



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

(11) PI 1001847-6 B1



(22) Data do Depósito: 07/06/2010

(45) Data de Concessão: 15/10/2019

(54) Título: PROCESSO PARA PRODUZIR UMA EMULSÃO DE RESINA DE TONER

(51) Int.Cl.: G03G 9/08; G03G 9/087; C08J 3/02; C08L 67/00.

(30) Prioridade Unionista: 08/06/2009 US 12/480,058.

(73) Titular(es): XEROX CORPORATION.

(72) Inventor(es): ZHAOYANG OU; ROBERT D. BAYLEY; ZHEN LAI; RASHID MAHMOOD; DAVID R. KURCEBA; JOHN ABATE; SHIGANG S. QIU; CHIEH-MIN CHENG.

(57) Resumo: TONER E PROCESSO PARA PRODUZIR UMA EMULSÃO DE RESINA. A presente invenção refere-se a um processo e sistema para a produção de uma emulsão de resina adequar para uso na formação de partículas de toner incluindo um agente antiespumante livre de silicone para controlar a espuma durante a formação de uma dispersão de poliéster

Relatório Descritivo da Patente de Invenção para "**PROCESSO PARA PRODUZIR UMA EMULSÃO DE RESINA DE TONER**".

CAMPO TÉCNICO

A presente invenção refere-se aos processos para a produção
5 de emulsões de resina úteis em toners de produção. Mais especificamente, a presente descrição diz respeito aos processos eficientes em energia para a extração de solvente na emulsificação de inversão de fase de resinas de poliéster utilizando um agente antiespumante.

ANTECEDENTES

10 Numerosos processos estão dentro da competência daqueles versados na técnica para a preparação de toners. A agregação de emulsão (EA) é um tal método. Os toners de agregação de emulsão podem ser usados na formação de imagens impressas e/ou xerográficas. As técnicas de agregação de emulsão pode envolver a formação de um látex de emulsão
15 das partículas de resina mediante o aquecimento da resina usando uma polimerização de emulsão por batelada ou semicontínua, como descrito, por exemplo, na Patente US nº 5.853.943, cuja descrição é por meio desta incorporada por referência em sua totalidade. Outros exemplos de processos de emulsão/agregação/coalescentes para a preparação de toners são ilus-
20 trados nas Patentes US nºs 5.902.710; 5.910.387; 5.916.725; 5.919.595; 5.925.488. 5.977.210; 5.994.020, e Publicação do Pedido de Patente U.S. no. 2008/117989, cujas descrições de cada uma são por meio desta incorporadas por referência em sua totalidade.

Os toners de fusão ultra baixa (ULM) de poliéster foram prepa-
25 dos utilizando resinas de poliéster amorfas e cristalinas, por exemplo, na Publicação do Pedido de Patente U.S. no. 2008/015027, cuja descrição é por meio desta incorporada por referência em sua totalidade. A incorporação dos mesmos poliésteres no toner geralmente requer que eles em primeiro lugar sejam formulados em emulsões de látex preparadas por processos de
30 batelada contendo solvente, por exemplo, solvente de emulsificação rápida e/ou emulsificação de inversão de fase com base em solvente (PIE), que consome tempo e energia.

Na PIE, as resinas de poliéster podem ser convertidas em uma dispersão aquosa mediante a dissolução da resina de poliéster em pelo menos um solvente orgânico que depois necessita ser removido, algumas vezes referido como extraído, através de um processo de destilação a vácuo com relação aos assuntos de segurança e ambientais. No entanto, devido tanto à presença de quantidades grandes de solventes quanto a um fenômeno de espumação prejudicial, isto é, formação de espuma espessa e de longa duração dentro do reator de destilação, a extração de solvente se tornou uma etapa de intensa energia e de consumo de tempo na PIE e pode levar à perda do produto. Por exemplo, em uma produção em escala de 1,13 m³ (300 galões), leva cerca de 6 horas e temperaturas suaves para produzir a dispersão polimérica enquanto que a extração de solvente pode levar até 30 horas sob alta temperatura e vácuo elevado. Para impedir qualquer espuma de transbordamento do líquido em ebulição (perda de produto), o nível de vácuo e a temperatura do reator podem ser diminuídos até o ponto onde a eficiência de extração do solvente seja extremamente baixa.

