



(12) **Offenlegungsschrift**

(21) Aktenzeichen: **10 2014 203 625.9**  
(22) Anmeldetag: **27.02.2014**  
(43) Offenlegungstag: **11.09.2014**

(51) Int Cl.: **G03G 9/087** (2006.01)  
**G03G 9/08** (2006.01)

(30) Unionspriorität:  
**13/790290**      **08.03.2013**      **US**

(72) Erfinder:  
**Liu, Yu, Burlington, Ontario, CA; Wang, Yulin, Oakville, Ontario, CA; Lee, Frank Ping-Hay, Oakville, Ontario, CA; Zhou, Ke, Oakville, Ontario, CA**

(71) Anmelder:  
**Xerox Corp., Norwalk, Conn., US**

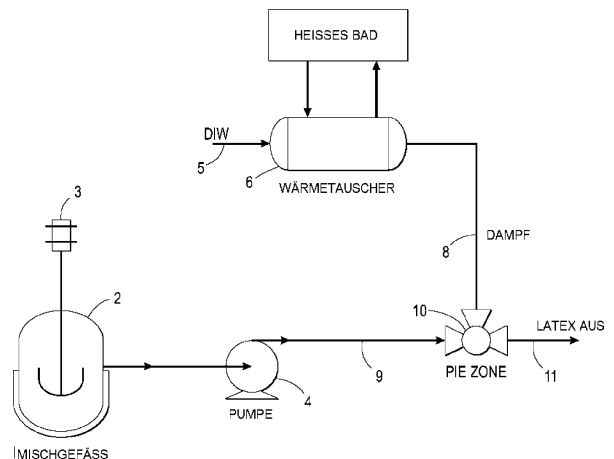
(74) Vertreter:  
**Grünecker, Kinkeldey, Stockmair & Schwanhäusser, 80802 München, DE**

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

(54) Bezeichnung: **VERFAHREN UND VORRICHTUNG ZUR EMULGIERUNG EINER PHASENIMMERSION**

(57) Zusammenfassung: Verfahren zur Herstellung eines Latexes oder Dispersion, umfassend: Kontaktieren mindestens eines Harzes mit einem organischen Lösemittel zur Bildung einer Harzmischung; Neutralisieren der Harzmischung mit einem Neutralisationsmittel; und Unterziehen der Harzmischung einer Dampfströmung auf kontinuierliche Weise, um eine Dispersion zu bilden. Verfahren zur Bildung eines Toners, umfassend:

Kontaktieren eines Harzes mit einem organischen Lösemittel und einem Neutralisationsmittel zur Bildung einer Harzmischung; Unterziehen der Harzmischung einer Dampfströmung auf kontinuierliche Weise, um eine Dispersion zu bilden. Aggregieren der Partikel aus einer Toner-Vormischung, wobei die Toner-Vormischung die Dispersion, einen optionalen Farbstoff und ein optionales Wachs umfasst; und Verschmelzen der aggregierten Partikel zur Bildung von Tonerpartikeln. Eine Vorrichtung, die diese Verfahren ausführen kann.



## Beschreibung

**[0001]** Die vorliegende Erfindung betrifft generell ein Verfahren zur Herstellung eines Latex oder einer Dispersion sowie eine Vorrichtung zur Herstellung des Latex oder Dispersion.

**[0002]** Polyestertoner mit niedrigen Schmelzeigenschaften lassen sich mit amorphen und kristallinen Polyesterharzen herstellen. Diese Polyester müssen in Emulsionen formuliert werden, die vor ihrer Einfügung in die Toner durch lösemittelhaltige Chargenprozesse hergestellt werden. Bei den lösehaltigen Chargenprozesse handelt es sich z.B. um Lösemittel-Flash-Emulgierung und/oder PIE (Phase Inversion Emulsification) auf Lösemittelbasis.

**[0003]** Chargenprozesse lassen sich mitunter schwer vergrößern, denn die Prozesseingaben (z.B. Harzsäurewerte, Verdampfungsgeschwindigkeiten von Lösemitteln und Verdampfungsgeschwindigkeiten von Neutralisationsmitteln) variieren, was zu einer großen Vielfalt an Prozessrauschen und zu Präzisionsproblemen (d.h. Schwankungen) von Charge zu Charge führen kann. Folglich kommt es bei Anwendung eines Trial and Error-Ansatzes zur Bestimmung eines kritischen Punktes zur Herstellung von Latexen mit verschiedenen gewünschten Partikelgrößen selbst im Labormaßstab zu einer umfangreichen Vergeudung von Zeit und Materialien.

**[0004]** Außerdem muß eine ganze Charge verworfen werden, wenn eine bestimmte Charge den Anforderungen an die Qualität nicht genügt. Da Chargenprozesse nicht immer sofort unterbrochen werden können, ist eine weitere Verschwendung von Rohstoffen (die sonst zur Neuverarbeitung zurückgeschickt werden könnten) häufig nicht zu verhindern. Obwohl Chargenprozesse häufig zum Einsatz kommen, kann ein Chargenprozess von Natur aus zur Verschwendung führen und häufig die weitere Projektplanung eines grünen Prozesses mit reduzierten chemischen Abfällen und mechanischen Instandhaltungskosten verkomplizieren.

**[0005]** Außerdem wird bei herkömmlichen PIE-Prozessen typischerweise mechanisch gerührt, was aufgrund des nicht Newton'schen Verhaltens von Materialien in der flüssigen Phase im Emulgierungsverfahren nicht unbedingt in der Lage ist, die Mischungseffizienz im gesamten Reaktionsgefäß hinreichend und zuverlässig zu steuern. Ein hohes Mischfeld lokalisiert sich nur an der Impellerspitze und die Mischkraft sinkt mit zunehmendem Abstand vom Impeller, und zwar v.a. im Bereich der Gefäßwand. Außerdem können tote oder flache Punkte, die nicht effizient zu mischen sind, entlang der Wellenkante verteilt sein. Außerdem kann eine effizientere, komplexere Impellerkonstruktion mit Mehrkosten verbunden sein. Also

kann es in dieser Phase schwierig sein, die Konsistenz von Charge zu Charge zu gewährleisten.

**[0006]** Es wäre vorteilhaft, ein Verfahren zur Herstellung eines zum Einsatz in einem Tonerprodukt geeigneten Latex oder Dispersion bereitzustellen, das effizienter und weniger zeitentensiv ist und zu einem konsistenteren Tonerprodukt führt als herkömmliche Herstellungsverfahren für Toner.

**[0007]** Fig. 1 zeigt eine Ausführungsform einer Vorrichtung zur Herstellung eines Latex oder Dispersion.

**[0008]** Fig. 2 zeigt ein Ausführungsbeispiel einer PIE-Zone.

**[0009]** Fig. 3 ist eine graphische Darstellung der Partikelgrößen der im Beispiel 1 der vorliegenden Erfindung hergestellten Harze.

**[0010]** Erfindungsgemäß werden Verfahren zur Bildung von Harzlatexen und/oder -dispersionen im Wege der direkten Injektion von Dampf in eine Rohrleitung. Eine Harzlösung, die wahlweise mit Mengen an einem Neutralisationsmittel wie z.B. Ammoniumhydroxid vorbeladen werden kann, kann kontinuierlich in eine Mischzone gepumpt werden, während auch Dampf kontinuierlich und gleichzeitig in die Mischzone injiziert wird. Die direkte Injektion der Harzmischung und des Dampfes kann zum direkten Kontakt zwischen Dampf und Harzmischung führen, um ein Harzlatex der gewünschten Partikelgröße zu ergeben.

**[0011]** Der Kontakt zwischen der Harzmischung und den Wassermolekülen des Dampfes wird aktiv und sofort gemischt, um ein Latex oder Dispersion mit den gewünschten Partikelgrößen v.a. aufgrund der einzigartigen Eigenschaften des Dampfes (z.B. globale Turbulenz und große Kontaktfläche) zu ergeben. Die verschiedenen Partikelgrößen lassen sich nach gewünschter Partikelgröße und Qualitätsstandards steuern. Es wird vermutet, dass die sofortige Emulsion teilweise von den Durchdringungs- und Turbulenzeigenschaften des Dampfes gefördert wird. Die vorliegend beschriebenen Verfahren und Vorrichtung ermöglichen eine relativ kurze Reaktionszeit und können auch Fertigungsfläche sparen, da die typischerweise zur Mischung des deionisierten Wassers (DIW) mit den Harzmischungen erforderlichen zusätzlichen Mischgeräte hier entfallen können.

**[0012]** So können die resultierenden Dispersionen z.B. zur Bildung eines Toners, einer Farbe, eines Pulvers, einer Beschichtung, eines komplexen Zusatzstoffs für Arzneimittel, ein Verkapselungsmittel eines Medikaments, eines Klebers, eines Zusatzstoffs für Nahrungsmittel und dgl. verwendet werden.

