcionalmente pode ser incluído na primeira/segunda composição de monômero para controlar a estrutura de ramificação do látex alvo.

[042] No processo de látex e no processo de toner da divulgação, emulsificação pode ser feita por qualquer processo adequado, tal como, mistura a temperatura elevada. Por exemplo, a mistura de emulsão pode ser misturada em um homogeneizador ajustado a cerca de 200 a cerca de 400rpm e a uma temperatura de a partir de cerca de 40°C a cerca de 80°C por um período de a partir de cerca de 1min a cerca de 20min.

[043] Qualquer tipo de reator pode ser utilizado sem restrição. O reator pode incluir meios para agitar as composições ali, tais como, um impulsor. Um reator pode incluir pelo menos um impulsor. Para formar o látex e/ou toner, o reator pode ser operado por todo o processo de tal modo que os impulsores podem operar a uma taxa de mistura eficaz e cerca de 10 a cerca de 1,000rpm.

[044] Após a conclusão da adição de monômero, ao látex pode se permitir estabilizar ao manter as condições por um período de tempo, por exemplo por cerca de 10 a cerca de 300min, antes do resfriamento. Opcionalmente, o látex formado pelo processo acima pode ser isolado por métodos padrão conhecidos na técnica, por exemplo, coagulação, dissolução e precipitação, filtração, lavagem, secagem ou semelhantes.

[045] O látex da presente divulgação pode ser selecionado para processos de emulsão-agregação-coalescência para formar toners, tintas e desenvolvedores por métodos conhecidos. O látex da presente divulgação pode ser fundido ou de outro modo misturado com vários ingredientes de toner, tais como, uma dispersão de cera, um coagulante, uma sílica opcional, um aditivo de melhora de carga opcional ou aditivo de controle de carga, um surfactante opcional, um emulsificante opcional, um aditivo de fluxo opcional e semelhantes.

35 Opcionalmente, o látex (por exemplo, cerca de 40% de sólidos) pode ser diluído

no carregamento de sólidos desejável (por exemplo, cerca de 12 a cerca de 15% em peso de sólidos), antes formulado em uma composição de toner.

5 [046] Com base no peso total de toner, o látex pode estar presente em uma quantidade a partir de cerca de 50% a cerca de 100%, a partir de cerca de 60% a cerca de 98%, a partir de cerca de 70% a cerca de 95%, apesar de que pode estar presente em quantidades maiores ou menores.

[047] **CORANTES**

10 [048] Vários corantes adequados conhecidos, tais como tinturas, pigmentos, misturas de tinturas, misturas de pigmentos, misturas de tinturas e pigmentos e semelhantes podem ser incluídos no toner. O corante pode ser incluído no toner em uma quantidade de, por exemplo, cerca de 0.1 a cerca de 35% em peso do toner, a partir de cerca de 1 a cerca de 15% por cento do toner, a partir de cerca de 3 a cerca de 10% em peso do toner, apesar de que quantidades fora dessas faixas podem ser utilizadas.

15 [049] Como exemplos de corantes adequados, menção pode ser feita de negro de carbono. Quanto a pigmentos coloridos, pode ser selecionados ciano, magenta, amarelo, vermelho, verde, marrom, azul ou suas misturas. O pigmento ou pigmentos podem ser dispersões de pigmento a base de água.

[050] **CERA**

20 [051] Em adição à resina polimérica, os toners da presente divulgação podem também conter uma cera, a qual pode ser ou um tipo único de cera, ou uma mistura de duas ou mais ceras diferentes. Uma única cera pode ser adicionada a formulações de toner, por exemplo, para melhorar propriedades de toner particulares, tais como, formato de partícula de toner, presença e quantidade de cera na partícula de superfície de toner, características de carregamento e/fusão, brilho, descascamento, propriedades de offset e semelhantes. Alternativamente, uma combinação de ceras pode ser adicionada para prover propriedades múltiplas à composição de toner.

