



República Federativa do Brasil
Ministério da Economia
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(11) BR 112014015643-3 B1



(22) Data do Depósito: 28/12/2012

(45) Data de Concessão: 07/12/2021

(54) Título: COMPOSIÇÃO DE TONER QUIMICAMENTE PREPARADA

(51) Int.Cl.: G03G 5/00.

(30) Prioridade Unionista: 29/12/2011 US 13/339.705; 29/12/2011 US 13/339.565.

(73) Titular(es): LEXMARK INTERNATIONAL, INC..

(72) Inventor(es): JING X. SUN; KOFI OPARE DIGGS.

(86) Pedido PCT: PCT US2012071932 de 28/12/2012

(87) Publicação PCT: WO 2013/101995 de 04/07/2013

(85) Data do Início da Fase Nacional: 24/06/2014

(57) Resumo: FÓRMULA DE TONER QUIMICAMENTE PREPARADO INCLUINDO UM AGENTE DE ACOPLAMENTO BÓRAX
Uma composição de toner quimicamente preparada de acordo com uma modalidade exemplar incluindo um núcleo incluindo um primeiro ligante de polímero, um corante e um agente de liberação; uma casca que é formada em torno do núcleo e inclui um segundo ligante de polímero; e um agente de acoplamento de bórax entre o núcleo e a casca.

“COMPOSIÇÃO DE TONER QUIMICAMENTE PREPARADA”

Referências cruzadas para pedidos relacionados

[001] Este pedido de patente está relacionado com o Pedido de Patente dos Estados Unidos de série n.º 13/339.565 (Súmula de Procurador n.º P7-US1), depositado em 29 de dezembro de 2011, intitulado "Process for Preparing Toner including a Borax Coupling Agent", e atribuiu ao cessionário do presente pedido.

Justificativa

1. Campo da Divulgação

[002] A presente invenção refere-se genericamente ao toner, quimicamente preparado para utilização em eletrofotografia e, mais particularmente, para preparar um toner quimicamente incluindo um agente de acoplamento de bórax.

2. Descrição da Arte Relacionada

[003] Toners para uso em impressoras eletrofotográficas incluem dois tipos principais, toners moídos mecanicamente e toners preparados quimicamente (CPT). Toners preparados quimicamente têm vantagens significativas sobre toners moídos mecanicamente, incluindo uma melhor qualidade de impressão, maior eficiência de transferência de toner e as propriedades de torque mais baixos para diversos componentes da impressora eletrofotográfica como um rolo revelador, um cinto de fusão e um rolo de carga. A distribuição de tamanho de partícula de CPT é tipicamente mais estreita do que a distribuição de tamanho de partículas de toners moídos mecanicamente. O tamanho e forma dos CPTs, também são mais fáceis de controlar do que os toners moídos mecanicamente.

[004] Existem vários tipos conhecidos de CPT incluindo toner de polimerização em suspensão (SPT), toner de agregação de emulsão (EAT) / toner de agregação de látex (LAT), toner feito de uma dispersão de polímero pré-formado no solvente (DPPT) e toner "quimicamente moído". Embora o toner de agregação de emulsão requer um processo mais complexo do que os outros CPTs, o toner

resultante tem uma distribuição de tamanho relativamente estreita. Toners de agregação de emulsão também podem ser fabricados com um tamanho de partícula menor, permitindo a resolução de impressão melhorada. O processo de agregação de emulsão também permite um melhor controle da forma e estrutura das partículas de toner que permite que eles sejam adaptados para atender as propriedades de limpeza, ajuste e transferência desejados. A forma das partículas do toner pode ser otimizada para garantir a limpeza adequada e eficiente do toner a partir de vários componentes da impressora eletrofotográfica, tal como o rolo revelador, rolo de carga e lâminas ajustadoras, a fim de evitar que as filmagens ou as deposições indesejadas do toner sobre estes componentes.

[005]Em um processo típico para a preparação de EAT, a agregação de emulsão é levada em um sistema aquoso resultando em um bom controle de ambos, tamanho e forma das partículas de toner. Os componentes de toner tipicamente incluem um ligante de polímero, um ou vários corantes e um agente de liberação. Um ligante de polímero estireno-acrílico é frequentemente utilizado como o ligante de látex no processo de agregação de emulsão. No entanto, a utilização de um ligante de látex de copolímero de estireno-acrílico exige um compromisso entre as propriedades de fusão do toner e as suas propriedades de transporte e de armazenamento. As propriedades de fusão de um toner incluem a janela de fusão. A janela de fusão é a faixa de temperaturas em que a fusão é realizada de modo satisfatório, sem fusão incompleta e sem transferência de toner para o elemento de aquecimento, que pode ser um rolo, correia ou outro membro de contato do toner durante a fusão. Assim, abaixo do limite inferior da janela de fusão o toner não é completamente derretido e acima do limite superior da janela de fusão o toner flui para o membro de fixação onde ele deteriora folhas subsequentes sendo fixadas. É preferível que a extremidade inferior da janela de fusão seja tão baixa quanto possível para reduzir a temperatura necessária da fusão na impressora

eletrofotográfica para melhorar a segurança da impressora e conservar energia. No entanto, o toner também deve ser capaz de sobreviver à temperatura e umidade extremas associadas com o armazenamento e transporte sem formação de torta ou de bloqueio, que pode resultar em falhas de impressão. Como resultado, a diminuição da extermidade inferior da janela de fusão não pode ser tão baixa que o toner pode derreter durante o armazenamento ou o envio de um cartucho de toner que contém o toner.

[006]Toners formados a partir de resinas ligantes de poliéster tipicamente possuem melhores propriedades mecânicas do que os toners formados a partir de um ligante de copolímero de estireno-acrílico de características de viscosidade de fusão semelhantes. Isso os torna mais duráveis e resistentes a formação de filme dos componentes da impressora. Toners de poliéster também têm uma melhor compatibilidade com pigmentos de cor, resultando em uma maior gama de cores. Até recentemente, as resinas ligantes de poliéster eram frequentemente usadas na preparação de toners moídos mecanicamente, mas raramente em toners preparados quimicamente. As resinas ligantes de poliéster são fabricadas utilizando polimerização por condensação. Este método é consume muito tempo devido ao envolvimento de ciclos de polimerização longos e, por conseguinte, limita a utilização de resinas ligantes de poliéster para polímeros de poliéster que possuem pesos moleculares baixos ou moderados, o que limita as propriedades de fusão do toner. Além disso, resinas ligantes de poliéster são mais difíceis de dispersar em um sistema aquoso que, devido à sua natureza polar, sensibilidade ao pH e teor de gel, limitando assim a sua aplicabilidade no processo de agregação de emulsão.

[007]No entanto, com o avanço da tecnologia de fabricação de toner, tornou-se possível a obtenção de emulsões estáveis formadas usando resinas ligantes de poliéster dissolvendo-as primeiro em um solvente orgânico, tal como metil-etil-cetona (MEK), cloreto de metileno, acetato de etila, ou tetrahidrofurano (THF), e, em

seguida, realizar um processo de inversão de fase em que a água é adicionada lentamente ao solvente orgânico. O solvente orgânico é então evaporado para permitir que as resinas ligantes de poliéster formem emulsões estáveis. A patente U.S. No. 7.939.236 intitulada "Chemically Prepared Toner and Process Therefor", que está atribuída ao titular do presente pedido e aqui incorporada por referência na sua totalidade, descreve um processo semelhante para a obtenção de uma emulsão estável usando um solvente orgânico. Esses avanços permitiram a utilização de resinas ligantes de poliéster para formar toner de agregação por emulsão. Por exemplo, a Patente U.S. No. 7.923.191, intitulada "Polyester Resin Produced by Emulsion Aggregation", e Aplicação de Patente U.S. No. de série 12/206.402 intitulado "Emulsion Aggregation Toner Formulation", que está atribuída ao titular do presente pedido e incorporadas como referência aqui, na sua totalidade, descrevem processos para a preparação de toner de agregação por emulsão utilizando resinas ligantes de poliéster.

[008]Estas técnicas proporcionam a capacidade para produzir um toner de agregação de emulsão, que possui uma excelente fusibilidade; no entanto, as questões relacionadas com a migração de superfície de resinas de baixo peso molecular, ceras e corantes persistem. A migração destes ingredientes para a superfície da partícula do toner enfraquece a fusão do toner e as propriedades de transporte/armazenamento e aumenta a ocorrência de formação de filme nos componentes da impressora. Por conseguinte, será apreciado que uma formulação de toner de agregação por emulsão e processo que reduz a migração de resinas de baixo peso molecular, ceras e corantes para a superfície das partículas de toner é desejada. Também é desejável minimizar o número total de partículas finas de toner, que contribuem para a formação de filme nos componentes da impressora.

SUMÁRIO

[009] Uma composição de toner quimicamente preparada de acordo com

uma modalidade exemplo inclui um núcleo que inclui um primeiro ligante de polímero, um corante e um agente de liberação; uma casca que é formada em torno do núcleo e inclui um segundo ligante de polímero; e um agente de acoplamento de bórax entre o núcleo e a casca.

BREVE DESCRIÇÃO DOS DESENHOS

[010]As características e as vantagens acima mencionadas e outras das várias modalidades, e a maneira de as atingir, serão mais evidentes e melhor compreendidas por referência aos desenhos anexos.

[011]Figura 1 é uma imagem de uma partícula de toner de agregação por emulsão convencional tirada com um microscópio eletrônico de varredura.

[012] A Figura 2 é uma imagem de partículas de toner de agregação de emulsão que inclui um agente ligante de bórax entre as camadas do núcleo e de casca de toner de acordo com uma modalidade exemplo.

[013]A Figura 3 é um gráfico que descreve a janela de ajuste do pH para um toner de agregação por emulsão que inclui um agente de ligação de bórax entre o núcleo e camadas da casca do toner de acordo com uma modalidade exemplo em comparação com um toner de agregação por emulsão convencional, um toner que inclui um agente de acoplamento de sulfato de zinco e um toner que inclui um agente de ligação de sulfato de alumínio.

DESCRIÇÃO DETALHADA

[014]A descrição e desenhos seguintes ilustram modalidades suficientemente para permitir que os especialistas na arte pratiquem a presente invenção. É para ser entendido que esta divulgação não se limita aos detalhes de construção e na disposição dos componentes apresentados na descrição seguinte ou ilustrados nos desenhos. A invenção é capaz de outras modalidades e de ser praticada ou ser realizada de várias maneiras. Por exemplo, outras modalidades podem incorporar modificações estruturais, cronológicas, de processo, e outras.

