



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

(11) PI 0703523-3 B1

(22) Data do Depósito: 05/09/2007

(45) Data de Concessão: 19/06/2018



(54) Título: PROCESSOS PARA PREPARAÇÃO DE UM TONER

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

(30) Prioridade Unionista: 08/09/2006 US 11/530,079

(73) Titular(es): XEROX CORPORATION

(72) Inventor(es): ZHEN LAI; RICHARD FONG; YUHUA TONG; CHIEH-MIN CHENG; AMY A. GRILLO;
PAUL F. SMITH; PAUL J. GERROIR; BENG S. ONG

Relatório Descritivo da Patente de Invenção para "**PROCESSO PARA PREPARAÇÃO DE UM TONER**".

CAMPO TÉCNICO

A presente invenção refere-se, de modo geral, a processos de toner e, mais especificamente, a processos de coalescência e agregação de emulsão, bem como composições de toner formadas através de tais processos. Mais especificamente, a presente descrição é dirigida a métodos para o preparo de composições de toner através de um processo químico, tal como agregação de emulsão, em que a composição de toner resultante é proporcionada em um tempo mais curto, sob uma menor temperatura de processo, e com esferoidização aprimorada. O processo compreende, de modo geral, agregação de partículas de látex, tais como látexes contendo poli(acrilato de estireno-co-n-butila), partículas poliméricas de poliéster ou poliéster sulfonado, com uma cera e um corante, opcionalmente na presença de um coagulante, seguido pela adição de um agente coalescente antes de uma etapa de coalescência.

ANTECEDENTES

Ilustradas nas modalidades aqui são processos de toner e, mais especificamente, processos de coalescência e agregação de emulsão. Mais especificamente, são descritos nas modalidades métodos para o preparo de composições de toner através de um processo químico, tal como agregação em emulsão, em que partículas de látex (por exemplo, látexes de poliestireno-acrilatos ou látexes contendo partículas poliméricas amorfas ou cristalinas, tais como poliéster ou poliéster sulfonado), são agregadas com uma cera e um corante. Opcionalmente, as partículas de látex são agregadas na presença de um coagulante. Isso é seguido pela adição de um agente coalescente (opcionalmente com adição de um látex contendo outras partículas poliméricas), antes de uma etapa de coalescência. Após o que, os agregados são estabilizados. Esse procedimento é seguido por coalescência ou fusão dos agregados, tal como através de aquecimento da mistura acima da Tg da resina, de modo a proporcionar partículas com tamanho de toner.

Uma série de vantagens estão associadas ao toner obtido através dos processos ilustrados aqui. Por exemplo, o processo, em modalidades, proporciona partículas de toner tendo esferoidização aprimorada, isto é, um formato crescentemente mais redondo. Além disso, o processo, em modalidades, permite que a composição de toner seja proporcionada em um tempo mais curto e sob uma menor temperatura de processo (coalescência).

Os processos da descrição, em modalidades, permitem que composições de toner sejam feitas mais rápido e em menores temperaturas, o que proporciona economias de tempo e custo. Além disso, as partículas de toner, em modalidades, são crescentemente melhor arredondadas e, assim, proporcionam propriedades desejadas mais uniformes.

REFERÊNCIAS

Na Patente U.S. Nº 6.677.097 é ilustrado um toner para revelação de uma imagem estática compreendendo pelo menos uma resina, colorante e substância cristalina. A partícula de toner tem uma estrutura de domínio-matriz e o domínio tem uma média da proporção do eixo maior para o eixo menor de 1,5 a 2,5 quando o domínio é aproximado por uma elipse.

Na patente U.S. Nº 6.602.644, é ilustrado um toner para revelação de uma imagem latente eletrostática. O toner compreende uma resina, um colorante e um agente de liberação ou um composto de poliéster cristalino e o toner tem um índice de capacidade de esmagamento de 0,1 a 0,8. O toner é, de preferência, produzido através de dessalinização/fusão-aderência de uma partícula de resina compósita e uma partícula de colorante, a partícula de resina compósita compreendendo um composto de poliéster em uma outra porção da resina composta que não a camada mais externa.

Na Patente U.S. Nº 6.617.091, é ilustrado um método de preparo de toner para revelação de uma imagem eletrostática. O método compreende processos para aderência, através de fusão, de partículas de resina sobre a superfície de partículas coloridas (partículas de núcleo) contendo uma partícula de resina e um colorante através de dessalinização/fusão-aderência para formar a camada de resina (envoltório).

Na Patente U.S. Nº 6.472.117, é ilustrado um toner para revela-

76

ção de uma imagem eletrostática compreendendo uma resina, um colorante e um agente de liberação no qual as partículas de toner são obtidas através de dessalinização/fusão-aderência de uma partícula de resina compreendendo uma resina de ligação e um agente de liberação junto com uma partícula de colorante. O toner compreende as partículas de toner tendo um coeficiente de variação da distribuição numérica de tamanho de partícula de não mais do que 27 por cento.

Na Patente U.S. Nº 6.395.442, é ilustrado um toner para eletrofotografia. O aglutinante de resina é obtido através de fusão de partículas de resina fina compreendendo um material cristalino e polímero amorfo em um meio baseado em água. O material cristalino tem, de preferência, um ponto de fusão de 60 a 130 °C, um peso molecular numérico médio de 1.500 a 15.000 e uma viscosidade de fundido no ponto de fusão +20 °C de não mais do que 100 Pa.s e o polímero amorfo é, de preferência, composto de um monômero radicalmente polimerizável.

Na Patente U.S. Nº 6.268.102, é ilustrado um processo para o preparo de toner compreendendo mistura de um colorante, um látex e um coagulante, seguido por agregação e coalescência, em que o coagulante pode ser um sulfossilicato de polialumínio.

Na Patente U.S. Nº 6.132.924, é ilustrado um processo para o preparo de um toner compreendendo mistura de um colorante, um látex e dois coagulantes, seguido por agregação e coalescência e em que um dos coagulantes pode ser cloreto de polialumínio.

Ilustrados na Patente U.S. Nº 5.994.020 são processos de preparo de toner e, mais especificamente, um processo para o preparo de toner compreendendo:

- (i) preparo ou fornecimento de uma dispersão de colorante;
- (ii) preparo ou fornecimento de uma dispersão de cera funcionalizada compreendida de uma cera funcionalizada contida em uma mistura de dispersante compreendida de um tensoativo não-iônico, um tensoativo iônico ou misturas dos mesmos;
- (iii) cisalhamento da mistura resultante da dispersão de cera

funcionalizada (ii) e da dispersão de colorante (i) com uma mistura de látex ou emulsão compreendida de resina contida em uma mistura de um tensoativo aniônico e um tensoativo não-iônico;

(iv) aquecimento da mistura cisalhada resultante de (iii) abaixo de cerca de temperatura de transição vítrea (Tg) das partículas de resina;

(v) opcionalmente, adição de tensoativo aniônico adicional à suspensão agregada resultante de (iv) para prevenir ou minimizar crescimento adicional de partícula dos agregados com tamanho de toner eletrostaticamente ligados resultantes durante coalescência (iv);

(vi) aquecimento da mistura resultante de (v) acima de cerca da Tg da resina; e, opcionalmente

(vi) separação das partículas de toner; e um processo para o preparo de toner compreendendo mistura de uma emulsão de látex contendo resina, colorante e um aditivo polimérico; adição de um ácido para obter um pH de cerca de 2 a cerca de 4 para a mistura resultante; aquecimento em uma temperatura cerca de igual a ou cerca de abaixo da temperatura de transição vítrea (Tg) da resina de látex; opcionalmente adição de um estabilizante de tensoativo iônico; aquecimento em uma temperatura cerca de igual a ou cerca de acima da Tg da resina de látex; e opcionalmente resfriamento, isolamento, lavagem e secagem do toner.

Ilustrado na Patente U.S. Nº 6.541.175 é um processo compreendendo:

(i) fornecimento ou geração de um látex em emulsão compreendido de partículas de resina de poliéster sulfonada de sódio através de aquecimento das partículas em água em uma temperatura de cerca de 65 °C a cerca de 90 °C;

(ii) adição, com cisalhamento, ao látex (i) de uma dispersão de colorante compreendendo de cerca de 20 por cento a cerca de 50 por cento de um colorante pré-disperso em água, seguido pela adição de um ácido orgânico ou inorgânico;

(iii) aquecimento da mistura resultante em uma temperatura de cerca de 45 °C a cerca de 65 °C, seguido pela adição de um sal de metal

insolúvel em água ou um óxido de metal insolúvel em água, desse modo, liberando íons de metal e permitindo agregação e coalescência, opcionalmente resultando em partículas de toner de cerca de 2 a cerca de 25 microns de diâmetro médio volumétrico; e opcionalmente

5 (iv) resfriamento da mistura e isolamento do produto.

Também de interesse é a Patente U.S. Nº 6.416.920, a qual ilustra um processo para o preparo de toner compreendendo mistura de um colorante, um látex e uma sílica, sílica a qual é revestida com alumina.

10 Ilustrado na Patente U.S. Nº 6.495.302 é um processo para o preparo de toner compreendendo:

(i) geração de uma emulsão de látex de resina, água e um tensoativo iônico e uma dispersão de colorante de um pigmento, água, um tensoativo iônico ou um tensoativo não-iônico e em que

15 (ii) a emulsão de látex é misturada com a dispersão de colorante;

(iii) adição, à mistura resultante contendo o látex e o colorante, de um coagulante de cloreto de polialumínio com uma carga oposta àquela do colorante de látex de tensoativo iônico;

20 (iv) aquecimento da mistura resultante abaixo ou igual a cerca da temperatura de transição vítrea (Tg) da resina de látex para formar agregados;

(v) opcionalmente, adição de um segundo látex compreendido de partículas de resina em submicron suspensas em uma fase aquosa (iv) resultando em um envoltório ou revestimento, em que o envoltório é opcionalmente de cerca de 0,1 a cerca de 1 micron de espessura e em que, opcionalmente, o envoltório ou revestimento está contido sobre 100 por cento dos agregados;

30 (vi) adição de um componente de quelação insolúvel em água ou solúvel em água orgânico aos agregados de (v) partículas, seguido pela adição de uma base para alterar a mistura de agregado de toner resultante de um pH o qual é inicialmente de cerca de 1,9 a cerca de 3 para um pH de cerca de 5 a cerca de 9;

(vii) aquecimento da suspensão de agregado resultante de (vi) acima de cerca da Tg da resina de látex;

(viii) opcionalmente, retenção da mistura (vii) em uma temperatura de cerca de 70 °C a cerca de 95 °C;

5 (ix) alteração do pH da mistura (viii) através da adição de um ácido para chegar em um pH de cerca de 1,7 a cerca de 4; e

(x) opcionalmente isolamento do toner.

Ilustrado na Patente U.S. Nº 6.500.597 é um processo compreendendo

10 (i) mistura de uma dispersão de colorante de um pigmento, água e um tensoativo aniônico ou um tensoativo não-iônico com

(ii) uma emulsão de látex compreendida de resina, água e um tensoativo iônico;

15 (iii) adição, à mistura resultante, de um primeiro coagulante de sulfossilicato de polialumínio (PASS) e um segundo co-coagulante catiônico tendo uma polaridade de carga oposta àquela do tensoativo de látex;

(iv) aquecimento da mistura resultante abaixo de cerca da temperatura de transição vítrea (Tg) da resina de látex;

20 (v) ajuste, com uma base, do pH da mistura de agregado de toner resultante de um pH o qual está na faixa de cerca de 1,8 a cerca de 3 para uma faixa de pH de cerca de 5 a cerca de 9;

(vi) aquecimento acima de cerca da Tg da resina de látex;

(vii) alteração do pH da mistura através da adição de um sal de metal para chegar a um pH de cerca de 2,8 a cerca de 5; e

25 (viii) opcionalmente isolamento do produto.