**[0013]** Das vorliegend beschriebene Verfahren umfasst die Einführung von Dampf in eine Harzmischung. Die Harzmischung kann dabei ein mit einem organischen Lösemittel und/oder einem Neutralisationsmittel kontaktiertes Harz enthalten, und ein oder mehrere der jeweiligen Bestandteile der Harzmischung kann mit dem Harz in Kontakt gebracht werden. Die Harzmischung kann auch ein Tensid enthalten, das mit dem Harz in Kontakt steht. Außerdem kann jeder Bestandteil, der zur Bildung der Harzmischung das Harz kontaktiert, das Harz vor, während oder nach dem Kontaktieren des Harzes mit einem beliebigen anderen Bestandteil kontaktieren; werden mehrere Bestandteile verwendet, können sie nach Wunsch gleichzeitig oder zu unterschiedlichen Zeitpunkten mit dem Harz in Kontakt gebracht werden.

#### Harz

**[0014]** Harze können vernetzt oder im Wesentlichen unvernetzt sein. Die Harzmischung kann ein oder mehrere Harze, z.B. zwei oder drei oder mehr Harze umfassen. Die Gesamtmenge an Harz in der Harzmischung kann dabei zwischen etwa 1 % und etwa 99 %, insbesondere von etwa 10 % bis etwa 95 % oder von etwa 20 Gew. % bis etwa 90 Gew. % der Harzmischung sein.

**[0015]** Ein im erfindungsgemäßen Verfahren eingesetztes Harz kann ein beliebiges Latexharz sein, das zur Herstellung von EA-Tonern (Emulsion Aggregation) eingesetzt wird. Derartige Harze können wiederum aus einem beliebigen geeigneten Monomer bestehen. Ein eingesetztes Monomer kann je nach dem einzusetzenden Polymer ausgewählt werden. Es sind zwei Hauptarten von EA-Verfahren zur Tonerherstellung bekannt. Das erste ist ein EA-Verfahren, das Tonerpartikel auf Acrylatbasis, z.B. Styrolacrylat, bildet. Das zweite ist ein EA-Verfahren, das Tonerpartikel auf Polyesterbasis bildet.

**[0016]** Beispiele von Latexharzen oder -polymeren sind insbesondere Styrolacrylate, Styrolmethacrylate, Butadiene, Isopren, Acrylonitril, Acrylsäure, Methacrylsäure, Beta-Carboxyethylacrylat, Polyester, bekannte Polymere wie z.B. Poly(styrol-butadien), Poly(methylstyrolbutadien), Poly(methylmethacrylatbutadien), Poly(ethylmethacrylatbutadien), Poly(propyl methacrylatbutadien), Poly(butylmethacrylatbutadien), Poly(methylacrylatbutadien), Poly(ethylacrylatbutadien), Poly(propylacrylatbutadien), Poly(butylacrylatbutadien), Poly(styrolisopren), Poly(methylstyrolisopren), Poly(methylmethacrylatisopren), Poly(ethylmethacrylatisopren), Poly(propylmethacrylatisopren), Poly(butylmethacrylatisopren), Poly(methylacrylatisopren), Poly(ethylacrylatisopren), Poly(propylacrylatisopren), Poly(butylacrylatisopren); Poly(styrolpropylacrylat), Poly(styrolbutylacrylat), Poly(styrolbutadienacrylsäure), Poly(styrolbutadienmethacrylsäure), Poly(styrolbutylacrylatacrylsäure), Po-

ly(styrolbutylacrylatmethacrylsäure), Poly(styrolbutylacrylatacrylonitril), Poly(styrolbutylacrylatacrylonitrilacrylsäure), und dgl. und Gemische davon. Das Harz oder Polymer kann ein Styrol-/Butylacrylat-/Carbonsäureterpolymer sein. Mindestens eines der Harze kann im Wesentlichen unvernetzt sein, und das vernetzte Harz kann Carbonsäure in einer Menge von etwa 0,05 bis etwa 10 Gew. % bezogen auf das Gesamtgewicht des im Wesentlichen unvernetzten oder des vernetzten Harzes umfassen.

**[0017]** Die zur Herstellung der Polymere verwendeten Monomere unterliegen keinerlei Einschränkungen und können insbesondere ein oder mehrere der nachfolgenden Monomere sein: Styrol, Acrylate wie z.B. Methacrylate, Butylacrylate,  $\beta$ -Carboxyethylacrylat ( $\beta$ -CEA), usw., Butadien, Isopren, Acrylsäure, Methacrylsäure, Itaconsäure, Acrylonitril, Benzole wie z.B. Divinylbenzol usw. und dgl. Bekannte Kettenübertragungsmittel wie z.B. Dodecanethiol oder Kohlenstofftetrabromid können zur Steuerung des Molekulargewichts des Polymers eingesetzt werden. Es kann ohne Einschränkung ein beliebiges geeignetes Verfahren zur Bildung des Latexpolymers aus den Monomeren verwendet werden.

**[0018]** Ein im Wesentlichen unvernetztes Harz (auch "unvernetztes Harz") kann ein Harz mit weniger als 0, 1 %iger Vernetzung umfassen. Beispielsweise kann das unvernetzte Latex insbesondere Styrol-, Butylacrylat- und Beta-Carboxyethylacrylat-(beta-CEA) Monomere umfassen (vorliegend als Monomer A, B und C) umfassen, die z.B. durch Emulsionspolymerisierung in Gegenwart eines Initiators, Kettenübertragungsmittels (CTA) und Tensids hergestellt werden.

**[0019]** Das unvernetzte Harz kann Styrol:Butylacrylat:Beta-Carboxyethylacrylat umfassen, wobei z.B. die Monomere des unvernetzten Harzes in einer Menge von etwa 70 bis etwa 90 % Styrol, etwa 10 bis etwa 30 % Butylacrylat und etwa 0,05 bis 10 % Beta-CEA oder etwa 3 % Beta-CEA bezogen auf das Gesamtgewicht der Monomeren umfassen, ist jedoch hierauf nicht beschränkt. Beispielsweise kann die Carbonsäure aus der nachfolgenden Gruppe gewählt sein: Acrylsäure, Methacrylsäure, Itaconsäure, Betacarboxyethylacrylat (Beta-CEA), Fumarsäure, Maleinsäure und Zimtsäure.

**[0020]** Gemäß einem vorliegenden Merkmal kann das unvernetzte Harz etwa 73 bis etwa 85 % Styrol, etwa 27 bis etwa 15 % Butylacrylat und etwa 1, 0 bis etwa 5 % Beta-CEA bezogen auf das Gesamtgewicht der Monomere umfassen, obwohl die Zusammensetzungen und Verfahren nicht auf diese bestimmten Monomerarten oder Mengenbereiche beschränkt sind. Gemäß einem weiteren Merkmal kann das unvernetzte Harz etwa 81,7 % Styrol, etwa 18, 3 % Butylacrylat und etwa 3,0 % Beta-CEA bezogen auf das Gesamtgewicht der Monomere umfassen.

**[0021]** Der Initiator kann insbesondere Natrium, Kalium oder Ammoniumpersulfat sein und im Bereich von etwa 0,5 bis etwa 3,0 % bezogen auf das Gewicht der Monomere vorliegen, ist jedoch hierauf nicht beschränkt. Das CTA kann in einer Menge von etwa 0,5 bis etwa 5,0 Gew. % bezogen auf das kombinierte Gewicht der Monomere A und B vorliegen, ist jedoch hierauf nicht beschränkt. Das Tensid kann in einer Menge von etwa 0,7 bis etwa 5,0 Gew. % bezogen auf das kombinierte Gewicht der wässrigen Phase vorliegen, ist jedoch hierauf nicht beschränkt.

**[0022]** Das Harz kann ein Polyesterharz wie z.B. ein amorphes Polyesterharz, ein kristallines Polyesterharz und/oder eine Kombination davon sein. Geeignet ist insbesondere auch eine Mischung aus einem amorphen Polyesterharz und einem kristallinen Polyesterharz.

**[0023]** Das Harz kann ein Polyesterharz sein, das durch Reagieren eines Diols mit einer Disäure in Gegenwart eines wahlweisen Katalysators hergestellt wird.