Consequentemente, seria vantajoso fornecer um processo para a preparação de uma dispersão de poliéster adequada para uso em um produto de toner que fosse mais eficiente, leva-se menos tempo, com controle de espuma, e resulte em um produto de toner consistente.

SUMÁRIO

Um toner é fornecido o qual inclui pelo menos uma resina de poliéster em um solvente orgânico; um agente de inversão de solvente; um agente de neutralização; um agente antiespumante livre de silicone; e um ou mais ingredientes adicionais de uma composição de toner.

A presente descrição descreve um processo que inclui o contato de pelo menos uma resina de poliéster que possui grupos de ácido com um solvente orgânico para formar uma mistura de resina; aquecimento da mistura de resina para uma temperatura desejada; adição de pelo menos um agente de inversão de solvente na mistura; neutralização da mistura de resina com um agente de neutralização; e introdução de um agente antiespumante livre de silicone na mistura de resina.

Em um outro aspecto da presente descrição, um processo é fornecido que inclui o contato de pelo menos uma resina de poliéster com um solvente orgânico para formar uma mistura; o aquecimento da mistura para uma temperatura desejada; a diluição da mistura para uma concentração
5 desejada mediante a adição de pelo menos um agente de inversão de solvente para formar uma mistura diluída; a mistura de uma solução aquosa de agente de neutralização com a mistura diluída; a adição de água por gotejamento à mistura diluída até que a inversão de fase ocorra para formar uma
10 mistura de fase invertida; a adição de um agente antiespumante livre de silicose em quantidades com incremento à mistura de fase invertida; e a remoção dos solventes da mistura de fase invertida.

DESCRIÇÃO DETALHADA

As descrições anteriores citadas acima descrevem processos para a produção de uma dispersão de poliéster com PIE. No entanto, a produção destas dispersões por PIE, utilizando um processo eficiente de extração de solvente sem a formação de espuma espessa e de longa duração,
15 não foi explorada.

A presente descrição inclui o uso de um agente desespumante, às vezes também referido aqui como um agente antiespumante, para uma emulsificação de inversão de fase com base em solvente mais eficiente de poliésteres. Estes poliésteres, por sua vez, podem ser utilizados para a preparação de toners de poliéster de fusão ultrabaixa. A presente descrição fornece processos para a formação de uma dispersão de poliéster com menos espumação e perda de produto, e tempos de destilação mais baixos. Nas
20 modalidades, um toner da presente descrição pode incluir pelo menos uma resina de poliéster em um solvente orgânico; um agente de inversão de solvente; um agente de neutralização; um agente antiespumante livre de silicose; e um ou mais ingredientes adicionais de uma composição de toner.

Nas modalidades, um processo da presente descrição pode incluir o contato de pelo menos uma resina de poliéster que possui grupos de ácido com um solvente orgânico para formar uma mistura de resina; o aquecimento da mistura de resina para uma temperatura desejada; a adição de
30

pelo menos um agente de inversão de solvente na mistura; a neutralização da mistura de resina com um agente de neutralização; e a introdução de um agente antiespumante livre de silicone na mistura de resina.