Processos de emulsão/agregação/coalescência para o preparo de toners são ilustrados em uma série de patentes da Xerox, tais como Patentes U.S. Nºs 5.290.654, 5.278.020, 5.308.734, 5.370.963, 5.344.738, 5.403.693, 5.418.108, 5.364.729 e 5.346.797; e também de interesse podem ser as Patentes U.S. Nºs 5.348.832; 5.405.728; 5.366.841; 5.496.676; 5.527.658; 5.585.215; 5.650.255; 6.650.256; 5.501.935; 5.723.252; 5.744.520; 5.763.133; 5.766.818; 5.747.215; 5.827.633; 5.853.944;

5.804.349; 5.840.462; 5.869.215; 5.863.698; 5.902.710; 5.910.387; 5.916.725; 5.919.595; 5.925.488 e 5.977.210.

Além disso, as seguintes Patentes U.S. se referem a processos de toner de agregação de emulsão.

27

5 A Patente U.S. Nº 5.922.501 ilustra um processo para o preparo de toner compreendendo mistura de uma dispersão de colorante aquosa e uma emulsão de resina de látex e resina de látex a qual é gerada a partir de um ácido acrílico dimérico, um ácido acrílico oligomérico ou misturas dos mesmos e um monômero; aquecimento da mistura resultante em uma temperatura cerca de igual a ou abaixo de cerca da temperatura de transição vítrea (Tg) da resina de látex para formar agregados; aquecimento dos agregados resultantes em uma temperatura cerca de igual a ou acima de cerca da Tg da resina de látex para obter coalescência e fusão dos agregados; e
10 opcionalmente isolamento, lavagem e secagem do produto de toner.

15 A Patente U.S. Nº 5.945.245 ilustra um processo isento de tensoativo para o preparo de toner compreendendo aquecimento de uma mistura de látex em emulsão, um colorante e um agente de formação de complexo orgânico.

20 As descrições de cada uma das patentes e publicações precedentes são aqui incorporadas por referência em suas totalidades. Os componentes apropriados e aspectos de processo de cada uma das patentes e publicações precedentes podem também ser selecionados para as presentes composições e processos em modalidades dos mesmos.

SUMÁRIO

25 Uma composição de toner e um processo para preparo de um toner incluindo, por exemplo, um processo de agregação de emulsão para preparo de um toner, são descritos. A composição de toner compreende, por exemplo, partículas de uma resina, tal como uma resina de poliéster, um colorante, uma cera e opcionalmente um coagulante, tal como um coagulante de metal monovalente, metal divalente ou polífon, em que o toner é preparado através de um processo de agregação de emulsão. A resina pode ser
30 uma resina polimérica cristalina ou amorfa ou uma mistura das mesmas.

Um processo para o preparo de um toner compreende, por exemplo, mistura de uma resina, tal como uma resina de poliéster, com uma cera, um colorante e opcionalmente um coagulante para proporcionar agregados de tamanho de toner; opcionalmente adição de resina extra aos agregados formados, desse modo, proporcionando um envoltório tendo uma espessura, por exemplo, de cerca de 0,1 a cerca de 2 ou cerca de 5 microns, tal como cerca de 0,3 a cerca de 0,8 micrômetros, sobre os agregados formados; adição de um agente coalescente antes de uma etapa de coalescência, após o que, estabilização dos agregados e coalescência ou fusão dos agregados através de aquecimento da mistura acima da Tg da resina para proporcionar partículas com tamanho de toner; e opcionalmente isolamento do toner. Em modalidades, o aquecimento compreende um primeiro aquecimento abaixo da temperatura de transição vítrea da resina substancialmente isenta de ligação reticulada e um segundo aquecimento acima da temperatura de transição vítrea da resina substancialmente isenta de ligação reticulada. Em modalidades, o primeiro aquecimento é realizado antes da adição do agente coalescente e o segundo aquecimento ocorre após adição do agente coalescente. Em modalidades, o processo de toner proporciona partículas de toner tendo um formato redondo ou esférico desejado e o toner é produzido em um tempo relativamente mais curto e em uma temperatura de processo relativamente menor.

Em uma modalidade, a presente descrição proporciona um processo para preparo de um toner compreendendo:

mistura de uma emulsão de resina polimérica, uma dispersão de colorante e uma cera para formar uma mistura;

opcionalmente adição de um coagulante à referida mistura;

aquecimento da mistura em uma temperatura abaixo de uma temperatura de transição vítrea da referida resina polimérica para agregar a referida resina polimérica, colorante e cera a fim de formar partículas agregadas;

adição de um agente coalescente às referidas partículas agregadas;

aquecimento das partículas agregadas e agente coalescente em uma temperatura acima da temperatura de transição vítrea da referida resina polimérica para coalescer as referidas partículas agregadas para formar partículas de toner,

- 5 opcionalmente resfriamento da mistura; e
 isolamento das partículas de toner.

MODALIDADES

10 O toner da presente descrição é compreendido de partículas de toner compreendidas de pelo menos uma resina polimérica de emulsão de látex, tal como uma resina polimérica de poliéster, uma cera, um colorante e um coagulante opcional. As partículas de toner formadas ainda compreendem um agente coalescente incorporado nas partículas de toner durante uma etapa de coalescência. As partículas de toner também podem incluir outros aditivos opcionais convencionais, tais como sílica coloidal (como um

15 agente de fluxo) e similares.

 O látex específico para resina, polímero ou polímeros selecionados para o toner da presente descrição poliéster e/ou seus derivados, incluindo resinas de poliéster e resinas de poliéster ramificado, resinas de poliimida, resinas de poliimida ramificada, resinas de poli(estireno-acrilato), resinas de poli(estireno-acrilato) reticuladas, resinas de poli(estireno-metacrilato), resinas de poli(estireno-metacrilato) reticuladas, resinas de poli(estireno-butadieno), resinas de poli(estireno-butadieno) reticuladas, resinas de poliéster sulfonadas alcalinas, resinas de poliéster sulfonadas alcalinas ramificadas, resinas de poliimida sulfonadas alcalinas, resinas de poliimida sulfonadas alcalinas ramificadas, resinas de poli(estireno-acrilato) sulfonadas alcalinas, resinas de poli(estireno-acrilato) sulfonadas alcalinas reticuladas, resinas de poli(estireno-metacrilato), resinas de poli(estireno-metacrilato) sulfonadas alcalinas reticuladas, resinas de poli(estireno-butadieno) sulfonadas alcalinas, resinas de poli(estireno-butadieno) sulfonadas alcalinas reticuladas e similares. Em uma modalidade, por exemplo, uma resina particularmente desejável é um poliéster, tal como um poliéster sulfonado.

20
25
30

Exemplos ilustrativos de resinas poliméricas selecionadas para o processo e partículas da presente descrição incluem qualquer um dos vários poliésteres, tais como polietileno-tereftalato, polipropileno-tereftalato, polibutileno-tereftalato, polipentileno-tereftalato, polihexaleno-tereftalato, poliheptadeno-tereftalato, polioctaleno-tereftalato, polietileno-sebacato, polipropileno-sebacato, polibutileno-sebacato, polietileno-adipato, polipropileno-adipato, polipentileno-adipato, polihexaleno-adipato, poliheptadeno-adipato, polioctaleno-adipato, polibutileno-adipato, polietileno-glutarato, polipropileno-glutarato, polibutileno-glutarato, polipentileno-glutarato, polihexaleno-glutarato, poliheptadeno-glutarato, polioctaleno-glutarato, polietileno-pimelato, polipropileno-pimelato, polibutileno-pimelato, polipentileno-pimelato, polihexaleno-pimelato, poliheptadeno-pimelato, poli(bisfenol-aumarato propoxilado), bisfenol-succinato propoxilado), poli (bisfenol-adipato propoxilado), poli (bisfenol-glutarato propoxilado), SPAR[®] (Dixie Chemicals), BECKOSOL[®] (Reichhold Chemical Inc.), ARAKOTE[®] (Ciba-Geigy Corporation), HETRON[®] (Ashland Chemical), PARAPLEX[®] (Rohm & Hass), POLYLITE[®] (Reichhold Chemical Inc.), PLASTHALL[®] (Rohm & Hass), CYGAL[®] (American Cyanamide), ARMCO[®] (Armco Composites), ARPOL[®] (Ashland Chemical), CELANEX[®] (Celanese Eng), RYNITE[®] (DuPont), STYPOL[®] (Freeman Chemical Corporation), misturas dos mesmos e similares. As resinas também podem ser funcionalizadas, tal como carboxiladas, sulfonadas ou similar e, particularmente, tal como sulfonadas com sódio, se desejado.

Em modalidades, uma resina de poliéster sulfonada, tal como resina de poliéster sulfonada com sódio, é usada nas partículas de toner. Quando usada, a resina de poliéster sulfonada pode ter qualquer grau desejado de sulfonação. Por exemplo, o grau de sulfonação pode ser de cerca de 0,1 a cerca de 15 por cento ou cerca de 20 por cento, tal como de cerca de 0,3 a cerca de 6 por cento.

O polímero de látex das modalidades pode ser cristalino, amorfo ou uma mistura dos mesmos. Assim, por exemplo, as partículas de toner podem ser compreendidas de polímero de látex cristalino, polímero de látex amorfo ou uma mistura de dois ou mais polímeros de látex onde um ou mais

dos polímeros de látex são cristalinos e um ou mais dos polímeros de látex são amorfos.

As resinas cristalinas, as quais estão disponíveis de uma série de fontes, podem ser preparadas por meio de um processo de policondensação através de aquecimento de um diol orgânico e um diácido orgânico na presença de um catalisador de policondensação. Geralmente, uma proporção equimolar estequiométrica de diol orgânico e diácido inorgânico é utilizada, contudo, em alguns casos, em que o ponto de ebulição do diol orgânico é de cerca de 180 °C a cerca de 230 °C, uma quantidade em excesso de diol pode ser utilizada e removida durante o processo de policondensação. A quantidade de catalisador utilizada varia e pode ser selecionada em uma quantidade, por exemplo, de cerca de 0,01 a cerca de 1 mol por cento da resina. Adicionalmente, em lugar do diácido orgânico, um diéster orgânico pode também ser selecionado e onde um subproduto de álcool é gerado.

Exemplos de dióis orgânicos incluem dióis alifáticos com de cerca de 2 a cerca de 36 átomos de carbono, tais como 1,2-etanodiol, 1,3-propanodiol, 1,4-butanodiol, 1,5-pentanodiol, 1,6-hexanodiol, 1,7-heptanodiol, 1,8-octanodiol, 1,9-nonanodiol, 1,10-decanodiol, 1,12-dodecanodiol e similares; dióis sulfo-alifáticos alcalinos, tais como 2-sulfo-1,2-etanodiol de sódio, 2-sulfo-1,2-etanodiol de lítio, 2-sulfo-1,2-etanodiol de potássio, 2-sulfo-1,3-propanodiol de sódio, 2-sulfo-1,3-propanodiol de lítio, 2-sulfo-1,3-propanodiol de potássio, misturas dos mesmos e similares. O diol alifático é, por exemplo, selecionado em uma quantidade de cerca de 45 a cerca de 50 mols por cento da resina e o diol sulfo-alifático alcalino pode ser selecionado em uma quantidade de cerca de 1 a cerca de 10 mols por cento da resina.