30 [052] Quando incluída, a cera pode estar presente em uma quantidade de, por exemplo, a partir de cerca de 1wt% a cerca de 25wt% das partículas de toner, em modalidades, a partir de cerca de 5wt% a cerca de 20wt% das partículas de toner.

[053] Ceras que podem ser selecionadas incluem ceras tendo, por exemplo, um peso molecular médio em peso de a partir de cerca de 500 a cerca de 20,000, em modalidades a partir de cerca de 1,000 a cerca de 10,000.

35 [054] **PREPARAÇÃO DE TONER**

[055] As partículas de toner podem ser preparadas por qualquer método no âmbito da competência de um versado na técnica. Apesar de modalidades relacionadas à produção de partículas de toner serem descritas abaixo com respeito a processos de emulsão-agregação, qualquer método adequado de

5 preparação das partículas de toner pode ser utilizado, incluindo processos químicos, tais como processos de suspensão e encapsulamento. Em modalidades, composições de toner e partículas de toner podem ser preparadas por processos de agregação e coalescência nos quais partículas de resina de menor tamanho são agregadas ao tamanho de partícula de toner apropriada e 10 então coalescidas para atingir a forma e a morfologia da partícula de toner finais.

[056] Em modalidades, composições de toner podem ser preparadas por processos de emulsão-agregação, tais como, um processo que inclui agregar uma mistura de uma cera opcional e quaisquer outros aditivos desejáveis ou necessários, e emulsões incluindo as resinas descritas acima, opcionalmente com 15 surfactantes, como descrito acima, e então coalescendo a mistura de agregado. Uma mistura pode ser preparada ao adicionar uma cera opcional ou outros materiais, os quais opcionalmente também podem estar em uma dispersão/dispersões incluindo um surfactante, à emulsão, a qual pode ser uma mistura de duas ou mais emulsões contendo a resina. O pH da mistura resultante

20 pode ser ajustado por um ácido (isto é, um ajustador de pH) tal como, por exemplo, ácido acético, ácido nítrico ou semelhantes. Em modalidades, o pH da mistura pode ser ajustado para a partir de cerca de 2 a cerca de 4.5. Adicionalmente, em modalidades, a mistura pode ser homogeneizada. Se a mistura é homogeneizada, homogeneização pode ser realizada por mistura a 25 cerca de 600 a cerca de 4,000 rotações por minuto (rpm). Homogeneização pode ser realizada por quaisquer meios adequados, incluindo, por exemplo, com um homogeneizador de sonda IKA ULTRA TURRAX T50.

[057] Após preparação da mistura acima, um agente agregante pode ser adicionado à mistura. Agentes agregantes adequados incluem, por exemplo, 30 soluções aquosas de um material de cátion bivalente ou um de cátion multivalente. Em modalidades, o agente agregante pode ser adicionado à mistura a uma temperatura que está abaixo da temperatura de transição vítreia (T_g) da resina.

[058] O agente agregante pode ser adicionado à mistura para formar um toner 35 em uma quantidade de, por exemplo, a partir de cerca de 0.1 partes por cem

(pph) a cerca de 1pph, em modalidades, a partir de cerca de 0.25pph a cerca de 0.75pph.

[059] O brilho de um toner pode ser influenciado pela quantidade de íon de metal retido, tal como, Al^{3+} , na partícula. A quantidade de íon de metal retido pode ser

5 ajustada adicionalmente pela adição de ácido etilenodiaminotetracético (EDTA). Em modalidades, a quantidade de íon de metal retido, por exemplo, Al^{3+} , em partículas de toner da presente divulgação pode ser a partir de cerca de 0.1pph a cerca de 1pph, em modalidades, a partir de cerca de 0.25pph a cerca de 0.8pph.

