

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

(21) BR 10 2014 005258-5 A2

(22) Data de Depósito: 07/03/2014
(43) Data da Publicação: 18/11/2014
(RPI 2289)



(51) Int.Cl.:
G03G 9/08

(54) Título: PROCESSO DE AGREGAÇÃO DE EMULSÃO

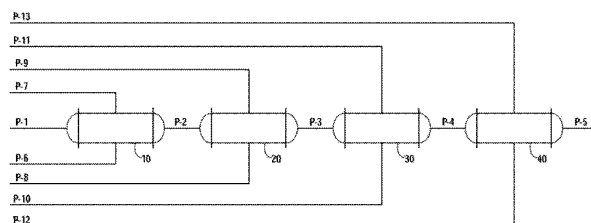
(30) Prioridade Unionista: 26/03/2013 US 13/850,654

(73) Titular(es): XEROX CORPORATION

(72) Inventor(es): Daniel McDougall Mcneil, David John William Lawton, David R. Kurceba, Frank Ping-Hay Lee, Santiago Faucher

(57) Resumo: PROCESSO DE AGREGAÇÃO DE EMULSÃO O método de fabricação toners divulgados neste documento inclui um processo de coalescência e aumento de temperatura contínuo que envolve a passagem continuamente da pasta fluida do toner, tal como pasta fluida do toner agregada, através de pelo menos um permutador de calor antes de serem submetidos a uma etapa de resfriamento. O permutador de calor é pressurizado, para que a temperatura da pasta fluida possa ser aumentada acima do ponto de ebulição atmosférico de água sem ferver o teor de água da pasta fluida. Devido a estas temperaturas mais elevadas, a etapa de coalescência pode ser concluída mais rapidamente do que em convencional processos de lote. Mais de dois permutador de calor podem ser conectados na etapa de coalescência, produzindo múltiplas etapas de elevação/refrigeração da temperaturas, capacidade de injetar componentes, ou reciclagem de calor do processo para reduzir o consumo de energia.

1/1



PROCESSO DE AGREGAÇÃO DE EMULSÃO

[001] Esta divulgação é geralmente direcionada para processos de produção de composições de toner, tais como processos de produção de composições de toner incorporando processos contínuos de aumento gradual de temperatura e coalescência.

[002] A Figura 1 ilustra um sistema que incorpora quatro trocadores de calor para a realização de emulsão/agregação em um processo de aumento gradual de temperatura/coalescência.

[003] A Figura 2 ilustra um sistema para a realização de aumento gradual de temperatura/coalescência em um processo de emulsão/agregação incorporando três trocadores de calor, em que o primeiro e o terceiro trocador de calor estão conectados em um ciclo fechado para recuperar a energia do processo.

[004] O termo "contínuo" se refere a um processo que pode ser realizado sem interrupção, como um processo em que matérias-primas são continuamente processadas para produtos prontos. Enquanto um processo contínuo pode, portanto, ser realizado 24 horas por dia, 7 dias por semana, entende-se que o processo pode ser interrompido periodicamente, tal como para fins de manutenção.

[005] "Alto brilho" se refere, por exemplo, ao brilho de um material sendo de 20-100 unidades de brilho (GGU), ou 40-70 ou 45-75 GGU.

[006] As partículas de toner de emulsão/agregação, que podem ser partículas de toner com uma estrutura de núcleo/carcaça, podem ser compostas de pelo menos uma resina de polímero de látex de emulsão e uma dispersão de corante e podem também incluir uma dispersão de cera, um coagulante e outros aditivos.

[007] Processos de agregação de emulsão adequados podem compreender a dispersão em água de um látex de uma primeira resina de polímero tendo uma primeira temperatura de transição vítrea (T_g) e

uma dispersão de corantes e a adição à emulsão de uma dispersão de cera e a mistura da emulsão com alto cisalhamento para homogeneizar a mistura de dispersão.

[008] Um agente agregante pode ser adicionado à mistura, que é aquecida a uma temperatura de agregação predeterminada de 30°C a 60°C, ou 49°C-54°C. O aquecimento pode ser realizado a uma taxa controlada de 0,1°C/minuto-2°C/minuto. Qualquer agente agregante adequado pode ser utilizado. Agentes agregantes apropriados incluem soluções aquosas de um cátion bivalente ou um material de cátion multivalente. O agente agregante pode ser adicionado à mistura a uma temperatura que está abaixo da T_g da resina.

[009] O agente agregante pode ser adicionado em uma quantidade de 0,01% de peso - 8% de peso ou 0,15% de peso - 0,8% de peso da resina na mistura.

[0010] O agente agregante pode ser medido na mistura ao longo do tempo, tal como por 5-240 min. A adição do agente pode ocorrer enquanto a mistura é mantida sob condições de agitação, como 50-1.000, ou 200-400 revoluções por minuto. A adição do agente também pode ocorrer enquanto a mistura é mantida a uma temperatura que está abaixo da T_g da resina, como 30°C-90°C, ou 40°C-65°C.

[0011] Uma composição de partículas compreendendo as partículas desejadas predeterminadas iniciais pode ser obtida antes dos processos contínuos de aumento gradual de temperatura e coalescência serem iniciados. Um tamanho desejado predeterminado se refere ao tamanho de partícula desejado a ser obtido conforme determinado antes da formação, e o tamanho de partícula sendo monitorado durante o processo de crescimento até que seja atingido tal tamanho de partícula. Esta agregação para obter partículas que podem ser realizada pelos processos contínuos de aumento gradual de temperatura e coalescência pode continuar mantendo a

temperatura elevada, ou lentamente elevar a temperatura de 40°C-100°C, e mantendo a mistura a esta temperatura por 0,5h-6h ou 1h-5h, mantendo a agitação, para fornecer as partículas agregadas iniciais. O tamanho de partícula desejado predeterminado pode ser 10% ou 0,5% do diâmetro desejado das partículas de toner final.

[0012] O crescimento e formação podem ser realizados em condições em que a agregação ocorre separada de qualquer coalescência inicial opcional, o que pode ocorrer antes que as partículas sejam realizadas pelos processos contínuos de aumento gradual de temperatura e coalescência. Para estágios separados de agregação e coalescência, o processo de agregação pode ser realizado sob condições de cisalhamento a uma temperatura elevada de 40°C-90°C, que pode ser inferior à T_g .

[0013] Partículas tendo uma estrutura núcleo-carcaça podem ser submetidas a processos contínuos de aumento gradual de temperatura e coalescência para obter as partículas de toner final. .

[0014] As resinas utilizadas para formar a carcaça podem estar em uma emulsão, incluindo quaisquer surfactantes conhecidos. A emulsão possuindo as resinas pode ser combinada com as partículas agregadas acima descritas de modo que a carcaça seja formada sobre as partículas agregadas. A carcaça pode ter uma espessura de até cerca de 5 microns ou 0,1-2 microns.

[0015] A formação da carcaça sobre as partículas agregadas pode ocorrer durante o aquecimento a uma temperatura de 30 °C-80 °C.

[0016] Uma vez que o tamanho final desejado das partículas é alcançado, o pH da mistura pode ser ajustado com uma base para um valor de cerca de 3-10 ou 5-9 para congelar (interromper) o crescimento do toner. A base utilizada para interromper o crescimento de toner pode incluir qualquer base adequada como hidróxidos de metais alcalinos.

[0017] O pH da pasta fluida pode ser reduzido a um pH de coalescência predeterminado através da adição de uma solução aquosa de ácido. Ajustar o pH a um pH de coalescência predeterminado pode aumentar a esferoidização e preservar a distribuição de tamanho de partícula controlando a circularidade baseada no pH em altas temperaturas. .