Exemplos de diácidos ou diésteres orgânicos selecionados para o preparo das resinas de poliéster cristalinas incluem ácido oxálico, ácido succínico, ácido glutárico, ácido adípico, ácido subérico, ácido azelaico, ácido sebácico, ácido ftálico, ácido isoftálico, ácido tereftálico, ácido naftaleno-2,6-dicarboxílico, ácido naftaleno-2,7-dicarboxílico, ácido ciclohexano dicarboxílico, ácido malônico e ácido mesacônico, um diéster ou anidrido do mesmo; e um diácido sulfo-orgânico alcalino, tal como o sal de sódio, lítio ou

25

potássio de dimetil-5-sulfo-isoftalato, anidrido dialquil-5-sulfo-isoftalato-4-sulfo-1,8-naftálico, ácido 4-sulfo-ftálico, dimetil-4-sulfo-ftalato, dialquil-4-sulfo-ftalato, 4-sulfopenil-3,5-dicarbometoxibenzeno, 6-sulfo-2-naftil-3,5-dicarbomet-oxibenzeno, ácido sulfo-tereftálico, dimetil-sulfo-tereftalato, ácido 5-sulfo-isoftálico, dialquil-sulfo-tereftalato, sulfoetanodiol, 2-sulfopropanodiol, 2-sulfobutanodiol, 3-sulfopentanodiol, 2-sulfohexanodiol, 3-sulfo-2-metil-pentanodiol, 2-sulfo-3,3-dimetilpentanodiol, ácido sulfo-p-hidroxibenzóico, sulfonato de N,N-bis(2-hidroxietyl)-2-amino etano ou misturas dos mesmos. O diácido orgânico é selecionado em uma quantidade, por exemplo, de cerca de 40 a cerca de 50 mols por cento da resina e o diácido sulfo-alifático alcalino pode ser selecionado em uma quantidade de cerca de 1 a cerca de 10 mols por cento da resina. Pode ser selecionada, para a terceira resina amorfa ramificada de látex, uma resina de poliéster sulfonada alcalina. Exemplos das resinas de poliéster sulfonadas alcalinas incluem os sais de metal ou alcalinos de copoli(etileno-tereftalato)-copoli-(etileno-5-sulfo-isoftalato), copoli(propileno-tereftalato)-copoli(propileno-5-sulfo-isoftalato), copoli(dietileno-tereftalato)-copoli(propileno-dietileno-5-sulfo-isoftalato), copoli(propileno-dietileno-tereftalato)-copoli(propileno-dietileno-5-sulfo-isoftalato), copoli(propileno-butileno-tereftalato)-copoli(propileno-butileno-5-sulfo-isoftalato), copoli-(bisfenol-A-fumarato propoxilado)-copoli(bisfenol-A-5-sulfo-isoftalato propoxilado), copoli(bisfenol-A-fumarato etoxilado)-copoli(bisfenol-A-5-sulfo-isoftalato etoxilado) e copoli(bisfenol-A-maleato etoxilado)-copoli(bisfenol-A-5-sulfo-isoftalato etoxilado) e em que o metal alcalino é, por exemplo, um íon de sódio, lítio ou potássio.

Exemplos das resinas de poliéster cristalinas incluem copoli(5-sulfoisoftaloil)-co-poli(etileno-adipato) alcalina, copoli(5-sulfoisoftaloil)-copoli(propileno-adipato) alcalina, copoli(5-sulfoisoftaloil)-copoli(butileno-adipato) alcalina, copoli(5-sulfoisoftaloil)-copoli(pentileno-adipato) alcalina, copoli(5-sulfoisoftaloil)-copoli(octileno-adipato) alcalina, copoli(5-sulfoisoftaloil)-copoli(etileno-adipato) alcalina, copoli(5-sulfoisoftaloil)-copoli(propileno-adipato) alcalina, copoli(5-sulfoisoftaloil)-copoli(butileno-adipato) alcalina, copoli(5-sulfoisoftaloil)-copoli(pentileno-adipato) alcalina, copoli(5-sulfoisoftaloil)-copoli(he

xileno-adipato) alcalina, copoli(5-sulfoisoftaloil)-copoli(octileno-adipato) alcalina, copoli(5-sulfoisoftaloil)-copoli(etileno-succinato) alcalina, copoli(5-sulfoisoftaloil)-copoli(butileno-succinato) alcalina, copoli(5-sulfoisoftaloil)-copoli(hexileno-succinato) alcalina, copoli(5-sulfoisoftaloil)-copoli(octileno-succinato) alcalina, copoli(5-sulfoisoftaloil)-copoli(etileno-sebacato) alcalina, copoli(5-sulfoisoftaloil)-copoli(propileno-sebacato) alcalina, copoli(5-sulfoisoftaloil)-copoli(butileno-sebacato) alcalina, copoli(5-sulfoisoftaloil)-copoli(pentileno-sebacato) alcalina, copoli(5-sulfoisoftaloil)-copoli(hexileno-sebacato) alcalina, copoli(5-sulfoisoftaloil)-copoli(octileno-sebacato) alcalina, copoli(5-sulfoisoftaloil)-copoli(etileno-adipato) alcalina, copoli(5-sulfoisoftaloil)-copoli(propileno-adipato) alcalina, copoli(5-sulfoisoftaloil)-copoli(butileno-adipato) alcalina, copoli(5-sulfoisoftaloil)-copoli(pentileno-adipato) alcalina, copoli(5-sulfoisoftaloil)-copoli(hexileno-adipato) alcalina, copoli(octileno-adipato) alcalina; e em que álcali é um metal de sódio, lítio ou potássio e similares. Em modalidades, o metal alcalino é lítio.

O polímero de látex pode estar presente em uma quantidade de cerca de 70 a cerca de 95% em peso das partículas de toner (isto é, partículas de toner excluindo aditivos externos) sobre uma base de sólidos, tal como de cerca de 75 a cerca de 85% em peso do toner. Contudo, quantidades fora dessas faixas podem ser usadas, em modalidades, dependendo do tipo e quantidades de outros materiais presentes.

Os monômeros usados na fabricação do polímero selecionado não estão limitados e os monômeros utilizados podem incluir qualquer um ou mais de, por exemplo, etileno, propileno e similares. Agentes de transferência de cadeia conhecidos, por exemplo, dodecanotiol ou tetrabrometo de carbono, podem ser utilizados para controlar as propriedades de peso molecular do polímero. Qualquer método adequado para formação do polímero de látex a partir dos monômeros pode ser usado sem restrição.

O látex ou emulsão de resina de poliéster pode ser preparado através de qualquer meio adequado. Por exemplo, o látex ou emulsão pode ser preparada tomando a resina e aquecendo-a até sua temperatura de fusão e dispersando a resina em uma fase aquosa contendo um tensoativo. A

dispersão pode ser realizada através de vários equipamentos de dispersão, tal como Ultimizer, homogeneizador de alta velocidade ou similar para proporcionar partículas de resina em submicrons. Outras formas de preparar o látex ou emulsão de resina de poliéster incluem solubilização da resina em um solvente e adição da mesma à água aquecida para evaporar rápido o solvente. Dispersão externa pode também ser empregada para auxiliar na formação de emulsão à medida que o solvente está sendo evaporado. Emulsões de resina de poliéster preparadas por outros meios ou métodos também podem ser utilizadas no preparo da composição de toner.

10 A resina de poliéster, tal como resina de poliéster cristalina, pode possuir vários pontos de fusão, por exemplo, de cerca de 30 °C a cerca de 120 °C ou de cerca de 35 °C a cerca de 90 °C, tal como de cerca de 40 °C a cerca de 80 °C. A resina de poliéster pode ter, por exemplo, um peso molecular numérico médio (M_n), conforme medido através de cromatografia de permeação de gel (GPC), de cerca de 1.000 a cerca de 50.000 ou de cerca de 2.000 a cerca de 25.000. O peso molecular gravimétrico médio (M_w) da resina de poliéster cristalina pode ser, por exemplo, de cerca de 2.000 a cerca de 100.000 e de cerca de 3.000 a cerca de 80.000, conforme determinado através de cromatografia de permeação de gel usando padrões de poliestireno. A distribuição de peso molecular (M_w/M_n) da resina de poliéster cristalina pode ser, por exemplo, de cerca de 2 a cerca de 6 e, mais preferivelmente, de cerca de 2 a cerca de 4.

25 As partículas de resina de poliéster, em modalidades, têm um diâmetro médio de partícula na faixa de cerca de 0,01 a cerca de 10 microns, tal como de cerca de 0,1 a cerca de 0,3 microns.

O látex de resina de poliéster, em modalidades, está presente em uma quantidade de cerca de 5 a cerca de 50 por cento em peso do látex de toner, tal como de cerca de 10 a cerca de 30 por cento ou cerca de 15% em peso do látex de toner. Contudo, quantidades fora dessas faixas podem ser usadas.

30 Além do aglutinante de polímero de látex, os toners da presente descrição também contêm uma cera, tipicamente proporcionada em uma

dispersão de cera, dispersão de cera a qual pode ser de um único tipo de cera ou uma mistura de duas ou mais ceras de preferência diferentes. Uma única cera pode ser adicionada às formulações de toner, por exemplo, para melhorar propriedades particulares do toner, tais como formato de partícula do toner, presença e quantidade de cera na superfície da partícula de toner, carga e/ou características de focalização, brilho, extração, propriedades de offset e similares. Alternativamente, uma combinação de ceras pode ser adicionada para proporcionar múltiplas propriedades à composição de toner.

29

Quando uma dispersão de cera é usada, a dispersão de cera pode incluir qualquer uma das várias ceras convencionalmente usadas em composições de toner de agregação de emulsão. Exemplos de ceras adequadas incluem polietileno, polipropileno, polietileno/amida, polietilenotetrafluoroetileno e polietilenotetrafluoroetileno/amida. Outros exemplos incluem, por exemplo, ceras de poliolefina, tais como ceras de polietileno, incluindo ceras de polietileno linear e ceras de polietileno ramificado, e ceras de polipropileno, incluindo ceras de polipropileno linear a ceras de polipropileno ramificado; ceras de parafina; ceras de Fischer-Tropsch; ceras de amina, ceras de silicone; ceras mercapto; ceras de poliéster; ceras de uretano; ceras de poliolefina modificada (por exemplo, uma cera de polietileno ácido carboxílico-terminada ou uma cera de polipropileno ácido carboxílico-terminada); ceras de amida, tais como ceras funcionalizadas de amida polares alifáticas; ceras alifáticas consistindo em ésteres de ácidos graxos insaturados hidroxilados; ceras com elevado teor de ácido, tais como ceras montana com elevado teor de ácido; ceras microcristalinas, tais como ceras derivadas da destilação de óleo bruto; e similares. Por "ceras com elevado teor de ácido" entenda-se um material de cera que tem um elevado teor de ácido. As ceras podem ser cristalinas ou não-cristalinas, conforme desejado, embora ceras cristalinas sejam preferidas em modalidades. Por "ceras poliméricas cristalinas" entenda-se que um material de cera contém uma série ordenada de cadeias poliméricas dentro de uma matriz polimérica que pode ser caracterizada por uma temperatura de transição de ponto de fusão, T_m , cristalina. A temperatura de fusão cristalina é a temperatura de fusão dos domínios

cristalinos de uma amostra polimérica. Essa está em contraste com a temperatura de transição vítrea, Tg, a qual se caracteriza pela temperatura na qual as cadeias poliméricas começam a fluir para as regiões amorfas dentro de um polímero.