[060] A divulgação também provê um processo de mistura por fusão para

10 produzir resinas aglutinantes termoplásticas reticuladas de baixo custo e seguras para composições de toner as quais têm, por exemplo, temperatura fixa baixa e/ou temperatura de *offset* alta, e as quais podem mostrar *offset* de vinil minimizada ou substancialmente nenhuma. No processo, resinas ou polímeros de poliéster de base insaturada são misturados por fusão, isto é, no estado de fusão 15 sob condições de alto cisalhamento produzindo substancialmente constituintes de toner dispersos uniformemente, e cujo processo provê uma mistura de resina e produto de toner com propriedades de brilho otimizadas. Por, “altamente reticulado,” entende-se que o polímero envolvido é substancialmente reticulado, isto é, igual a ou acima do ponto de gel. Como utilizado aqui, “ponto de gel,” 20 significa o ponto em que o polímero não é mais solúvel em solução.

[061] Para controlar agregação e coalescência das partículas, em modalidades,

o agente agregante pode ser medido na mistura ao longo do tempo. Por exemplo, 25 o agente pode ser medido na mistura ao longo de um período de a partir de cerca de 5 a cerca de 240min, em modalidades, a partir de cerca de 30 a cerca de 200min. Adição do agente pode também ser feita enquanto a mistura é mantida sob condições de agitação, em modalidades a partir de cerca de 50rpm a cerca de 1,000rpm, em modalidades, a partir de cerca de 100rpm a cerca de 500rpm, e a uma temperatura que está abaixo o T_g da resina.

[062] Às partículas pode ser permitido se agregaram até um tamanho de

30 partícula desejável pré-determinado ser obtido. Um tamanho desejável pré-determinado refere-se ao tamanho de partícula desejável como determinado antes da formação, com tamanho de partícula monitorado durante o processo de crescimento como conhecido na técnica até tal tamanho de partícula ser obtido. Amostras podem ser tiradas durante o processo de crescimento e analisadas, por 35 exemplo com um contador *Coulter Counter*, para tamanho de partícula médio. A agregação, assim, pode prosseguir ao manter a temperatura elevada, ou

aumentar lentamente a temperatura a, por exemplo, a partir de cerca de 40°C a cerca de 100°C, e manter a mistura naquela temperatura por um período a partir de cerca de 0.5hr a cerca de 6hr, em modalidades, a partir de cerca de 1hr a cerca de 5hr, ao mesmo tempo em que mantendo agitação, para prover as 5 partículas agregadas. Uma vez que o tamanho de partícula desejável pré-determinado é obtido, o processo de crescimento é interrompido. Em modalidades, o tamanho de partícula desejável predeterminado está dentro de uma faixa de tamanho de partícula de toner mencionada acima. Em modalidades, o tamanho de partícula pode ser cerca de 5.0 a cerca de 6.0 μ m, cerca de 6.0 a 10 cerca de 6.5 μ m, cerca de 6.5 a cerca de 7.0 μ m, cerca de 7.0 a cerca de 7.5 μ m.

[063] Crescimento e formação das partículas após adição do agente de agregação podem ser realizados sob quaisquer condições adequadas.

[064] Toners podem possuir características favoráveis de carga quando expostos a condições de RH extremas. A zona de baixa umidade (zona C) pode ser cerca de 12°C/15% de RH, enquanto a zona de alta umidade (zona A) pode ser cerca de 28°C/85% de RH. Toners da divulgação podem possuir uma razão de carga de toner precursora por massa (Q/M) de a partir de cerca de -5 μ C/g a cerca de -80 μ C/g, em modalidades, a partir de cerca de -10 μ C/g a cerca de -70 μ C/g, e um carregamento de toner final toner após mistura de aditivo de superfície de a partir de -15 μ C/g a cerca de -60 μ C/g, em modalidades, a partir de cerca de -20 μ C/g a cerca de -55 μ C/g.

[065] RESINA DE CONCHA

[066] Em modalidades, uma concha pode ser aplicada às partículas de toner agregadas formadas. Qualquer resina descrita acima como adequada para a 25 resina de núcleo pode ser utilizada como a resina de concha. A resina de concha pode ser aplicada às partículas agregadas por qualquer método no âmbito da competência daqueles versados na técnica. Partículas de toner podem ter um tamanho de diâmetro de a partir de cerca de 4 a cerca de 8 μ m, em modalidades, a partir de cerca de 5 a cerca de 7 μ m, o componente de concha ideal pode ser cerca de 26 a cerca de 30% em peso das partículas de toner.