[0018] A etapa de coalescência pode ser realizada continuamente passando uma pasta fluida de toner congelado e/ou agregado através de pelo menos um trocador de calor, onde pelo menos um trocador de calor tenha sido aquecido a uma temperatura adequada para coalescência. Pelo menos um trocador de calor pode ser aquecido a 100°C-150°C, ou 120°C-140°C.

[0019] Porque pelo menos um trocador de calor pode ser aquecido a uma temperatura maior do que o ponto de ebulição da água à pressão atmosférica, o sistema pode ser pressurizado (para uma pressão maior que a pressão atmosférica), para evitar ebulição dos componentes da pasta fluida do toner.

[0020] O sistema pode ser pressurizado, e, portanto, a temperatura pode ser aumentada para temperaturas acima do ponto de ebulição à pressão de uma atmosfera da água com pouca ou nenhuma perda de água devido à ebulição do componente água da pasta fluida do toner. O sistema pode ser pressurizado, quando pelo menos um trocador de calor é aquecido a 100°C-150°C ou 130°C-140°C.

[0021] A taxa de esferoidização (coalescência) pode ser aumentada de forma que a coalescência possa ser concluída dentro de um tempo de residência da ordem de minutos, como 1 seg. -15 min., ou 30 seg. - 2 min. "Tempo de residência na temperatura" se refere ao tempo durante o qual a pasta fluida do toner permanece a uma temperatura-alvo, que pode ser diferente do tempo durante o qual

a pasta fluida do toner permanece dentro do trocador de calor. A pasta fluida do toner pode ser aquecida à temperatura dentro de um trocador de calor, e em seguida a coalescência pode ser concluída pelo fluxo da pasta fluida através da extensão de um tubo isolado de tal forma que a queda de temperatura é minimizada e por um tempo de residência de 1 seg. - 15 min. ou 30 seg. - 2 min. A pasta fluida do toner pode atingir a temperatura na saída do trocador de calor. A pasta fluida do toner pode atingir a temperatura dentro do corpo do trocador de calor.

[0022] A pasta fluida de toner congelado e/ou agregado pode ser pré-aquecida a uma temperatura superior à T_g da resina, antes da pasta fluida do toner ser aquecida à temperatura de coalescência em pelo menos um trocador de calor. A temperatura do pré-aquecimento pode ser maior do que a T_g da resina, mas menor do que a temperatura de coalescência. A temperatura do pré-aquecimento pode ser 5°C - 30°C , ou 10°C - 20°C maior do que a T_g da resina. A temperatura do pré-aquecimento pode ser $(T_g+5^{\circ}\text{C})$ - $(T_g+30^{\circ}\text{C})$, ou $(T_g+10^{\circ}\text{C})$ - $(T_g+20^{\circ}\text{C})$. A pasta fluida do toner pode ser aquecida a 60°C - 110°C , ou 65°C - 75°C , ou a pasta fluida do toner pode ser pré-aquecida a 65°C .

[0023] Ao aquecer a pasta fluida do toner para uma temperatura maior do que a T_g da resina antes de introduzir a pasta fluida do toner no sistema de trocador de calor, o processo contínuo de coalescência não produz quaisquer partículas finas, o que impede uma alteração na distribuição do tamanho geométrico (GSD) do toner. O termo "partículas finas" se refere a partículas de toner com menos de cerca de $3\text{ }\mu\text{m}$ de diâmetro mediano volumétrico. Quando a pasta fluida é aquecida a uma temperatura superior à T_g da resina em um processo em batelada antes que a pasta fluida seja introduzida no sistema de trocador de calor para continuamente coalescer as partículas, o

sistema não produz partícula fina alguma.

[0024] A pasta fluida do toner pré-aquecida pode ser introduzida ao sistema de trocador de calor imediatamente após ser aquecida a uma temperatura superior à T_g da resina, ou ela pode ser refrigerada e/ou armazenada antes de serem introduzidas no sistema de trocador de calor. Uma vez que a pasta fluida do toner, tal como uma pasta fluida do toner congelada e agregada, tiver sido pré-aquecida, ela pode ser adicionada ao sistema de trocador de calor a uma temperatura maior ou menor que a T_g da resina.

[0025] A pasta fluida do toner pode ser pré-aquecida, tal como a uma temperatura superior à T_g da resina, depois de ser introduzida no sistema de trocador de calor. A pasta fluida do toner pode ser passada através de um sistema de trocador de calor compreendendo pelo menos dois trocadores de calor, onde o primeiro trocador de calor e o segundo trocador de calor são aquecidos a temperaturas iguais ou diferentes.

[0026] O primeiro trocador de calor pode ser aquecido a uma temperatura superior à T_g da resina, mas inferior à temperatura de coalescência, para pré-aquecer a pasta fluida do toner até uma temperatura maior do que a T_g da resina. O primeiro trocador de calor pode ser aquecido até $(T_g+5^\circ\text{C})$ - $(T_g+30^\circ\text{C})$, ou $(T_g+10^\circ\text{C})$ - $(T_g+20^\circ\text{C})$. O primeiro trocador de calor pode ser aquecido a 60°C - 110°C , ou 65°C - 75°C . O segundo trocador de calor pode ser aquecido a uma temperatura adequada para coalescência, tal como a 100°C - 150°C , ou 120°C - 140°C .

[0027] Coalescência parcial no primeiro trocador de calor pode representar 2%-20%, ou 5%-15% do processo de coalescência. A coalescência parcial pode resultar em partículas que possam ter uma circularidade média de 0,88- 0,94, ou 0,90-0,93.

[0028] A pasta fluida de toner pode ser passada através de pelo

menos dois trocadores de calor, que podem ser aquecidos a temperaturas diferentes. Um primeiro trocador de calor pode estar a uma temperatura mais baixa do que um segundo trocador de calor, tal como na etapa de pré-aquecimento discutida acima. O primeiro trocador de calor pode estar a uma temperatura mais elevada do que um segundo trocador de calor. O primeiro trocador de calor pode ser aquecido a 100°C-150°C, ou 120°C-140°C. O segundo trocador de calor pode reduzir a temperatura para 40°C-90°C, ou 50°C-70°C abaixo da temperatura de coalescência. A temperatura pode ser reduzida a uma temperatura adequada para a descarga, por exemplo, uma temperatura mais baixa do que a T_g do toner.

[0029] O tempo de residência dentro de qualquer único trocador de calor pode ser 0,1-30 min. ou 3-10 min. Na Figura 1, quatro trocadores de calor -- um primeiro trocador de calor 10, um segundo trocador de calor 20, um terceiro trocador de calor 30 e um quarto trocador de calor 40 -- podem ser usados para aumentar gradualmente a temperatura de uma pasta fluida do toner, tais como uma pasta fluida do toner congelada e agregada, a uma temperatura de coalescência, coalescer as partículas e depois resfriar as partículas. A pressão pode ser mantida por um regulador de contrapressão (não ilustrado) localizado, por exemplo, entre o segundo trocador de calor 20 e o terceiro trocador de calor 30, antes de, opcionalmente, pelo menos um misturador estático (não ilustrado), também localizado entre o segundo trocador de calor 20 e o terceiro trocador de calor 30.

[0030] O primeiro trocador de calor 10 pode ser aquecido a 100°C-115°C, ou 105°C-108°C usando um banho morno que fluiu ao longo do trajeto P-6, ao longo do trocador de calor 10, até trajeto P-7. O segundo trocador de calor 20 pode ser aquecido a 115°C-150°C, 130°C-140°C (por uma banheira aquecida que fluiu do trajeto P-8, ao longo do trocador de calor 20, até o trajeto P-9).