5 Para incorporar a cera no toner, é desejável que a cera esteja na forma de uma ou mais emulsões ou dispersões aquosas de cera sólida em água, onde o tamanho de partícula da cera sólida está, usualmente, na faixa de cerca de 100 a cerca de 500 nm.

10 Os toners podem conter a cera em qualquer quantidade, por exemplo, de cerca de 3 a cerca de 15% em peso do toner, em uma base seca. Por exemplo, os toners podem conter de cerca de 5 a cerca de 11% em peso da cera.

15 Os toners também podem conter pelo menos um colorante. Por exemplo, colorantes ou pigmentos, conforme usado aqui, incluem pigmentos, corantes, misturas de pigmento e corante, misturas de pigmentos, misturas de corantes e similares. Por simplicidade, o termo "colorante", conforme usado aqui, se destina a abranger tais colorantes, corantes, pigmentos e misturas, a menos que especificado como um pigmento ou outro componente colorante em particular. Em modalidades, o colorante compreende um
20 pigmento, um corante, misturas dos mesmos, negro-de-fumo, magnetita, negro, ciano, magenta, amarelo, vermelho, verde, azul, marrom, misturas dos mesmos, em uma quantidade de cerca de 1% a cerca de 25% em peso, baseado no peso total da composição. Deve ser compreendido que outros colorantes úteis se tornarão prontamente evidentes baseado nas presentes
25 descrições.

 Em geral, colorantes úteis incluem Paliogen Violet 5100 e 5890 (BASF), Normandy Magenta RD-2400 (Paul Uhrich), Permanent Violet VT2645 (Paul Uhrich), Heliogen Green L8730 (BASF), Argyle Green XP-111-S (Paul Uhrich), Brilliant Green Toner GR 0991 (Paul Uhrich), Lithol
30 Scarlet D3700 (BASF), Toluidine Red (Aldrich), Scarlet for Thermoplast NSD Red (Aldrich), Lithol Rubine Toner (Paul Uhrich), Lithol Scarlet 4440, NBD 3700 (BASF), Bon Red C (Dominion Color), Royal Brilliant Ted RD-8192

(Paul Uhrich), Oracet Pink RF (Ciba Geigy), Paliogen Red 3340 e 3871K (BASF), Lithol Fast Scarlet L4300 (BASF), Heliogen Blue D6840, D7080, K7090, K6910 e L7020 (BASF), Sudan Blue OS (BASF), Neopen Blue FF4012 (BASF), PV Fast Blue B2G01 (American Hoechst), Irgalite Blue BCA

5 (Ciba Geigy), Paliogen Blue 6470 (BASF), Sudan II, III e IV (Matheson, Coleman, Bell), Sudan Orange (Aldrich), Sudan Orange 220 (BASF), Paliogen Orange 3040 (BASF), Ortho Orange OR 2673 (Paul Uhrich), Paliogen Yellow 152 e 1560 (BASF), Lithol Fast Yellow 0991K (BASF), Paliotol Yellow 1840 (BASF), Novaperm Yellow FGL (Hoechst), Permanerit Yellow YE 0305

10 (Paul Uhrich), Lumogen Yellow D0790 (BASF), Suco-Gelb 1250 (BASF), Suco-Yellow D1355 (BASF), Suco Fast Yellow D1165, D1355 e D1351 (BASF), Hostaperm Pink E (Hoechst), Fanal Pink D4830 (BASF), Cinquasia Magente (DuPont), Paliogen Black L9984 (BASF), Pigment Black K801 (BASF) e particularmente negros-de-fumo, tais como REGAL 330 (Cabot),

15 Carbon Black 5250 e 5750 (Columbian Chemicals) e similares ou misturas dos mesmos.

Colorantes úteis adicionais incluem pigmentos em dispersões baseadas em água, tais como aquelas comercialmente disponíveis da Sun Chemical, por exemplo, SUNSPERSE BHD 6011X (Blue 15 Type), SUNSPERSE BHD 9312X (Pigment Blue 15 74160), SUNSPERSE BHD 6000X (Pigment Blue 15:3 74160), SUNSPERSE GHD 9600X e GHD 6004X (Pigment Green 7 74260), SUNSPERSE QHD 6040X (Pigment Red 122 73915), SUNSPERSE RHD 9668X (Pigment Red 185 12516), SUNSPERSE RHD 9365X e 9504X (Pigment Red 57 15850:1), SUNSPERSE YHD 6005X (Pigment Yellow 83 21108), FLEXIVERSE YFD 4249 (Pigment Yellow 17 21105), SUNSPERSE YHD 6020X e 6045X (Pigment Yellow 74 11741), SUNSPERSE YHD 600X e 9604X (Pigment Yellow 14 21095), FLEXIVERSE LFD 4343 e LFD 9736 (Pigment Black 7 77226) e similares ou misturas dos mesmos. Outras dispersões de corante baseadas em água úteis incluem

25 aquelas comercialmente disponíveis da Clariant, por exemplo, HOSTAFINE Yellow GR, HOSTAFINE Black T e Black TS, HOSTAFINE Blue B2G, HOSTAFINE Rubine F6B e pigmento seco de magenta, tal como Toner Magenta

30

6BVP2213 e Toner Magenta EO2, o qual pode ser disperso em água e/ou tensoativo antes de uso.

Outros colorantes úteis incluem, por exemplo, magnetitas, tais como magnetitas Mobay MO8029, MO8960; magnetitas Columbian, MAPI-
5 CO BLACKS e magnetitas com superfície tratada; magnetitas da Pfizer CB4799, CB5300, CB5600, MCX6369; magnetitas da Bayer, BAYFERROX 8600, 8610; magnetitas Northern Pigments, NP-604, NP-608; magnetitas Magnox TMB-100 ou TMB-104; e similares ou misturas dos mesmos. Exemplos adicionais específicos de pigmentos incluem ftalocianina HELIOGEN
10 BLUE L6900, D6840, D7080, D7020, PYLAM OIL BLUE, PYLAM OIL YELLOW, PIGMENT BLUE 1 disponível de Paul Uhlich & Company, Inc., PIGMENT VIOLET 1, PIGMENT RED 48, LEMON CHROME YELLOW DCC 1026, E.D. TOLUIDINE RED e BON RED C disponíveis da Dominion Color Corporation, Ltda., Toronto, Ontário, NOVAPERM YELLOW FGL, HOSTA-
15 PERM PINK E da Hoechst e CINQUASIA MAGENTA disponível da E.I. DuPont de Nemours & Company e similares. Exemplos de magentas incluem, por exemplo, corante de 2,9-dimetil quinacridona substituída e antraquinona identificados no Color Index como CI 60710, CI Dispersed Red 15, corante diazo identificado no Color Index como CI 26050, CI Solvent Red 19 e similares
20 ou misturas dos mesmos. Exemplos ilustrativos de cianos incluem tetra(octadecil sulfonamida)ftalocianina de cobre, pigmento ftalocianina de x-cobre identificado no Color Index como CI74160, CI Pigment Blue e Anthrat-hrene Blue identificado no Color Index como DI 69810, Special Blue X-2137 e similares e misturas dos mesmos. Exemplos ilustrativos de amarelos que
25 podem ser selecionados incluem amarelo de diarilida 3,3-diclorobenzideno acetoacetanilidas, um pigmento de monoazo identificado no Color Index como CI 12700, CI Solvent Yellow 16, uma sulfonilamida nitrofenil amina identificada no Color Index como Foron Yellow SE/GLN, CI Dispersed Yellow 33
30 2,5-dimetóxi-4-sulfonalida fenilazo-4'-cloro-2,4-dimetóxi acetoacetanilida e Permanent Yellow FGL. Magnetitas coloridas, tais como misturas de MAPI-COBLACK e componentes ciano também podem ser selecionadas como pigmentos.

O colorante, tal como colorante negro-de-fumo, ciano, magenta e/ou amarelo, é incorporado em uma quantidade suficiente para conferir a cor desejada ao toner. Em geral, pigmento ou corante é empregado em uma quantidade oscilando de cerca de 1% a cerca de 35% em peso das partículas de toner em uma base sólida, tal como de cerca de 5% a cerca de 25% em peso ou de cerca de 5 a cerca de 15% em peso. Contudo, quantidades fora dessas faixas também podem ser usadas, em modalidades.

Os toners da presente descrição podem também conter um coagulante, tal como um coagulante de metal monovalente, um coagulante de metal divalente, um coagulante de poliíon ou similar. Uma variedade de coagulantes são conhecidos na técnica, conforme descrito acima. Conforme usado aqui, "coagulante de poliíon" se refere a um coagulante que é um sal ou óxido, tal como um sal de metal ou óxido de metal, formado de uma espécie de metal tendo uma valência de pelo menos 3 e, desejavelmente, pelo menos 4 ou 5. Coagulantes adequados, assim, incluem, por exemplo, coagulantes baseados em alumínio, tais como haletos de polialumínio, tal como fluoreto de polialumínio e cloreto de polialumínio (PAC), silicatos de polialumínio, tais como sulfossilicato de polialumínio (PASS), hidróxido de polialumínio, fosfato de polialumínio e similares. Outros coagulantes adequados incluem, mas não estão limitado, titanatos de tetraalquila, óxido de dialquilestanho, hidróxido de óxido de tetraalquilestanho, hidróxido de óxido de dialquilestanho, alcóxidos de alumínio, alquilzinco, dialquil zinco, óxidos de zinco, óxido estanoso, óxido de dibutilestanho, hidróxido de óxido de dibutilestanho, tetraalquil estanho e similares. Onde o coagulante é um coagulante de poliíon, os coagulantes podem ter qualquer número desejado de átomos de poliíon presentes. Por exemplo, compostos polialumínio adequados em modalidades têm de cerca de 2 a cerca de 13, tal como de cerca de 3 a cerca de 8 íons de alumínio presentes no composto.

Tais coagulantes podem ser incorporados nas partículas de toner durante agregação de partícula. Como tal, o coagulante pode estar presente nas partículas de toner, excluindo os aditivos externos e com uma base em peso seco, em quantidades de 0 a cerca de 5% em peso das partícu-

las de toner, tal como de cerca de mais de 0 a cerca de 3% em peso das partículas de toner.

O toner também pode incluir aditivos de carga negativa ou positiva conhecidos em quantidades eficazes, de por exemplo, cerca de 0,1 a 5 cerca de 5 em por cento de toner, tais como compostos de amônio quaternário, inclusive haletos de alquil piridínio, bissulfatos, composições de sulfato e sulfonato orgânico, tal como descrito na Patente U.S. Nº 4.338.390, tetrafluoroboratos de cetil piridínio, metil sulfato diestearil dimetil amônio, sais ou complexos de alumínio ou e similares.

10 Também, no preparo do toner através do procedimento de agregação de emulsão, um ou mais tensoativos podem ser usados no processo. Tensoativos adequados incluem tensoativos aniônicos, catiônicos e não-iônicos. Em modalidades, o uso de tensoativos aniônicos e não-iônicos é preferido para ajudar a estabilizar o processo de agregação na presença do 15 coagulante o qual, de outro modo, poderia levar à instabilidade da agregação.

Tensoativos aniônicos incluem dodecilsulfato de sódio (SDS), dodecil benzeno sulfonato de sódio, dodecilnaftaleno sulfato de sódio, dialquil benzenoalquila, sulfatos e sulfonatos, ácido abítico e a marca NEOGEN 20 de tensoativos aniônicos. Um exemplo de um tensoativo aniônico adequado é NEOGEN RK disponível da Daiichi Kogyo Seiyaku Co. Ltda. Ou TAYCA POWER BN2060 da Tayca Corporation (Japan), o qual consiste primariamente em dodecil benzeno sulfonato de sódio ramificado.