Exemplos meramente simbólicos de possíveis variações. Componentes e funções individuais são opcionais, a menos que explicitamente necessário, e a sequência de operações pode variar. As porções e as características de algumas modalidades podem ser incluídas ou substituídas por aquelas de outros. O âmbito de aplicação engloba as reivindicações anexas e todos os equivalentes disponíveis. A descrição seguinte é, portanto, para não ser tomada num sentido limitado e o âmbito da presente invenção é definido pelas reivindicações anexas. Também, é para ser entendido que a fraseologia e terminologia aqui utilizada é para o propósito de descrição e não devem ser considerados como limitantes. O uso do termo "incluindo", "compreendendo" ou "tendo" e suas variações, aqui pretende englobar os itens listados em seguida e os seus equivalentes, assim como os artigos adicionais.

[015]A presente invenção se refere a um toner quimicamente preparado que contém um agente de acoplamento de bórax entre o núcleo e as camadas da casca de um toner e um método de agregação por emulsão associado de preparação. O toner pode ser utilizado em uma impressora eletrofotográfica, como uma impressora, copiadora, aparelho multi-função ou de um dispositivo tudo-em-um. O toner pode ser fornecido em um cartucho de toner, que alimenta a impressora eletrofotográfica. Exemplo de métodos de formação de toner utilizando técnicas convencionais de agregação de emulsão podem ser encontrados na Patente dos EUA N ° s 6.531.254 e 6.531.256, que são aqui incorporados por referência na sua totalidade.

[016]No presente processo de agregação por emulsão, as partículas de toner são fornecidas por meio de métodos químicos em oposição aos métodos físicos, tais como pulverização. Geralmente, o toner inclui um ou mais ligantes de polímero, um agente de liberação, um corante, um agente de acoplamento de bórax e um ou mais aditivos opcionais, tais como um agente de controle de carga (CCA). Uma emulsão de um ligante de polímero é formada em água, opcionalmente, com

um solvente orgânico, com uma base inorgânica, tal como hidróxido de sódio, hidróxido de potássio, hidróxido de amônio, ou um composto de amina orgânica. Um agente estabilizador tendo um grupo funcional aniônico (A-), por exemplo, um agente tensoativo aniônico ou um dispersante polimérico aniônico pode também ser incluído. Será apreciado que um grupo funcional (C+) catiônico, por exemplo, um tensoativo catiônico ou um dispersante polimérico catiônico, pode ser substituído se desejado. O látex polimérico é utilizado em dois pontos durante o processo de formação de toner. Uma primeira porção do látex polimérico é utilizado para formar o núcleo da partícula resultante de toner e uma segunda porção de látex polimérico é utilizado para formar uma casca em torno do núcleo de toner. A primeira e segunda parte do látex polimérico podem ser formadas separadamente ou em conjunto. Onde as porções do látex polimérico que formam o núcleo do toner e a casca do toner são formadas separadamente, tanto ligantes de polímeros iguais ou diferentes podem ser utilizados. A razão entre a quantidade de ligante polimérico no núcleo de toner para a quantidade de toner na casca está compreendida entre cerca de 20:80 (em peso) e cerca de 80:20 (em peso), incluindo todos os valores e incrementos entre elas, tal como entre cerca de 50:50 (em peso) e cerca de 80:20 (em peso), dependendo da resina utilizada em particular.

[017]O corante, agente de liberação, e a CCA opcional são dispersos em separado nos seus próprios meios aquosos ou em uma mistura aquosa, como desejado, na presença de um agente de estabilização tendo uma funcionalidade similar (e carga iônica) como o agente estabilizador empregado no látex polimérico. O látex polimérico que forma o núcleo do toner, a dispersão de agente de liberação, a dispersão de corante e a dispersão opcional de CCA são então misturadas e agitadas para assegurar uma composição homogênea. Tal como aqui utilizado, o termo dispersão refere-se a um sistema no qual as partículas são dispersas em uma fase contínua de uma composição (ou de estado) diferente, e podem incluir uma

emulsão. O ácido é então adicionado para reduzir o pH e provocar a floculação. Floculação refere-se ao processo pelo qual as partículas desestabilizadas conglomeram (devido, por exemplo, a presença de contra-íons disponíveis) em agregados relativamente grandes. Neste caso, a floculação inclui a formação de um gel, onde a resina, corante, agente de liberação e CCA formam uma mistura de agregado, tipicamente a partir de partículas de 1-2 micra (μm) de tamanho. Salvo indicado em contrário, a referência ao tamanho de partícula refere-se a maior dimensão de seção transversal da partícula. As partículas de toner agregadas podem então ser aquecidas a uma temperatura que é inferior a ou cerca de (por exemplo, ± 5 °C) a temperatura de transição vítrea (T_g) do látex polimérico para induzir o crescimento de agregados das partículas de agregado. Uma vez que as partículas de agregado atingem o tamanho desejado para o núcleo do toner, o agente de acoplamento de bórax é adicionado de modo que se forma sobre a superfície do núcleo de toner. Após a adição do agente de acoplamento de bórax, é adicionado o látex polimérico que forma a casca do toner. Este látex polimérico se agrega em torno do núcleo de toner para formar a casca do toner. Uma vez que as partículas de agregado atingem o tamanho desejado do toner, a base pode ser adicionada para aumentar o pH e reionizar o agente estabilizante aniônico para impedir o crescimento das partículas ou pode-se adicionar agentes de estabilização aniônicos adicionais. A temperatura é então elevada acima da temperatura de transição vítrea (T_g) do látex de polímero para fundir as partículas entre si em cada aglomerado. Esta temperatura é mantida até que as partículas atinjam a circularidade desejada. As partículas de toner são, em seguida, lavadas e secas.

[018]As partículas de toner produzidas podem ter um tamanho médio de partícula dentre cerca de 3 μm e cerca de 20 μm (volume médio de tamanho de partícula), incluindo todos os valores e incrementos entre as mesmas, tal como entre cerca de 4 μm e cerca de 15 μm ou, mais particularmente, entre cerca de 5 μm e

cerca de 7 μm As partículas de toner produzida podem ter um grau médio de circularidade entre cerca de 0,90 e cerca de 1,00, incluindo todos os valores e incrementos entre as mesmas, tal como cerca de 0,93 a cerca de 0,98. O grau médio de circularidade e tamanho médio de partícula pode ser determinado por um analisador de imagem de fluxo de partícula Sysmex (por exemplo, FPIA-3000) disponível da Malvern Instruments.

[019]Os diferentes componentes para o processo de agregação por emulsão para preparar o toner acima referenciado será descrito abaixo. Deve notar-se que as várias características dos componentes indicados podem ser ajustadas para facilitar o passo de agregação e formação de partículas de toner de tamanho e geometria desejada. Por conseguinte, pode ser apreciado que, ao controlar as características indicadas, pode-se em primeiro lugar formar dispersões relativamente estáveis em que a agregação pode prosseguir adiante com controle relativamente fácil do tamanho de partícula final de toner para uso em uma impressora eletrofotográfica ou cartucho de impressora.

Ligantes de polímero

[020]Como foi mencionado acima, os toners na presente invenção incluem um ou mais ligantes poliméricos. A resina de polímero e termos são aqui utilizados alternadamente como não existe nenhuma diferença entre as duas técnicas. Em uma modalidade, o ligante polimérico inclui poliésteres. O ligante de poliéster pode incluir um ligante de poliéster semicristalino, um ligante de poliéster cristalino ou um ligante de poliéster amorfo. Alternativamente, o ligante de poliéster pode incluir um ligante resina de copolímero de poliéster. Por exemplo, o ligante de poliéster pode incluir um enxerto de copolímero de estireno/poliéster acrílico. O ligante de poliéster pode ser formado utilizando os ácidos monoméricos, tais como ácido tereftálico, anidrido trimelítico, anidrido dodecil succínico e ácido fumárico. Além disso, o ligante de poliéster pode ser formado a partir de monômeros de álcool, tais como etoxilados

e bisfenol A propoxilado. Exemplos de resinas de poliéster incluem, mas não estão limitadas a, T100, TF-104, NE-1582, NE-701, NE- 2141, NE-1569, Binder C, FPESL-2, W-85N, TL-17, TPESL-10, TPESL-11 resinas de poliéster da Kao Corporation, Bunka Sumida-ku, Tóquio, no Japão, ou suas misturas.

[021]Em outras modalidades, o ligante de polímero inclui um polímero do tipo termoplástico, tal como polímero de estireno e/ou estireno substituído, tal como um homopolímero (por exemplo, poliestireno) e/ou copolímero (por exemplo, copolímero de estireno-butadieno e/ou um copolímero de estireno-acrílico, um copolímero de estireno-butila metacrilato e/ou polímeros feitos a partir de estireno-butila acrilato e outros monômeros acrílicos tais como hidroxí-acrilatos ou metacrilatos de hidroxila); polivinil acetato, polialcenos, poli(cloreto de vinila), poliuretanos, poliamidas, silicones, resinas epóxi, ou resinas fenólicas.

[022]Como foi discutido acima, em algumas modalidades, o núcleo do toner pode ser formado a partir de um ligante de polímero (ou mistura) e a casca de toner formada a partir de um outro. Além disso, a razão entre a quantidade de ligante polimérico no núcleo de toner para a quantidade de toner na casca de toner pode estar compreendida entre cerca de 20:80 (em peso) e cerca de 80:20 (em peso) ou mais especificamente entre cerca de 50: 50 (em peso) e cerca de 80:20 (em peso), incluindo todos os valores e incrementos entre elas. O ligante polimérico total pode ser fornecido no intervalo de cerca de 70% a cerca de 95% em peso da formulação de toner final, incluindo todos os valores e incrementos entre elas.

Agente do acoplamento de Bórax

[023]O agente de ligação usado aqui é bórax (também conhecido como borato de sódio, tetraborato de sódio, ou tetraborato de dissódio). Como aqui utilizado, o termo agente de acoplamento refere-se a um composto químico tendo a capacidade de reticulação para ligar dois ou mais componentes em conjunto. Tipicamente, os agentes de acoplamento têm a capacidade de ligação multivalente.

Bórax difere de agentes de acoplamento permanentes comumente utilizados, tais como os íons de metal polivalente (por exemplo, de alumínio e de zinco), visto que sua ligação é reversível. No processo eletrofotográfico, o toner é preferível ter uma temperatura de fusão baixa para conservar a energia e uma baixa viscosidade no estado fundido ("macio") para permitir a impressão em alta velocidade com baixas temperaturas de fusão. No entanto, a fim de manter a estabilidade do toner durante o transporte e armazenamento e para evitar a formação de filme nos componentes da impressora, o toner é preferido ser "mais duro" a temperaturas inferiores à temperatura de fusão. O bórax proporciona a reticulação através de ligações de hidrogênio entre os grupos hidroxila e os grupos funcionais das moléculas a serem ligadas. A ligação de hidrogênio é sensível à temperatura e pressão e não é uma ligação estável e permanente. Por exemplo, quando a temperatura é aumentada até um certo grau ou tensão é aplicada ao polímero, a ligação será parcial ou completamente quebrada levando o polímero a "fluir" ou rasgar. A reversibilidade das ligações formadas pelo agente de acoplamento de bórax é particularmente útil no toner, pois permite um toner "suave" à temperatura de fusão, mas um toner "duro" à temperatura de armazenagem.