[0031] Um banho frio pode ser usado para manter o terceiro trocador de calor 30 a uma temperatura mais baixa do que o segundo trocador de calor 20, tal como de 40 °C-90 °C, ou 60 °C-70 °C (pelo fluxo do banho frio do trajeto P-10, ao longo do trocador de calor 30, até o trajeto P-11). As partículas do toner, portanto, podem ser resfriadas passando através do terceiro trocador de calor 30 depois de passar através do segundo trocador de calor 20 (ou seja, passando do trajeto P-3 até o trajeto P-4 através do trocador de calor 30), por exemplo, a uma temperatura adequada para o ajuste do pH. Para ajustar o pH, uma solução aquosa de base pode ser alimentada na pasta fluida do toner, tal como após o segundo trocador de calor 20 entre o regulador de contrapressão e pelo menos um misturador estático. Pelo menos um misturador estático pode, então, misturar a solução aquosa de base na pasta fluida antes que a pasta fluida entre no quarto trocador de calor 40, onde ela pode ser refrigerada a uma temperatura adequada para a descarga, antes da pasta fluida do toner sair através do trajeto P-5. A temperatura do trocador de calor 40 pode ser mantida pelo fluxo de um banho do trajeto P-12, ao longo do trocador de calor 40, até o trajeto P-13.

[0032] Um sistema de trocadores de calor pode ser conectado de tal forma que a energia pode ser recuperada da etapa de aumento gradual de temperatura e coalescência. O sistema pode compreender pelo menos três trocadores de calor, em que o primeiro e o terceiro trocadores de calor são conectados em um circuito fechado, e o segundo trocador de calor pode ser aquecido a uma temperatura adequada para coalescência. O primeiro trocador de calor pode pré-aquecer a pasta fluida do toner de entrada antes que a pasta fluida passe pelo segundo (maior temperatura) trocador de calor, e o terceiro trocador de calor pode resfriar a pasta fluida do toner depois que ela passa pelo segundo (maior temperatura) trocador de calor. O primeiro

trocador de calor pode aumentar a temperatura da pasta fluida do toner de sua temperatura inicial de 51°C-95°C, ou 60°C-79°C. O segundo trocador de calor pode ser aquecido a 100°C-150°C, ou 120°C-140°C. O terceiro trocador de calor pode resfriar a pasta fluida do toner a 60°C-100°C, 75°C-85°C.

[0033] O sistema pode ser pressurizado, de modo que uma pressão média pode ser mantida, por exemplo, em valor maior que a pressão de vapor de água.

[0034] Pelo menos um trocador de calor pode ser aquecido a cerca de 100°C até cerca de 150°C, tal como de cerca de 110°C até cerca de 145°C ou 120°C até cerca de 140°C. A pressão de um ou mais dos trocadores de calor do sistema e/ou sistema inteiro pode ser mantida em uma determinada temperatura e pressão, em que a pressão pode ser de 10% - 30%, ou 15% - 25% maior que a pressão de vapor de água (na temperatura pré-determinada). Para uma dada temperatura, a pressão de um ou mais dos trocadores de calor do sistema e/ou sistema inteiro pode ser cerca de 10% maior que a pressão de vapor de água.

[0035] Em pressões elevadas acima de uma atm., um ou mais dos trocadores de calor do sistema e/ou sistema inteiro pode ser aquecido a temperaturas acima do ponto de ebulição da água à pressão atmosférica (por exemplo, acima de cerca de 100°C, ou - cerca de 100°C-200°C). A pressão do sistema pode ser mantida a uma pressão pré-determinada por um regulador de contrapressão, uma bomba peristáltica, uma bomba de engrenagem ou uma bomba de cavidade progressiva. O sistema pode manter uma pressão predeterminada pelo descarregamento através de uma válvula de diafragma reguladora de contrapressão, o que permite a descarga para a atmosfera.

[0036] Altas temperaturas, tais como a 100°C-150°C, ou 120°C-

140°C, podem ser usadas em um ou mais dos trocadores de calor pressurizados do sistema para aumentar a taxa de esferoidização de modo que a coalescência pode ser concluída dentro dos tempos de residência descritos acima (da ordem de minutos).

[0037] Coalescência pode ser realizada inteiramente dentro de um ou mais trocador(es) de calor; por exemplo, a pasta fluida do toner, tal como uma pasta fluida do toner congelada e agregada, pode ser adicionada continuamente no um ou mais trocador(es) de calor, e partículas totalmente coalescidas, com um grau alvo de esferoidização podem ser recuperadas continuamente do um ou mais trocador(es) de calor.

[0038] A circularidade das partículas coalescidas pode ser medida periodicamente, onde a circularidade da partícula pode ser descrita pela seguinte fórmula:

$$\text{Circularidade} = \frac{\text{Circularidade de um círculo com a mesma área que a partícula}}{\text{Perímetro da partícula}}$$

[0039] Uma circularidade de 1.000 indica uma esfera completamente circular. As partículas de toner produzidas pelos métodos instantâneos podem ter uma circularidade média de 0,930-0,990, ou 0,945-0,980. A circularidade média alvo pode ser alcançada com um tempo de residência na temperatura de 1 seg. - 15 min., ou 30 seg. - 2 min.

[0040] Pelo menos um trocador de calor pode ser um trocador de calor de carcaça-tubo padrão. O lado de carcaça do trocador de calor pode ser exposto a um banho com uma temperatura desejada, a fim de aquecer ou resfriar o trocador de calor à temperatura desejada. O banho pode ser um banho aquecido para elevar a temperatura de pelo menos um trocador de calor. O banho é um banho de óleo, tal como um banho de glicol ou um banho de mistura glicol/água.

[0041] Um único trocador de calor pode ser utilizado para realizar

a etapa de coalescência. A pasta fluida do toner pode ser passada através de mais de um trocador de calor durante o processo de aumento gradual de temperatura e de coalescência. A pasta fluida do toner pode ser passada através de pelo menos dois trocadores de calor.

[0042] A pasta fluida pode ser passada através de pelo menos um trocador de calor para aumentar gradualmente a temperatura e coalescer as partículas a uma temperatura de coalescência desejada, conforme descrito acima, e a pasta fluida pode ser passada através de pelo menos um trocador de calor adicional para reduzir a temperatura da pasta fluida após a coalescência. Após a coalescência, a mistura pode ser resfriada à temperatura ambiente. Um método adequado de refrigeração pode incluir a introdução de água fria a uma camisa em torno de pelo menos um trocador de calor adicional para resfriamento. Após o resfriamento, as partículas de toner, opcionalmente, podem ser lavadas com água e depois de secas. A secagem pode ser realizada por qualquer método adequado para secagem incluindo, por exemplo, liofilização.

[0043] O processo de resfriamento pode incluir um ajuste adicional do pH a uma determinada temperatura de resfriamento do pH. Pelo menos um trocador de calor adicional pode reduzir a temperatura da pasta fluida do toner da temperatura de coalescência para uma temperatura de ajuste de pH. A temperatura de ajuste de pH de resfriamento predeterminada pode estar em uma faixa de 40°C-90°C abaixo da temperatura de coalescência predeterminada, ou de 50°C-70°C abaixo da temperatura de coalescência predeterminada. O pH da pasta fluida pode ser ajustado a um pH de resfriamento predeterminado de 7,0-10, ou cerca de 8,0-9,0. Isso pode ser feito pela adição de uma solução aquosa de base. A temperatura da pasta fluida pode ser mantida à temperatura de ajuste de pH de resfriamento

predeterminada por qualquer período de tempo, como um período de tempo de cerca de 10 minutos até cerca de 60 minutos, ou cerca de 5 a cerca de 30 minutos, seguido de resfriamento à temperatura ambiente. O sistema pode conter ainda pelo menos um trocador de calor adicional para reduzir ainda mais a temperatura da pasta fluida do toner da temperatura de ajuste de pH a uma temperatura apropriada para descarga, tal como a temperatura ambiente.