Exemplos de tensoativos catiônicos incluem cloreto de dialquil 25 benzeno alquil amônio, cloreto de lauril trimetil amônio, cloreto de alquilbenzil metil amônio, brometo de alquil benzil dimetil amônio, cloreto de benzalcônio, brometo de cetil piridínio, C₁₂, C₁₅, C₁₇ brometos de trimetil amônio, sais de haleto de polioxietilalquilaminas quaternizadas, cloreto de dodecil benzil trietil amônio, MIRAPOL e ALKAQUAT disponíveis da Alkaril Chemical 30 Company, SANISOL (cloreto de benzalcônio), disponível da Kao Chemicals e similares. Um exemplo de um tensoativo catiônico adequado é SANISOL B-50, disponível da Kao Corp., o qual consiste primariamente em cloreto de

34

benzil dimetil alcônio.

Exemplos de tensoativos não-iônicos incluem álcool polivinílico, ácido poliacrílico, metalose, metil celulose, etil celulose, propil celulose, hidróxi etil celulose, carbóxi metil celulose, polioxietileno cetil éter, polixietileno lauril éter, polioxietileno octil éter, polioxietileno octilfenil éter, polioxietileno oleil éter, monolaurato de polioxietileno sorbitano, polioxietileno estearil éter, polioxietileno nonilfenil éter, dialquilfenóxi poli(etilenoxi) etanol, disponível da Rhone-Poulenc Inc. como IGEPAL CA-210, IGEPAL CA-520, IGEPAL CA-720, IGEPAL CO-890, IGEPAL CO-720, IGEPAL CO-290, IGEPAL CA-210, ANTAROX 890 e ANTAROX 897. Um exemplo de um tensoativo não-iônico adequado é ANTAROX 897 disponível da Rhone-Poulenc Inc., o qual consiste primariamente em etoxilato de alquil fenol.

Exemplos de bases usadas para aumentar o pH e, conseqüentemente, ionizar as partículas de agregado, desse modo, proporcionando estabilidade e impedindo os agregados de crescerem de tamanho pode ser selecionado de hidróxido de sódio, hidróxido de potássio, hidróxido de amônio, hidróxido de césio e similares, dentre outros.

Exemplos dos ácidos que podem ser utilizados incluem, por exemplo, ácido nítrico, ácido sulfúrico, ácido clorídrico, ácido acético, ácido cítrico, ácido trifluoroacético, ácido succínico, ácido salicílico e similares e ácidos os quais são, em modalidades, utilizados em uma forma diluída na faixa de cerca de 0,5 a cerca de 10 por cento em peso por peso de água ou na faixa de cerca de 0,7 a cerca de 5 por cento em peso por peso de água.

Qualquer procedimento de agregação de emulsão adequado pode ser usado na formação das partículas de toner de agregação de emulsão sem restrição. Esses procedimentos, tipicamente, incluem as etapas de processo básicas de pelo menos agregação de uma emulsão contendo aglutinante polimérico, um ou mais colorantes, uma ou mais ceras, um ou mais tensoativos, um coagulante opcional e um ou mais aditivos opcionais adicionais para formar agregados, subseqüentemente coalescência ou fusão dos agregados e, então, recuperação, opcionalmente lavagem e opcionalmente secagem das partículas de toner de agregação de emulsão obtidas. Contu-

do, em modalidades, o processo é modificado pela adição de um agente coalescente (ou agente auxiliar de coalescência) antes da etapa de coalescência ou fusão. Essa adição do agente coalescente proporciona partículas de toner tendo esferoidização aprimorada e permite que a etapa de coalescência ou fusão seja conduzida em um tempo mais curto, em uma menor temperatura de processo ou ambos.

Exemplos de agentes coalescentes adequados incluem, mas não estão limitados a, alquil ésteres de ácido benzóico, éster-álcoois, solventes do tipo glicol-éter, álcoois alifáticos de cadeia longa, álcoois aromáticos, misturas dos mesmos e similares. Exemplos de alquil ésteres de ácido benzóico incluem alquil ésteres de ácido benzóico onde o grupo alquila, o qual pode ser reto ou ramificado, substituído ou não substituído, tem de cerca de 2 a cerca de 30 átomos de carbono, tal como benzoato de decila ou isodecila, benzoato de nonila ou isononila, benzoato de octila ou isooctila, benzoato de 2-etilhexila, benzoato de tridecila ou isotridecila, benzoato de 3,7-dimetiloctila, benzoato de 3,5,5-trimetilhexila, misturas dos mesmos e similares. Exemplos comerciais específicos de tais ésteres de ácido alquil benzóico incluem VELTA® 262 (benzoato de isodecila) e VELTA® 368 (benzoato de 2-etilhexila), disponíveis da Vlesicol Chemical Corporation. Exemplos de éster-álcoois incluem hidróxialquil ésteres de ácidos alcanóicos, onde os grupos alquila, os quais podem ser retos ou ramificados, substituídos ou não substituídos, têm, independentemente, de cerca de 2 a cerca de 30 átomos de carbono, tal como monoisobutirato de 2,2,4-trimetilpentano-1,3-diol. Exemplos comerciais específicos de tais éster-álcoois incluem TEXANOL® (monoisobutirato de 2,2,4-trimetilpentano-1,3-diol) disponível da Eastman Chemical Company. Exemplos de solventes do tipo glicol-éter incluem acetato de dietileno glicol monometiléter, acetato de dietileno glicol monobutiléter, acetato de butil carbitol (BCA) e similares. Exemplos de álcoois alifáticos de cadeia longa incluem aqueles onde o grupo alquila é de cerca de 5 a cerca de 20 átomos de carbono, tais como etilhexanol, octanol, dodecanol e similares. Exemplos de álcoois aromáticos incluem álcool benzílico e similares.

Em modalidades, é desejado que os agentes coalescentes (ou

agente auxiliar de coalescência) preencham os seguintes critérios:

(1) amoleçam suficientemente o polímero durante a elevação de temperatura ou o estágio posterior de coalescência, de modo que partículas individuais se combinem para formar um filme contínuo facilmente;

5 (2) o agente coalescente deverá, então, evaporar durante os últimos estágios, de modo que ele não aumente o teor de orgânicos voláteis totais no produto de toner final e minimize qualquer impacto sobre o desempenho da máquina; e

10 (3) é desejável que o agente coalescente tenha solubilidade muito baixa, tal como abaixo de cerca de 1,0 ou abaixo de cerca de 0,5% em peso, abaixo de cerca de 0,1% em peso ou abaixo de cerca de 0,05% peso, em água, de modo que a maior parte do mesmo pode se concentrar dentro ou sobre as superfícies das partículas.

15 Conseqüentemente, em modalidades, o agente coalescente (ou agente auxiliar de coalescência) evapora durante os últimos estágios do processo de agregação de emulsão, tal como durante a segunda etapa de aquecimento que geralmente está acima da temperatura de transição vítrea da resina polimérica. As partículas de toner finais são, assim, isentas de ou essencial ou substancialmente isentas de qualquer agente coalescente restante. Até o ponto em que qualquer agente coalescente restante pode estar
20 presente nas partículas de toner finais, a quantidade de agente coalescente restante é tal que ele não afeta quaisquer propriedades ou desempenho do toner.

25 O agente coalescente pode ser adicionado antes da etapa de coalescência ou fusão em qualquer quantidade desejada ou adequada. Por exemplo, o agente coalescente pode ser adicionado em uma quantidade de cerca de 0,01 a cerca de 10 por cento em peso, baseado no teor de sólidos no meio de reação. Por exemplo, o agente coalescente pode ser adicionado em uma quantidade de cerca de 0,05 ou de cerca de 0,1 a cerca de 0,5 ou
30 cerca de 3,0 por cento em peso, baseado no teor de sólidos no meio de reação. Naturalmente, quantidades fora dessas faixas podem ser usadas, conforme desejado. Em modalidades, o agente coalescente pode ser adicionado

em qualquer tempo entre a agregação e a coalescência embora, em modalidades, seja desejado adicionar o agente coalescente após a agregação ter "congelado" ou terminada através de ajuste do pH através da adição, por exemplo, de uma base. Adição do agente coalescente após agregação ter "congelada" é desejado porque ela é mais eficaz do que adição do agente coalescente depois.

38

Tais agentes coalescentes têm sido amplamente usados em aplicações industriais de pintura/revestimento. Eles exercem papéis mais importantes na formação de filme de revestimentos baseados em água, através de aumento da facilidade das partículas de látex de coalescer através de amolecimento das partículas de látex e diminuição da temperatura de formação de filme (MFFT) do látex. Formação de filme de látex típica consiste de três estágios diferentes: (1) evaporação de água mantém as partículas de látex em contato íntimo, (2) partículas sofrem deformação para formar uma estrutura sólida desprovida de vazios a qual ainda é mecanicamente fraca e (3) fusão (coalescência) ocorre entre partículas adjacentes para proporcionar um filme mecanicamente forte.

De acordo com modalidades, os agentes coalescentes funcionam de uma maneira similar. Em modalidades, a etapa de coalescência do processo de agregação de emulsão é similar a um processo de formação de filme de partículas de látex, mas sem o estágio de evaporação de água. Partículas poliméricas são intimamente contatadas após agregação e sofrem o processo de deformação e coalescência (fusão) em temperatura elevada, acima da Tg do polímero de látex. Descobriu-se agora que introdução dos agentes coalescentes no processo, onde eles não tenham sido incluídos antes, proporciona um processo aprimorado.

Benefícios da presente descrição incluem a etapa de coalescência ou fusão que pode ser conduzida em um tempo mais curto, em uma menor temperatura de processo ou ambos. Por exemplo, embora processos de agregação de emulsão típicos possam conduzir a etapa coalescente durante cerca de 2 a cerca de 5 horas em uma temperatura de cerca de 96 °C, incorporação do agente coalescente permite que a etapa coalescente seja

conduzida durante apenas uma hora em uma temperatura de cerca de 94 °C. Por exemplo, em modalidades, a etapa coalescente pode ser conduzida durante apenas 15 minutos a cerca de 2 horas, tal como cerca de 30 minutos a cerca de 90 minutos. Assim, por exemplo, uso do agente coalescente 5 permite que a etapa coalescente seja conduzida em metade ou menos quantidade de tempo e em uma temperatura pelo menos 2 °C menor do que um processo coalescente comparável não incluindo o agente coalescente, ao mesmo tempo em que ainda proporciona o mesmo produto final.

39

10 Além disso, a adição do agente coalescente pode ser incorporada em processos de agregação de emulsão existentes sem quaisquer alterações significativas de processo, porque a adição é conduzida durante um estágio de manutenção entre a etapa de agregação e a etapa coalescente.

15 Além disso, as composições de toner resultantes podem ter uma distribuição de tamanho geométrico aprimorada, ou redondeza, quando comparado com processos anteriores. Em modalidades, as partículas de toner têm uma distribuição de tamanho de partícula muito limitada, com um menor desvio padrão geométrico da proporção numérica (GSD) de cerca de 1,15 a cerca de 1,30 ou menos do que cerca de 1,25. As partículas de toner da presente descrição podem ter um tamanho de modo que o desvio padrão 20 geométrico (GSD) por volume é de cerca de 1,15 a cerca de 1,30, tal como de cerca de 1,18 a cerca de 1,22 ou menos do que cerca de 1,25. Esses valores de GSD para as partículas de toner da presente descrição indicam que as partículas de toner são feitas para ter uma distribuição de tamanho de partícula muito limitada.