A presente descrição também fornece processos para a produção de uma dispersão de poliéster para uso na fabricação de um toner. Nas modalidades, um processo da presente descrição inclui o contato de pelo menos uma resina de poliéster com um solvente orgânico para formar uma mistura; o aquecimento da mistura para uma temperatura desejada; a diluição da mistura para uma concentração desejada mediante a adição de pelo menos um agente de inversão de solvente para formar uma mistura diluída; a mistura de uma solução aquosa de agente de neutralização com a mistura diluída; a adição de água por gotejamento à mistura diluída até que a inversão de fase ocorra para formar uma mistura de fase invertida; a adição de um agente antiespumante livre de silicone em quantidades com incremento à mistura de fase invertida; e a remoção dos solventes da mistura de fase invertida.

Resinas

Qualquer resina pode ser utilizada na presente descrição. Nas modalidades, as resinas podem ser uma resina amorfa, uma resina cristalina, e/ou uma combinação destas. Em outras modalidades, a resina pode ser uma resina de poliéster, incluindo as resinas descritas nas Patentes US nºs 6.593.49 e 6.756.176, cujas descrições de cada uma são por meio desta incorporadas por referência em sua totalidade. As resinas adequadas também podem incluir uma mistura de uma resina de poliéster amorfa e uma resina de poliéster cristalina como descrito na Patente US nº 6.83.860, cuja descrição é por meio desta incorporada por referência em sua totalidade.

Nas modalidades, a resina pode ser uma resina de poliéster formada pela reação de um diol com um diácido na presença de um catalisador opcional. Para a formação de um poliéster cristalino, os dióis orgânicos adequados incluem dióis alifáticos com cerca de 2 a cerca de 36 átomos de carbono, tais como 1,2-etanodiol, 1,3-propanodiol, 1,4-butanodiol, 1,5-pentanodiol, 2,2-dimetilpropano-1,3-diol, 1,6-hexanodiol, 1,7-heptanodiol,

1,8-octanodiol, 1,9-nonanodiol, 1,10-decanodiol, 1,12-dodecanodiol e similares incluindo seus isômeros estruturais. O diol alifático pode ser, por exemplo, selecionado em uma quantidade de cerca de 40 a cerca de 60 por cento em mol, nas modalidades de cerca de 42 a cerca de 55 por cento em mol, nas modalidades de cerca de 45 a cerca de 53 por cento em mol, e um segundo diol pode ser selecionado em uma quantidade de cerca de 0 a cerca de 10 por cento em mol, nas modalidades de cerca de 1 a cerca de 4 por cento em mol da resina.

Exemplos de diácidos ou diésteres orgânicos incluindo diácidos vinílicos ou diésteres vinílicos selecionados para a preparação das resinas cristalinas incluem ácido oxálico, ácido succínico, ácido glutárico, ácido adípico, ácido subérico, ácido azeláico, ácido sebácico, ácido fumárico, fumarato de dimetila, itaconato de dimetila, cis, 1,4-diacetóxi-2-buteno, fumarato de dietila, maleato de dietila, ácido ftálico, ácido isoftálico, ácido tereftálico, ácido naftaleno-2,6-dicarboxílico, ácido naftaleno-2,7-dicarboxílico, ácido cicloexano dicarboxílico, ácido malônico e ácido mesacônico, um diéster ou anidrido dos mesmos. O diácido orgânico pode ser selecionado em uma quantidade de, por exemplo, nas modalidades, cerca 40 a cerca de 60 por cento em mol, nas modalidades de cerca de 42 a cerca de 52 por cento em mol, nas modalidades de cerca de 45 a cerca de 50 por cento em mol, e um segundo diácido pode ser selecionado em uma quantidade de cerca de 0 a cerca de 10 por cento em mol da resina.