[067] Alternativamente, uma concha mais espessa pode ser desejável para prover características desejáveis de carregamento devidas à área de superfície mais alta da partícula de toner. Assim, a resina de concha pode estar presente em uma quantidade a partir de cerca de 30% a cerca de 40% em peso das partículas 35 de toner, em modalidades, a partir de cerca de 32% a cerca de 38% em peso das

partículas de toner, em modalidades, a partir de cerca de 34% a cerca de 36% em peso das partículas de toner.

[068] Em modalidades, um fotoiniciador pode ser incluído na concha. Assim, o fotoiniciador pode estar no núcleo, na concha, ou em ambos. O fotoiniciador pode estar presente em uma quantidade de a partir de cerca de 1% a cerca de 5% em peso das partículas de toner, em modalidades, a partir de cerca de 2% a cerca de 4% em peso das partículas de toner.

[069] Emulsões podem ter uma carga de sólidos de a partir de cerca de 5% de sólidos em peso a cerca de 20% de sólidos em peso, em modalidades, a partir de cerca de 12% de sólidos em peso a cerca de 17% de sólidos em peso.

[070] Uma vez que o tamanho final desejável das partículas de toner é obtido, o pH da mistura pode ser ajustado com uma base (isto é, um ajustador de pH) a um valor de a partir de cerca de 6 a cerca de 10, e em modalidades a partir de cerca de 6.2 a cerca de 7. O ajuste do pH pode ser utilizado para congelar, isto é para parar, o crescimento do toner.

[071] COALESCÊNCIA

[072] Após agregação ao tamanho de partícula desejável, com a formação opcional de uma concha como descrito acima, as partículas então podem ser coalescidas à forma final desejável, a coalescência sendo atingida por, por exemplo, aquecimento da mistura a uma temperatura de a partir de cerca de 55°C a cerca de 100°C, em modalidades a partir de cerca de 65°C a cerca de 75°C, a qual pode ser abaixo do ponto de fusão de uma resina cristalina para prevenir plastificação. Temperaturas mais altas ou mais baixas podem ser utilizadas, sendo compreendendo que a temperatura é uma função das resinas utilizadas.

[073] Coalescência pode proceder ao longo de um período de a partir de cerca de 0.1 a cerca de 9hr, em modalidades, a partir de cerca de 0.5 a cerca de 4hr.

[074] Após coalescência, a mistura pode ser resfriada a temperatura ambiente, tal como a partir de cerca de 20°C a cerca de 25°C. O resfriamento pode ser rápido ou lento, como desejável. Um método de resfriamento adequado pode incluir introduzir água fria a uma camisa em torno do reator. Após resfriamento, as partículas de toner opcionalmente podem ser lavadas com água e então secas. Secagem pode ser realizada por qualquer método adequado, por exemplo, liofilização.

[075] TRANSPORTADORES

[076] Vários materiais de núcleo ou partícula sólidos adequados podem ser utilizados para os transportadores e desenvolvedores da presente divulgação.

Propriedades de partícula características incluem aquelas que, em modalidades, permitirão às partículas de toner adquirir uma carga positiva ou uma carga negativa, e núcleos de transportador que proveem propriedades de fluxo desejáveis no presente reservatório de desenvolvedor em um aparelho de 5 imagiologia eletrofotográfico. Outras propriedades desejáveis do núcleo incluem, por exemplo, características magnéticas adequadas que permitem formação de escova magnética em processos de desenvolvimento de escova magnética; características de envelhecimento mecânico desejáveis; e morfologia de superfície desejável para permitir alta condutividade elétrica de qualquer 10 desenvolvedor incluindo o transportador e um toner adequado.