25 Em modalidades aqui, o processo de toner compreende formação de uma partícula de toner através de mistura do látex polimérico, na presença de uma cera e uma dispersão de colorante à qual é adicionado um coagulante opcional, enquanto se mistura em altas velocidades, tal como com um Polytron. A mistura resultante tendo um pH, por exemplo, de cerca 30 de 2,0 a cerca de 3,0 é agregada através de aquecimento para uma temperatura abaixo da Tg da resina polimérica para proporcionar agregados com tamanho de toner. Opcionalmente, látex extra pode ser adicionado aos a-

gregados formados proporcionando um envoltório sobre os agregados formados. O pH da mistura é, então, alterado, por exemplo, através da adição de uma solução de hidróxido de sódio, até que um pH de 7,0 seja obtido. Após agregação e adição de base, uma quantidade desejada de agente coalescente é adicionada à mistura de reação. A temperatura da mistura é, então, elevada para acima da Tg da resina, tal como para cerca de 95 °C. Após cerca de 30 minutos, o pH da mistura é reduzido para um valor suficiente para coalescer ou fundir os agregados para proporcionar uma partícula composta quando de aquecimento adicional, tal como cerca de 4,5. As partículas fundidas podem ser medidas com relação ao fator de formato ou circularidade, tal como com um analisador Sysmex FPIA 2100, até que o formato desejado seja obtido.

A mistura é deixada esfriar para a temperatura ambiente (cerca de 20 °C a cerca de 25 °C) e é, opcionalmente, lavada para remover o tensoativo. O toner é, então, opcionalmente seco.

As partículas de toner da presente descrição podem ser feitas para ter as seguintes propriedades físicas quando nenhum aditivo externo está presente sobre as partículas de toner.

As partículas de toner podem ter uma área de superfície, conforme medido pelo método BET bem conhecido, de cerca de 1,3 a cerca de 6,5 m²/g. Por exemplo, para partículas de toner ciano, amarela e preta, a área de superfície BET pode ser menos do que 2 m²/g, tal como de cerca de 1,4 a cerca de 1,8 m²/g e, para o toner magenta, de cerca de 1,4 a cerca de 6,3 m²/g.

Também é desejável controlar o tamanho da partícula de toner e limitar a quantidade de partículas de toner finas e espessas no toner. Em uma modalidade, as partículas de toner têm uma distribuição de tamanho de partícula muito limitada, com um menor desvio padrão geométrico de proporção numérica (GSD) de aproximadamente 1,15 a aproximadamente 1,30 ou aproximadamente menos do que 1,25. As partículas de toner da presente descrição também podem ter um tamanho de modo que o desvio padrão geométrico (GSD) máximo em volume está na faixa de cerca de 1,15 a cerca

40

de 1,30, tal como de cerca de 1,18 a cerca de 1,22 ou menos do que 1,25. Esses valores de GSD para as partículas de toner da presente descrição indicam que as partículas de toner são feitas para ter uma distribuição de tamanho de partícula muito limitada.

5 O fator de formato é também um parâmetro de processo de controle associado ao toner sendo capaz de obter desempenho ótimo na máquina. As partículas de toner podem ter um fator de formato de cerca de 105 a cerca de 170, tal como cerca de 110 a cerca de 160, $SF1^*a$. Microscopia por exploração de elétrons (SEM) é usada para determinar a análise de fator
10 de formato dos toners através de SEM e análise de imagem (IA) é testada. Os formatos médios de partícula são quantificados empregando-se a seguinte fórmula de fator de formato ($SF1^*a$): $SF1^*a = 100\pi d^2/(4A)$, onde A é a área da partícula e d é seu eixo principal. Uma partícula perfeitamente circular ou esférica tem um fator de formato de exatamente 100. O fator de formato
15 $SF1^*a$ aumenta à medida que o formato se torna mais irregular ou alongado, com uma maior área de superfície. Além de medição do fator de formato SF, outra medida para medir a circularidade de partícula que está sendo usado em uma base regular. Esse é um método mais rápido para quantificar o formato de partícula. O instrumento usado é um FPIA-2100 fabricado pela
20 Sysmex. Para uma esfera completamente circular, a circularidade seria 1,000. As partículas de toner podem ter uma circularidade de cerca de 0,920 a 0,990 e tal como de cerca de 0,940 a cerca de 0,980.

Além do precedente, as partículas de toner da presente descrição também têm as seguintes propriedades reológicas e de fluxo. Primeiro,
25 as partículas de toner podem ter os seguintes valores de peso molecular, cada um determinado através de cromatografia de permeação de gel (GPC) conforme conhecido na técnica. O aglutinante das partículas de toner pode ter um peso molecular gravimétrico médio, Mw, de cerca de 15.000 dalttons a cerca de 90.000 dalttons.

30 Em geral, as partículas de toner, em modalidades, têm um peso molecular gravimétrico médio (Mw) na faixa de cerca de 17.000 a cerca de 60.000 dalttons, um peso molecular numérico médio (Mn) de cerca de 9.000

47

a cerca de 18.000 daltos e uma MWD de cerca de 2,1 a cerca de 10. MWD  42  uma proporao do Mw para o Mn das partıculas de toner e  uma medida da polidispersividade ou largura da polımero. Para toners ciano e amarelo, as partıculas de toner, em modalidades, podem exibir um peso molecular gravimetrico medio (Mw) de cerca de 22.000 a cerca de 45.000 daltos, um 5 peso molecular numerico medio (Mn) de cerca de 9.000 a cerca de 13.000 daltos e uma MWD de cerca de 2,2 a cerca de 10. Para preto e magenta, as partıculas de toner, em modalidades, podem exibir um peso molecular gravimetrico medio (Mw) de cerca de 22.000 a cerca de 45.000 daltos, um 10 peso molecular numerico medio (Mn) de cerca de 9.000 a cerca de 13.000 daltos e uma MWD de cerca de 2,2 a cerca de 10.

Ainda, os toners, se desejado, podem ter uma relaao especificada entre o peso molecular do aglutinante de latex e o peso molecular das partıculas de toner obtida apos o procedimento de agregaao de emulsao. 15 Conforme compreendido na tecnica, o aglutinante sofre ligaao reticulada durante processamento e a extensao de ligaao reticulada pode ser controlada durante o processo. A relaao pode ser melhor observada com relaao aos valores de pico molecular para o aglutinante. O pico molecular  o valor que representa o maior pico do peso molecular gravimetrico medio. Na presente descriao, o aglutinante pode ter um pico molecular (Mp) na faixa de 20 cerca de 22.000 a cerca de 30.000 daltos, tal como de cerca de 22.500 a cerca de 29.000 daltos. As partıculas de toner preparadas a partir de tal aglutinante tambem exibem um elevado pico molecula, por exemplo, de cerca de 23.000 a cerca de 32.000, tal como cerca de 23.500 a cerca de 31.500 25 daltos, indicando que o pico molecular  acionado pelas propriedades do aglutinante ao inves de outro componente, tal como o colorante.

As partıculas de toner podem ser misturadas com aditivos externos apos formaao. Quaisquer aditivos de superfıcie adequados podem ser usados nas modalidades. Mais adequados sao um ou mais de SiO₂, oxidos 30 de metal tais como, por exemplo, TiO₂ e oxido de alumınio, e um agente lubrificante tal como, por exemplo, um sal de metal de um acido graxo (por exemplo, estearato de zinco (ZnSt), estearato de calcio) ou lcoois de cadeia

longa, tal como UNILIN 700, como aditivos de superfície externa. Em geral, sílica é aplicada à superfície do toner para fluxo do toner, tribo intensificação, controle de mistura, desenvolvimento e estabilidade de transferência aprimorados e maior temperatura de bloqueio do toner. TiO_2 é aplicado para estabilidade aprimorada à umidade relativa (RH), tribo controle e desenvolvimento e estabilidade de transferência aprimorados. Estearato de zinco é, opcionalmente, também usado como um aditivo externo para os toners da descrição, o estearato de zinco proporcionando propriedades de lubrificação. Estearato de zinco proporciona condutividade do revelador e tribo intensificação, ambos em virtude de sua natureza de lubrificação. Além disso, o estearato de zinco permite maior carga de toner e estabilidade de carga através de aumento do número de contatos entre as partículas de toner e portador. Estearato de cálcio e estearato de magnésio proporcionam funções similares. Em modalidades, um estearato de zinco comercialmente disponível conhecido como Zinc Stearate L, obtido da Ferro Corporation, pode ser usado. Os aditivos de superfície externa podem ser usados com ou sem um revestimento.

Em modalidades, os toners contêm, por exemplo, de cerca de 0,1 a cerca de 5 por cento em peso de titânia, cerca de 0,1 a cerca de 8 por cento em peso de sílica e cerca de 0,1 a cerca de 4 por cento em peso de estearato de zinco.

As partículas de toner da descrição podem, opcionalmente, ser formuladas em uma composição de revelador através de mistura das partículas de toner com partículas portador. Exemplos ilustrativos de partículas portador que podem ser selecionadas para mistura com a composição de toner preparada de acordo com a presente descrição incluem aquelas partículas que são capazes de obtenção triboeletricamente de uma carga de polaridade oposta àquela das partículas de toner. Conseqüentemente, em uma modalidade, as partículas portador podem ser selecionadas de modo a serem de uma polaridade negativa, de forma que as partículas de toner que são positivamente carregadas aderirão a e circundarão as partículas portador. Exemplos ilustrativos de tais partículas portador incluem ferro, ligas de ferro, aço, níquel, ferritas de ferro, incluindo ferritas que incorporam estrôn-

43

cio, magnésio, manganês, cobre, zinco e similares, magnetitas e similares. Adicionalmente, podem ser selecionadas, como partículas portador, portadores de grãos de níquel, conforme descrito na Patente U.S. Nº 3.847.604, a descrição inteira da qual é totalmente incorporada aqui por referência, compreendidos de glóbulos portador nodulares de níquel, caracterizados por superfícies de recessos e protusões reocorrentes, desse modo, proporcionando partículas com uma área externa relativamente grande. Outros portadores são descritos nas Patentes U.S. Nºs 4.937.166 e 4.935.326, as descrições das quais são totalmente incorporadas aqui por referência.

44

10 As partículas portador selecionadas podem ser usadas com ou sem um revestimento, o revestimento geralmente sendo compreendido de polímeros acrílicos e metacrílicos, tais como metil metacrilato, copolímeros acrílicos e metacrílicos com fluoropolímeros ou com monoalquila ou dialquilaminas, fluoropolímeros, poliolefinas, poliestirenos, tais como resinas de fluoreto de polivinilideno, terpolímeros de estireno, metil metacrilato e um silano, tal como trietóxi silano, tetrafluoroetilenos, outros revestimentos conhecidos e similares.

20 As partículas portador podem ser misturadas com as partículas de toner em várias combinações. A concentração de toner usualmente é cerca de 2% a cerca de 10% em peso do toner e cerca de 90% a cerca de 98% em peso do portador. Contudo, diferentes percentuais de toner e portador podem ser usados para obter uma composição de revelador com características desejadas.

25 Toners da presente descrição podem ser usados em métodos de formação de imagem eletroestatógráficos (incluindo eletrofotográficos). Assim, por exemplo, os toners ou reveladores da descrição podem ser carregados, tal como triboeletricamente, e aplicados a uma imagem latente opostamente carregada sobre um elemento de formação de imagem, tal como um fotorreceptor ou receptor ionográfico. A imagem de toner resultante pode, então, ser transferida, quer diretamente ou via um elemento de transporte intermediário, para um suporte, tal como papel ou uma folha de transparência. A imagem de toner pode, então, ser fundida ao suporte através de

30

aplicação de calor e/ou pressão, por exemplo, com um rolo fusor aquecido.