**[0024]** Beispiele kristalliner Harze sind insbesondere Polyesters, Polyamide, Polyimide, Polyolefine, Polyethylen, Polybutylen, Polyisobutyrat, Ethylen-Propylen-Copolymere, Ethylen-Vinylacetat-Copolymere, Polypropylen, deren Gemische und dgl. Konkrete kristalline Harze können solche auf Polyesterbasis sein, wie z.B. Poly(ethylenadipat), Poly(propylenadipat), Poly(Butylenadipat), Poly(Pentylenadipat), Poly(Hexylenadipat), Poly(Octylenadipat), Poly(Ethylensuccinat), Poly(Propylensuccinat), Poly(Butylensuccinat), Poly(Pentylensuccinat), Poly(Hexylensuccinat), Poly(Octylensuccinat), Poly(Ethylensebacat), Poly(Propylensebacat), Poly(Butylensebacat), Poly(Pentylensebacat), Poly(Hexylensebacat), Poly(Octylensebacat), Poly(Decylensebacat), Poly(Decylendecanoat), Poly(Ethylendecanoat), Poly(Ethylen Dodecanoat), Poly(Nonylensebacat), Poly(Nonylendecanoat), Copoly(Ethylenfumarat)-Copoly(Ethylensebacat), Copoly(Ethylenfumarat)-Copoly(Ethylendecanoat), Copoly(Ethylenfumarat)-Copoly(Ethylendodecanoat), Alkali Copoly(5-Sulfoisophthaloyl)-Copoly(Ethylenadipat), Alkali Copoly(5-Sulfoisophthaloyl)-Copoly(Propylenadipat), Alkali Copoly(5-Sulfoisophthaloyl)-Copoly(Butylenadipat), Alkali Copoly(5-Sulfo-Isophthaloyl)-Copoly(Pentylenadipat), Alkali Copoly(5-Sulfo-Isophthaloyl)-Copoly(Hexylenadipat), Alkali Copoly(5-Sulfo-Isophthaloyl)-Copoly(Octylenadipat), Alkali Copoly(5-Sulfo-Isophthaloyl)-Copoly(Ethylenadipat), Alkali Copoly(5-Sulfo-Isophthaloyl)-Copoly(Propylenadipat), Alkali Copoly(5-Sulfo-Isophthaloyl)-Copoly(Butylenadipat), Alkali Copoly(5-Sulfo-Isophthaloyl)-Copoly(Pentylenadipat), Alkali Copoly(5-Sulfo-Isophthaloyl)-Copoly(Hexylenadipat), Alkali Copoly(5-Sulfo-Isophthaloyl)-Copoly(Octylenadipat), Alkali Copoly(5-Sulfoisophthaloyl)-Copoly(Ethylensuccinat), Alkali Copoly(5-Sulfoisoph-

thaloyl)-Copoly(Propylensuccinat), Alkali Copoly(5-Sulfoisophthaloyl)-Copoly(Butylens-Succinat), Alkali Copoly(5-Sulfoisophthaloyl)-Copoly(Pentylensuccinat), Alkali Copoly(5-Sulfoisophthaloyl)-Copoly(Hexylensuccinat), Alkali Copoly(5-Sulfoisophthaloyl)-Copoly(Octylensuccinat), Alkali Copoly(5-Sulfo-Isophthaloyl)-Copoly(Ethylensebacat), Alkali Copoly(5-Sulfo-Isophthaloyl)-Copoly(Propylensebacat), Alkali Copoly(5-Sulfo-Isophthaloyl)-Copoly(Butylensebacat), Alkali Copoly(5-Sulfo-Isophthaloyl)-Copoly(Pentylensebacat), Alkali Copoly(5-Sulfo-Isophthaloyl)-Copoly(Hexylensebacat), Alkali Copoly(5-Sulfo-Isophthaloyl)-Copoly(Octylensebacat), Alkali Copoly(5-Sulfo-Isophthaloyl)-Copoly(Ethylenadipat), Alkali Copoly(5-Sulfo-Isophthaloyl)-Copoly(Propylenadipat), Alkali Copoly(5-Sulfo-Isophthaloyl)-Copoly(Butylenadipat), Alkali Copoly(5-Sulfo-Isophthaloyl)-Copoly(Pentylenadipat), Alkali Copoly(5-Sulfo-Isophthaloyl)-Copoly(Hexylenadipat), Poly(Octylenadipat), wobei Alkali ein Metall wie Natrium, Lithium oder Kalium ist. Beispiele der Polyamide sind insbesondere Poly(Ethylenadipamid), Poly(Propylenadipamid), Poly(Butylenadipamid), Poly(Pentylenadipamid), Poly(Hexylenadipamid), Poly(Octylenadipamid), Poly(Ethylensuccinimid) und Poly(Propylensebecamid). Beispiele der Polyimide sind insbesondere Poly(Ethylenadipimid), Poly(Propylenadipimid), Poly(Butylenadipimid), Poly(Pentylenadipimid), Poly(Hexylenadipimid), Poly(Octylenadipimid), Poly(Ethylensuccinimid), Poly(Propylensuccinimid), And Poly(Butylensuccinimid).

**[0025]** Das kristalline Harz kann z.B. in einer Menge von etwa 5 bis etwa 50 Gew. % der Tonerbestandteile, 10 bis etwa 35 Gew. % der Tonerbestandteile oder etwa 20 bis 35 Gew. % der Tonerbestandteile vorliegen. Das kristalline Harz kann je nach Ausführungsform verschiedene Schmelzpunkte aufweisen, z.B. etwa 30 bis etwa 120 °C, etwa 50 bis etwa 90 °C oder etwa 60 bis etwa 80 °C. Das kristalline Harz kann ein zahlenmäßiges Durchschnittsmolekulargewicht ( $M_n$ ) nach GPC (Gelpermeationschromatographie) von z.B. etwa 1000 bis etwa 50.000, insbesondere etwa 2000 bis etwa 25.000, und ein Durchschnittsmolekulargewicht nach Gewicht ( $M_w$ ) von z.B. etwa 2000 bis etwa 100.000, insbesondere etwa 3000 bis etwa 80.000, wie es nach Polystyrolstandards mit GPC ermittelt wird. Die Molekulargewichtsverteilung ( $M_w/M_n$ ) des kristallinen Harzes kann z.B. von etwa 2 bis etwa 6, je nach Ausführungsform von etwa 3 bis etwa 4 sein.

**[0026]** Polykondensationskatalysatoren, die zur Bildung entweder des kristallinen oder des amorphen Polyesters einsetzbar sind, sind insbesondere Tetraalkyltitanate, Dialkyltinoxide wie z.B. Dibutyltinoxid, Tetraalkyltine wie z.B. Dibutyltindilaurat und Dialkyltinoxid-Hydroxide wie z.B. Butyltinoxid-Hydroxid, Aluminiumalkoxide, Alkylzink, Dialkylzink, Zinkoxid, Zinnoxid oder deren Kombinationen sein. Derartige

Katalysatoren können in Mengen von etwa 0,01 bis etwa 5 Mol. % bezogen auf die zur Herstellung des Polyesterharzes eingesetzte Disäure oder Diesters eingesetzt werden.

**[0027]** Geeignete amorphe Harze sind insbesondere Polyester, Polyamide, Polyimide, Polyolefine, Polyethylen, Polybutylen, Polyisobutyrat, Ethylen-Propylen-Copolymere, Ethylen-Vinylacetat-Copolymere, Polypropylen, deren Kombinationen und dgl. Beispiele der einsetzbaren amorphen Harze sind insbesondere alkalisulfonierte Polyesterharze, verzweigte alkalisulfonierte Polyesterharze, alkalisulfonierte Polyimidharze und verzweigte alkalisulfonierte Polyimidharze. Alkalisulfonierte Polyesterharze können je nach Ausführungsform nützlich sein, z.B. die Metall- oder Alkalisalze von Copoly(ethylen-terephthalat)-Copoly(ethylen-5-sulfo-isophthalat), Copoly(propylen-terephthalat)-Copoly(propylen-5-sulfoisophthalat), Copoly(diethylen-terephthalat)-Copoly(diethylen-5-sulfoisophthalat), Copoly(propylendiethylen-terephthalat)-Copoly(propylendiethylen-5-sulfoisophthalat), Copoly(propylenbutylen-terephthalat)-Copoly(propylenbutylen-5-sulfoisophthalat), copolypropoxyliertem Bisphenol-A-fumarat-copoly(propoxyliertem Bisphenol A-5-sulfoisophthalat), copoly(ethoxyliertem Bisphenol-A-fumarat)-copoly(ethoxyliertem Bisphenol-A-5-sulfoisophthalat) und copoly(ethoxyliertem Bisphenol-A-maleat)-copoly(ethoxyliertem Bisphenol-A-5-sulfoisophthalat), wobei das Alkalimetall z.B. ein Natrium-, Lithium- oder Kaliumion ist.

**[0028]** Als Latexharz kann ein ungesättigtes amorphes Polyesterharz verwendet werden. Beispiele ungesättigter amorpher Polyesterharze sind insbesondere poly(propoxyliertes Bisphenolco-fumarat), poly(ethoxyliertes Bisphenol co-fumarat), poly(butyloxyliertes Bisphenolco-fumarat), poly(co-propoxyliertes Bisphenol co-ethoxyliertes Bisphenolco-fumarat), Poly(1,2-propylenfumarat), poly(propoxyliertes Bisphenol co-maleat), poly(ethoxyliertes Bisphenol co-maleat), poly(butyloxyliertes Bisphenol co-maleat), poly(co-propoxyliertes Bisphenol co-ethoxyliertes Bisphenol co-maleat), Poly(1,2-propylenmaleat), poly(propoxyliertes Bisphenol co-itaconat), poly(ethoxyliertes Bisphenol co-itaconat), poly(butyloxyliertes Bisphenol co-itaconat), poly(co-propoxyliertes Bisphenol co-ethoxyliertes Bisphenol co-itaconat), Poly(1,2-propylenitaconat) und deren Kombinationen. Ein geeignetes Polyesterharz ist z.B. ein Polyalkoxyliertes Bisphenol-A-Co-terephthalsäure/Dodecenylnbernsteinsäure/Trimellitsäureharz oder ein polyalkoxyliertes Bisphenol-A-co-terephthalsäure/Fumarsäure/Dodecenylnbernsteinsäureharz oder eine Kombination davon.