[024] Também tem sido observado que o bórax surpreendentemente faz com que partículas finas se acumulem em partículas maiores. Como resultado, o bórax é particularmente adequado como um agente de ligação entre as camadas do núcleo e da casca do toner porque ele acumula os componentes do núcleo do toner para as partículas do núcleo antes da casca ser adicionada reduzindo, assim, as partículas finas residuais no toner. Este, por sua vez, reduz a quantidade de ácido necessária na fase de aglomeração e estreita a distribuição de tamanho de partículas do toner.

[025] Bórax também serve como um bom tampão na reação de formação do toner, como resultado do equilíbrio formado por ácido bórico e sua base conjugada.

A presença de bórax faz a reação mais resistente a alterações de pH e amplia a janela de ajuste de pH da reação, em comparação com um processo de agregação por emulsão convencional. O pH da janela de ajuste é crucial para a escala industrial do processo para controlar o tamanho de partícula. Com uma janela mais ampla, o processo é mais fácil de controlar em escala industrial.

[026]A quantidade do agente de acoplamento bórax aqui utilizado pode ser variada. O agente de acoplamento de bórax pode ser fornecido a entre cerca de 0,1% e cerca de 5,0% em peso do total do ligante de polímero no toner, incluindo todos os valores e incrementos entre os mesmos, como por exemplo entre cerca de 0,1% e cerca de 1,0% ou entre cerca de 0,1% e cerca 0,5%. Se muito agente de acoplamento é utilizado, a sua ligação não pode ser completamente quebrada em alta temperatura de fusão. Por outro lado, se pouco agente de acoplamento é utilizado, ele pode deixar de fornecer a ligação desejada e os efeitos de tamponamento.

Corante

[027]Os corantes são composições que conferem cor ou outros efeitos visuais para o toner e podem incluir negro de fumo, corantes (que podem ser solúveis em um dado meio e capazes de precipitação), pigmentos (que podem ser insolúveis em um dado meio) ou uma combinação dos dois. A dispersão de corante pode ser preparada misturando o pigmento em água, com um dispersante. Alternativamente, um corante auto-dispersante pode ser utilizado, permitindo desse modo a omissão do agente dispersante. O corante pode estar presente na dispersão a um nível de cerca de 5% a cerca de 20%, em peso, incluindo todos os valores e incrementos entre eles. Por exemplo, o corante pode estar presente na dispersão a um nível de cerca de 10% a cerca de 15% em peso.

[028]A dispersão de corante pode conter partículas de um tamanho de cerca de 50 nanômetros (nm) a cerca de 500 nm e todos os valores e incrementos entre

eles. Além disso, a dispersão de corante pode ter uma percentagem em peso de pigmento dividido pelo percentual de peso de dispersante (razão P/D) de cerca de 1:1 a cerca de 8:1, incluindo todos os valores e incrementos entre os mesmos, tal como cerca de 2:1 a cerca de 5:1. O corante pode estar presente em menos do que ou igual a cerca de 15% em peso da formulação de toner final, incluindo todos os valores e incrementos entre eles.

Agente de Liberação

[029]O agente de liberação pode incluir qualquer composto que facilita a liberação de toner de um componente de uma impressora eletrofotográfica (por exemplo, a liberação a partir de uma superfície de rolo). Por exemplo, o agente de liberação pode incluir cera de poliolefina, cera de éster, cera de poliéster, cera de polietileno, sais metálicos de ácidos graxos, ésteres de ácidos graxos, ésteres de ácidos graxos parcialmente saponificados, ésteres de ácidos graxos superiores, álcoois superiores, ceras de parafina, cera de carnaúba, ceras de amida e ésteres de álcoois polihídricos.

[030]O agente de liberação pode assim incluir um polímero à base de um hidrocarboneto de baixo peso molecular (por exemplo, $M_n \leq 10.000$), que tem um ponto de fusão inferior a cerca de 140 °C, incluindo todos os valores e incrementos entre cerca de 50 °C e cerca de 140 °C. Por exemplo, o agente de liberação pode ter um ponto de fusão de cerca de 60 °C a cerca de 135 °C, ou entre cerca de 65 °C a cerca de 100 °C, etc. O agente de liberação pode estar presente na dispersão em uma quantidade de cerca 5% para cerca de 35%, em peso, incluindo todos os valores e incrementos entre eles. Por exemplo, o agente de liberação pode estar presente na dispersão em uma quantidade de cerca de 10% a cerca de 18% em peso. A dispersão de agente de liberação pode também conter partículas de um tamanho de cerca de 50 nm a cerca de 1 μ m, incluindo todos os valores e incrementos entre eles. Além disso, a dispersão de agente de liberação pode ser

ainda caracterizada como tendo uma percentagem em peso do agente de liberação dividido pelo percentual de peso de dispersante (razão RA/D) de cerca de 1:1 a cerca de 30:1. Por exemplo, a razão RA/D pode ser de cerca de 3:1 a cerca de 8:1. O agente de liberação pode ser fornecido na faixa de cerca de 2% a cerca de 20% em peso da formulação de toner final, incluindo todos os valores e incrementos entre eles.

Tensoativo / Dispersante

[031]Um agente tensoativo, um dispersante polimérico ou uma combinação dos mesmos, podem ser utilizados. O dispersante polimérico pode incluir em geral três componentes, nomeadamente, um componente hidrofílico, um componente hidrofóbico e um componente protetor coloidal. O termo hidrofóbico refere-se a uma estrutura química do tipo relativamente não polar que tende a se auto associar na presença de água. O componente hidrofóbico do dispersante polimérico pode incluir grupos funcionais ricos em elétrons ou hidrocarbonetos de cadeia longa. Tais grupos funcionais são conhecidos por exibirem forte interação e/ou propriedades de adsorção em relação à superfície das partículas, tais como o corante e o ligante de resina de poliéster da emulsão de resina de poliéster. A funcionalidade hidrofílica refere-se à funcionalidade relativamente polar (por exemplo, um grupo aniônico), que pode, em seguida, tender a se associar com as moléculas de água. O componente protetor coloidal inclui um grupo solúvel em água com nenhuma função iônica. O componente protetor coloidal do dispersante polimérico proporciona uma estabilidade adicional ao componente hidrofílico, em um sistema aquoso. A utilização do componente protetor coloidal reduz substancialmente a quantidade de segmento de monômero iônico ou o componente hidrofílico no dispersante polimérico. Além disso, o componente protetor coloidal estabiliza o dispersante polimérico em meios pouco ácidos. O componente protetor coloidal inclui, geralmente, grupos polietilenoglicol (PEG). O dispersante aqui empregado pode

incluir os dispersantes descritos na patente EUA No. 6.991.884 e Patente dos EUA No. 5.714.538, que são aqui incorporados por referência na sua totalidade.

[032]O tensoativo, tal como aqui utilizado, pode ser um tensoativo convencional conhecido na arte para a dispersão de corantes auto dispersantes e agentes de liberação não utilizados para a preparação de formulações de toner para eletrofotografia. Tensoativos comerciais tais como a série AKYPO de ácidos carboxílicos de AKYPO da Kao Corporation, Bunka Sumida-ku, Tóquio, Japão pode ser usado. Por exemplo, éter-carboxilatos de alquila e éter-sulfatos de alquila, preferencialmente éter-carboxilatos de laurila e éter-sulfatos de laurila, respectivamente, podem ser usados. Um agente tensoativo aniônico apropriado é AKYPO RLM-100 disponível pela Kao Corporation, Bunka Sumida-ku, Tóquio, Japão, que é o ácido laureth-11 carboxílico, proporcionando assim a funcionalidade carboxilato aniônica. Outros agentes tensoativos aniônicos aqui contemplados incluem fosfatos de alquila, sulfonatos de alquila e sulfonatos de alquil-benzeno. Ácido sulfônico contendo polímeros ou tensoativos podem também ser empregados.

Aditivos Opcionais

[033]A formulação de toner da presente divulgação pode também incluir um ou mais agentes de controle de carga convencionais, que podem, opcionalmente, ser utilizados para a preparação da formulação de toner. Um agente de controle de carga pode ser entendido como um composto que auxilia na produção e estabilidade de uma tribocarga no toner. O agente de controle de carga também ajuda na prevenção da deterioração das propriedades de carga da formulação de toner. O agente de controle de carga pode ser preparado sob a forma de uma dispersão de uma maneira semelhante à dos corantes e dispersões de agentes de liberação acima discutidos.

[034][A formulação de toner pode incluir um ou mais aditivos, tais como ácidos e/ou bases, emulsionantes, absorventes de UV, aditivos fluorescentes,

aditivos perolados, plastificantes e as suas combinações. Estes aditivos podem ser desejados para melhorar as propriedades de uma imagem impressa utilizando a formulação de toner presente. Por exemplo, absorventes de UV podem ser incluídos para aumentar a resistência à degradação por luz UV, impedindo o desbotamento gradual da imagem após exposições subsequentes a radiações ultravioletas. Como exemplos adequados dos absorvedores de UV incluem, mas não estão limitados a, benzofenona, benzotriazol, acetanilida, triazina e os seus derivados. Plastificantes comerciais, que são conhecidos na técnica também podem ser utilizados para ajustar a temperatura coalescente da formulação de toner.

[035]Os exemplos seguintes são proporcionados para ilustrar ainda mais os ensinamentos da presente descrição, e não para limitar o âmbito da presente revelação.

EXEMPLOS

Exemplo de dispersão de pigmento magenta

[036]Cerca de 10g de AKYPO RLM-100 polioxietileno (10) de lauril éter de ácido carboxílico de Kao Corporation, Bunka Sumida-ku, Tóquio, no Japão foi combinado com cerca de 350g de água deionizada e o pH foi ajustado para ~ 7-9 usando hidróxido de sódio. Cerca de 10g de Solsperse 27000 da Lubrizol Advanced Materials, Cleveland, Ohio, EUA, foi adicionado e a mistura de dispersantes e de água foi misturada com um agitador elétrico, seguido pela adição relativamente lenta de 100g de pigmento vermelho 122. Uma vez que o pigmento foi completamente molhado e disperso, a mistura foi adicionada a um moinho de meio horizontal para reduzir o tamanho de partícula. A solução foi processada no meio de moinho até que o tamanho de partícula fosse de cerca de 200 nm. A dispersão do pigmento final foi ajustado para conter cerca de 20% a cerca de 25% de sólidos por peso.