Considera-se que os toners da presente descrição podem ser usados em qualquer procedimento adequado para formação de uma imagem com um toner, incluindo outras aplicações, que não aplicações xerográficas.

45

5 Como um exemplo, são apresentadas aqui abaixo e são ilustradas diferentes composições e condições que podem ser utilizadas na prática da descrição. Todas as proporções são em peso, a menos que de outro modo indicado. Será evidente, contudo, que a descrição pode ser praticada
10 com muitos tipos de composições e pode ter muitos usos diferentes de acordo com a descrição acima e conforme apontado aqui depois.

Exemplo 1:

Em um reator de vidro de 2L, 258 gramas de látex de núcleo, 80,3 gramas de dispersão de pigmento magenta PR122, 20,1 gramas de
15 dispersão de pigmento magenta PR185 (da Sun Chemical), 60 gramas de dispersão de cera P725, 20 gramas de Snowtex-OL, 30 gramas de Snowtex-OS e 670 gramas de água desionizada foram misturadas através de um homogeneizador durante 15 minutos a 20 °C. O látex de núcleo foi preparado através de copolimerização de emulsão semicontínua cultivada *in situ* de
20 estireno e n-butil acrilato (BA) com monômero funcional de beta-CarbóxiEtil Acrilato (β -CEA) a 75°C. Em um reator de aço inoxidável com camisa de 300 Galões com propulsor P-4 duplo ajustado a 50 rpm, 1,1 parte de Dowfax 2A1 (47% aq.) e partes de água desionizada foram carregadas e desaeradas durante 30 minutos, enquanto a temperatura era elevada para 75°C. Uma emulsão monomérica foi preparada através de agitação de uma mistura monomérica (630 partes de estireno, 140 partes de n-butil acrilato, 23,2 partes de beta-CarbóxiEtil Acrilato (β -CEA) e 5,4 partes de agente de transferência de cadeia, 1-dodecanotiol) com uma solução aquosa (15,3 partes de Dowfax 2A1 e 368 partes de água desionizada) a 100 rpm em temperatura ambiente.
25 1% em peso da emulsão de monômero cultivada foi tomado da emulsão monomérica e adicionado ao reator e foi agitado durante 8 minutos a 75 °C. Uma solução iniciadora preparada a partir de 11,6 partes de persulfato de
30

amônio em 57 partes de água desionizada foi adicionada durante 20 minutos. Agitação continuou durante mais 20 minutos para permitir formação das partículas de semente. A primeira metade da emulsão monomérica restante foi alimentada ao reator durante 130 minutos. Um núcleo de partícula de látex de 180 nm foi formado nesse ponto, com um Mw de 50 kg/mols (GPC).

Após isso, 6,5 partes de 1-dodecanotiol foram adicionadas à emulsão monomérica restante e agitados a 100 rpm durante 10 minutos. Então, a nova emulsão monomérica foi alimentada ao reator durante 90 minutos. Ao término da alimentação de monômero, a emulsão foi pós-aquecida a 75 °C durante 3 horas e, então, esfriada. Passagem de uma corrente de nitrogênio através da emulsão no decorrer da reação desoxigenou o sistema de reação. Esse látex final tinha um tamanho médio de partícula de 220 nm, Mw de 35 kg/mols (GPC) e uma Tg de 50°C, com 42 por cento de sólidos. Esse látex era muito estável e isento de sedimentos.

Então, pré-mistura Si-PAC foi adicionada gota a gota em 5 minutos. A Si-PAC foi preparada através de mistura de 20 gramas de Snowtex-OL, 30 gramas de Snowtex-OS, com 0,13 gramas de cloreto de (poli)alumínio 100w. Após mais 5 minutos de homogeneização, 2,2 gramas de cloreto de (poli)alumínio 100w em 20,0 gramas de ácido cítrico a 0,02N foram adicionados gota a gota em oito minutos. A mistura viscosa resultante foi continuamente misturada através de um homogeneizador durante mais 20 minutos. Então, a mistura foi agitada através de um agitador mecânico a 550 rpm e a temperatura da mistura foi elevada para 50 °C em cerca de 35 minutos. Após as partículas atingirem 5,8 microns (célula de Layson), 140 gramas de látex de envoltório foram adicionados gota a gota em 10 minutos. Após o tamanho de partícula atingir 6,5 microns, o valor de pH dessa solução foi ajustado para 6,5 através de solução de hidróxido de sódio a 4% em peso e mantida durante 10 minutos. Então, 0,4 gramas de agente coalescente Velta[®] 262 foram adicionados e mantidos durante mais 20 minutos. Então, a temperatura da mistura foi elevada para 94 °C durante 60 minutos e o pH foi ajustado para 4,5 através de ácido nítrico a 0,3N imediatamente. Após agitação a 94 °C durante 60 minutos, a mistura foi esfriada para 53 °C e o pH foi

ajustado para 10 através de hidróxido de sódio a 4% em peso à medida que a temperatura ia para 20 °C. Após lavagem com água desionizada, ácido e água DI e secagem a 45 °C, o produto de toner final tinha um tamanho médio de partícula em volume de 5,84 microns, com circularidade de 0,964, GSDv de 1,232.

Exemplo Comparativo 1:

Uma partícula de toner magenta foi preparada usando a mesma formulação e condições de processo conforme no Exemplo 1 acima, exceto que nenhum agente coalescente foi adicionado e uma maior temperatura de coalescência (96 °C) e um tempo de coalescência mais longo (4 horas) foram usados. A mesma circularidade de 0,963 foi obtida após 4 horas, com um tamanho de partícula de 5,81 microns, GSDv de 1,251. Mais comparações das partículas de toner do Exemplo 1 e Exemplo Comparativo 1 são listadas na Tabela 1:

15 Tabela 1: Comparação das Propriedades de Partícula Precursora Magenta

	Exemplo 1	Exemplo Comparativo 1
Coalescente	Velta® 262	None
Tamanho de partícula (µm)	5,84	5,81
GSDv	1,232	1,251
Circularidade	0,964	0,963
Temp. coalescência (°C)	94	96
Tempo coalescência (h)	1	4
MFI (g/10 min)	27,93	28,25
BET (multi pontos) (m ² /g)	1,68	2,42
Tg (°C)	51,3	51,7

Comparando o processo de agregação de emulsão padrão do Exemplo Comparativo 1 (sem agente coalescente) e o processo do Exemplo 1 com uma pequena quantidade de agente coalescente, o tempo de coalescência necessário foi significativamente reduzido (apenas 1 hora de coalescência para circularidade das partículas de magenta de 0,964, comparado com 4 ~5 horas), mesmo em uma menor temperatura de

47

coalescência (94 °C). As partículas de toner resultantes também mostram GSD e BET aprimorados. Contudo, o MFI e Tg são quase os mesmos que a partícula de toner preparada sem agente coalescente, indicando que o impacto da pequena quantidade do agente coalescente adicionado durante o processo de coalescência é mínimo sobre as propriedades do toner.

48

Exemplo 2:

Em um reator de 2L, 262 gramas de látex de núcleo de acrilato de poliestireno-n-butila, 70,8 gramas de dispersão de pigmento Regal 330, 55,6 gramas de Dispersão de Cera P725 e 580 gramas de água desionizada foram misturados durante 15 minutos a 20 °C. O látex do envoltório foi feito da mesma maneira conforme acima, com tamanho de partícula, peso molecular, Tg e teor de sólidos similares.

2,2 gramas de cloreto de (poli)alumínio 100w em 20,0 gramas de ácido nítrico a 0,02N foram adicionados gota a gota em oito minutos. A mistura viscosa resultante foi continuamente misturada através de um homogeneizador durante mais 20 minutos. Então, a mistura foi agitada por um agitador mecânico a 450 rpm e a temperatura da mistura foi elevada para 50 °C em cerca de 35 minutos. Após as partículas atingirem 4,8 microns (célula de Layson), 180 gramas de látexes reativos, conforme preparado acima, foram adicionados gota a gota em 20 minutos. Após o tamanho de partícula atingir 6,0 microns, o valor de pH dessa solução foi ajustado para 6,5 através de solução de hidróxido de sódio a 4% em peso e mantida durante 10 minutos. Então, 0,4 gramas de VELTA® 368 foram adicionados e mantidos durante mais 20 minutos. Então, a temperatura da mistura foi elevada para 94 °C em 35 minutos e o pH foi ajustado para 5,0 através de ácido nítrico a 0,3N imediatamente. Após agitação a 94 °C durante 1 hora, a mistura foi esfriada para 58 °C e o pH foi ajustado para 8,8 através de hidróxido de sódio a 4% em peso à medida que a temperatura ia para 20 °C. Após lavagem com uma grande quantidade de água desionizada e secagem a 65 °C, o produto de toner final tinha um tamanho médio de partícula em volume de 5,98 microns, com circularidade de 0,976, GSDv de 1,22.

Exemplo Comparativo 2:

Uma partícula de toner magenta foi preparada usando a mesma formulação e condições de processo conforme no Exemplo 2, exceto que nenhum coalescente foi adicionado e uma maior temperatura de coalescência (96 °C) e um tempo de coalescência mais longo (2,5 horas) foi usado. A mesma circularidade de 0,96 foi obtida após 2,5 horas, com um tamanho de partícula de 5,95 microns, GSDv de 1,231. Mais comparações das partículas de toner do Exemplo 2 e Exemplo Comparativo 2 são listadas na Tabela 2:

49

Tabela 2: Comparação das Propriedades de Partícula Precursora Preta

	Exemplo 2	Exemplo Comparativo 2
Coalescente	Velta® 368	Nenhum
Tamanho de partícula (um)	5,98	5,95
GSDv	1,220	1,231
Circularidade	0,976	0,960
Temp. coalescência (°C)	94	96
Tempo coalescência (h)	1	2,5
MFI (g/10 min)	29,21	28,95
BET (multi pontos) (m ² /g)	1,42	1,49
Tg (°C)	50,2	50,4

Similar ao Exemplo 1 e Exemplo Comparativo 1, comparando o processo de agregação de emulsão padrão do Exemplo Comparativo 2 (sem agente coalescente) e o processo do Exemplo 2 com pequena quantidade de agente coalescente, o tempo de coalescência necessário foi significativamente reduzido, mesmo em uma menor temperatura de coalescência (94 °C). As partículas de toner resultantes também mostram GSD e BET aprimorados. E o impacto da pequena quantidade do agente coalescente adicionado durante o processo de coalescência é mínimo sobre as propriedades do toner, conforme sugerido pelos dados de MFI e Tg.

Exemplo 3:

206 gramas de látex de núcleo de acrilato de poliestireno-n-butila foram homogeneizados com 677 gramas de água desionizada, 42 gramas de dispersão de cera, 2 gramas de TEXANOL® disponível da East-

man Kodak e 35,3 gramas de pigmento preto BK3. O látex do envoltório foi feito da mesma maneira conforme acima, com um tamanho de partícula, peso molecular, Tg e teor de sólidos similares. Durante a homogeneização, uma solução de 2,6 gramas de cloreto de polialumínio em 20 mL de HNO₃ foi adicionada gota a gota. A solução foi aquecida para 52 °C, onde um tamanho de 5,5 microns foi obtido. Nesse tamanho, um látex de envoltório de 105 gramas do mesmo látex de núcleo foi lentamente adicionado e a temperatura elevada para 54 °C. Quando o tamanho de partícula atingiu 6 microns, o crescimento foi cessado através de troca do pH da solução para um pH de 7,5 através da adição de NaOH a 1M. A temperatura da solução foi elevada para 93 °C em uma taxa de elevação de 1 °C/min. A 93 °C, o pH da solução foi trocado para um pH de 3,7 e a coalescência da partícula foi acompanhada usando microscopia durante 16 horas.