[077] Exemplos de partículas ou núcleos de transportador que podem ser utilizados incluem ferro e/ou aço, tal como, ferro ou aço atomizado\; ferritas\; magnetitas; níquel; suas combinações, e semelhantes. Em modalidades, as partículas poliméricas obtidas podem ser utilizadas para revestir núcleos de 15 transportador de qualquer tipo conhecido por vários métodos conhecidos, e cujos transportadores são, então, incorporados com um toner conhecido para formar um desenvolvedor para impressão eletrofotográfica. Em modalidades, núcleos de transportador adequados podem ter um tamanho de partícula médio de, por exemplo, a partir de cerca de 20 μm a cerca de 400 μm de diâmetro, em 20 modalidades, a partir de cerca de 40 μm a cerca de 200 μm de diâmetro.

[078] Em algumas modalidades, o revestimento de transportador pode incluir um componente condutor. Componentes condutores adequados incluem, por exemplo, negro de carbono.

[079] Pode ser adicionado ao transportador um número de aditivos, por exemplo, 25 aditivos de melhora de carga. Os componentes de aditivos de carga podem ser selecionados em várias quantidades eficazes, tais como a partir de cerca de 0.5wt% a cerca de 20wt%, a partir de cerca de 1wt% a cerca de 3wt%, com base, por exemplo, na soma dos pesos de polímero/copolímero, componente condutor, e outros componentes de aditivos de carga. A adição de componentes condutores 30 pode atuar para aumentar adicionalmente a carga triboelétrica negativa transmitida ao transportador, e portanto, aumentar adicionalmente a carga triboelétrica negativa transmitida ao toner em, por exemplo, um subsistema de desenvolvimento eletrofotográfico. Os componentes podem ser inclusos por mistura com rolo, tombamento, moagem, agitação, pulverização por nuvem de pó 35 eletrostática, leito fluidizado, processamento de disco eletrostático, e uma cortina eletrostática, em que o revestimento de transportador é fundido ao núcleo do

transportador ou em um forno rotativo ou por passagem através de um aparelho de extrusão aquecido.

[080] Condutividade pode ser importante para o desenvolvimento de escova magnética semicondutora para permitir bom desenvolvimento de áreas sólidas as 5 quais de outro modo poderiam ser pouco desenvolvidas. Adição de um revestimento polimérico da presente divulgação, opcionalmente com um componente condutor tal como negro de carbono, pode resultar em transportadores com resposta triboelétrica de desenvolvedor diminuída com 10 mudança na umidade relativa de a partir de cerca de 20% a cerca de 90%, em modalidades, a partir de cerca de 40% a cerca de 80%, que a carga é mais consistente quando a umidade relativa é mudada. Assim, há menor diminuição na 15 carga em umidade relativa alta reduzindo toner de fundo nas impressões, e menor aumento na carga e subsequentemente menos perda de desenvolvimento em umidade relativa baixa, resultando em tal desempenho de qualidade de imagem melhorado devido à densidade óptica melhorada.

[081] Como notado acima, em modalidades o revestimento polimérico pode ser seco, após cujo tempo ele pode ser aplicado ao transportador do núcleo como um pó seco. Processos de revestimento com pó diferem de processos de revestimento por solução convencionais. Revestimento por solução requer um 20 polímero de revestimento cuja composição e propriedades de peso molecular permitem à resina ser solúvel em um solvente no processo de revestimento. Isso requer componentes M_w relativamente baixos quando comparado ao revestimento com pó. O processo de revestimento com pó não requer solubilidade em solvente, porém requer a resina revestida como um particulado com um tamanho de 25 partícula de a partir de cerca de 10nm a cerca de 2 μ m, em modalidades, a partir de cerca de 30nm a cerca de 1 μ m, em modalidades, a partir de cerca de 50nm a cerca de 500nm.