Exemplo de dispersão de pigmento Ciano

[037]Cerca de 10g de AKYPO RLM-100 polioxietileno (10) lauril éter de

ácido carboxílico de Kao Corporation, Bunka Sumida-ku, Tóquio, Japão foi combinado com cerca de 350 g de água deionizada e o pH foi ajustado para ~ 7-9 usando hidróxido de sódio. Cerca de 10g de Solsperse 27000 da Lubrizol Advanced Materials, Cleveland, Ohio, EUA, foi adicionado e a mistura de dispersantes e água foi misturada com um agitador elétrico, seguido pela adição relativamente lenta de 100g de pigmento azul 15:3. Uma vez que o pigmento foi completamente molhado e disperso, a mistura foi adicionada a um moinho de meio horizontal para reduzir o tamanho de partícula. A solução foi processada no meio de moinho até que o tamanho de partícula fosse de cerca de 200 nm. A dispersão do pigmento final foi ajustada para conter cerca de 20% a cerca de 25% de sólidos por peso.

Exemplo de Emulsão de Cera

[038]Cerca de 12g de AKYPO RLM-100 polioxietileno (10) lauril éter de ácido carboxílico de Kao Corporation, Bunka Sumida-ku, Tóquio, Japão foi combinado com cerca de 325g de água deionizada e o pH foi ajustado para ~ 7-9 usando hidróxido de sódio. A mistura foi então processada através de um microfluidizador e aquecida a cerca de 90 ° C. Cerca de 60 g de cera de polietileno da Petrolite, Corp, Westlake, Ohio, EUA, foi adicionada lentamente enquanto a temperatura era mantida a cerca de 90 °C durante cerca de 15 minutos. A emulsão foi, então, removida do microfluidizador, quando o tamanho de partícula era inferior a cerca de 300 nm. A solução foi então agitada à temperatura ambiente. A emulsão de cera foi definida para conter cerca de 10% a cerca de 18% de sólidos por peso.

Exemplo de emulsão de resina de poliéster A

[039]Uma resina de poliéster mista possuindo um peso molecular de pico de cerca de 9000, uma temperatura de transição vítrea (Tg) de cerca de 53 °C a cerca de 58 ° C, uma temperatura de fusão (Tm) de cerca de 110 ° C, e um índice de acidez de cerca de 15 a cerca de 20 foi utilizada. A temperatura de transição vítrea é medida por calorimetria diferencial de varredura (DSC), em que, neste caso, o início

da mudança da linha de base (capacidade de calor) indica assim que a Tg pode ocorrer a cerca de 53 °C a cerca de 58 °C a uma taxa de aquecimento de cerca de 5 por minuto. O índice de acidez pode ser devido à presença de uma ou mais funcionalidades livres de ácido carboxílico (-COOH), no poliéster. O valor ácido refere-se à massa de hidróxido de potássio (KOH) em miligramas de que é necessária para neutralizar um grama de poliéster. O valor de ácido é, portanto, uma medida da quantidade de grupos de ácido carboxílico no poliéster.

[040] 150 g da resina de poliéster mista foi dissolvida em 450 g de metil-etil-cetona (MEK), num balão de fundo redondo com agitação. A resina dissolvida foi em seguida vertida para uma béquer. O béquer foi colocado em um banho de gelo diretamente sob um homogeneizador. O homogeneizador foi ligado com cisalhamento elevado e 10 g de 10% solução de hidróxido de potássio (KOH) e 500 g de água deionizada foram imediatamente adicionadas ao béquer. O homogeneizador foi executado com cisalhamento elevado durante cerca de 2-4 minutos, em seguida, a solução de resina homogeneizada foi colocada em um reator de destilação a vácuo. A temperatura do reator foi mantida a cerca de 43 °C e a pressão foi mantida entre cerca de 74,5KPa (22 inHg) e cerca de 77,9KPa (23 inHg). Cerca de 500 mL de água deionizada adicional foi adicionada ao reator e a temperatura foi gradualmente aumentada até cerca de 70 °C para assegurar que substancialmente todo o MEK foi destilado. O aquecimento para o reator foi então desligado e a mistura foi agitada até que se atingiu a temperatura ambiente. Assim que o reator atingiu a temperatura ambiente, o vácuo foi desligado e a solução de resina foi removida e colocada em frascos de armazenagem.

[041] O tamanho de partícula da emulsão de resina foi entre cerca de 185 nm e cerca de 235 nm (volume médio), como medido por um Analisador de Tamanho de Partículas NANOTRAC. O pH da solução de resina foi entre cerca de 6,5 e cerca de 7,0.

Exemplo de emulsão de resina de poliéster B

[042] Uma resina de poliéster com um peso molecular de pico de cerca de 11.000, uma temperatura de transição vítrea de cerca de 55 °C até cerca de 60 °C, uma temperatura de fusão de cerca de 110 °C, e um valor ácido de cerca de 15 a cerca de 20 foi utilizada para formar uma emulsão utilizando o procedimento descrito no Exemplo de resina de poliéster A, exceto usando 8 g de solução hidróxido de potássio 10% (KOH).

[043] O tamanho de partícula da emulsão de resina era entre cerca de 195 nm e cerca de 235 nm (volume médio), como medido pelo Analisador de Tamanho de Partícula NANOTRAC. O pH da Solução de resina era de cerca de 6,7 e cerca de 7,2.

Exemplo de emulsão de resina de poliéster C

[044] Uma resina de poliéster com um peso molecular de pico de cerca de 11.000, uma temperatura de transição vítrea de cerca de 55 °C a cerca de 58 °C, uma temperatura de fusão de cerca de 115 °C, e um índice de acidez de cerca de 8 a cerca de 13 foi utilizada para formar uma emulsão utilizando o procedimento descrito no Exemplo de Resina de Poliéster A, exceto utilizando 7 g de solução de hidróxido de potássio (KOH) a 10%.

[045] O tamanho de partícula da emulsão de resina era entre cerca de 190 nm e cerca de 240 nm (volume médio), como medido por um Analisador de Tamanho de Partículas NANOTRAC. O pH da solução de resina foi entre cerca de 7,5 e cerca de 8,2.

Exemplos de Formulação de Toner

Exemplo Comparativo de Toner I

[046] O Exemplo Comparativo de Toner I foi preparado utilizando um processo agregação por emulsão convencional e não inclui um agente de acoplamento de bórax. A agregação da emulsão CPT usada neste exemplo foi uma

aglomeração ácida com um pH reverso usado para interromper o crescimento das partículas de toner. Os componentes foram adicionados a um reator de 2,5 litros, nas seguintes proporções relativas: 88,2 partes (de poliéster por peso) do Exemplo de emulsão de resina de poliéster A, 6,8 partes (de pigmento em peso) do Exemplo de Dispersão de Pigmento Magenta, e 5 partes (de agente de liberação por peso) do Exemplo de Emulsão de Cera. Água deionizada foi então adicionada, de modo que a mistura continha cerca de 12,5% de sólidos por peso.

[047]A mistura foi aquecida no reator até 30 °C e um circuito de circulação, foi iniciado consistindo de um misturador de cisalhamento elevado e de uma bomba de adição de ácido. A mistura foi enviada através do circuito e o misturador de cisalhamento elevado foi ajustado a 10.000 rotações por minuto (rpm). Ácido foi lentamente adicionado ao misturador de cisalhamento elevado para dispersar uniformemente o ácido na mistura de toner de modo que não houvesse bolsos de pH baixo. A adição de ácido levou cerca de 4 minutos, utilizando 306g de uma solução de ácido sulfúrico 1%. O fluxo do circuito foi, em seguida, invertido para regressar a mistura de toner para o reator. A temperatura do reator foi aumentada para cerca de 50 °C para crescer as partículas. A temperatura foi mantida a cerca de 50 °C até que as partículas atingissem o tamanho desejado (valor de tamanho médio de cerca de 5 µm a cerca de 6 µm e volume de tamanho médio de cerca de 6 µm a cerca de 7 µm). Uma vez que as partículas alcançaram o seu tamanho desejado, NaOH 4% foi adicionado para aumentar o pH para 6,00 para parar o crescimento das partículas. A reação foi mantida a cerca de 50 °C durante cerca de uma hora e, em seguida, a temperatura foi aumentada para 91 °C para fazer com que as partículas coalescessem. As partículas foram mantidas a 91 °C, até as partículas atingirem a circularidade desejada (cerca de 0,97). O toner foi, em seguida, lavado e seco.

[048] O toner seco tinha um volume de tamanho de partícula médio de 6,0

µm, medido por um analisador contador Coulter Multisizer 3. Finos (< 2 µm) estavam presentes em 4,16% (em número) e o toner possuía uma circularidade de 0,970, ambos medidos pelo analisador de caracterização de partículas SYSMEX FPIA-3000, fabricado pela Malvern Instruments, Ltd., Malvern, Worcestershire UK. A quantidade de finos no Exemplo Comparativo do Toner I era consistente com outros toners de poliéster de agregação de emulsão que não incluem um agente de acoplamento de bórax, que possuía finos entre 1% e 7% (em número).

[049]Toners adicionais foram feitos usando a formulação e procedimento do exemplo comparativo do Toner I, exceto o pH de neutralização foi alterado para testar a janela de pH de ajuste. Os resultados destes toners são mostrados na Tabela 2 abaixo.

Exemplo de Toner A

[050]O Exemplo de emulsão de resina de poliéster A, foi dividido em dois lotes, divididos 70:30 em peso, para formar o núcleo e a camada do toner, respectivamente. O teor total de poliéster representou cerca de 87,7% do total de sólidos de toner. Por conseguinte, o primeiro lote continha 61,4% de sólidos totais de toner e o segundo lote continha 26,3% de sólidos totais de toner. Componentes foram adicionados a um reator de 2,5 litro nas seguintes percentagens: o primeiro lote do Exemplo Emulsão de Resina de Poliéster A com 61,4 partes (de poliéster em peso), 6,8 partes (de pigmento por peso) do Exemplo de Dispersão de Pigmento Magenta, e 5 partes (de agente de liberação por peso) do Exemplo de cera de emulsão. Água deionizada foi então adicionado, de modo que a mistura continha cerca de 12% a cerca de 15% de sólidos por peso.

[051]A mistura foi aquecida em um reator até 30 °C e um circuito de circulação, foi iniciado consistindo de um misturador de cisalhamento elevado e de uma bomba de adição de ácido. A mistura foi enviada através do circuito e o misturador de cisalhamento elevado foi ajustado a 10.000 rpm. Ácido foi lentamente

adicionado ao misturador de cisalhamento elevado para dispersar uniformemente o ácido na mistura de toner de modo a que não houvesse bolsos de pH baixo. A adição de ácido levou cerca de 4 minutos com 200 g de solução de ácido sulfúrico 1%. O fluxo do circuito foi, em seguida, invertido para retornar a mistura de toner para o reator e a temperatura do reator foi aumentada para cerca de 40 - 45 °C. Uma vez alcançado o tamanho de partícula 4,0 µm (número médio), 5% (em peso) de solução de bórax (30 g de solução contendo 1,5 g de bórax) foi adicionado. O teor de bórax representava cerca de 0,5% por peso dos sólidos totais de toner. Após a adição de bórax, o segundo lote do Exemplo de Emulsão de Resina de Poliéster A, foi adicionado, o qual continha 26,3 partes (de poliéster em peso). A mistura foi agitada durante cerca de 5 minutos e o pH foi monitorizado. Uma vez que o tamanho de partícula atingiu 5,5 µm (número médio), NaOH 4% foi adicionado para aumentar o pH para cerca de 5,95 para parar o crescimento das partículas. A temperatura de reação foi mantida durante uma hora. O tamanho das partículas foi monitorizado durante este período de tempo. Uma vez que o crescimento de partícula parou, a temperatura foi aumentada para 88 °C para fazer com que as partículas coalescessem. Esta temperatura foi mantida até que as partículas atingissem sua circularidade desejada (cerca de 0,97). O toner foi então lavado e seco.