[0044] O processo de aumento gradual de temperatura e de coalescência também pode ser realizado em mais de um trocador de calor. A pasta fluida do toner pode ser passada através de pelo menos dois trocadores de calor. O primeiro dos pelo menos dois trocadores de calor pode ser mantido a uma temperatura mais baixa do que o segundo dos pelo menos dois trocadores de calor. O primeiro trocador de calor pode ser aquecido a uma temperatura de cerca de 100°C - 115°C, ou cerca de 105°C - 108°C. Nesse sentido, quando a pasta fluida do toner, tal como uma pasta fluida do toner congelada e agregada, é passada através deste primeiro trocador de calor, o primeiro trocador de calor pode aumentar a temperatura da pasta fluida do toner de sua temperatura inicial (por exemplo, cerca de 50°C) a uma temperatura de cerca de 85°C até cerca de 110°C, ou cerca de 92°C - 97°C. O segundo dos pelo menos dois trocadores de calor pode ser aquecido a uma temperatura mais alta do que o primeiro do trocador de calor. O segundo trocador de calor pode ser aquecido a uma temperatura de cerca de 115°C - 150°C, ou cerca de 130°C - 140°C.

[0045] O trocador de calor de baixa temperatura pode pré-aquecer a pasta fluida do toner antes de esta chegar até o segundo trocador de calor, o que diminui o choque de temperatura sobre a pasta fluida de entrada quando ela passar através do trocador de calor de temperatura mais elevada. Além disso, ao aquecer a pasta fluida de

uma temperatura inicial (por exemplo, cerca de 51 °C) à temperatura de coalescência predeterminada (por exemplo, cerca de 130 °C) em dois trocadores de calor, a taxa de aumento de temperatura (°C/min) pode ser diminuída como desejado, tal como diminuir a taxa de aumento de temperatura (°C/min) pela metade. Passar a pasta fluida do toner através do trocador de calor de temperatura mais baixa antes de passar através do trocador de calor de temperatura mais alta também permite coalescência parcial (fusão de agregados parcial) no primeiro trocador de calor. Esta fusão inicial rende partículas de toner final mais robustas após a pasta fluida do toner passar através do segundo trocador de calor, evitando assim a grande geração de partículas finas.

[0046] O sistema pode conter pelo menos um trocador de calor adicional para reduzir a temperatura da pasta fluida do toner após esta sair do segundo (maior temperatura) trocador de calor. Pelo menos um trocador de calor pode reduzir a temperatura da pasta fluida do toner da temperatura de coalescência para uma temperatura de ajuste de pH. Pelo menos um trocador de calor pode reduzir a temperatura em uma faixa de cerca de 40 °C a 90 °C abaixo da temperatura de coalescência, ou de cerca de 50 °C a 70 °C abaixo da temperatura de coalescência. O pH pode ser ajustado pela adição de uma solução aquosa de base, tais como, por exemplo, NaOH. O pH pode ser ajustado em linha. O sistema pode conter ainda pelo menos um trocador de calor adicional para reduzir ainda mais a temperatura da pasta fluida do toner da temperatura de ajuste de pH a uma temperatura apropriada para descarga. Uma temperatura adequada para a descarga é uma temperatura inferior à T_g do toner.

[0047] O tempo de residência total da pasta fluida do toner em cada trocador de calor é de cerca de 1 segundo a 15 minutos ou de 30 segundos a 2 minutos.

[0048] O método pode incluir a passagem da pasta fluida do toner, tal como uma pasta fluida do toner congelada e agregada, através de pelo menos três trocadores de calor, em que pelo menos dois trocadores de calor estão conectados para recuperar a energia do processo de aumento gradual de temperatura e coalescência. Pasta fluida de toner, tal como uma pasta fluida do toner congelada e agregada, pode ser passada através de pelo menos três trocadores de calor, em que o primeiro e o terceiro trocadores de calor estão conectados em um circuito fechado, e o segundo trocador de calor é aquecido a uma temperatura adequada para coalescência. O segundo trocador de calor pode ser aquecido a cerca de 115°C-150°C, ou 130°C-140°C. O terceiro trocador de calor pode resfriar a pasta fluida de toner após a coalescência e recuperar a energia de calor adicionada à pasta fluida do toner no segundo trocador de calor. Porque o primeiro e o terceiro trocadores de calor estão conectados em um circuito fechado, esta energia de calor recuperada pode ser usada no primeiro trocador de calor para pré-aquecer a mistura de toner antes de esta passar através do segundo trocador de calor. Portanto, o primeiro trocador de calor pode aumentar a temperatura da pasta fluida do toner de sua temperatura inicial (por exemplo, 50°C) até cerca de 51°C-99°C, ou cerca de 60°C-79°C. O segundo trocador de calor então pode aquecer a pasta fluida do toner até cerca de 100°C a 150°C, ou cerca de 120°C - 140°C. O terceiro trocador de calor pode, então, resfriar a pasta fluida do toner até cerca de 60°C-100°C, ou cerca de 75°C-85°C.

[0049] A Figura 2 ilustra como três trocadores de calor podem estar conectados para coalescência de alta temperatura de recuperação de energia. Na Figura 2, três trocadores de calor **E-1**, **E-2**, e **E-3** são usados para aumentar gradualmente a temperatura de uma pasta fluida de toner, tal como uma pasta fluida de toner congelada e

agregada, até uma temperatura de coalescência, coalescer as partículas e, então, resfriar a pasta fluida. O segundo trocador de calor **E-2** é aquecido a uma temperatura de coalescência desejada (como por um banho que fluiu do trajeto P-8 para o trajeto P-9), enquanto o primeiro trocador de calor **E-1** e terceiro trocador de calor **E-3** estão conectados em um circuito fechado (ou seja, um banho pode fluir ao redor do trocador de calor **E-3** ao longo da extensão do trajeto P-5 para o trajeto P-6, e então ao redor do trocador de calor **E-1**, passando do trajeto P-6 para o trajeto P-7, por bomba **E-4**) para recuperar a energia de calor do processo para reduzir os requisitos de energia no pré-aquecimento da pasta fluida de entrada. Um banho pode ser aquecido e passado no lado da carcaça do segundo trocador de calor **E-2**, enquanto um banho pode ser passado nos lados da carcaça do primeiro e do segundo trocadores de calor **E-1** e **E-3** em um circuito fechado.

[0050] Porque o primeiro e o terceiro trocadores de calor são conectados em um circuito fechado, o sistema é capaz de recuperar uma quantidade significativa de energia que tenha sido introduzida no sistema para aquecer a pasta fluida a uma temperatura acima de cerca de 120°C. Na Figura 2, se o primeiro trocador de calor **E-1** aumentar gradualmente a temperatura da pasta fluida de cerca de 51°C até temperaturas acima de cerca de 79°C, o segundo trocador de calor **E-2** aqueceu a pasta fluida de acima de cerca de 79°C, até cerca de 120°C, e o terceiro trocador de calor **E-3** resfriou a pasta fluida de temperaturas acima de cerca de 120°C até temperaturas de cerca de 80°C, porque a temperatura de entrada da pasta fluida do toner é cerca de 51°C e a temperatura de saída é cerca de 80°C, o aumento líquido na temperatura é de apenas cerca de 29°C.

[0051] Na produção de partículas de toner, é desejável controlar o tamanho das partículas de toner e limitar a quantidade de ambas as

partículas de toner finas e grossas no toner. As partículas de toner têm uma distribuição de tamanho de partícula muito estreita com desvio padrão geométrico inferior (GSDn) pelo número de 1,15-1,30, tal como aproximadamente menos de 1,25. As partículas de toner também podem ter um tamanho tal que o desvio-padrão geométrico superior (GSDv) por volume é na faixa de 1,15-1,30, tal como de 1,18-1,22, ou menos de cerca de 1,25.