[082] Após aplicação da resina ao núcleo, aquecimento pode ser iniciada para permitir o fluxo do material de revestimento sobre a superfície do núcleo do 30 transportador. A concentração do material de revestimento, em modalidades, partículas de pó, e os parâmetros do aquecimento podem ser selecionados para permitir a formação de um filme contínuo dos polímeros de revestimento na superfície do núcleo do transportador, ou permitir somente a áreas do núcleo do 35 transportador selecionadas serem revestidas. Em modalidades, o transportador com o revestimento em pó polimérico pode ser aquecido a uma temperatura de a partir de cerca de 170°C a cerca de 280°C, em modalidades a partir de cerca de

190 °C a cerca de 240 °C, por um período de tempo de, por exemplo, a partir de cerca de 10min a cerca de 180min, em modalidades, a partir de cerca de 15min a cerca de 60min, para permitir ao revestimento de polímero derreter e fundir às partículas do núcleo do transportador. Após incorporação do pó na superfície do

5 transportador, aquecimento pode ser iniciado para permitir fluxo do material de revestimento sobre a superfície do núcleo do transportador. Em modalidades, o pó pode ser fundido ao núcleo do transportador um forno rotativo ou por passagem através de um aparelho de extrusão aquecido.

[083] Em modalidades, a cobertura de revestimento abrange a partir de cerca de 10% a cerca de 100% do núcleo do transportador. Quando áreas selecionadas do núcleo de transportador de metal permanecem não revestidas ou expostas, as partículas de transportador podem possuir propriedades eletricamente condutoras quando o núcleo material é um metal.

[084] As partículas de transportador revestidas podem então ser resfriadas, em modalidades, a temperatura ambiente, e recuperadas para uso em desenvolvedor de formação.

[085] Em modalidades, transportadores da presente divulgação podem incluir um núcleo, em modalidades, um núcleo de ferrita, tendo um tamanho de a partir de cerca de 20µm a cerca de 100µm, em modalidades, a partir de cerca de 30µm a 20 cerca de 75µm, revestidos com a partir de cerca de 0.5% a cerca de 10% em peso, em modalidades, a partir de cerca de 0.7% a cerca de 5% em peso, do revestimento de polímero da presente divulgação, opcionalmente incluindo negro de carbono.

[086] Assim, com as composições do transportador e processos da presente divulgação, podem ser formulados desenvolvedores com características de carregamento triboelétrico alto selecionadas e/ou valores de condutividade utilizando um número de diferentes combinações.

[087] DESENVOLVEDORES

[088] As partículas de toner assim formadas podem ser formuladas em um 30 composição de desenvolvedor. As partículas de toner podem ser misturadas com partículas transportadoras para obter uma composição de desenvolvedor de dois componentes. A concentração de toner no desenvolvedor pode ser a partir de cerca de 1% a cerca de 25% em peso do peso total do desenvolvedor, em modalidades, a partir de cerca de 2% a cerca de 15% em peso do peso total do 35 desenvolvedor.

[089] IMAGEM

[090] Os toners podem ser utilizados para processos eletrofotográficos. Em modalidades, qualquer tipo de sistema de desenvolvimento de imagem pode ser utilizado um dispositivo de desenvolvimento de imagem, incluindo, por exemplo, desenvolvimento de escova magnética, desenvolvimento sem varredura híbrida (*hybrid scavengerless development* - HSD) e semelhantes. Aqueles e sistemas de desenvolvimento similares estão no âmbito da competência daqueles versados na técnica.

[091] É previsto que os toners da presente divulgação podem ser utilizados em qualquer procedimento adequado para a formação de uma imagem com um toner, incluindo em aplicações outras que aplicações xerográficas.

[092] Utilizando os toners da presente divulgação, imagens podem ser formadas nos substratos, incluindo e substratos flexíveis, tendo uma altura de pilha de toner de a partir de cerca de 1 μ m a cerca de 6 μ m, em modalidades, a partir de cerca de 2 μ m a cerca de 4.5 μ m, em modalidades, a partir de cerca de 2.5 a cerca de 4.2 μ m.

[093] Em modalidades, o toner da presente divulgação pode ser utilizado para uma composição de proteção de impressão xerográfica que provê propriedades de revestimento de impressão sobreposta incluindo, mas não se limitando a, estabilidade térmica e a luz e resistência a manchas, particularmente nas aplicações de impressão comercial. Mais especificamente, tal revestimento de impressão sobreposta como previsto tem a capacidade de permitir sobreescrita, reduzir ou evitar o craqueamento térmico, melhorar a fusão, reduzir ou evitar o *offset* do documento, improve desempenho de impressão e proteger uma imagem do sol, calor e semelhantes. Em modalidades, as composições de impressão sobreposta podem ser utilizadas para melhorar a aparência geral de impressões xerográficas devido à capacidade das composições de preencher a rugosidade de substratos e toners xerográficos, formando assim uma película de nível e melhorando o brilho.