**[0029]** Derartige amorphe Harze können ein  $M_w$  von etwa 10.000 bis etwa 100.000, von etwa 15.000 bis

etwa 80.000 oder von etwa 24.000 bis etwa 45.000 aufweisen.

**[0030]** Ein Beispiel eines linearen propoxylierten Bisphenol-A-Fumaratharzes, das als Latexharz eingesetzt werden kann, ist unter der Marke SPARII bei der Resana S/A Industrias Quimias, Sao Paulo, Brasilien erhältlich. Weitere propoxylierte Bisphenol-A-Fumaratharze, die einsetzbar und im Handel erhältlich sind, sind insbesondere GTUF und FPESL-2 der Fa. Kao Corporation, Japan und EM181635 der Fa. Reichhold, Research Triangle Park, North Carolina, usw.

**[0031]** Je nach Ausführungsform kann ein geeignetes kristallines Harz ein Harz aus Dodecandiolensäure und 1,9-Nonandiol umfassen.

**[0032]** Derartige kristalline Harze können ein  $M_w$  von etwa 10.000 bis etwa 100.000, von etwa 14.000 bis etwa 30.000 oder von etwa 18.000 bis etwa 24.000 aufweisen.

**[0033]** Beispielsweise kann ein Polyalkoxyliertes Bisphenol-A-Co-terephthalsäure/Dodecenylnbernsteinsäure/Trimellitsäureharz oder ein polyalkoxyliertes Bisphenol-A-co-terephthalsäure/Fumarsäure/Dodecenylnbernsteinsäureharz oder eine Kombination davon mit einem kristallinen Polydodecandiolensäure-Co-1,9-Nonandiol-Harz kombiniert werden.

**[0034]** Die Harze können eine Glasübergangstemperatur von etwa 30 bis etwa 80 °C, etwa 35 bis etwa 70 °C oder etwa 45 bis etwa 65 °C aufweisen. Die Harze können eine Glasübergangstemperatur von etwa 10 bis etwa 1 000 000 Pa·S an etwa 130°C, von etwa 20 bis etwa 100 000 Pa·S, oder von etwa 500 bis etwa 50 000 Pa·S aufweisen. Ein, zwei oder mehr Tonerharze können eingesetzt werden. Werden zwei oder mehr Tonerharze eingesetzt, können die Tonerharze in einem beliebigen geeigneten Verhältnis (z.B. Gewichtsverhältnis) vorliegen, z.B. etwa 10 % (1. Harz)/90 % (2. Harz) bis etwa 90 % (1. Harz)/10 % (2. Harz) oder etwa 40 % (1. Harz)/60 % (2. Harz). Das Harz kann mittels Emulsionspolymerisierung gebildet werden.

**[0035]** Das Harz kann bei erhöhten Temperaturen von etwa 30 bis etwa 200°C, insbesondere etwa 50 bis etwa 150 °C oder etwa 70 bis etwa 100°C gebildet werden. Das Harz kann jedoch auch bei Raumtemperatur gebildet werden.

**[0036]** Das Rühren der Harzmischung kann vor dem Einpumpen der Harzmischung in die PIE-Zone erfolgen, z.B. um eine im Wesentlichen einheitliche Konzentration der Harzmischung und so eine bessere Qualitätskontrolle zu gewährleisten. Dabei kann ein beliebiges Rührgerät verwendet werden. Je nach Ausführungsform kann die Rührgeschwindigkeit von

etwa 10 bis etwa 5.000 U/m, etwa 20 bis etwa 2000 U/m oder etwa 50 bis etwa 1.000 U/m sein. Die Rührgeschwindigkeit kann dabei konstant oder schwankend sein. Im erfindungsgemäßen Verfahren ist jedoch kein mechanisches oder magnetisches Rühren erforderlich.

**[0037]** Ein beliebiges organisches Lösemittel kann mit dem Harz in der Harzmischung kontaktiert werden, um das Harz in der Harzmischung aufzulösen. Für die erfindungsgemäßen Verfahren geeignete organische Lösemittel sind insbesondere Alkohole, Ketone, Amide, Nitrile, Ether, Sulfone, Sulfoxide, Phosphoramide, Benzol und Benzolderivate, Ester, Amine und deren Kombinationen, in Mengen z.B. von etwa 1 bis etwa 99 Gew. %, etwa 20 bis etwa 80 Gew. % oder etwa 20 bis etwa 50 Gew. %.

**[0038]** Das organische Lösemittel kann mit Wasser mischbar sein und einen Siedepunkt von etwa 30 bis etwa 100 °C aufweisen. Ein beliebiges geeignetes organisches Lösemittel kann auch als Phase- oder Lösemittelumkehrungsmittel eingesetzt werden. Das organische Lösemittel kann in einer Menge von etwa 1 bis etwa 25 Gew. %, insbesondere etwa 5 bis etwa 20 Gew. % oder etwa 10 bis etwa 15 Gew. % bezogen auf das Gewicht des Harzes eingesetzt werden.

**[0039]** Geeignete basische Neutralisationsmittel sind insbesondere sowohl anorganische basische und organische basische Mittel.

**[0040]** Das basische Mittel kann als Festkörper, z.B. Natriumhydroxidflocken eingesetzt werden, so dass es in einer Menge von etwa 0,001 bis etwa 50 Gew. %, insbesondere etwa 0,01 bis etwa 25 Gew. % oder etwa 0,1 bis etwa 5 Gew. % bezogen auf das Gewicht des Harzes vorliegt.

**[0041]** Wie oben erwähnt kann das basische Neutralisationsmittel einem Harz mit einer Säuregruppe hinzugegeben werden. Die Zugabe des basischen Neutralisationsmittels kann also je nach Ausführungsform den pH-Wert einer Emulsion, die ein Harz mit einer Säuregruppe enthält, auf etwa 5 bis etwa 12, etwa 6 bis etwa 11 oder etwa 7 bis etwa 8 erhöhen. Die Neutralisierung der Säuregruppen kann die Bildung der Dispersion verstärken.

**[0042]** Das Neutralisationsverhältnis kann dabei etwa 25 bis etwa 500%, insbesondere etwa 50 bis etwa 450% oder etwa 100 bis etwa 400% sein.

**[0043]** Wie oben erwähnt, kann mit dem Harz vor der Bildung der zur Bildung der Latexdispersion eingesetzten Harzmischung ein Tensid kontaktiert werden. Ein, zwei oder mehr Tenside können eingesetzt werden. Die Tenside können ionische und nicht ionische Tenside sein. Der Latex zur Bildung des zur Bildung eines Toners eingesetzten Harzes kann in einer

wässrigen Phase hergestellt werden, die ein Tensid oder Coensid, wahlweise unter einem Inertgas wie z.B. Stickstoff, hergestellt werden. Die zur Bildung einer Latexdispersion mit dem Harz zusammen eingesetzten Tenside können ionische oder nicht ionische Tenside in Mengen von etwa 0,01 bis etwa 15 Gew. %, 0,1 bis etwa 10 Gew. % oder etwa 2 bis etwa 5 Gew. % bezogen auf die Festkörper sein.

**[0044]** Die Wahl eines bestimmten Tensids oder Tensidkombination, sowie die einzusetzenden Mengen, liegen im Fachwissen des Fachmanns.

**[0045]** Je nach Ausführungsform kann der Dampf gleichzeitig sowohl als Methode zur kontinuierlichen Injektion von Wasser als auch als Quelle der globalen Turbulenz der PIE-Zone fungieren. Es kann eine beliebige Dampfart eingesetzt werden. Beispiele von Dampfarten sind nasser Dampf, gesättigter Dampf oder überhitzter Dampf.

**[0046]** Das Harz kann bei einer Temperatur von etwa 80 bis etwa 150 °C, insbesondere etwa 90 bis etwa 130 °C oder etwa 100 bis etwa 120°C in die Harzmischung eingefügt werden. Der Druck des in die Harzmischung eingeführten Dampfes kann etwa 0,04 bis etwa 35 bar, insbesondere etwa 0,1 bis etwa 20 bar oder etwa 0,7 bar bis etwa 4,5 bar sein.

**[0047]** Bei herkömmlichen PIE-Verfahren wird Wasser in flüssiger Phase in eine Harzmischung eingeführt und der Emulgierungsprozess wird mit mechanischen Rühren angetrieben. Anstelle von oder zusätzlich zum Wasser in der flüssigen Phase wird erfindungsgemäß die Injektion von Dampf oder Wasser in der Gasphase verwendet, um den Emulgierungsprozess anzutreiben.