Exemplos de resinas cristalinas incluem poliésteres, poliamida, poli-imidas, poliolefinas, polietileno, polibutileno, poli-isobutirato, copolímeros de etileno-propileno, copolímeros de acetato de etileno vinila, polipropileno, misturas dos mesmos, e similares. As resinas cristalinas específicas podem ser baseadas em poliéster, tais como poli(etileno adipato), poli(propileno adipato), poli(butileno adipato), poli(pentileno adipato), poli(hexileno adipato), poli(octileno adipato), poli(etileno succinato), poli(propileno succinato), poli(butileno succinato), poli(pentileno succinato), poli(hexileno succinato), poli(octileno succinato), poli(etileno sebacato), poli(propileno sebacato), poli(butileno sebacato), poli(pentileno sebacato), poli(hexileno sebacato), po-

li(octileno sebacato), poli(decileno sebacato), poli(decileno decanoato), poli(etileno decanoato), poli(etileno dodecanoato), poli(nonileno sebacato), poli(nonileno decanoato), copoli(etileno fumarato)-copoli(etileno sebacato), copoli(etileno fumarato)-copoli(etileno decanoato), copoli(etileno fumarato)-copoli(etileno dodecanoato), copoli(2,2-dimetilpropano-1,3-diol-decanoato)-copoli(nonileno decanoato), poli(octileno adipato). Exemplos de poliamidas incluem poli(etileno adipamida), poli(propileno adipamida), poli(butileno adipamida), poli(pentileno adipamida), poli(hexileno adipamida), poli(octileno adipamida), poli(etileno succinimida) e poli(propileno sebacamida). Exemplos de poli-imidas incluem poli(etileno adipimida), poli(propileno adipimida), poli(butileno adipimida), poli(pentileno adipimida), poli(hexileno adipimida), poli(octileno adipimida), poli(etileno succinimida) e poli(propileno succinimida), e poli(butileno succinimida).

A resina cristalina pode estar presente, por exemplo, em uma quantidade de cerca de 5 a cerca de 50 por cento em peso dos componentes de toner, nas modalidades de cerca de 10 a cerca de 35 por cento em peso dos componentes de toner. A resina cristalina pode possuir vários pontos de fusão, por exemplo, de cerca de 3°C a cerca de 120 °C, nas modalidades de cerca de 50°C a cerca de 90 °C. A resina cristalina pode ter um peso molecular médio numérico (M_n), como medido pela cromatografia de permeação de gel (GPC), por exemplo, de cerca de 1.000 a cerca de 50.000, nas modalidades de cerca de 2.000 a cerca de 25.000, e um peso molecular médio ponderado (M_p), por exemplo, de cerca de 2.000 a cerca de 100.000, nas modalidades de cerca de 3.000 a cerca de 80.000, como determinado pela Cromatografia de Permeação de Gel usando padrões de poliestireno. A distribuição de peso molecular (M_p/M_n) da resina cristalina pode ser, por exemplo, de cerca de 2 a cerca de 6, nas modalidades de cerca de 3 a cerca de 4.

Exemplos de diácidos ou diésteres incluindo diácidos vinílicos ou diésteres vinílicos utilizados para a preparação de poliésteres amorfos incluem ácidos ou diésteres dicarboxílicos tais como ácido tereftálico, ácido ftálico, ácido isoftálico, ácido fumárico, ácido trimelítico, fumarato de dimetila,

itaconato de dimetila, cis, 1,4-diacetóxi-2-buteno, fumarato de dietila, maleato de dietila, ácido maleico, ácido succínico, ácido itacônico, ácido succínico, anidrido succínico, ácido dodecilsuccínico, anidrido dodecilsuccínico, ácido glutárico, anidrido glutárico, ácido adípico, ácido pimélico, ácido subérico, ácido azeláico, dodecanodiácido, tereftalato de dimetila, tereftalato de dietila, dimetilisoftalato, dietilisoftalato, dimetilftalato, anidrido ftálico, dietilftalato, dimetilsuccinato, dimetilfumarato, dimetilmaleato, dimetilglutarato, dimetiladipato, dodecilsuccinato de dimetila, e combinações dos mesmos.

Os diácidos ou diésteres orgânicos podem estar presentes, por exemplo, em uma quantidade de cerca de 40 a cerca de 60 por cento em mol da resina, nas modalidades de cerca de 42 a cerca de 52 por cento em mol da resina, nas modalidades de cerca de 45 a cerca de 50 por cento em mol da resina.