[0052] Diâmetro médio de partícula volumétrico D_{50v} , GSDv e GSDn podem ser medidos por meio de um instrumento de medição. O GSDv se refere ao desvio padrão geométrico superior (GSDv) por volume (nível de partículas grossas) para (D84/D50). O GSDn se refere ao desvio padrão geométrico (GSDn) por número (nível de partículas finas) para (D50/D16). O GSDv é expresso como (volume D84/volume D50). O GSDn é expresso como (número D50/número D16).

[0053] Processos de agregação/coalescência de emulsão conhecidos para a preparação de toners podem ser modificados para incluir os processos de aumento gradual de temperatura e coalescência.

RESINAS

[0054] Pode ser utilizado qualquer monômero apropriado para preparar um látex para uso em um toner. Tais látex podem ser produzidos por métodos convencionais. O toner pode ser produzido pela agregação de emulsão. Os monômeros apropriados úteis na formação de uma emulsão de látex e, portanto, as partículas de látex resultantes em emulsão de látex incluem estirenos, acrilatos, metacrilatos, butadienos, isoprenos, ácidos acrílicos, ácidos metacrílicos, acrilonitrilas, suas combinações e semelhantes.

[0055] Em modalidades, a resina do látex pode incluir pelo menos um polímero, tal como cerca de 1 a 20 polímeros, ou cerca de 3 a 10

polímeros.

[0056] O poli (acrilato de butila-estireno) pode ser usado como o polímero de látex. A T_g deste látex pode ser cerca de 35°C para cerca de 75°C, tal como de cerca de 40°C a cerca de 70°C.

[0057] Corantes, ceras e outros aditivos usados para formar as composições de toner podem estar em dispersões que incluem surfactantes. Além disso, as partículas de toner podem ser formadas por métodos de agregação de emulsão em que a resina e outros componentes do toner são colocados em contato com um ou mais surfactantes, uma emulsão é formada, as partículas de toner são agregadas, coalescidas, opcionalmente lavadas e secadas e recuperadas.

[0058] Surfactantes podem estar presentes em uma quantidade de cerca de 0,01 a cerca de 5% em peso da composição do toner, ou cerca de 1 a cerca de 3% em peso da composição do toner.

[0059] Os iniciadores podem ser adicionados em quantidades adequadas, como de cerca de 0,1 a cerca de 8% em peso, ou de cerca de 0,2 a cerca de 5% em peso dos monômeros.

[0060] Onde utilizado, agentes de transferência de cadeia podem estar presentes em quantidades de cerca de 0,1 a cerca de 10%, tal como de cerca de 0,2 a cerca de 5% em peso de monômeros.

[0061] Um estabilizador pode ser adicionado em quantidades de cerca de 0,01 a cerca de 55% em peso do toner, tal como de cerca de 0,05 a cerca de 2% em peso do toner.

[0062] Um agente de ajuste de pH pode ser adicionado para controlar a taxa do processo de agregação de emulsão. O agente de ajuste de pH pode ser qualquer ácido ou base.

[0063] A emulsão de resina pode ser preparada para incluir uma cera. Além da resina de ligação de polímero, os toners também podem conter uma cera, seja um único tipo de cera ou uma mistura de duas

ou mais ceras diferentes.

[0064] Os toners podem conter a cera em qualquer quantidade de cerca de 1 a cerca de 25% em peso do toner, em base seca; ou de cerca de 5 a cerca de 11% em peso do toner.

[0065] Um corante, por exemplo, corante negro de fumo de fornalha, ciano, magenta e/ou amarelo, pode ser incorporado em quantidade suficiente para dar a cor desejada ao toner. Em geral, o pigmento ou corante é empregado em uma quantidade variando de cerca de 1 a cerca de 35% em peso das partículas de toner em uma base sólida, ou de cerca de 5 a cerca de 15% em peso.

[0066] Os coagulantes podem ser incorporados nas partículas de toner durante a agregação das partículas. O coagulante pode estar presente nas partículas do toner, excluindo aditivos externos e uma base de peso seco, em quantidades de 0 a cerca de 5% em peso das partículas de toner, tal como de cerca de mais que 0 a cerca de 3% em peso.

[0067] Qualquer agente agregante capaz de causar a complexação, tal como metais alcalino-terrosos ou sais de metais de transição, pode ser utilizado como agentes agregantes. Um agente sequestrante orgânico pode ser adicionado à mistura durante a agregação das partículas.

[0068] EDTA, um sal de ácido metilglicina diacético (MGDA) ou um sal de ácido etilenodiamino disuccinil (EDDS), pode ser utilizado como um agente sequestrante.

[0069] A quantidade de agente sequestrante adicionado pode ser de cerca de 0,25 pph a cerca de 4 pph, tal como de cerca 0,5 pph a cerca de 2 pph.

[0070] O toner pode ser formulado em um desenvolvidor em uma concentração de cerca de 1% a cerca de 25% em peso do desenvolvidor, ou a partir de cerca de 2% a cerca de 10% em peso.

[0071] Partículas carregadoras incluem aquelas partículas que são capazes de obter triboeletricamente uma carga de polaridade oposta àquela das partículas de toner.

[0072] As modalidades aqui descritas foram mostradas para fornecer controle de agregação e uniformidade no qual tamanho de partícula desejado, distribuição de tamanho de partícula e fator de forma foram obtidos.

[0073] Toners divulgados neste documento podem ser usados em métodos de geração de imagem eletrostatográficos (incluindo eletrofotográficos) ou xerográficos.

EXEMPLOS

Exemplo de Síntese 1:

[0074] 207 g de emulsão de resina de acrilato de butila/estireno, com um teor de sólidos de 42% em peso; 48 g de dispersão aquosa de pigmento amarelo Clariant PY74, tendo uma carga de pigmento de 19% em peso; 465 g de água deionizada; e 50 g de dispersão aquosa de cera IGI/Omnova D-1509, com um teor de sólidos de 31% em peso, foram adicionados a um reator e misturados. O conteúdo do reator foi, então, homogeneizado usando um homogeneizador IKA Ultra Turrax T50 operando a 4000 RPM, durante o que 27 g de mistura de floculante foram adicionados gota-a-gota, que era composta de 0,27 g de cloreto de polialumínio, 2,4 g de água deionizada e 24 g de HNO_3 0,02M. Conforme a mistura de floculante era adicionada, a velocidade do homogenizador foi aumentada para 5200 RPM; após a mistura de floculante ser completamente adicionada, a mistura foi adicionalmente homogeneizada por 5 min. Após a homogeneização, o reator foi aquecido por cerca de 1 °C/min a uma temperatura de 50 °C e mantido até um tamanho de partícula médio volumétrico (D_{50v}) de 4,7-4,9 microns, medido com um contador de Coulter. Após este tamanho de partícula ser alcançado, 103 g de outra emulsão de resina de acrilato

de estireno/butila foram adicionados ao reator, com um teor de sólidos de 42% em peso, e foi permitido que a mistura se agregasse a 50°C até um D_{50v} de 5,4-5,6 microns ser alcançado. A mistura no reator foi, então, ajustada a um pH 3,3 usando NaOH 1M, seguido pela adição de cerca de 3,6 g de agente quelante Versene 100 (tetracetato de etilenodiamina (EDTA)), resultando em um pH de 4,5-4,7. O conteúdo do reator foi, então, aquecido a 65°C por 15 min. antes de ser descarregado para processamento por coalescência contínua.