**[0048]** Fig. 1 zeigt eine Ausführungsform einer Vorrichtung zur Herstellung des Polymerlatex und/oder -dispersion durch kontinuierliche direkte Dampf-injektion, wie vorliegend beschrieben. Gemäß dieser Ausführungsform umfasst die Vorrichtung **1** ein Mischgefäß **2**, wahlweise umfassend ein mechanisches Mischgerät **3**, Harzpumpe **4**, DIW-Eintrittsöffnung **5**, Wärmetauscher **6**, Wärmebad **7**, Dampfeintrittsöffnung **8**, Harzmischung-Eintrittsöffnung **9**, PIE-Zone **10** und Latexharz-Austrittsöffnung **11**. Eine Harzmischung kann zunächst im Mischgefäß **2** durch kontinuierliche Rohstoffzuführung mit dem Mischgerät **3** hergestellt werden und anschließend von der Pumpe **4** in die PIE-Zone **10** gepumpt werden. DIW tritt über die Eintrittsöffnung **5** (die Wasser oder Dampf enthalten kann) in die Vorrichtung **1** ein, und kann wahlweise dem Wärmetauscher **6** zugeführt werden. Der Wärmetauscher **6** wärmt das DIW dann zu Dampf auf; diese Wärmeübertragung kann je nach Ausführungsform mit dem heißen Ölbad **7** erfolgen. Der Dampf wird dann vom Wärmetauscher **6** durch die Eintrittsöffnung **8** der PIE-Zone **10** zugeführt. Der

Dampf aus der Eintrittsöffnung **8** und der Eintrittsöffnung **9** wird dann in der PIE-Zone **10** gemischt, wo der Polymerlatex und/oder -dispersion sofort gebildet wird, und tritt durch die Austrittsöffnung **11** aus der Vorrichtung aus.

**[0049]** Fig. 2 zeigt ein Ausführungsbeispiel einer PIE-Mischzone für ein erfindungsgemäßes kontinuierliches Verfahren zur Herstellung von Latex durch direkte Dampf-injektion. Gemäß dieser Ausführungsform bildet die PIE-Zone eine T-Verbindung und die Harzmischung wird von der Eintrittsöffnung **9**, und der Dampf vom Wärmetauscher **6** (nicht dargestellt) über die Eintrittsöffnung **8**, der PIE-Zone **10** zugeführt. Dampf und Harzmischung werden dann aufgrund der ggf. aus der Zusammenführung der Harzmischungsströmung und der Dampfströmung resultierenden globalen Turbulenz mindestens teilweise gemischt. Der Latex und/oder Dispersion wird dann gebildet und tritt über die Austrittsöffnung **11** aus der T-förmigen PIE-Zone **10** aus.

**[0050]** Obwohl in Fig. 2 eine T-förmige PIE-Zone dargestellt wird, ist die Erfindung nicht auf eine bestimmte Form beschränkt. Die PIE-Zone kann verschiedene Formen, z.B. eine Y-Form, aufweisen.

**[0051]** Der Dampf kann in die Harzmischung eingeführt werden, wenn sich diese bei Raumtemperatur befindet. Alternativ kann der Dampf in die Harzmischung eingeführt werden, wenn diese z.B. auf eine Temperatur von etwa 60 °C, insbesondere etwa 30 bis etwa 50 °C, oder etwa 35 bis etwa 40 °C gewärmt wird. Dampf in Form von Wasserdampf enthält eine beträchtliche Menge an Wärme. Wenn der Wasserdampf das Harz kontaktiert, kommt es zu einer Wärmeübertragung. Wie oben ausgeführt, kann der Dampf bei einer Temperatur von etwa 80 bis etwa 150 °C, insbesondere etwa 90 bis etwa 130 °C oder etwa 100 bis etwa 120°C in die Harzmischung eingefügt werden. Der Druck des in die Harzmischung eingeführten Dampfes kann etwa 0,04 bis etwa 35 bar, insbesondere etwa 0,1 bis etwa 20 bar oder etwa 0,7 bar bis etwa 4,5 bar sein.

**[0052]** Das Lösemittel kann bei der Einführung des Dampfes spontan verdampfen.

**[0053]** In einer ersten Phase kann die Harzmischung eine "Wasser-in-Öl-Phase" sein. Die Injektion, z.B. kontinuierliche Injektion, von Wasserdampf in die Harzmischung kann gleichzeitig zur Wärmung und Mischung der Harzmischung verwendet werden. Die Harzmischung wird lokal weniger dicht, während sich der gasförmige Wassergehalt in Mikrozononen der Harzmischung hinein erweitert, und wird gleichzeitig Effizienz durch die globale Turbulenz gemischt. Aufgrund der großen Kontaktfläche zwischen Wasserdampf und Harzmischung erfolgt die PIE schnell, und es bilden sich "Öl-in-Wasser-Phase" Dispersionen.

**[0054]** Außerdem kann Dampfpluten unter Dampfdruck mit kinetischer Energie zur weiteren Scherung und/oder Mischung der Harzmischung und des Wassers zur Förderung der Emulgierung verwendet werden. Scherung und Mischung können aufgrund der Gasphase des Dampfes im Makromaßstab und auf molekularer Ebene erfolgen. Der Einsatz von Dampf im Prozess erfüllt die Bedingungen der kinetischen Stabilisierung des Emulsionsprozesses.

**[0055]** Der erfindungsgemäß hergestellte Latex oder Dispersion kann emulsifizierte Harzpartikel in wässrigen Medium mit einer Größe von etwa 1500 nm oder weniger, insbesondere etwa 5 nm bis etwa 1000 nm oder etwa 50 nm bis etwa 500 nm oder etwa 100 nm bis etwa 300 nm umfassen. Die Partikelgrößenverteilung eines erfindungsgemäß hergestellten Latexes kann von etwa 60 nm bis etwa 300 nm, insbesondere etwa 100 nm bis etwa 250 nm oder etwa 100 nm bis etwa 200 nm sein. Der Grobgehalt der Latexdispersion kann dabei zwischen etwa 0 und etwa 1 Gew. %, insbesondere von etwa 0,1 bis etwa 0,5 Gew. % oder von etwa 0,2 bis etwa 0,4 Gew. % sein. Der Feststoffgehalt der erfindungsgemäßen Latexdispersion kann zwischen etwa 5 und etwa 50 Gew. %, insbesondere von etwa 10 bis etwa 45 Gew. % oder von etwa 30 bis etwa 40 Gew. % sein.

**[0056]** Die Größe der in der Latexdispersion gebildeten Partikel kann durch das Lösemittel- und oder Neutralisationsmittelverhältnis in der Harzmischung gesteuert werden. Die Feststoffkonzentration der Latexdispersion kann durch das Verhältnis der Harzmischung zum Wasser gesteuert werden. Mit dem erfindungsgemäßen Verfahren können emulsifizierte Harzpartikel hergestellt werden, die dieselben Molekulargewichteigenschaften aufweisen als das Ausgangsharz, z.B. die zur Bildung des Latexes oder Dispersion verwendeten vorgefertigten Harze.

**[0057]** Nach der Emulgierung können zusätzliche Tenside, Wasser und/oder Neutralisationsmittel zur Verdünnung der Emulsion hinzugegeben werden. Nach der Emulgierung kann die Dispersion auf Raumtemperatur, z.B. etwa 20 bis etwa 25 °C, gekühlt werden. Nach der Emulgierung kann der Latex oder Dispersion destilliert oder gewärmt werden, um Lösemittelmittelrückstände aus dem Latex oder Dispersion zu entfernen.

**[0058]** Ausführungsformen des erfindungsgemäßen Latexes oder Dispersion können zur Herstellung für EA-Prozesse geeigneter Partikel, z.B. Partikel mit einer für EA-Prozesse mit geringer Schmelze, z.B. EA-Prozesse mit ultrageringer Schmelze, geeigneten Größe mithilfe von kristallinen und/oder amorphen Polyesterharzen verwendet werden. Ausführungsformen der Latexdispersionen können mit geringem Grobgehalt ohne Homogenisierung oder Filtration hergestellt werden.

**[0059]** Wie oben ausgeführt, kann die nach einigen erfindungsgemäßen Verfahren hergestellte Latexdispersion zur Bildung eines Toners, z.B. eines EA-Toners, eingesetzt werden. Die Latexdispersion kann einer Tonervormischung, z.B. vor der Partikelaggregation im EA-Zusammenfügeprozess hinzugegeben werden. Der Latex oder Dispersion, sowie ein Bindeharz, ein Wachs wie z.B. eine Wachsdispersion, ein Farbstoff und sonstige gewünschte oder erforderliche Zusatzstoffe wie z.B. Tenside können die Toner-Vormischung ausbilden.