Exemplos de dióis que podem ser utilizados na geração de poliéster amorfo incluem 1,2-propanodiol, 1,3-propanodiol, 1,2-butanodiol, 1,3-butanodiol, 1,4-butanodiol, pentanodiol, hexanodiol, 2,2-dimetilpropanodiol, 2,2,3-trimetilexanodiol, heptanodiol, dodecanodiol, bis(hidroxietyl)bisfenol A, bis(2-hidroxi-propila) bisfenol A, 1,4-cicloexanodimetanol, 1,3-cicloexanodimetanol, xilenodimetanol, cicloexanodiol, dietileno glicol, bis(2-hidroxietyl) óxido, dipropileno glicol, dibutileno, e combinações dos mesmos. A quantidade de dióis orgânicos selecionados pode variar, e podem estar presentes, por exemplo, em uma quantidade de cerca 40 a cerca de 60 por cento em mol da resina, nas modalidades de cerca de 42 a cerca de 55 por cento em mol da resina, nas modalidades de cerca de 45 a cerca de 53 por cento em mol da resina.

Nas modalidades, as resinas amorfas adequadas incluem poliésteres, poliamidas, poli-imidas, poliolefinas, polietileno, polibutileno, poliisobutirato, copolímeros de etileno propileno, copolímeros de acetato de etileno vinila, polipropileno, combinações dos mesmos, e similares.

Os catalisadores de policondensação que podem ser utilizados na formação dos poliésteres cristalinos ou amorfos incluem titanatos de tetra-alquila, óxidos de dialquilestanho tais como óxido de dibutilestanho, tetra-

alquilestanhos tais como dilaurato de dibutilestanho, e hidróxidos de óxido de dialquilestanho tais como hidróxido de óxido de butilestanho, alcóxidos de alumínio, zinco de alquila, zinco de dialquila, óxido de zinco, óxido estanoso, ou combinações dos mesmos. Tais catalisadores podem ser utilizados em
5 quantidade de, por exemplo, cerca de 0,01 por cento em mol a cerca de 5 por cento em mol com base no diácido ou diéster de partida usado para gerar a resina de poliéster.

Nas modalidades, como observado acima, uma resina de poliéster amorfo insaturado pode ser utilizada como uma resina de látex. Exemplos de tais resinas incluem aqueles descritos na Patente US nº 6.063.827,
10 cuja descrição é por meio desta incorporada por referência em sua totalidade. As resinas de poliéster amorfo insaturado exemplares incluem, mas não são limitadas a estas, poli(cofumarato de bisfenol propoxilado), poli(cofumarato de bisfenol etoxilado), poli(cofumarato de bisfenol butoxilado),
15 poli(cofumarato de bisfenol co-propoxilado bisfenol coetoxilado), poli(fumarato de 1,2-propileno), poli(co-maleato de bisfenol butiloxilado), poli(co-maleato de bisfenol co-propoxilado bisfenol coetoxilado), poli(maleato de 1,2-propileno), poli(co-itaconato de bisfenol propoxilado), poli(co-itaconato de bisfenol etoxilado), poli(co-itaconato de bisfenol butiloxilado), poli(co-itaconato de bisfenol co-propoxilado bisfenol coetoxilado), poli(itaconato de
20 1,2-propileno), e combinações dos mesmos.

Nas modalidades, uma resina de poliéster adequada pode ser um poliéster amorfo tal como um resina de poli(cofumarato de bisfenol A propoxilado) tendo a seguinte fórmula (I):
25 (copiar a Fórmula (I) da página 10)
em que m pode ser de cerca de 5 a cerca de 1000. Exemplos de tais resinas e processos para a sua produção incluem aqueles descritos na Patente US nº 6.063.827, cuja descrição é por meio desta incorporada por referência em sua totalidade.