50

Exemplo Comparativo 3:

206 gramas de látex de núcleo foram homogeneizados com 677 gramas de água desionizada, 42 gramas de dispersão de cera e 35,3 gramas de pigmento preto BK3. Durante a homogeneização, uma solução de 2,6 gramas de cloreto de polialumínio em 20 mL de HNO₃ foi adicionada gota a gota. A solução foi aquecida para 52 °C, onde um tamanho de 5,5 microns foi obtido. Nesse tamanho, um envoltório de látex de 105 gramas do mesmo látex de núcleo foi lentamente adicionado e a temperatura elevada para 54 °C. Quando o tamanho de partícula atingiu 6 microns, o crescimento foi cessado através de troca do pH da solução para um pH de 7,5 através da adição de NaOH a 1M. A temperatura da solução foi elevada para 93 °C em uma taxa de elevação de 1 °C/min. A 93 °C, o pH da solução foi trocado para um pH de 3,7 e a coalescência das partículas foi acompanhada usando microscopia durante 16 horas.

No toner preparado usando TEXANOL[®] (Exemplo 3), coalescência total para um formato esférico foi obtida antes que a temperatura atingisse 93 °C. Em contraste, no caso do controle (Exemplo Comparativo 3), 16 horas a 93°C foram requeridas para o preparo de toners esféricos comparáveis.

REIVINDICAÇÕES

1. Processo para preparação de um toner, caracterizado pelo fato de que compreende as seguintes etapas:

5 misturar uma emulsão de resina polimérica, uma dispersão de corante e uma cera para formar uma mistura;

opcionalmente adicionar um coagulante à referida mistura;

aquecer a mistura a uma temperatura abaixo de uma temperatura de transição vítrea da referida resina polimérica para agregar a referida resina polimérica, corante e cera, para formar partículas agregadas;

10 adicionar um agente coalescente às referidas partículas agregadas, o agente coalescente sendo selecionado a partir do grupo compreendendo alquil ésteres de ácido benzóico, éster-álcoois, solventes do tipo glicol-éter, álcoois alifáticos de cadeia longa, álcoois aromáticos e misturas dos mesmos;

15 aquecer as partículas agregadas e o agente coalescente em uma temperatura acima da temperatura de transição vítrea da referida resina polimérica, para coalescer as referidas partículas agregadas para formar partículas de toner,

opcionalmente resfriar a mistura; e

20 isolar as partículas de toner.

2. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que ainda compreende:

25 adicionar um ácido orgânico ou inorgânico à referida mistura antes de aquecer a mistura em uma temperatura abaixo da temperatura de transição vítrea da referida resina polimérica; e

adicionar uma base às referidas partículas agregadas antes de aquecer a mistura em uma temperatura acima da temperatura de transição vítrea da referida resina polimérica.

3. Processo, de acordo com a reivindicação 2, caracterizado pelo fato de que a referida base é adicionada antes que o agente coalescente seja adicionado às referidas partículas agregadas.

4. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pe-

lo fato de que o agente coalescente compreende um alquil éster de ácido benzóico selecionado do grupo compreendendo benzoato de decila ou isodecila, benzoato de nonila ou isononila, benzoato de octila ou isooctila, benzoato de 2-etilhexila, benzoato de tridecila ou isotridecila, benzoato de
5 3,7-dimetiloctila, benzoato de 3,5,5-trimetilhexila e misturas dos mesmos.

5. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o agente coalescente compreende um éster-álcool que é um hidroxialquil éster de ácidos alcanóicos onde os grupos alquila, os quais podem ser lineares ou ramificados, substituídos ou não-substituídos, têm,
10 independentemente, de 2 a 30 átomos de carbono.

6. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o agente coalescente compreende um solvente de glicol-éter selecionado do grupo compreendendo acetato de dietileno glicol monometiléter, acetato de dietileno glicol monobutiléter, acetato de butil
15 carbitol e misturas dos mesmos.

7. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o agente coalescente compreende um álcool alifático de cadeia longa, em que o grupo alquila tem de 5 a 20 átomos de carbono.

8. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado
20 pelo fato de que o agente coalescente evapora durante processamento subsequentemente, de modo que as partículas de toner são isentas do agente coalescente.

9. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o agente coalescente tem solubilidade em água abaixo de
25 0,5% em peso.

10. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que as partículas de toner têm uma distribuição de tamanho de partícula com um menor desvio padrão geométrico de proporção numérica de 1,15 a 1,30 e um tamanho de modo que o desvio padrão geométrico
30 máximo em volume é de 1,15 a 1,30.

11. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o agente coalescente é adicionado em uma quantidade de

0,01 a 10 por cento em peso, com base no teor de sólidos na mistura.

12. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o agente coalescente é adicionado em uma quantidade de 0,1 a 0,5 por cento em peso, com base no teor de sólidos na mistura.

5 13. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o aquecimento das partículas agregadas e agente coalescente é conduzido durante 15 minutos a 2 horas.

14. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o aquecimento das partículas agregadas e agente
10 coalescente é conduzido durante 30 minutos a 90 minutos.

15. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o aquecimento da mistura é em uma temperatura de 45 °C a 60 °C e o aquecimento das partículas agregadas e agente coalescente é em uma temperatura de 80 °C a 95 °C.

15 16. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que a resina polimérica é uma resina de poliéster.

17. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que a resina polimérica é selecionada do grupo compreendendo polietileno-tereftalato, polipropileno-tereftalato, polibutileno-tereftalato,
20 polipentileno-tereftalato, polihexaleno-tereftalato, poliheptadeno-tereftalato, polioctaleno-tereftalato, polietileno-sebacato, polipropileno-sebacato, polibutileno-sebacato, polietileno- adipato, polipropileno-adipato, polioctaleno-adipato, polietileno-glutarato, polipropileno-glutarato, polibutileno-glutarato, polipentileno-glutarato, polihexaleno-glutarato,
25 poliheptadeno-glutarato, polioctaleno-glutarato, polietileno-pimelato, polipropileno-pimelato, polibutileno-pimelato, polipentileno-pimelato, polihexaleno-pimelato, poliheptadeno-pimelato, bisfenol-fumarato (poli)propoxilado, bisfenol-succinato (poli)propoxilado, bisfenol-adipato (poli)propoxilado, bisfenol-glutarato (poli)propoxilado, formas sulfonadas das
30 resinas precedentes e misturas das mesmas.

18. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que a resina polimérica é selecionada do grupo compreendendo

copoli(5-sulfoisoftaloil)-copoli(etileno-adipato) alcalina, copoli(5-sulfoisoftaloil)-copoli(propileno-adipato) alcalina, copoli(5-sulfoisoftaloil)-copoli(butileno-adipato) alcalina, copoli(5-sulfoisoftaloil)-copoli(pentileno-adipato) alcalina, copoli(5-sulfoisoftaloil)-copoli(octileno-adipato) alcalina,

5 copoli(5-sulfoisoftaloil)-copoli(etileno-adipato) alcalina, copoli(5-sulfoisoftaloil)-copoli(propileno-adipato) alcalina, copoli(5-sulfoisoftaloil)-copoli(butileno-adipato) alcalina, copoli(5-sulfoisoftaloil)-copoli(pentileno-adipato) alcalina, copoli(5-sulfoisoftaloil)-copoli(hexileno-adipato) alcalina, copoli(5-sulfoisoftaloil)-copoli(octileno-adipato) alcalina,

10 copoli(5-sulfoisoftaloil)-copoli(etileno-succinato) alcalina, copoli(5-sulfoisoftaloil)-copoli(butileno-succinato) alcalina, copoli(5-sulfoisoftaloil)-copoli(hexileno-succinato) alcalina, copoli(5-sulfoisoftaloil)-copoli(octileno-succinato) alcalina, copoli(5-sulfoisoftaloil)-copoli(etileno-sebacato) alcalina, copoli(5-sulfoisoftaloil)-copoli(propileno-sebacato) alcalina,

15 copoli(butileno-sebacato) alcalina, copoli(5-sulfoisoftaloil)-copoli(pentileno-sebacato) alcalina, copoli(5-sulfoisoftaloil)-copoli(hexileno-sebacato) alcalina, copoli(5-sulfoisoftaloil)-copoli(octileno-sebacato) alcalina, copoli(5-sulfoisoftaloil)-copoli(etileno-adipato) alcalina, copoli(5-sulfoisoftaloil)-copoli(propileno-adipato) alcalina,

20 copoli(butileno-adipato) alcalina, copoli(5-sulfoisoftaloil)-copoli(pentileno-adipato) alcalina, copoli(5-sulfoisoftaloil)-copoli(hexileno-adipato) alcalina e copoli(5-sulfoisoftaloil)-copoli(octileno-adipato) alcalina.

19. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que a resina polimérica é selecionada do grupo compreendendo

25 acrilatos de estireno, metacrilatos de estireno, butadienos, isopreno, acrilonitrilo, ácido acrílico, ácido metacrílico, beta-carbóxi etil acrilato, poliésteres, (poli)estireno-butadieno, (poli)metil estireno-butadieno, (poli)metil metacrilato-butadieno, (poli)etil metacrilato-butadieno, (poli)propil metacrilato-butadieno, (poli)butil metacrilato-butadieno, (poli)metil acrilato-

30 butadieno, (poli)etil acrilato-butadieno, (poli)propil acrilato-butadieno, (poli)butil acrilato-butadieno, (poli)estireno-isopreno, (poli)metil estireno-isopreno, (poli)metil metacrilato-isopreno, (poli)etil metacrilato-isopreno,

(poli)propil metacrilato-isopreno, (poli) butil metacrilato-isopreno, (poli)metil acrilato-isopreno, (poli)etil acrilato-isopreno, (poli) propil acrilato-isopreno, (poli)butil acrilato-isopreno; (poli)estireno-propil acrilato, (poli)estireno-butil acrilato, (poli)estireno-butadieno-ácido acrílico, (poli)estireno-butadieno-ácido metacrílico, (poli)estireno-butil acrilato-ácido acrílico, (poli)estireno-butil acrilato-ácido metacrílico, (poli)estireno-butil acrilato-acrilonitrilo,(poli) estireno-butil acrilato-acrilonitrilo-ácido acrílico e estireno/butil acrilato;ácido carboxílico e misturas dos mesmos.

20. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o coagulante está presente nas partículas de toner, excluindo quaisquer aditivos externos opcionais, e em uma base em peso seco, em uma quantidade de 0 a 5% em peso das partículas de toner e é selecionado do grupo compreendendo haletos de polialumínio, silicatos de polialumínio, hidróxidos de polialumínio e fosfato de polialumínio.

21. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que a cera é uma cera de alquileno presente em uma quantidade de 5% a 15%, em peso com base no peso total da composição.

22. Processo, de acordo com a reivindicação 19, caracterizado pelo fato de que a cera é uma cera de polietileno, uma cera de polipropileno ou misturas dos mesmas.

23. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o corante compreende um pigmento, um corante ou misturas dos mesmos, em uma quantidade de 1% a 25%, em peso com base no peso total da composição.