**[0060]** Die Vormischung kann mit einer Säure wie z.B. Essigsäure, Salpetersäure oder dgl. hergestellt werden, um so den pH-Wert der resultierenden Mischung einzustellen. Der pH-Wert der Mischung kann auf etwa 4 bis etwa 5 eingestellt werden. Außerdem kann die Mischung homogenisiert werden. Wird die Mischung homogenisiert, kann dies durch Mischen bei einer Mischgeschwindigkeit von etwa 600 bis etwa 4.000 U/m erfolgen. Die Homogenisierung kann nach einem beliebigen geeigneten Verfahren, insbesondere einem IKA ULTRA TURRAX T50 Sondenhomogenisator erfolgen.

**[0061]** Nach der Herstellung der oben beschriebenen Mischung, also auch der Zugabe oder Einfügung in die Vormischung der erfindungsgemäß hergestellten Latexdispersion, kann der Mischung ein Aggregationsmittel hinzugegeben werden. Das Aggregationsmittel kann in das Mischgefäß gegeben, in die Harzmischungsströmung vor der PIE-Zone oder direkt in die PIE-Zone injiziert werden. Zur Bildung eines Toners kann ein beliebiges geeignetes Aggregationsmittel eingesetzt werden. Das Aggregationsmittel kann bei einer Temperatur unterhalb der Glasübergangstemperatur (TG) des Harzes der Mischung hinzugegeben werden.

**[0062]** Das Aggregationsmittel kann der zur Tonerbildung verwendeten Mischung in einer Menge von etwa 0,01 bis etwa 8 Gew. %, 0,1 bis etwa 1 Gew. % oder etwa 0,15 bis 0,8 Gew. % des Harzes in der Mischung hinzugegeben werden. Das oben beschriebene Verfahren kann eine zur Aggregation ausreichende Menge am Stoff ergeben.

**[0063]** Zur Steuerung der Aggregation und anschließenden Verschmelzung der Partikel kann das Aggregationsmittel über die Zeit in die Mischung hineindosiert werden. Beispielsweise kann das Mittel über einen Zeitraum von etwa 5 bis etwa 240 min, insbesondere etwa 30 bis etwa 200 min, in die Mischung hineindosiert werden, obwohl nach Wunsch bzw. Bedarf kürzere oder längere Zeiten möglich sind. Die Zugabe des Mittels kann erfolgen, während die Mischung gerührt wird, z.B. etwa bei 50 bis etwa 1.000 U/m oder etwa 100 bis etwa 500 U/m. Die Zugabe des Mittels kann auch dann erfolgen, wenn die Mischung bei einer Temperatur gehalten wird, die unterhalb der TG

des oben beschriebenen Harzes liegt, z.B. etwa 30 bis etwa 90 °C oder etwa 35 bis etwa 70 °C.

**[0064]** Man kann die Partikel im Mischgefäß oder an einer dem Mischgefäß nachgeschalteten Stelle aggregieren lassen, um eine vorbestimmte gewünschte Partikelgröße zu erreichen. Eine vorbestimmte gewünschte Partikelgröße kann sich auf die gewünschte Partikelgröße, die schon vor der Bildung feststand, beziehen, sowie auf eine Partikelgröße, die während des Wachstumsprozesses bis zur Erreichung der Partikelgröße überwacht wird. Während des Wachstumsprozesses können Proben entnommen und z.B. mit einem Coulter Counter auf durchschnittliche Partikelgröße untersucht werden. Die Aggregation kann also unter Beibehaltung der erhöhten Temperatur oder langsamen Erhöhung der Temperatur, z.B. von etwa 30 bis etwa 99 °C, erfolgen, wobei die Mischung etwa 0,5 h bis etwa 10 h, insbesondere etwa 1 bis etwa 5 h lang unter Rühren bei dieser Temperatur gehalten wird, um die aggregierten Partikel zu ergeben. Sobald die vorbestimmte gewünschte Partikelgröße erreicht wird, wird der Wachstumsprozess eingestellt. Die vorbestimmte gewünschte Partikelgröße kann innerhalb des gewünschten Größenbereichs der herzustellenden Tonerpartikel liegen.

**[0065]** Wachstum und Formgebung der Partikel können nach der Zugabe des Aggregationsmittels unter beliebigen geeigneten Bedingungen erfolgen. Beispielsweise können Wachstum und Formgebung unter Bedingungen erfolgen, unter denen die Aggregation gesondert von der Verschmelzung eintritt. Für gesonderte Aggregations- und Verschmelzungsphasen kann der Aggregationsprozess unter Scherbedingungen bei erhöhter Temperatur, z.B. etwa 40 bis etwa 90 °C, insbesondere etwa 45 bis etwa 80 °C, erfolgen (obwohl Temperaturen, die unterhalb der TG des Harzes, wie oben beschrieben).

**[0066]** Ist die gewünschte Endgröße der Tonerpartikel erreicht, kann der pH-Wert der Mischung mit einer Base auf etwa 3 bis etwa 10, insbesondere etwa 5 bis etwa 9, eingestellt werden.

**[0067]** Die pH-Einstellung kann zur Einfrierung, also zum Aufhalten des Tonerwachstums verwendet werden. Die zum Aufhalten des Tonerwachstums eingesetzte Base kann eine beliebige geeignete Base, insbesondere Alkalimetallhydroxide wie z.B. Natriumhydroxid, Kaliumhydroxid, Ammoniumhydroxid, deren Kombinationen und dgl. sein. Je nach Ausführungsform kann EDTA zur Einstellung des pH auf die oben aufgeführten gewünschten Werte hinzugegeben werden.

**[0068]** Nach der Aggregation und der direkten Dampfinkjektion, aber vor der Verschmelzung, kann eine Harzbeschichtung auf die aggregierten Partikel aufgetragen werden, um eine Hülle zu bilden. Ein be-

liebigen oben beschriebenes, zur Bildung des Tonerharzes geeignetes Harz kann als Hülle verwendet werden.

**[0069]** Harze, die zur Hüllenbildung verwendet werden können, sind insbesondere die oben zum Einsatz als Kern beschriebenen kristallinen Polyester und/oder die oben beschriebenen amorphen Harze. Mehrere Harze können in einer beliebigen geeigneten Menge eingesetzt werden.

**[0070]** Das Hüllharz kann nach irgendeinem dem Fachmann bekannten Verfahren auf die aggregierten Partikel aufgetragen werden. Die zur Hüllenbildung verwendeten Harze können in einer Dispersion vorliegen, die ein beliebiges oben beschriebenes Tensid enthält. Die Dispersion, die die Harze enthält, kann mit den oben beschriebenen aggregierten Partikel kombiniert werden, damit die Hülle um die aggregierten Partikel herum gebildet wird. Je nach Ausführungsform kann die Hülle eine Stärke von höchstens 5 µm, etwa 0,1 bis etwa 2 µm, oder etwa 0,3 bis etwa 0,8 µm über den ausgebildeten Aggregaten aufweisen.

**[0071]** Die Hüllenbildung über den aggregierten Partikel kann unter Wärmen auf eine Temperatur von etwa 30 bis etwa 80 °C, je nach Ausführungsform von etwa 35 bis etwa 70 °C erfolgen. Die Hüllenbildung kann über einen Zeitraum von etwa 5 min bis etwa 10 h, insbesondere etwa 10 min bis etwa 5 h oder etwa 30 min bis etwa 2 h erfolgen.

**[0072]** Beispielsweise kann der Tonerprozess die Bildung einer Tonerpartikel durch Mischen der Polymerlatexe in Gegenwart einer Wachsdispersion und eines Farbstoffs mit einem optionalen Gerinnungsmittel unter Rühren bei hoher Geschwindigkeit umfassen. Die resultierende Mischung mit einem pH-Wert von z.B. 2 bis etwa 3 kann durch Wärmen auf eine Temperatur unterhalb der TG des Polymerharzes aggregiert werden, um Aggregate in Tonergröße zu ergeben. Wahlweise kann den ausgebildeten Aggregaten zusätzlicher Latex hinzugegeben werden, um eine Hülle über den ausgebildeten Aggregaten zu bilden. Der pH-Wert der Mischung kann z.B. durch Zugabe einer Natriumhydroxidlösung bis zur Erreichung eines pH von etwa 7 eingestellt werden.

**[0073]** Nach der Aggregation bei der gewünschten Partikelgröße und Auftragung einer optionalen Hülle können die Partikel zur gewünschten Endform verschmolzen werden. Die Verschmelzung kann z.B. durch Wärmen der Mischung auf eine Temperatur von etwa 45 bis etwa 100 °C, etwa 55 bis etwa 99 °C oder etwa 60 bis etwa 80 °C erfolgen, was bei oder oberhalb der TG der zur Bildung der Tonerpartikel verwendeten Harze liegt, und/oder durch Reduzieren des Rührens z.B. auf eine Rührgeschwindigkeit von etwa 100 bis etwa 1000 U/m, insbesondere etwa 200

bis etwa 800 U/m oder etwa 300 bis etwa 600 U/m. Die fusionierten Partikel können auf Formfaktor oder Kreisförmigkeit, z.B. mit einem SYSMEX FPIA 2100 Analyzer bis zur Erreichung der gewünschten Form gemessen werden.