30 Um exemplo de uma resina de fumarato de bisfenol A propoxilado linear que pode ser utilizada com uma resina de látex é disponível sob o nome comercial SPARII da Resana S/A Indústrias Químicas, São Paulo,

Brasil. Outras resinas de fumarato de bisfenol A propoxilado que podem ser utilizadas e são comercialmente disponíveis incluem GTUF e FPESL-2 da Kao Corporation, Japan, e EM181635 da Reichhold, Research Triangle Park, North Carolina, e outras mais.

5 As resinas cristalinas adequadas que podem ser utilizadas, opcionalmente em combinação com uma resina amorfa como descrito acima, incluem aquelas divulgadas na Publicação do Pedido de Patente U.S. no. 2006/0222991, cuja descrição é por meio desta incorporada por referência em sua totalidade. Nas modalidades, uma resina cristalina adequada pode
10 incluir uma resina formada de etileno glicol e uma mistura de co-monômeros de ácido dodecanodioico e ácido fumárico com a seguinte fórmula:
(copiar a Fórmula (II) da página 11)
em que b é de cerca de 5 a cerca de 2000 e d é de cerca de 5 a cerca de 2000.

15 Por exemplo, nas modalidades, uma resina de poli(cofumarato de bisfenol A propoxilado) de fórmula I como descrito acima pode ser combinada com uma resina cristalina de fórmula II para formar uma emulsão de látex.

20 A resina amorfa pode estar presente, por exemplo, em uma quantidade de cerca de 30 a cerca de 90 por cento em peso dos componentes de toner, nas modalidades de cerca de 40 a cerca de 80 por cento em peso dos componentes de toner. Nas modalidades, a resina amorfa ou combinação de resinas amorfas utilizadas no látex pode ter uma temperatura de transição vítrea de cerca de 30°C a cerca de 80 °C, nas modalidades de cerca de 35°C a cerca de 70 °C. Em outras modalidades, as resinas combinadas utilizadas no látex podem ter uma viscosidade de fusão de cerca de 10 a
25 cerca de 1.000.000 Pa*s ao redor de 130 °C, nas modalidades de cerca de 50 a cerca de 100.000 Pa*s.

30 Uma, duas ou mais resinas podem ser usadas. Nas modalidades, onde duas ou mais resinas forem usadas, as resinas podem estar em qualquer relação (por exemplo, relação de peso) tal como, por exemplo, de cerca de 1% (primeira resina)/99% (segunda resina) a cerca de 99% (primei-

ra resina)/1% (segunda resina), nas modalidades de cerca de 10% (primeira resina)/90% (segunda resina) a cerca de 90% (primeira resina)/10% (segunda resina). Onde a resina inclui uma resina amorfa e uma resina cristalina, a relação de peso das duas resinas pode ser de cerca de 99% (resina amorfa) : 1% (resina cristalina), a cerca de 1% (resina amorfa) : 90% (resina cristalina).

Nas modalidades a resina pode possuir grupos de ácido que, nas modalidades, podem estar presentes no terminal da resina. Os grupos de ácido que podem estar presentes incluem grupos de ácido carboxílico, e similares. O número de grupos de ácido carboxílico pode ser controlado mediante o ajuste dos materiais utilizados para formar a resina e condições de reação.

Nas modalidades, a resina pode ser uma resina de poliéster tendo um número de ácido de cerca de 2 mg KOH/g de resina a cerca de 200 mg KOH/g de resina, nas modalidades de cerca de 5 mg KOH/g de resina para cerca de 50 mg KOH/g de resina. A resina contendo ácido pode ser dissolvida em solução de tetraidrofurano. O número de ácido pode ser detectado por titulação com solução de KOH/metanol contendo fenolftaleína como o indicador. O número de ácido pode depois ser calculado com base na quantidade equivalente de KOH/metanol requerida para neutralizar todos os grupos de ácido na resina identificada como o ponto final da titulação.