[052]O toner seco tinha um volume médio de tamanho de partícula de 6,65 µm e um número médio de tamanho de partícula de 5,49 µm. Finos (< 2 µm) estavam presentes em 0,11% (em número) e o toner possuía uma circularidade de 0,978.

[053]Toners adicionais foram feitos usando a formulação e procedimento do Exemplo de Toner A, exceto que o pH de neutralização foi alterado para testar a janela de pH de ajuste. Os resultados destes toners são mostrados na Tabela 2 abaixo.

Exemplo de toner B

[054] O Exemplo de Emulsão de Resina de Poliéster A, foi dividido em dois lotes, dividido 60:40 em peso, para formar o núcleo e a camada do toner, respectivamente. O teor total de poliéster representou cerca de 87,9% de sólidos totais de toner. Por conseguinte, o primeiro lote continha 52,7% de sólidos totais de toner e o segundo lote continha 35,2% de sólidos totais de toner. Componentes foram adicionados a um reator de 2,5 litros nas seguintes percentagens: o primeiro lote do Exemplo de Emulsão de Resina de Poliéster A com 52,7 partes (de poliéster por peso), 6,8 partes (de pigmento por peso) do Exemplo de Dispersão de Pigmento Magenta e 5 partes (de agente de libertação por peso) do Exemplo de Emulsão de Cera. Água deionizada foi então adicionada, de modo que a mistura continha cerca de 12% a cerca de 15% de sólidos por peso.

[055] A mistura foi aquecida no reator a 30 °C e um circuito de circulação foi iniciado consistindo de um misturador de elevado cisalhamento e de uma bomba de adição de ácido. A mistura foi enviada através do circuito e o misturador de elevada tensão de cisalhamento foi ajustado a 10.000 rpm. Ácido foi lentamente adicionado ao misturador de cisalhamento elevado para dispersar uniformemente o ácido na mistura de toner de modo a que não houvesse bolsos de pH baixo. A adição de ácido levou cerca de 4 minutos com 150 g de solução de ácido sulfúrico 1%. O fluxo do circuito foi, em seguida, invertido para regressar a mistura de toner para o reator e a temperatura do reator foi aumentada para cerca de 40 - 45 °C. Uma vez que o tamanho de partícula atingiu 4,0 µm (número médio), solução de bórax a 5% (15 g de solução contendo 0,75 g de bórax) foi adicionada. O teor de bórax representou cerca de 0,3% por peso dos sólidos totais de toner. Após a adição de bórax, o segundo lote do Exemplo de emulsão de resina de poliéster A, foi adicionado, o qual continha 35,2 partes (de poliéster em peso). A mistura foi agitada durante cerca de 5 minutos e o pH foi monitorizado. Uma vez que o tamanho de partícula atingiu 5,5 µm (número médio), NaOH 4% foi adicionado para aumentar o pH para cerca de 5,95

para parar o crescimento das partículas. A temperatura de reação foi mantida durante uma hora. O tamanho das partículas foi monitorado durante este período de tempo. Uma vez que o crescimento de partícula parou, a temperatura foi aumentada para 88 °C para fazer com que as partículas coalescessem. Esta temperatura foi mantida até que as partículas atingissem sua circularidade desejada (cerca de 0,97). O toner foi, em seguida, lavado e seco.

[056]O toner seco tinha um volume médio de tamanho de partícula de 6,24 µm e um número médio de tamanho de partícula de 5,48 µm. Finos (< 2 µm) estavam presentes em 0,09% (em número) e o toner possuía uma circularidade de 0,983.

Exemplo de toner C

[057]Uma combinação de Exemplo de Emulsão de Resina de Poliéster A e Exemplo de Emulsão de Resina de poliéster C foi utilizado em uma proporção de 70:30, em peso, para formar o núcleo e a casca do toner, respectivamente. O teor total de poliéster representava cerca de 87,9% de sólidos totais de toner. Conseqüentemente, o Exemplo de emulsão de resina de poliéster A continha 61,5% de sólidos totais de toner e o Exemplo de emulsão de resina de poliéster C continha 26,4% de sólidos totais de toner. Componentes foram adicionados a um reator de 2,5 litros nas seguintes percentagens: Exemplo de Emulsão de resina de poliéster A com 61,5 partes (de poliéster em peso), 6,8 partes (de pigmento por peso) do Exemplo de Dispersão de pigmento magenta e 5 partes (em peso de agente de libertação) do Exemplo Emulsão de cera. Água desionizada foi então adicionada, de modo que a mistura continha cerca de 12% a cerca de 15% de sólidos por peso.

[058]A mistura foi aquecida no reactor a 30 °C e um circuito de circulação foi iniciado consistindo de um misturador de cisalhamento elevado e de uma bomba de adição de ácido. A mistura foi enviada através do circuito e o misturador de alto cisalhamento foi fixado em 10.000 rpm. O ácido foi lentamente adicionado ao

misturador de cisalhamento elevado para dispersar uniformemente o ácido na mistura de toner de modo a que não houvesse bolsos de pH baixo. A adição de ácido levou cerca de 4 minutos com 200 g de solução de ácido sulfúrico 1%. O fluxo do circuito foi, em seguida, invertido para regressar a mistura de toner para o reator e a temperatura do reator foi aumentada para cerca de 37 - 42 °C. Uma vez alcançado o tamanho de partícula 4,0 µm (número médio), 5% (em peso) de solução de bórax (15 g de uma solução contendo 0,75 g de bórax) foi adicionado. O teor de bórax representou cerca de 0,25% em peso do total de sólidos de toner. Após a adição de bórax, o Exemplo de emulsão de resina de poliéster C foi adicionado, o qual continha 26,4 partes (de poliéster em peso). A mistura foi agitada durante cerca de 5 minutos e o pH foi monitorado. Uma vez que o tamanho de partícula atingiu 5,5 µm (número médio), NaOH 4% foi adicionado para aumentar o pH para cerca de 6,60 para parar o crescimento das partículas. A temperatura de reação foi mantida durante uma hora. O tamanho das partículas foi monitorado durante este período de tempo. Uma vez que o crescimento de partícula parou, a temperatura foi aumentada para 88 °C para fazer com que as partículas coalescessem. Esta temperatura foi mantida até que as partículas atingissem sua circularidade desejada (cerca de 0,97). O toner foi, em seguida, lavado e seco.

[059]O toner seco tinha um volume médio de tamanho de partícula de 6,40 µm e um número médio de tamanho de partícula de 5,18 µm. Finos (< 2 µm) estavam presentes em 0,92% (em número) e o toner possuía uma circularidade de 0,970.

Exemplo de toner D

[060]Uma combinação de Exemplo de emulsão de resina de poliéster A e uma emulsão de resina de poliéster ACT-004 disponível da Toyobo Co., Ltd., Kita-ku, Osaka, Japão foi usada em uma proporção de 70:30, em peso, para formar o núcleo e a casca do toner, respectivamente. A resina de poliéster ACT tinha um pico de

peso molecular de cerca de 11.000, uma temperatura de transição vítrea de cerca de 57 °C a cerca de 61 °C, uma temperatura de fusão de cerca de 104 °C, e um valor de ácido de cerca de 16. O tamanho das partículas da emulsão era cerca de 200 nm (volume médio). O teor total de poliéster representou cerca de 87,9% de sólidos totais de toner. Consequentemente, o Exemplo de emulsão de resina de poliéster A continha 61,5% de sólidos totais de toner e a emulsão de poliéster ACT-004 continha 26,4% de sólidos totais de toner. Os componentes foram adicionados a um reator de 2,5 litros nas seguintes percentagens: Exemplo de emulsão de resina de poliéster A com 61,5 partes (de poliéster em peso), 6,8 partes (de pigmento em peso) do Exemplo de Dispersão de pigmento magenta e 5 partes (em peso de agente de libertação) do Exemplo de emulsão de cera. Água deionizada foi então adicionada, de modo que a mistura contivesse cerca de 12% a cerca de 15% de sólidos por peso.

[061]A mistura foi aquecida no reator até 30 °C e um circuito de circulação foi iniciado consistindo de um misturador de elevado cisalhamento e de uma bomba de adição de ácido. A mistura foi enviada através do circuito e o misturador de elevado cisalhamento foi ajustado a 10.000 rpm. O ácido foi lentamente adicionado ao misturador de cisalhamento elevado para dispersar uniformemente o ácido na mistura de toner de modo a que não houvesse bolsos de pH baixo. A adição de ácido levou cerca de 4 minutos com 200 g de solução de ácido sulfúrico 1%. O fluxo do circuito foi, em seguida, invertido para regressar a mistura de toner para o reator e a temperatura do reator foi aumentada para cerca de 35 - 40 °C. Uma vez alcançado o tamanho de partícula 4,0 µm (número médio), 5% (em peso) de solução de bórax (15 g de uma solução contendo 0,75 g de bórax) foi adicionado. O teor de bórax representou cerca de 0,25% em peso do total de sólidos de toner. Após a adição de bórax, a emulsão de resina de poliéster ACT-004 foi adicionada, a qual continha 26,4 partes (de poliéster em peso). A mistura foi agitada durante cerca de 5

minutos e o pH foi monitorado. Uma vez que o tamanho de partícula atingiu 5,5 µm (número médio), NaOH 4% foi adicionado para aumentar o pH para cerca de 6,20 para parar o crescimento das partículas. A temperatura de reação foi mantida durante uma hora. O tamanho das partículas foi monitorado durante este período de tempo. Uma vez que o crescimento de partícula parou, a temperatura foi aumentada para 88 °C para fazer com que as partículas coalescessem. Esta temperatura foi mantida até que as partículas atingissem sua circularidade desejada (cerca de 0,97). O toner foi, em seguida, lavado e seco.

[062]O toner seco tinha um volume médio de tamanho de partícula de 6,18 µm e um número médio de tamanho de partícula de 5,28 µm. Finos (< 2 µm) estavam presentes em 0,42% (em número) e o toner possuía uma circularidade de 0,973.