**[0074]** Höhere oder niedrigere Temperaturen können verwendet werden, mit der Maßgabe, dass die Temperatur von den als Bindemittel eingesetzten Harzen abhängt. Die Verschmelzung kann über einen Zeitraum von etwa 0,01 h bis etwa 9 h, insbesondere etwa 0,1 bis etwa 4 h erfolgen.

**[0075]** Nach der Aggregation und/oder Verschmelzung kann die Mischung auf Raumtemperatur, insbesondere etwa 20 bis etwa 25 °C, gekühlt werden. Die Kühlung kann je nach Wunsch rasch oder langsam erfolgen. Geeignete Kühlungsverfahren sind insbesondere die Einführung kalten Wassers in eine den Reaktor umgebende Umhüllung. Nach der Kühlung können die Tonerpartikel mit Wasser gewaschen und dann getrocknet werden. Das Trocknen kann nach einem beliebigen geeigneten Trocknungsverfahren, insbesondere Gefriertrocknen, erfolgen.

**[0076]** Mit dem Latex oder Dispersion, Farbstoff, und dgl. kann ein Wachs kombiniert werden, um die Tonerpartikel zu bilden. Das Wachs liegt ggf. in einer Menge von etwa 1 bis etwa 25 Gew. %, 5 bis etwa 20 Gew. % der Tonerbestandteile oder etwa 10 bis 18 Gew. % der Tonerpartikel vor.

**[0077]** Die vorliegend beschriebenen Tonerpartikel können ferner einen Farbstoff umfassen. Farbstoffe sind insbesondere Pigmente, Farbstoffe, Farbstoffgemische, Pigmentgemische, Mischungen aus Farbstoffen und Pigmenten und dgl.

**[0078]** Die Tonerpartikel können nach Wunsch bzw. Bedarf auch weitere optionale Zusatzstoffe enthalten. Beispielsweise kann der Toner positive oder negative Ladungssteuermittel, z.B. in einer Menge von etwa 0, 1 bis etwa 10 Gew. % des Toners, insbesondere etwa 1 bis etwa 3 Gew. % des Toners enthalten.

**[0079]** Externe Zusatzstoffe können nach der Bildung mit den Tonerpartikel gemischt werden, insbesondere Flusshilfsmittel, welche auf der Oberfläche der Tonerpartikel vorliegen können.

**[0080]** Die Tonerpartikel können ein  $M_w$  im Bereich von etwa 17.000 bis etwa 80.000 Da, ein  $M_n$  von etwa 3.000 bis etwa 10.000 Da und ein MWD (Verhältnis von  $M_w$  zu  $M_n$  der Tonerpartikel, ein Maß der Polydispersität oder Breite des Polymers) von etwa 2,1 bis etwa 10 aufweisen.

## Herstellung des Materials

**[0081]** 30 g amorphes Harz 1, N-Methyl-N-ethanol-perfluorooctansulfonamid (Mw = 44120, Tg = 56,8°C), wurde mit einer Mischung aus 30 g Methylethylketon (MEK) und 3g Isopropylalkohol (IPA) gemischt. Die Lösung wurde dann in einem 60 °C Wasserbad zur Auflösung des Harzes gemischt.

## Beispiel 1

**[0082]** 30 g der Probe 1 wurde in eine 100 mL Plastikflasche überführt. 0,88 g 10 % Ammoniumhydroxid (Neutralisierungsverhältnis 85 %) wurde in die Flasche gegeben und die Mischung wurde durch Schütteln gründlich gemischt.

**[0083]** Die Harzmischung wurde dann durch eine Harzmischung-Eintrittsöffnung in eine PIE-Zone nach dem Beispiel der Vorrichtung der **Fig. 1** und **Fig. 2** gepumpt. Dampf wurde bei einer Temperatur von etwa 100 °C erzeugt und in die PIE-Zone injiziert, um ihn mit der Harzmischung in Kontakt zu bringen. Die LatexEmulgierung begann sofort in der PIE-Zone und wurde an der Latex-Austrittsöffnung gesammelt.

**[0084]** Wie in **Fig. 3** gezeigt, wies die resultierende Dispersion eine durchschnittliche Partikelgröße von etwa 30 nm bis etwa 300 nm auf. Die Mehrzahl der Partikel wies eine Größe von etwa 40 bis etwa 150 nm auf.

**[0085]** Diese Ergebnisse zeigen, dass der erfindungsgemäße kontinuierliche Prozess und Vorrichtung gut waren und eine flexible und einfache Struktur aufweisen; mit dem Verfahren und der Vorrichtung konnte Latex im erforderlichen Größenbereich ohne externes Mischgerät hergestellt werden. An diesen Ergebnissen ist zu erkennen, dass die beschriebenen Verfahren und Vorrichtung sowohl vergrößert als auch verkleinert werden können.

## Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung eines Latexes oder Dispersion, umfassend:  
Kontaktieren mindestens eines Harzes mit einem organischen Lösemittel zur Bildung einer Harzmischung;  
Neutralisieren der Harzmischung mit einem Neutralisationsmittel; und  
Unterziehen der Harzmischung einer Dampfströmung auf kontinuierliche Weise, um eine Dispersion zu bilden.

2. Verfahren nach Anspruch 1, wobei das organische Lösemittel aus der nachfolgenden Gruppe gewählt ist: Keton, Alkohol, Ester, Nitril, Sulfon, Sulfoxid, Phosphoramid, Benzol, Benzolderivat, Amin und deren Kombinationen.

3. Verfahren nach Anspruch 1, wobei der in die Harzmischung eingeführte Dampf eine Temperatur von etwa 80 bis etwa 150 °C aufweist.

4. Verfahren nach Anspruch 1, wobei der in die Harzmischung eingeführte Dampf einen Druck von etwa 0,04 bis etwa 35 bar aufweist.

5. Verfahren nach Anspruch 1, wobei das Neutralisationsmittel aus der nachfolgenden Gruppe gewählt ist: Ammoniumhydroxid, Natriumcarbonat, Kaliumhydroxid, Natriumhydroxid, Natriumhydrogencarbonat, Lithiumhydroxid, Kaliumcarbonat, Triethylamin, Triethanolamin, Pyridin, Pyridinderivate, Diphenylamin, Diphenylaminderivate, Poly(ethylenamin), Poly(ethylenamin)-Derivate, Aminbasen, Piperazin und deren Mischungen.

6. Verfahren nach Anspruch 1, wobei das organische Lösemittel spontan verdampft, wenn der Dampf mit der Harzmischung in Kontakt kommt.

7. Verfahren nach Anspruch 1, wobei die Dispersion eine Partikelgröße von etwa 5 nm bis etwa 1000 nm aufweist.

8. Verfahren nach Anspruch 1, wobei die Dampfinjektion hinreichend turbulent ist, um eine global turbulente Mischung zu induzieren.

9. Verfahren zur Bildung eines Toners, umfassend:  
Kontaktieren eines Harzes mit einem organischen Lösemittel und einem Neutralisationsmittel zur Bildung einer Harzmischung;  
Unterziehen der Harzmischung einer Dampfströmung auf kontinuierliche Weise, um eine Dispersion zu bilden.  
Aggregieren der Partikel aus einer Toner-Vormischung, wobei die Toner-Vormischung die Dispersion, einen optionalen Farbstoff und ein optionales Wachs umfasst; und  
Verschmelzen der aggregierten Partikel zur Bildung von Tonerpartikeln.

10. Vorrichtung zur Herstellung eines Latexes oder Dispersion, umfassend:  
eine Dampf-Eintrittsöffnung;  
eine Harzmischung-Eintrittsöffnung;  
eine PIE-Zone; und  
eine Latex- oder Dispersions-Austrittsöffnung, wobei die Dampf- und Harzmischung-Eintrittsöffnungen und die Latex- oder Dispersions-Austrittsöffnung mit der PIE-Zone verbunden sind.