Exemplo de Síntese 2:

[0075] praticamente os mesmos procedimentos acima descritos foram utilizados exceto: 203 g de emulsão de resina de acrilato de butila/estireno, com um teor de sólidos de 42% em peso; 57 g de dispersão aquosa de pigmento negro de fumo Cabot Regal 330, tendo uma carga de pigmento de 17% em peso; 515 g de água deionizada; e 55 g de dispersão aquosa de cera POLYWAX 655 da Baker-Hughes, com um teor de sólidos de cerca de 31% em peso, foram adicionados a um reator e misturados. O conteúdo do reator foi, então, homogeneizado conforme descrito acima, durante o que 27 g de mistura de flocculante foram adicionados gota-a-gota, que era composta de 0,27 g de cloreto de polialumínio, 2,4 g de água deionizada e 24 g de HNO_3 0,02M. Após um D_{50v} de 5,3-5,5µm ser alcançado, cerca de 103 g de outra emulsão de resina de acrilato de estireno/butila foram adicionados ao reator, com um teor de sólidos de cerca de 42% em peso, e foi permitido que a mistura se agregasse a 50°C até um D_{50v} de 6,4-7,0 microns ser alcançado. A mistura no reator foi, então, ajustada a um pH de cerca de 4 usando NaOH 1M, seguido pela adição de cerca de 1,2 g de agente quelante Versene 100, resultando em um pH de 5,5.

Exemplo 1

[0076] Um banho de glicol foi aquecido a 140°C e passado no lado

da carcaça de um trocador de calor. Uma vez na temperatura, o sistema foi pressurizado a 60 psi e água foi passada através do trocador de calor por uma bomba peristáltica a uma taxa de 90 mL/min, para atingir o estado estacionário e estabilizar o sistema. Uma vez estável, a bomba foi trocada para a pasta fluida do toner de toner congelada e agregada do Exemplo de Síntese 1 e alimentada a uma taxa de 90 mL/min.

[0077] A pasta fluida do toner resultante foi amostrada de uma porta a montante do recipiente pressurizado.

[0078] O tamanho de partícula e a circularidade das partículas de toner final, em comparação com o material da alimentação, estão resumidos na Tabela 1.

Tabela 1: Detalhes Experimentais e Resultados do Exemplo 1

	Temp. de banho (°C)	Temp (°C)	Alimentação (mL/min)	FPIA-2100			Contador de Coulter		
				Média de Circ.	Circ. SD	Circ. CV	D _{50v}	GSD _r D ₈₀ /D ₅₀	GSD _n D ₈₀ /D ₁₀
Material de Alimentação	N/A	22	N/A	0.91	0.059	6.49%	5.366	1.201	1.220
Exemplo 1	140	132	90	0.977	0.045	4.61%	5.255	1.207	1.266

Exemplos 2-7.

[0079] Um banho de glicol foi aquecido a 140°C e passado no lado da carcaça de um segundo trocador de calor. O primeiro e o terceiro trocadores de calor foram conectados em um ciclo fechado de modo a circular uma mistura de água-glicol do lado da carcaça primeiro e o terceiro trocadores de calor para recuperar a energia do processo e reduzir a energia utilizada para pré-aquecer a pasta fluida de entrada. O sistema foi pressurizado a 40 psi com o uso de um regulador de contrapressão do diafragma. A água foi passada através do sistema por uma bomba peristáltica a uma taxa de 240 mL/min para atingir o estado estacionário e estabilizar o sistema. Uma vez na temperatura e estável, a bomba foi trocada para a pasta fluida do toner de toner congelada e agregada do Exemplo de Síntese 1, que foi

continuamente alimentada a uma taxa de 240 mL/min.

[0080] A pasta fluida do toner resultante foi amostrada diretamente a partir da saída do regulador de contrapressão após intervalos de tempo de 6 minutos (Exemplo 2), 9 (Exemplo 3), 12 minutos (Exemplo 4), 15 minutos (Exemplo 5), 18 minutos (Exemplo 6) e 21 minutos (Exemplo 7).

[0081] Os resultados dos Exemplos 2-7 estão resumidos na Tabela 2 (onde HEX2 se refere ao segundo trocador de calor).

Tabela 2: Detalhes Experimentais e Resultados dos Exemplos 2-7

	HEX2: Temp. do lado do tubo (°C)	HEX2: Temp. do lado da carcaça (°C)	Fluxo (mL/min)	FPIA-2100/(3000)			Coulter		
				Média de Circ. (2100/3000)	Circ. SD	Circ. CV	D _{50v}	GSD _v D ₉₄ /D ₅₀	GSD _n D ₅₀ /D ₁₆
Material de Alimentação	RT	N/A	Alimentação	0.908/-	0.059	6.47%	5.422	1.195	1.220
Exemplo 2	120	135	240	0.947	0.042	4.42%	5.390	1.207	1.266
Exemplo 3	120	135	240	0.947	0.040	4.27%	5.366	1.207	1.253
Exemplo 4	120	135	240	0.946	0.043	4.51%	5.369	1.207	1.253
Exemplo 5	120	135	240	0.947/0.964	0.041	4.31%	5.366	1.207	1.259
Exemplo 6	120	135	240	0.947	0.043	4.50%	5.366	1.201	1.259
Exemplo 7	120	135	240	0.947/0.965	0.041	4.34%	5.366	1.207	1.253

Exemplos 8-10.

[0082] Um sistema de quatro trocadores de calor carcaça-tubo padrão foi preparado. Um banho de glicol foi aquecido a 105°C e passado no lado da carcaça de um primeiro trocador de calor. Um segundo banho de glicol foi aquecido a 135°C e passado no lado da carcaça de um segundo trocador de calor. Um banho de água encanada refrigerada foi passado do lado da carcaça do terceiro e quarto trocadores de calor. O sistema foi pressurizado a 40 psi. Especificamente, o sistema manteve a pressão descarregando através de uma válvula de diafragma reguladora de contrapressão, que permitiu descargas atmosféricas e estava localizada entre o terceiro e o quarto trocadores de calor. O sistema continha ainda dois misturadores estáticos, localizados entre o terceiro e o quarto

trocadores de calor, após a válvula de diafragma reguladora de contrapressão.

[0083] A água foi passada através do sistema a uma taxa de 240 mL/min para atingir o estado estacionário e estabilizar o sistema. Uma vez que o sistema estava estável, a bomba foi trocada para a pasta fluida do toner de toner congelada e agregada do Exemplo de Síntese 1, que foi alimentada a uma taxa de 240 mL/min.

[0084] A solução de NaOH 1M foi alimentada a uma taxa de cerca de 4 g/min. entre a válvula de diafragma reguladora de contrapressão e o primeiro misturador estático, rendendo um pH final entre 8,7 e 8,9.

[0085] A pasta fluida de toner resultante foi amostrada da saída do quarto trocador de calor.

[0086] Os resultados dos Exemplos 8-10 estão resumidos na Tabela 3.

Tabela 3. Detalhes Experimentais e Resultados dos Exemplos 8-10

	HEX1: Temp. do lado da carcaça (°C)	HEX2: Temp. do lado do tubo (°C)	Fluxo (mL/min)	FPIA-2100(/3000)			Contador de Coulter		
				Média de Circ. (2100/3000)	Circ. SD	Circ. CV	D _{50v}	GSD _v D ₈₄ /D ₅₀	GSD _n D ₅₀ /D ₁₆
Mat. de Aliment.	RT	N/A	Alimentação	0.907/-	0.056	6.14%	5.422	1.195	1.220
Exemplo 8	105	135	240	-/-	-	-	5.366	1.195	1.240
Exemplo 9	105	135	240	0.949/0.968	0.038	3.97%	5.422	1.201	1.240
Exemplo 10	105	135	240	0.949/0.969	0.037	3.94%	5.366	1.207	1.246

Exemplo 11

[0087] A pasta fluida de toner congelada e agregada do Exemplo de Síntese 1 foi pré-aquecida a uma temperatura de 65°C em um recipiente de pré-aquecimento.