Exemplo de toner E

[063]O Exemplo de Emulsão de resina de poliéster B foi dividido em dois lotes, dividido a 70:30, em peso, para formar o núcleo e a casca do toner, respectivamente. O teor total de poliéster representou cerca de 87,9% de sólidos totais de toner. Por conseguinte, o primeiro lote continha 61,5% de sólidos totais de toner e o segundo lote continha 26,4% de sólidos totais de toner. Os componentes foram adicionados a um reator de 2,5 litros nas seguintes percentagens: O primeiro lote do Exemplo de Emulsão de resina de poliéster B com 61,5 partes (de poliéster em peso), 6,8 partes (de pigmento por peso) do Exemplo de pigmento magenta de dispersão, e 5 partes (de agente de liberação por peso) do Exemplo de emulsão de cera. Água deionizada foi então adicionada, de modo que a mistura contivesse cerca de 12% a cerca de 15% de sólidos por peso.

[064]A mistura foi aquecida no reator até 30 °C e um circuito de circulação foi iniciado consistindo de um misturador de alto cisalhamento e de uma bomba de adição de ácido. A mistura foi enviada através do circuito e o misturador de elevada

tensão de cisalhamento foi ajustado a 10.000 rpm. O ácido foi lentamente adicionado ao misturador de cisalhamento elevado para dispersar uniformemente o ácido na mistura de toner de modo a que não houvesse bolsos de pH baixo. A adição de ácido levou cerca de 4 minutos com 200 g de solução de ácido sulfúrico 1%. O fluxo do circuito foi, em seguida, invertido para regressar a mistura de toner para o reator e a temperatura do reator foi aumentada para cerca de 40 - 45 °C. Uma vez que o tamanho de partícula atingiu 5,0 µm (número médio), 5% (em peso) de solução de bórax (15 g de solução contendo 0,75 g de bórax) foi adicionada. O teor de bórax representou cerca de 0,25% em peso do total de sólidos de toner. Após a adição de bórax, o segundo lote de exemplo de emulsão de resina de poliéster B foi adicionado, o qual continha 26,4 partes (de poliéster em peso). A mistura foi agitada durante cerca de 5 minutos e o pH foi monitorado. Uma vez que o tamanho de partícula atingiu 5,5 µm (número médio), NaOH 4% foi adicionado para aumentar o pH para cerca de 7,10 para parar o crescimento das partículas. A temperatura de reação foi mantida durante uma hora. O tamanho das partículas foi monitorado durante este período de tempo. Uma vez que o crescimento de partícula parou, a temperatura foi aumentada para 88 °C para fazer com que as partículas coalescessem. Esta temperatura foi mantida até que as partículas alcançaram a sua circularidade desejada (cerca de 0,97). O toner foi, em seguida, lavado e seco.

[065]O toner seco tinha um volume médio de tamanho médio de partícula de 7,24 µm e um número médio de tamanho de partícula de 5,86 µm. Finos (< 2 µm) estavam presentes em 1,76% (em número) e o toner possuía uma circularidade de 0,974.

[066]Por conseguinte, pode ser visto que o processo de agregação de emulsão usado para preparar os Exemplos de toners A a E, que incluiu um agente de acoplamento de bórax entre camadas do núcleo e da casca das partículas de toner, reduziu de forma significativa a percentagem de partículas finas em

comparação com o processo de agregação por emulsão convencional utilizado para preparar o Exemplo Comparativo de Toner I. Além disso, os Exemplos de toners A e E cada um apresentam um tamanho médio de partícula e circularidade comparável em relação ao Exemplo comparativo de Toner I como desejado.

RESULTADOS DO TESTE

Migração de Superfície

[067]A Figura 1 mostra uma imagem de uma partícula de toner 10 de agregação por emulsão convencional preparada de acordo com o Exemplo Comparativo I tirada com um microscópio eletrônico de varredura (MEV). A Figura 2 mostra uma imagem de uma partícula de toner 20 de agregação por emulsão preparada de acordo com o Exemplo A, que inclui um agente de acoplamento de bórax entre as camadas do núcleo e de casca do toner. Tal como ilustrado, a partícula de toner 20 tem uma superfície mais lisa e mais uniforme do que a partícula de toner 10 de agregação por emulsão convencional. A superfície lisa, uniforme das partículas de toner 20, reduz a ocorrência de filmagens no rolo revelador e melhora o desempenho de fusão do toner, a temperaturas mais elevadas. Em contraste, partículas de toner 10 tem significativamente mais corante, agente de liberação e partículas de resina 12 de baixo peso molecular que migraram para a sua superfície. Como discutido acima, o bórax surpreendentemente provoca estas partículas para se acumularem sobre o núcleo de toner antes da camada de revestimento ser adicionada, o que impede a migração para a superfície do toner.

Rolo revelador e Lâmina de filmagem

[068]O rolo revelador e lâmina de filmagens do Exemplo de Toners A e B e Exemplo Comparativo de toner I também foram testados. Os toners foram colocados cada um em um cartucho de toner. Cada cartucho foi então inserido num robô de testes e corridos a 50 ppm. Periodicamente, cada rolo revelador e lâmina de filmagem foram visualmente examinados para avaliar a quantidade toner de

filmagem nos componentes. O nível de toner de filmagem foi graduado em uma escala de 1 a 4, onde um grau mais elevado (por exemplo, 4) indica mais película e desempenho inferior. Os resultados dos testes são apresentados na Tabela 1 abaixo.

Tabela 1

No. De páginas	Rolo revelador de filmagem			Lâmina de filmagem		
	Exemplo comparativo de toner I	Toner A	Toner B	Exemplo comparativo de toner I	Toner A	Toner B
0	0	0	0	0	0	0
500	1	0	1	0	0	0
1.000	2	1	1	0	0	0
1.500	2	1	1	0	0	0
2,000	3	2	1	0	1	1
3.000	3	3	3	1	1	3
4.000	3	4	4	2	2	3
5.000	4	-	-	2	-	-

[069]Como mostrado na Tabela 1, os Exemplos de toners A e B, que incluem um agente de acoplamento de bórax, apresentaram resistência melhorada ao rolo revelador de filmagens e comparável resistência à lâmina de filmagens, em comparação com o Exemplo Comparativo de toner I.

[070]De modo a avaliar ainda mais o desempenho do agente de acoplamento de bórax, exemplos comparativos de toners adicionais foram preparados utilizando um agente de acoplamento de sulfato de zinco e sulfato de alumínio, respectivamente, entre as camadas do núcleo e de casca do toner.

Exemplo Comparativo de toner II

[96] O Exemplo Comparativo toner II foi preparado utilizando um agente de acoplamento de sulfato de zinco, em vez de um agente de acoplamento de bórax. O Exemplo de emulsão de resina de poliéster A foi dividido em dois lotes, divisão 70:30,

em peso, para formar o núcleo e a casca do toner, respectivamente. O teor total de poliéster representou cerca de 90,3% de sólidos totais de toner. Por conseguinte, o primeiro lote continha 63,2% de sólidos totais de toner e o segundo lote continha 27,1% de sólidos totais de toner. Os componentes foram adicionados a um reator de 2,5 litros nas seguintes percentagens: o primeiro lote do Exemplo de emulsão de resina de poliéster A com 63,2 partes (de poliéster em peso), 4,4 partes (de pigmento por peso) do Exemplo de pigmento de dispersão azul ciano, e 5 partes (de agente de liberação por peso) do Exemplo de cera de emulsão. Água desionizada foi então adicionada, de modo que a mistura continha cerca de 12% a cerca de 15% de sólidos por peso.

[071]A mistura foi aquecida no reator até 30 °C e um circuito de circulação foi iniciado consistindo de um misturador de cisalhamento elevado e de uma bomba de adição de ácido. A mistura foi enviada através do circuito e o misturador de elevada tensão de cisalhamento foi ajustado a 10.000 rpm. O ácido foi lentamente adicionado ao misturador de cisalhamento elevado para dispersar uniformemente o ácido na mistura de toner de modo a que não houvesse bolsos de pH baixo. A adição de ácido levou cerca de 4 minutos com 175 g de solução de ácido sulfúrico 1%. O fluxo do circuito foi, em seguida, invertido para regressar a mistura de toner para o reator e a temperatura do reator foi aumentada para cerca de 40 - 45 °C. Uma vez que o tamanho de partícula atingiu 4,0 µm (número médio), 5% (em peso) de uma solução de sulfato de zinco (18 g de solução contendo 0,9 g de sulfato de zinco) foi adicionado. O teor de sulfato de zinco representou cerca de 0,3% por peso dos sólidos totais de toner. Após a adição de sulfato de zinco, o segundo lote do Exemplo de emulsão de resina de poliéster A, foi adicionado, o qual continha 27,1 partes (de poliéster em peso). A mistura foi agitada durante cerca de 5 minutos e o pH foi monitorado. Uma vez que o tamanho de partícula atingiu 5,5 µm (número médio), NaOH 4% foi adicionado para aumentar o pH para cerca de 6,82 para parar

o crescimento das partículas. A temperatura de reação foi mantida durante uma hora. O tamanho das partículas foi monitorado durante este período de tempo. Uma vez que o crescimento de partícula parou, a temperatura foi aumentada para 88 °C para fazer com que as partículas coalescessem. Esta temperatura foi mantida até que as partículas atingissem sua circularidade desejada (cerca de 0,97). O toner foi, em seguida, lavado e seco.

[072]O toner seco tinha um volume médio de tamanho de partículas de 5,87 µm e um número médio de tamanho de partícula de 4,98 µm. Finos (< 2 µm) estavam presentes em 1,12% (em número) e o toner possuía uma circularidade de 0,972.

[073]Toners adicionais foram feitos utilizando a formulação e procedimento do Exemplo Comparativo de toner II, exceto que o pH de neutralização foi alterado para testar a janela de ajuste de pH. Os resultados destes toners são mostrados na Tabela 2 abaixo.

Exemplo Comparativo de toner III

[074] O Exemplo Comparativo de toner III foi preparado utilizando um agente de acoplamento de sulfato de alumínio, em vez de um agente de acoplamento de bórax. O Exemplo de emulsão de resina de poliéster A foi dividido em dois lotes, divisão 70:30, em peso, para formar o núcleo e a casca do toner, respectivamente. O teor total de poliéster representou cerca de 90,3% de sólidos totais de toner. Por conseguinte, o primeiro lote continha 63,2% de sólidos totais de toner e o segundo lote continha 27,1% de sólidos totais de toner. Componentes foram adicionados a um reator de 2,5 litros nas seguintes percentagens: o primeiro lote do Exemplo de emulsão de resina de poliéster A com 63,2 partes (de poliéster em peso), 4,4 partes (de pigmento por peso) do Exemplo dispersão de pigmento azul ciano, e 5 partes (de agente de liberação, em peso), do Exemplo de cera de emulsão. Água deionizada foi então adicionada, de modo que a mistura continha cerca de 12% a

cerca de 15% de sólidos por peso.