[094] EXEMPLO 1

[095] SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE NANOTUBOS DE SÍLICA

[096] Sínteses de nanotubos de sílica foram relatadas em *Chuanbo Gao et al., Gram-Scale Synthesis of Silica Nanotubes with Controlled Aspect Ratios by Templating of Nickel-Hydrazine Complex Nanorods, Langmuir, 27: 12201–12208 (2011)*, a qual é aqui incorporada com referência na sua totalidade.

[097] Um exemplo profético de síntese de nanotubos de sílica é adicionalmente provido como segue. Nanotubos de sílica com várias relações de aspecto podem

ser sintetizados em larga escala por *templating* contra nanocristais em forma de bastão (*rod-like*). Por exemplo, nanobastões cristalinos de um complexo níquel-hidrazina podem ser formados em micelas reversas por englobamento de surfactante em facetas laterais, e subsequente revestimento de sílica e corrosão seletiva podem dar origem a nanotubos de sílica de alta uniformidade e rendimento. O comprimento dos nanotubos de sílica pode ser ajustado na faixa 5 a 340 nm e pode chegar a micrômetros. Controle do comprimento pode ser conseguido por meio do ajuste da relação de níquel/hidrazina. O diâmetro interno dos nanotubos de sílica pode ser ajustado na faixa 10 a 20 nm pela escolha de 10 diferentes surfactantes.

[098] O comprimento e diâmetro interno dos nanotubos de sílica pode ser caracterizado através de análise TEM de alta ampliação realizada com um microscópio eletrônico de transmissão Philips Tecnai 12 operando a 120 kV.

[099] EXEMPLO 2

15 [100] PREPARAÇÃO DE TONER E DESENVOLVEDOR

[101] Um exemplo profético de um pacote de aditivos utilizando SiNT é mostrado na Tabela 1 abaixo.

COMPONENTE	WT%
Partícula Precursora	94.28%
RX50	0.86%
RY50L	1.29%
STT100H	0.88%
NANOTUBOS DE SÍLICA	1.73%
Pó Fino de ZnSt	0.18%
PMMA	0.50%
CeO ₂	0.28%

[102] TABELA 1

[103] Toners podem ser misturados em um misturador Henschel de 10 litros por 20 cerca de 5 minutos a cerca de 2640 rpm. Desenvolvedores podem ser preparados com transportador Xerox 700 a 8% de concentração de toner. Toners e transportadores podem ser pesados a um total de cerca de 450 gramas de desenvolvedor em uma jarra de vidro de 1 litro. A jarra de vidro pode ser selada e misturada por 10 minutos em um misturador Turbula. Estes toners e 25 desenvolvedores podem então ser utilizados em uma máquina Xerox 700 para impressão.

[104] CARACTERIZAÇÃO DE CARGA DE DESENVOLVEDOR

[105] Desenvolvedores podem ser preparados ao adicionar 0.5 gramas de toner a 10 gramas de transportador Xerox 700. Um par de amostra de desenvolvedor duplicado pode ser preparado para cada toner avaliado. Um desenvolvedor do par

5 pode ser condicionado de um dia para o outro na zona A (28°C/85% RH), e o outro pode ser condicionado de um dia para o outro na zona C (10°C/ 15% RH). No dia seguinte, as amostras de desenvolvedor podem ser seladas e agitadas por cerca de 2 minutos e então por cerca de 1 hora utilizando um misturador Turbula. Após mistura, a carga triboelétrica do toner pode ser medida utilizando um

10 espectrógrafo de carga com um campo de 100 V/cm. A carga de toner (q/d) pode ser medida visualmente como o ponto médio da distribuição e carga de toner. A carga pode ser relatada em milímetros de deslocamento a partir da linha de zero (deslocamento de mm pode ser convertido em femtocoulombs/micron (fC/μm) multiplicando por 0.092).