[0088] Um primeiro e um segundo trocador de calor foram aquecidos a 130°C através de um equipamento comum de aquecimento, que foi conectado com o lado da carcaça do primeiro e

segundo trocadores de calor em série (contracorrente). Um terceiro trocador de calor e um quarto trocador de calor estavam conectados à água encanada refrigerada, o que resfriou a temperatura do lado do tubo de saída a 63°C para o terceiro trocador de calor e 45°C para o segundo trocador de calor. O sistema continha ainda um misturador estático situado entre o terceiro e quarto trocadores de calor.

[0089] O sistema foi pressurizado a 40 psi usando um regulador de contrapressão de diafragma situado após o quarto trocador de calor. O sistema era como descrito acima e a bomba foi trocada para pasta fluida de toner congelada e agregada com um pH de 4,5 e alimentado a uma taxa de 240 mL/min. Uma solução de NaOH 1M foi alimentada a uma taxa de cerca de 4 g/min. antes do misturador estático, rendendo um pH final entre 8,7 e 8,9.

[0090] A pasta fluida de toner resultante foi amostrada da saída do regulador de contrapressão.

[0091] Os resultados do Exemplo 11 estão resumidos na Tabela 4.

TABELA 4: Detalhes Experimentais e Resultados do Exemplo 11

	Temp. de pré-aquecimento (°C)	HEX1/2: Temp. do lado da carcaça (°C)	Fluxo (mL/min)	FPIA-3000			Contador de Coulter		
				Média de Circ. FPIA-3000	Circ. SD	Circ. CV	D _{50v}	GSD _v D ₈₄ /D ₅₀	GSD _n D ₅₀ /D ₁₆
Material de Alimentação	65	N/A	Alimentação	-	-	-	6.411	1.182	1.246
Exemplo 11	65	130	240	0.969	0.026	2.69	6.212	1.182	1.246

Exemplo 12

[0092] A pasta fluida de toner congelada e agregada do Exemplo de Síntese 2 foi pré-aquecida a uma temperatura de 65°C em um recipiente de pré-aquecimento.

[0093] Um primeiro trocador de calor e um segundo trocador de calor foram aquecidos a 130°C através de um equipamento comum de aquecimento, que foi conectado com o lado da carcaça do primeiro e

segundo trocadores de calor em série (contracorrente). Um terceiro trocador de calor e um quarto trocador de calor estavam conectados à água encanada refrigerada, o que resfriou a temperatura do lado do tubo de saída a 63°C para o terceiro trocador de calor e 45°C para o segundo trocador de calor. O sistema continha ainda um misturador estático situado entre o terceiro e quarto trocadores de calor. O sistema continha ainda uma extensão de tubo entre o trocador de calor 2 e trocador de calor 3 tal que o volume do tubo foi de cerca de 240 mL.

[0094] O sistema foi pressurizado a 40 psi regulando nitrogênio pressurizado para o recipiente de pré-aquecimento que está conectado na entrada do trocador de calor 1; esta pressão é mantida pelo uso de uma bomba dosadora peristáltica conectada à saída do trocador de calor 4 que volumetricamente mede a pasta fluida a partir do sistema sem a pressão de ventilação. O sistema foi estabilizado como descrito acima e a bomba foi trocada para a pasta fluida de toner congelada e agregada com um pH de 4,6 e alimentado a uma taxa de 240 mL/min. Uma solução de NaOH 1M foi alimentada a uma taxa de cerca de 4 g/min. antes do misturador estático, rendendo um pH final entre 8,7 e 8,9.

[0095] A pasta fluida de toner resultante foi amostrada da saída da bomba peristáltica reguladora de contrapressão.

[0096] Os resultados do Exemplo 12 estão resumidos na Tabela 5.

TABELA 5: Detalhes Experimentais e Resultados do Exemplo 12

	Temp. de pré-aquecimento (°C)	HEX1/2: Temp. do lado da carcaça (°C)	Fluxo (mL/min)	FPIA-3000			Contador de Coulter		
				Média de Circ. FPIA-3000	Circ. SD	Circ. CV	D _{50v}	GSD _v D ₈₄ /D ₅₀	GSD _n D ₅₀ /D ₁₅
Material de Alimentação	65	N/A	Alimentação	-	-	-	6.411	1.195	1.246
Exemplo 12	65	130	240	0.975	-	-	6.212	1.195	1.259

REIVINDICAÇÕES

1. Método de produção de partículas de toner, **caracterizado** pelo fato de compreender:

a formação de uma pasta fluida compreendendo partículas pela mistura de uma emulsão compreendendo:

um látex de pelo menos de resina de polímero,

opcionalmente, uma dispersão de cera,

opcionalmente, uma dispersão de corante, e

dispersões de aditivos opcionais;

agregação das partículas da pasta fluida;

opcionalmente, adição de um segundo polímero de látex e agregação adicional das partículas para formar uma carcaça nas partículas;

congelamento da agregação das partículas;

coalescência das partículas agregadas para formar partículas de toner, passando continuamente as partículas através de um sistema compreendendo pelo menos um trocador de calor; e

recuperação de partículas de toner do sistema compreendendo pelo menos um trocador de calor; em que

a temperatura de pelo menos um trocador de calor é de cerca de 100°C a cerca de 150°C,

a circularidade das partículas antes da entrada no sistema compreendendo pelo menos um trocador de calor é entre cerca de 0,900 e cerca de 0,940, e a circularidade das partículas de toner recuperadas do sistema é entre cerca de 0,940 e cerca de 0,999, e

após as partículas agregadas serem coalescidas para formar partículas de toner, as partículas de toner são resfriadas.

2. Método, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pelo fato de compreender ainda, após o congelamento da agregação das partículas, mas antes da coalescência das partículas agregadas

passando continuamente as partículas através de um sistema compreendendo pelo menos um trocador de calor, o pré-aquecimento das partículas agregadas a uma temperatura superior à temperatura de transição vítrea da resina, mas inferior a uma temperatura de coalescência.

3. Método, de acordo com a reivindicação 2, **caracterizado** pelo fato de que a agregação das partículas, o congelamento das partículas e o pré-aquecimento das partículas ocorrem todos dentro do mesmo recipiente.

4. Método, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pelo fato de que o sistema compreendendo pelo menos um trocador de calor é pressurizado a uma pressão cerca de 1% a cerca de 20% superior à pressão de vapor de água na temperatura do trocador de calor.

5. Método, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pelo fato de que

o sistema compreende pelo menos dois trocadores de calor;

um primeiro trocador de calor dos pelo menos dois trocadores de calor é aquecido a uma temperatura superior à temperatura de transição vítrea da resina, mas inferior à temperatura de um segundo trocador de calor, e

um segundo trocador de calor dos pelo menos dois trocadores de calor é aquecido a uma temperatura de cerca de 100°C a cerca de 150°C.

6. Método, de acordo com a reivindicação 5, **caracterizado** pelo fato de que a temperatura do primeiro trocador de calor dos pelo menos dois trocadores de calor pré-aquece a pasta fluida do toner a uma temperatura cerca de 5°C superior à temperatura de transição vítrea da resina a cerca de 30°C superior à temperatura de transição

vítrea da resina.

7. Método, de acordo com a reivindicação 4, **caracterizado** pelo fato de que um dos pelo menos dois trocadores de calor está a uma temperatura de cerca de 100°C a cerca de 115°C, e pelo menos um dos pelo menos dois trocadores de calor está a uma temperatura de cerca de 115°C a cerca de 150°C.

8. Método, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pelo fato de que

o sistema compreende pelo menos três trocadores de calor;

um primeiro trocador de calor dos pelo menos três trocadores de calor está a uma temperatura de cerca de 100°C a cerca de 115°C;

um segundo trocador de calor dos pelo menos três trocadores de calor está a uma temperatura de cerca de 115°C a cerca de 150°C; e

um terceiro trocador de calor dos pelo menos três trocadores de calor está a uma temperatura que reduz a temperatura da pasta fluida do toner após esta sair do segundo trocador de calor.