Es folgen 3 Seiten Zeichnungen

Anhängende Zeichnungen

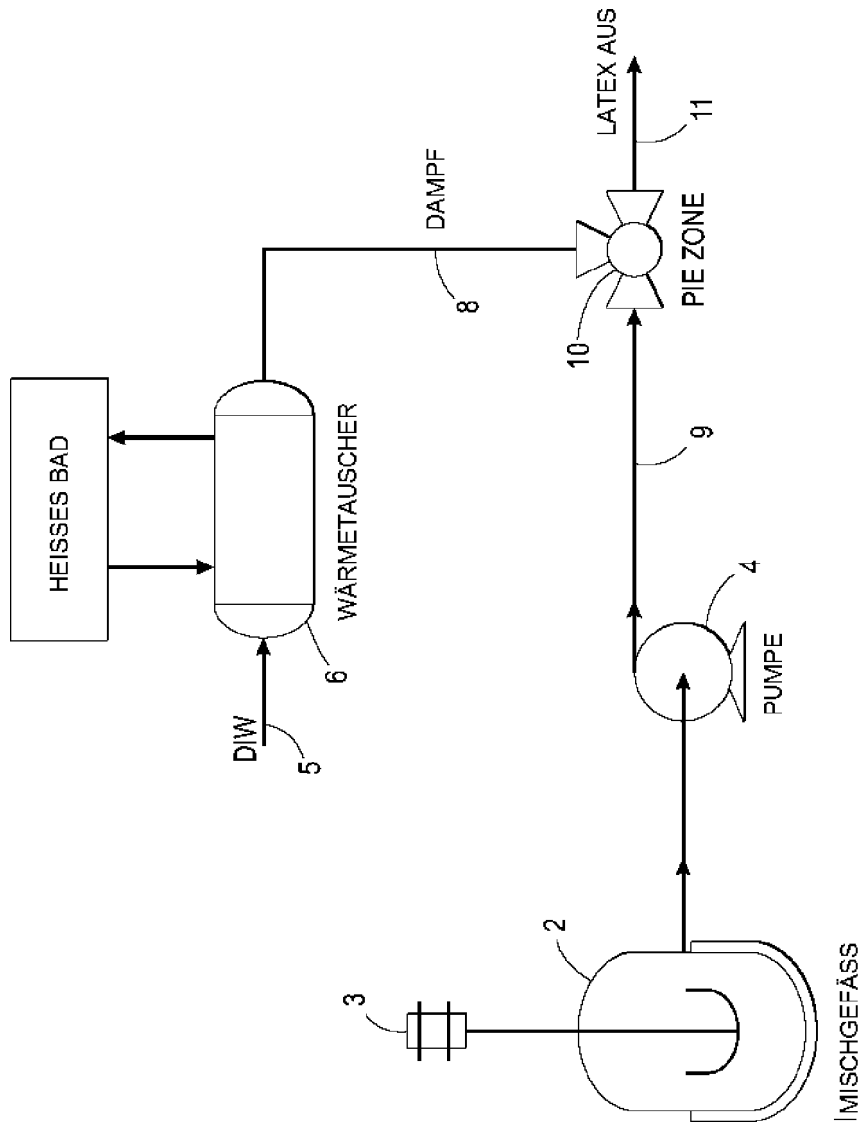
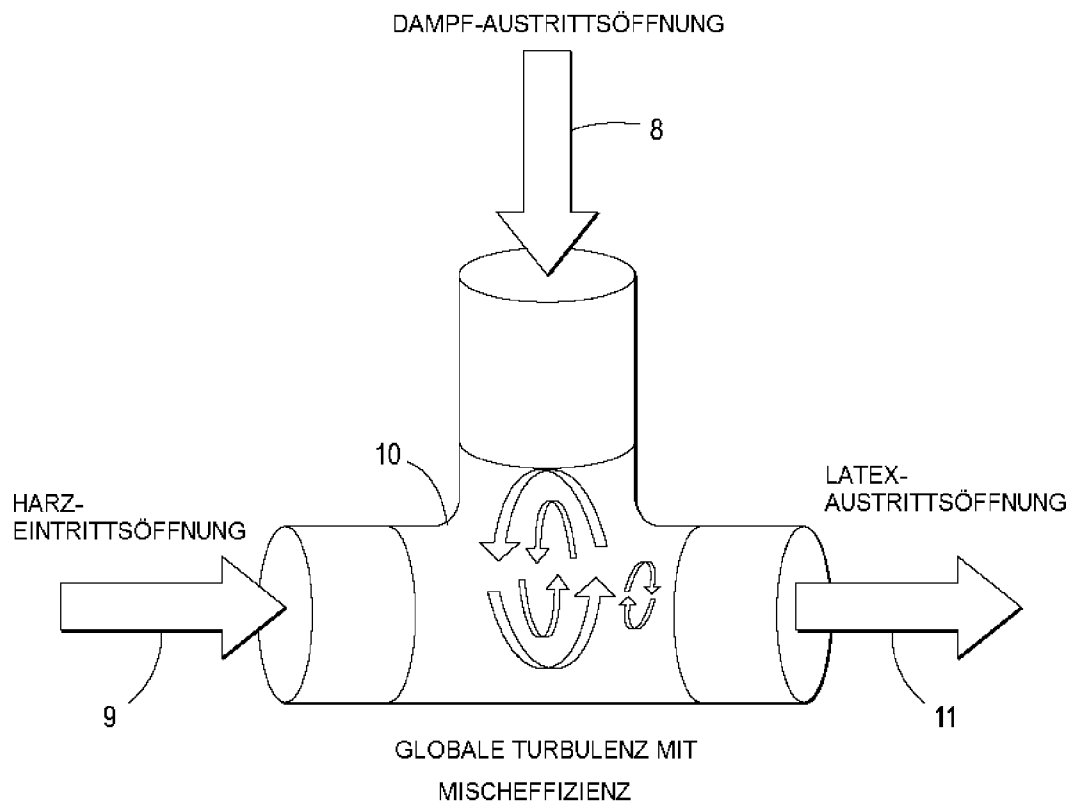


FIG. 1



**FIG. 2**

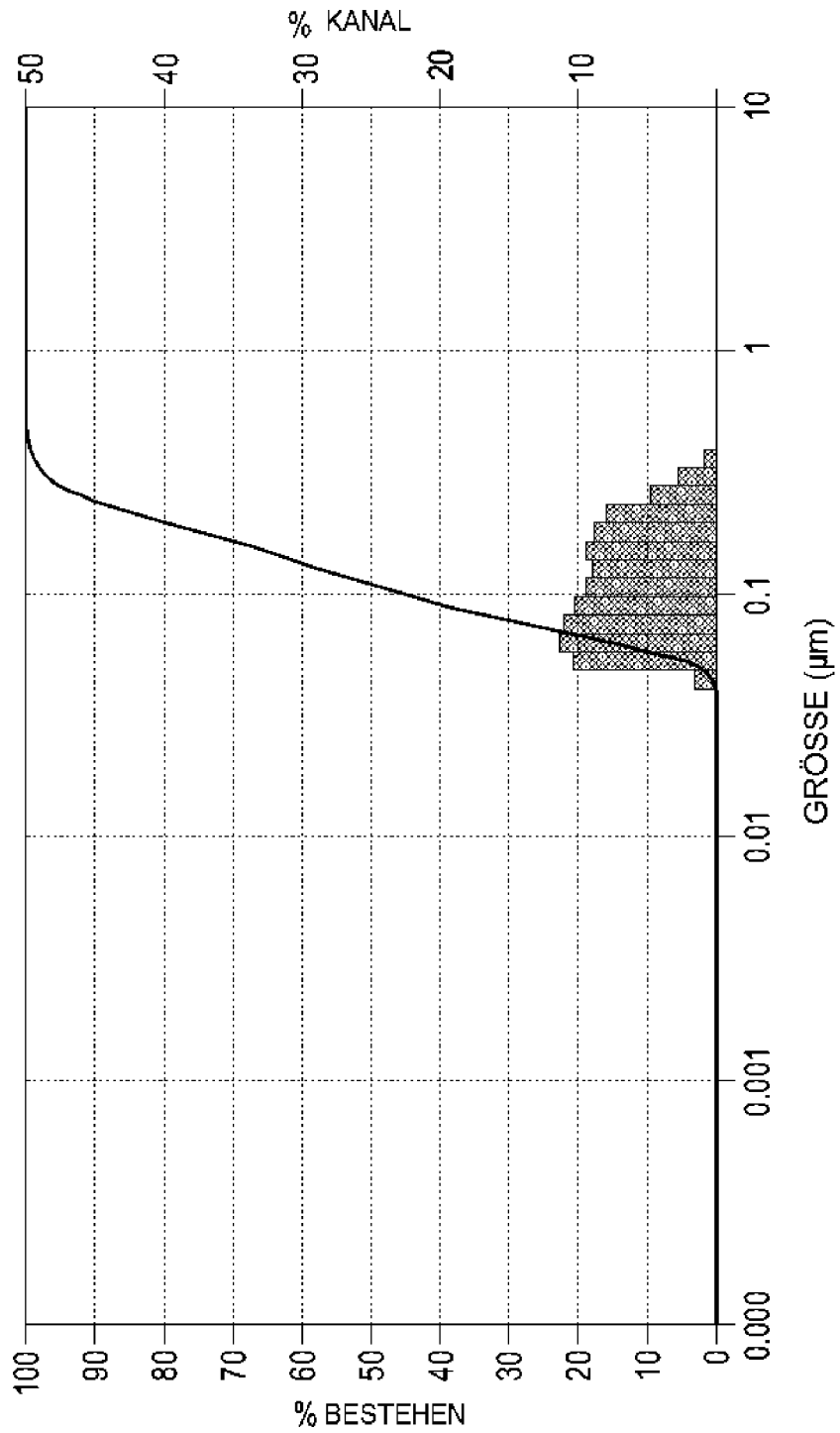


FIG. 3