15 [106] Após cerca de 1 hora de mistura, 0.5 gramas adicionais de toner podem ser adicionados ao desenvolvedor já carregado, e misturados por 15 segundos adicionais, em que um deslocamento de q/d pode ser medido novamente, e então misturados por 45 segundos adicionais (1 minuto total de mistura), e novamente um deslocamento de q/d pode ser medido. Esse procedimento vai medir a

20 admistura do toner.

[107] A Q/M também pode ser medida pelo método de purga total, um método utilizado principalmente para a medição de toner bicomponente, o qual está no âmbito da competência daqueles versados na técnica. No método de purga, as partículas são primeiramente depositadas, e então purgadas utilizando uma

25 corrente de ar para caracterizar propriedades triboelétricas de partículas relativas a diferentes superfícies.

REIVINDICAÇÕES

1. Composição de toner, **caracterizada** pelo fato de que compreende: partículas de toner compreendendo uma resina e um corante; e um ou mais aditivos de superfície aplicados a uma superfície das partículas de toner, os um ou mais aditivos de superfície compreendendo nanotubos de sílica.
5
2. Composição de toner, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizada** pelo fato de que os um ou mais aditivos de superfície adicionalmente compreendem uma sílica particulada, titânia particulada, alumina particulada e suas misturas.
10
3. Composição de toner, de acordo com a reivindicação 2, **caracterizada** pelo fato de que a titânia particulada tem uma estrutura de anatase ou rutilo.
4. Composição de toner, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizada** pelo fato de que os nanotubos de sílica estão presentes em uma quantidade de a partir de cerca de 0.1 a cerca de 5 por cento em peso do peso total da composição de toner.
15
5. Composição de toner, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizada** pelo fato de que os nanotubos de sílica têm um diâmetro de partícula médio de a partir de cerca de 5 nm a cerca de 100 nm.
20
6. Composição de toner, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizada** pelo fato de que os nanotubos de sílica têm um comprimento de partícula médio de a partir de cerca de 50 nm a cerca de 2 microns.
7. Composição de toner, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizada** pelo fato de ter uma coesão de toner percentual a partir de cerca de 10% a cerca de 78%.
25
8. Composição de toner, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizada** pelo fato de ter um valor percentual de Distribuição de Força de Adesão de Aditivo maior que 40 por cento após a partir de cerca de 2.5 a cerca de 30 3 minutos de sonificação e 3 quilojoules de energia.
9. Composição de toner, **caracterizada** pelo fato de que compreende: partículas de toner compreendendo uma resina e um corante; e um ou mais aditivos de superfície aplicados a uma superfície das partículas de toner, os um ou mais aditivos de superfície compreendendo nanotubos de sílica, em que a composição de toner tem uma alta carga de a partir de cerca de - 35 15 microcoulomb por grama a cerca de -80 microcoulomb por grama e uma

relação de sensibilidade a umidade relativa baixa de a partir de cerca de 1 a cerca de 2.

um comprimento de partícula médio de a partir de cerca de 50 nm a cerca de 2 microns.

- 5 10. Desenvolvedor, **caracterizado** pelo fato de que compreende:
uma composição de toner; e
um transportador de toner, em que a composição de toner compreende
partículas de toner compreendendo uma resina e um corante, e
um ou mais aditivos de superfície aplicados a uma superfície das
10 partículas de toner, os um ou mais aditivos de superfície compreendendo
nanotubos de sílica, em que a composição de toner é uma composição de
toner de agregação de emulsão.

RESUMO
ADITIVOS DE TONER

A divulgação refere-se geralmente a aditivos de toner, e em particular, aditivos de toner que proveem carga de toner maior e estável desejável. Os 5 aditivos de toner compreendem nanotubos de sílica em combinação com ou no lugar dos aditivos de particulado de sílica ou titânia comumente utilizados.