9. Método, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pelo fato de que o tempo de residência das partículas em pelo menos um trocador de calor é entre cerca de 1 segundo e cerca de 15 minutos.

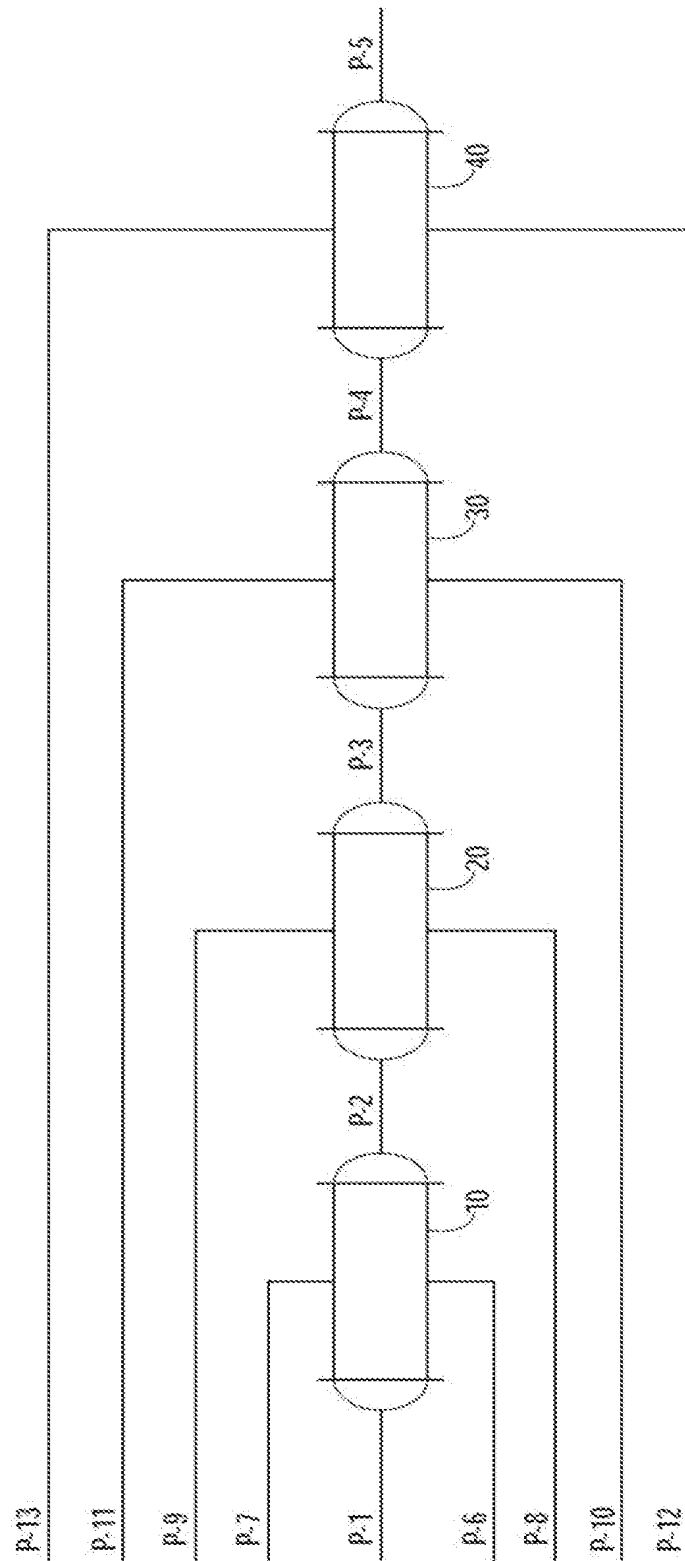


FIG. 1

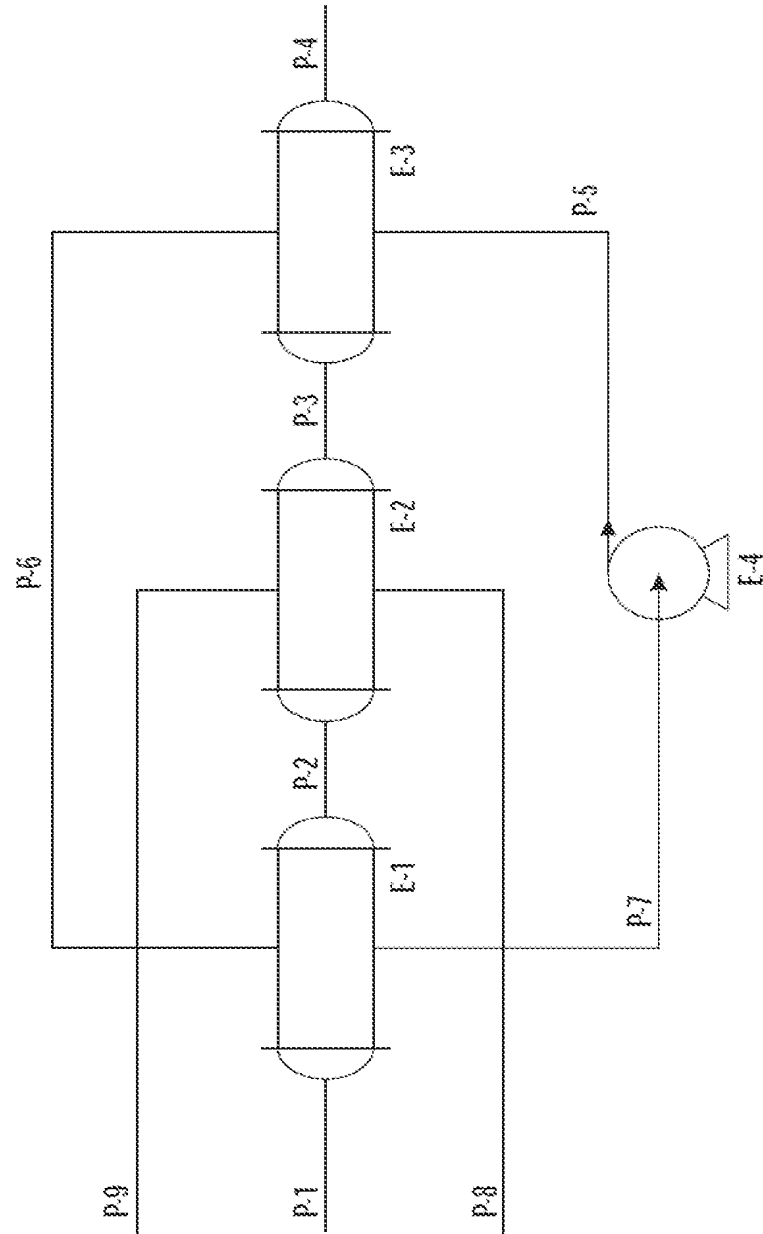


FIG. 2

RESUMO

PROCESSO DE AGREGAÇÃO DE EMULSÃO

O método de fabricação toners divulgados neste documento inclui um processo de coalescência e aumento de temperatura contínuo que envolve a passagem continuamente da pasta fluida do toner, tal como pasta fluida do toner agregada, através de pelo menos um permutador de calor antes de serem submetidos a uma etapa de resfriamento. O permutador de calor é pressurizado, para que a temperatura da pasta fluida possa ser aumentada acima do ponto de ebulição atmosférico de água sem ferver o teor de água da pasta fluida. Devido a estas temperaturas mais elevadas, a etapa de coalescência pode ser concluída mais rapidamente do que em convencional processos de lote. Mais de dois permutador de calor podem ser conectados na etapa de coalescência, produzindo múltiplas etapas de elevação/refrigeração da temperaturas, capacidade de injetar componentes, ou reciclagem de calor do processo para reduzir o consumo de energia.