[075]A mistura foi aquecida no reator até 30 °C e um circuito de circulação, foi iniciado consistindo de um misturador de cisalhamento elevado e de uma bomba de adição de ácido. A mistura foi enviada através do circuito e o misturador de alto cisalhamento foi fixado em 10.000 rpm. O ácido foi lentamente adicionado ao misturador de cisalhamento elevado para dispersar uniformemente o ácido na mistura de toner de modo a que não houvesse bolsos de pH baixo. A adição de ácido levou cerca de 4 minutos com 175 g de solução de ácido sulfúrico 1%. O fluxo do circuito foi, em seguida, invertido para regressar a mistura de toner para o reator e a temperatura do reator foi aumentada para cerca de 40 - 45 °C. Uma vez que o tamanho de partícula atingiu 4,0 µm (número médio), 5% (em peso) de uma solução de sulfato de alumínio (18 g de solução contendo 0,9 g de sulfato de alumínio) foi adicionado. O teor de sulfato de alumínio representou cerca de 0,3% por peso dos sólidos totais de toner. Após a adição de sulfato de alumínio, o segundo lote do Exemplo de emulsão de resina de poliéster A, foi adicionado, o qual continha 27,1 partes (de poliéster, em peso). A mistura foi agitada durante cerca de 5 minutos e o pH foi monitorado. Uma vez que o tamanho de partícula atingiu 5,5 µm (número médio), NaOH 4% foi adicionado para aumentar o pH para cerca de 6,47 para parar o crescimento das partículas. A temperatura de reação foi mantida durante uma hora. O tamanho das partículas foi monitorado durante este período de tempo. Uma vez que o crescimento de partícula parou, a temperatura foi aumentada para 88 °C para fazer com que as partículas coalescessem. Esta temperatura foi mantida até que as partículas atingissem sua circularidade desejada (cerca de 0,97). O toner foi, em seguida, lavado e seco.

[076]O toner seco tinha um volume médio de tamanho de partícula de 6,10 µm e um número de tamanho médio de partícula de 5,20 µm. Finos (< 2 µm) estavam presentes em 0,24% (em número) e o toner possuía uma circularidade de

0,970.

[077]Toners adicionais foram feitos usando a formulação e procedimento do exemplo comparativo Toner de III, exceto o pH de neutralização que foi alterado para testar a janela de ajuste de pH. Os resultados destes toners são mostrados na Tabela 2 abaixo.

Janela para ajuste de pH

[078]Os resultados do teste de ajuste de pH acima referida janela para os Exemplos Comparativos de toners I-III e Exemplo de toner A, são apresentados na Figura 3 e Tabela 2, abaixo. Especificamente, a Figura 3 mostra um gráfico que resume os dados apresentados na Tabela 2.

Tabela 2

Toner	Agente de acoplamento	pH	Volume médio de tamanho de partícula (µm)	Finos (% < 2 µm)	Aceitável?
Ex. Comp. de Toner I	Nenhum	5,97	7,43	0,9	Marginal
Ex. Comp. de Toner I		6,01	6,02	2,04	Sim
Ex. Comp. de Toner I		6,13	6,32	0,67	Sim
Ex. Comp. de Toner I		6,25	6,07	1,1	Sim
Ex. Comp. de Toner I		6,28	6,49	10,26	Não
Ex. Comp. de Toner I		6,33	5,51	35,5	Não
Exemplo de Toner A	Bórax	5,77	7,51	0,28	Marginal
Exemplo de Toner A		5,86	6,9	0,53	Sim
Exemplo de Toner A		5,97	6,54	0,45	Sim
Exemplo de Toner A		6,24	6,17	3,04	Sim
Exemplo de Toner A		6,44	5,83	4,2	Sim
Exemplo de Toner A		6,53	5,33	7,46	Marginal
Ex. Comp. de Toner II	Sulfato de zinco	6,5	7,67	0,22	Marginal
Ex. Comp. de Toner II		6,59	7,38	0,29	Marginal

Ex. Comp. de Toner II		6,82	5,87	1,1	Sim
Ex. Comp. de Toner II		7,24	5,77	4,38	Sim
Ex. Comp. de Toner II		7,29	5,82	5,21	Marginal
Ex. Comp. de Toner III	Sulfato de Alumínio	6,26	8,23	0,26	Não
Ex. Comp. de Toner III		6,31	7,16	0,54	Marginal
Ex. Comp. de Toner III		6,47	6,10	0,24	Sim
Ex. Comp. de Toner III		6,61	5,52	4,16	Sim
Ex. Comp. de Toner III		7,03	5,40	3,05	Sim
Ex. Comp. de Toner III		7,23	4,83	36,47	Não

[079]Tal como ilustrado na Tabela 2 e Figura 3, a janela de ajuste de pH para os toners tendo um agente de acoplamento (bórax, sulfato de zinco ou sulfato de alumínio) é significativamente mais ampla do que a da janela de ajuste de pH para o toner de agregação por emulsão convencional do Exemplo Comparativo de Toner I. Tal como discutido acima, quando a janela de ajuste de pH é mais ampla, o processo é mais fácil controlar em uma escala industrial.

Janela de fusão

[080]Cada composição de toner foi usada para imprimir papel de laser 24 # Hammermill (HMLP) usando um robô de fusão a 50 páginas por minuto (ppm) com uma cobertura de toner de 1,1 mg/cm² empregando várias temperaturas de fusão, como mostrado nas Tabelas 3 e 4 abaixo. As temperaturas indicadas nos quadros 3 e 4 são as temperaturas de fusão do elemento de aquecimento/aquecedor do robô. Para cada composição de toner, várias medições de grau de fusão foram realizadas. Estas medições de grau de fusão incluem um teste de resistência ao risco apresentado na Tabela 3 e um teste de 60 graus de brilho convencional mostrado na Tabela 4. Para o ensaio de resistência a riscos, as amostras de impressão foram avaliadas utilizando um dispositivo de abrasão de TABER ABRADER da TABER Industries, North Tonawanda, New York, EUA. As amostras impressas foram avaliadas na escala de TABER ABRADER entre 0 e 10 (em que uma classificação

de 10 indica o mais resistente a riscos). O dispositivo TABER ABRADER arranha as amostras impressas várias vezes com diferentes forças até que o toner esteja riscado fora da amostra. O ponto em que o toner está riscado fora corresponde a uma classificação de número entre 0 e 10 na escala TABER ABRADER. Como é conhecido na arte, o teste convencional de brilho de 60 graus inclui a incidência de uma quantidade conhecida de luz na superfície da folha impressa de um ângulo de 60 graus e medindo a sua reflectância. Um valor mais elevado de brilho de teste indica que mais energia foi transferida para o substrato, quando se movia através da fusão. O brilho de impressão refere-se também à resina e agente de libertação utilizado no toner.

Tabela 3

Teste de arranhadura								
Temperatura de fusão (°C)	Comp. de Toner I	Toner A	Toner B	Toner C	Toner D	Toner E	Comp. Toner II	Comp. Toner III
190	-	CO	CO	CO	CO	-	-	-
195	-	4	6,7	9	3,7	-	-	-
200	CO	5,5	7,7	10	10	CO	-	-
205	CO	8,7	9,7	10	10	4	CO	CO
210	6	10	10	10	10	9,7	2,3	5,3
215	8	10	10	10	10	10	4	9,7
220	8,3	10	10	10	10	10	10	9,7
225	9	10	10	10	10	10	7,3	9,7
230	10	10	10	10	10	10	10	10

Tabela 4

Teste de brilho								
Temperatura de fusão (°C)	Comp. De Toner I	Toner A	Toner B	Toner C	Toner D	Toner E	Comp. Toner II	Comp. Toner III

190	-	-	-	-	-	-	-	-
195	-	-	5,9	6,5	9,3	-	-	-
200	-	6,4	6,8	9,1	10,4	-	-	-
205	-	7,9	7,8	9,1	10,7	-	-	-
210	8,8	8,3	8,5	10,4	11,5	10,1	-	4,3
215	9,2	9	10,5	13	13,1	12	-	4,9
220	11,2	10,2	11,5	14,1	14,9	13,4	7,7	5
225	10,7	10,9	12,6	14,3	16	14	9,2	6,1
230	12,8	12,1	12,1	16,9	16,8	16,7	10,4	6,3

[081]Conforme apresentado na Tabela 3, Exemplo toners A e B, que inclui uma agente de acoplamento de bórax e foram formadas utilizando a mesma resina como o Exemplo Comparativo de toners I-III, apresentaram desempenho de fusão superior em comparação com o toner de agregação por emulsão convencional (Exemplo Comparativo toner I) e os toners com um agente de acoplamento de sulfato de zinco ou sulfato de alumínio (Exemplos Comparativos de toners II e III). As extremidades de baixo das janelas de fusão para o Exemplo toners A e B foram mais baixos do que as extremidades baixas das janelas de fusão para os Exemplos Comparativos I-III. Especificamente, o Exemplo de toners A e B forneceram esde resistência a riscos aceitáveis a temperaturas tão baixas como 200 °C e 195 °C, respectivamente. Os Exemplos comparativos de Toners I-III foram incapazes de fornecer resistência aceitável a riscos a estas temperaturas e, em vez mostrou protuberância a frio ("CO"), que significa que o toner não se fundiu ao papel. Por conseguinte, foi necessário menos energia para realizar uma operação de fusão de aceitável para os Exemplos de toners A e B do que para o Exemplo Comparativo de toners I-III. Os Exemplos de toners A e B, também forneceram uma melhor resistência aos riscos, a temperaturas elevadas a partir de 210 °C - 230 °C, em comparação com os Exemplos Comparativos de toners I-III.

[082]Os núcleos de toners dos Exemplos C e D foram formados utilizando a

mesma resina que nos Exemplos de toners A e B e Exemplos Comparativos de toners I-III, mas diferentes resinas foram utilizadas para formar as cascas dos toners do Exemplo C e D. No entanto, como mostrado na Tabela 3, as extremidades baixas das janelas de fusão para o Exemplo toners C e D, que incluem um agente de acoplamento de bórax, foram mais baixas do que as extremidades baixas das janelas de fusão para os Exemplos Comparativos I-III. Os Exemplos de toners C e D também exibiram uma melhor resistência aos riscos, a temperaturas elevadas a partir de 210 °C - 230 °C, em comparação com o exemplo comparativo de toners I-III.

[083]O Exemplo de toner E foi formado utilizando uma resina de peso molecular mais elevado, tendo uma temperatura de transição vítrea mais elevada do que a resina utilizada para formar os Exemplos de toners A e B e Exemplos Comparativos de toners I-III. Será apreciado por um perito na arte que o peso molecular mais elevado e a temperatura de transição vítrea mais elevada desta resina poderia comprometer a extremidade baixa da janela de fusão. A Tabela 3 mostra que o Exemplo de Toners A e B superaram o Exemplo de toner E, devido ao peso molecular mais baixo e menor temperatura de transição do vidro da resina utilizada no Exemplo de toners A e B. No entanto, o desempenho de fusão do Exemplo de toner E, que incluiu um agente de acoplamento de bórax e um peso molecular mais elevado e resina de maior temperatura de transição de vidro, era comparável ao desempenho de fusão dos Exemplos Comparativos de toners I-III, embora os Exemplos Comparativos de Toners I-III, incluíam uma resina de peso molecular mais baixo e temperatura de transição vítrea inferior.

[084]Como se mostra na tabela 4, os Exemplos de toners A a E exibiram o desempenho no teste do brilho comparável em comparação com o Exemplo comparativo de toner I. Os Exemplos Comparativos de toners II e III mostraram valores de brilho mais pobres em comparação com os Exemplos de toners A a E e Exemplo Comparativo de Toner I.

[085]A descrição anterior de vários modos de realização já foi apresentada para fins de ilustração. Não se destina a ser exaustiva ou para limitar a aplicação às formas precisas divulgadas e obviamente são possíveis muitas modificações e variações à luz dos ensinamentos acima. Entende-se que a invenção pode ser praticada em outras que não as especificamente aqui apresentadas, sem nos afastarmos do escopo da invenção maneiras. É pretendido que o âmbito da aplicação seja definido pelas reivindicações anexas.

REIVINDICAÇÕES

1. Composição de toner quimicamente preparada **CARACTERIZADA** pelo fato de que compreende:

um núcleo tendo uma superfície externa, o núcleo tendo componentes incluindo um primeiro ligante de polímero tendo grupos funcionais, um corante e um agente de liberação;

um agente de acoplamento de bórax localizado na superfície externa do núcleo; e

uma casca formada em torno da superfície externa do núcleo e do agente de acoplamento de bórax, a casca incluindo um segundo ligante de polímero tendo grupos funcionais,

em que o agente de acoplamento de bórax está localizado entre o núcleo e a casca e liga a casca à superfície externa do núcleo pela formação de ligação de hidrogênio entre seus grupos hidroxila e os grupos funcionais presentes no primeiro e no segundo polímeros, e coleta os componentes do núcleo do toner no núcleo antes da adição da casca, reduzindo assim as partículas finas residuais no toner.

2. Composição de toner quimicamente preparada, de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADA** pelo fato de que o primeiro ligante de polímero tendo grupos funcionais e o segundo ligante de polímero tendo grupos funcionais incluem, cada um, uma resina de poliéster.

3. Composição de toner quimicamente preparada, de acordo com a reivindicação 2, **CARACTERIZADA** pelo fato de que o primeiro ligante de polímero tendo grupos funcionais inclui uma primeira resina de poliéster ou mistura e o segundo ligante de polímero tendo grupos funcionais inclui uma segunda resina de poliéster ou mistura diferente da primeira resina de poliéster ou mistura.

4. Composição de toner quimicamente preparada, de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADA** pelo fato de que o primeiro ligante de polímero

tendo grupos funcionais e o segundo ligante de polímero tendo grupos funcionais incluem, cada um, um polímero de estireno tendo grupos funcionais.

5. Composição de toner quimicamente preparada, de acordo com a reivindicação 4, **CARACTERIZADA** pelo fato de que o primeiro ligante de polímero tendo grupos funcionais inclui um primeiro polímero de estireno tendo grupos funcionais ou mistura e o segundo ligante de polímero tendo grupos funcionais inclui um segundo polímero de estireno tendo grupos funcionais ou mistura diferente do primeiro polímero de estireno tendo grupos funcionais ou mistura.

6. Composição de toner quimicamente preparada, de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADA** pelo fato de que a razão do primeiro ligante de polímero tendo grupos funcionais para o segundo ligante de polímero tendo grupos funcionais está entre cerca de 20:80 e cerca de 80:20 em peso.

7. Composição de toner quimicamente preparada, de acordo com a reivindicação 6, **CARACTERIZADA** pelo fato de que a razão do primeiro ligante de polímero tendo grupos funcionais para o segundo ligante de polímero tendo grupos funcionais está entre cerca de 50:50 e cerca de 80:20 em peso.

8. Composição de toner quimicamente preparada, de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADA** pelo fato de que o núcleo e a casca incluem o mesmo ligante de polímero tendo grupos funcionais.

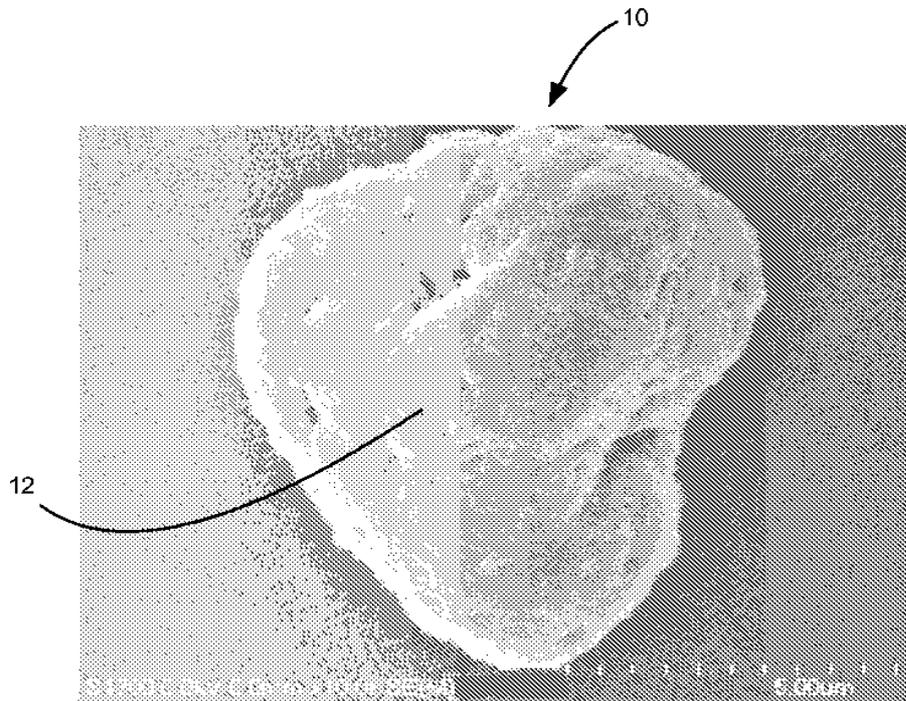


Figura 1
Estado da técnica

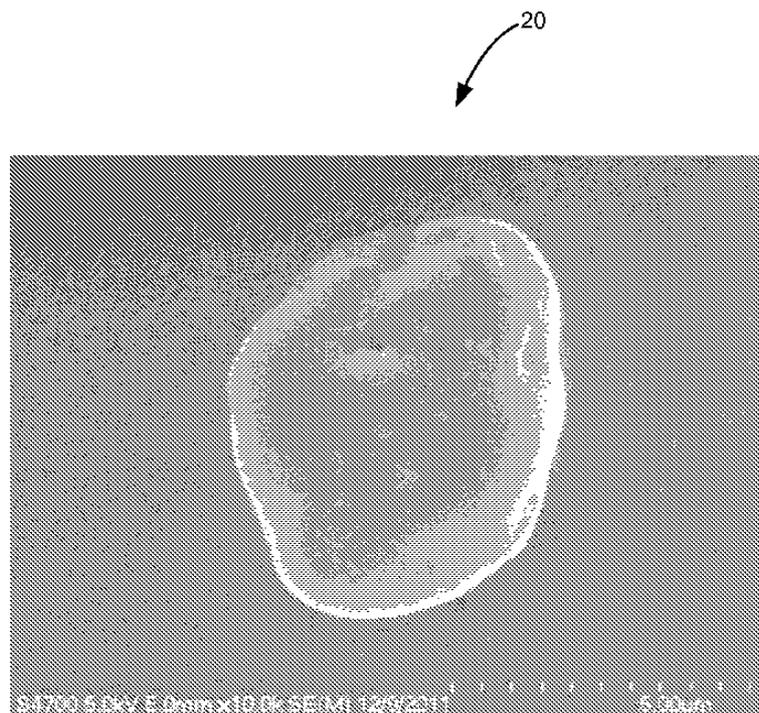


Figura 2

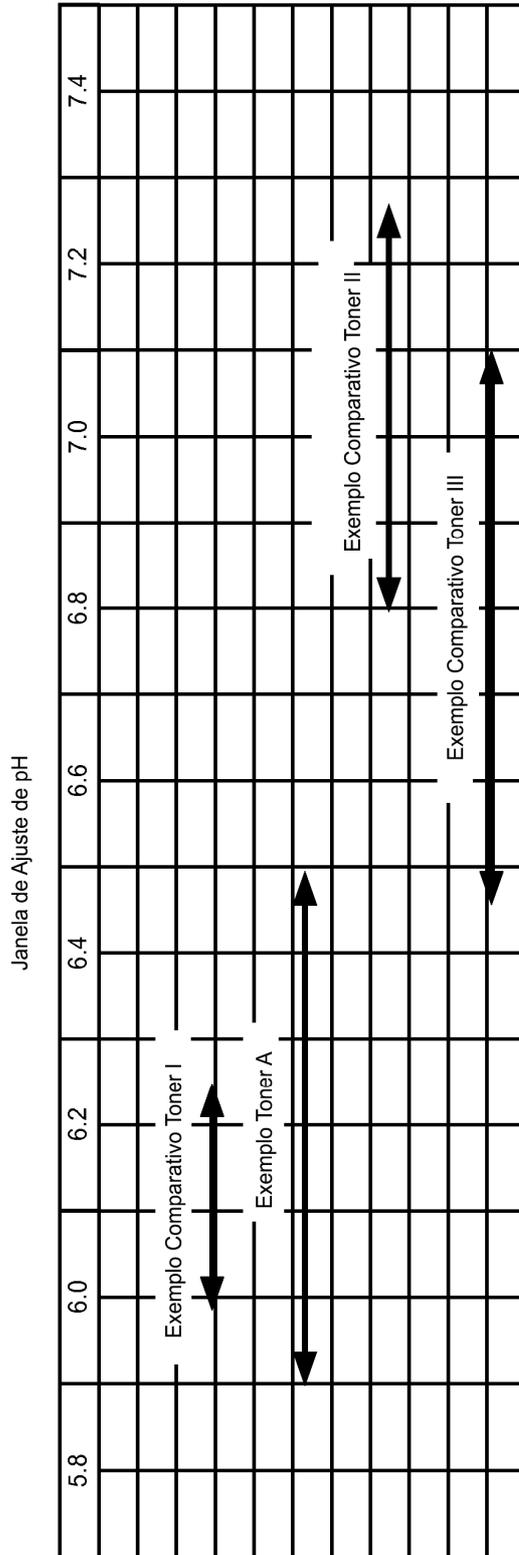


Figura 3