Solvente

Qualquer solvente orgânico adequado pode ser usado para dissolver a resina, por exemplo, alcoóis, ésteres, éteres, cetonas, aminas, os similares, e combinações dos mesmos, em uma quantidade, por exemplo, de cerca de 1% em peso a cerca de 100% em peso de resina, nas modalidades, de cerca de 10% a cerca de 90%, nas modalidades, de cerca de 25% a cerca de 85%.

Nas modalidades, os solventes orgânicos adequados incluem, por exemplo, metanol, etanol, propanol, isopropanol, butanol, acetato de etila, cetona metil etílica, e similares, e combinações dos mesmos. Nas modalidades, o solvente orgânico pode ser imiscível em água e pode ter um ponto

de ebulição de cerca de 30°C a cerca de 120°C.

Qualquer solvente orgânico adequado observado mais acima também pode ser usado como um agente de inversão de fase ou solvente, e pode ser utilizado em uma quantidade de cerca de 1% em peso a cerca de 5 25% em peso da resina, nas modalidades de cerca de 5% em peso a cerca de 20% em peso.

Agentes de neutralização

Assim que obtida, a resina pode ser misturada em uma temperatura elevada, com uma base altamente concentrada ou agente de neutrali- 10 zação adicionado a esta. Nas modalidades, a base pode ser um sólido ou adicionada na forma de uma solução altamente concentrada.

Nas modalidades, o agente de neutralização pode ser usado para neutralizar grupos de ácido nas resinas, assim um agente de neutrali- 15 zação aqui também pode ser referido como um "agente de neutralização básico". Qualquer agente de neutralização básico adequado pode ser usado de acordo com a presente descrição. Nas modalidades, os agentes de neu- 20 tralização básicos adequados podem incluir tanto agentes básicos inorgânicos quanto agentes básicos orgânicos. Os agentes básicos adequados podem incluir hidróxido de amônio, hidróxido de potássio, hidróxido de sódio, carbonato de sódio, bicarbonato de sódio, hidróxido de lítio, carbonato de potássio, organoaminas tais como trietil amina, combinações dos mesmos, e similares.

Nas modalidades, uma emulsão de látex pode ser formada de acordo com a presente descrição que também pode incluir uma pequena 25 quantidade de água, nas modalidades, água desionizada (DIW), em quantidades de cerca de 1% a cerca de 10% de peso da resina, nas modalidades, de cerca de 3% a cerca de 7%, em temperatura que fundem ou amolecem a resina, de cerca de 0,5% a cerca de 5%, nas modalidades de cerca de 0,7% a cerca de 3%.

30 O agente básico pode ser utilizado de modo que esteja presente em uma quantidade de cerca de 0,001% em peso a 50% em peso da resina, nas modalidades de cerca de 0,01% em peso a cerca de 25% em peso da

resina, nas modalidades de cerca de 0,1% em peso a 5% em peso da resina. Nas modalidades, o agente de neutralização pode ser adicionado na forma de uma solução aquosa.

5 Um agente de neutralização sólido pode ser adicionado em uma quantidade de cerca de 0,1 grama a cerca de 2 gramas, nas modalidades de cerca de 0,5 grama a cerca de 1,5 grama.

Utilizando o agente de neutralização básico acima em combinação com uma resina que possui grupos de ácido, uma relação de neutralização de cerca de 50% a cerca de 300% pode ser alcançada, nas modalidades de cerca de 70% a cerca de 200%. Nas modalidades, a relação de neutralização pode ser calculada usando a seguinte equação:

10 Relação de neutralização em uma quantidade equivalente de 10% NH_3 /resina(g)/valor de ácido da resina/0,303*100.

Como observado acima, o agente de neutralização básico pode ser adicionado a uma resina que possui grupos de ácido. A adição do agente de neutralização básico pode assim elevar o pH de uma emulsão que inclui uma resina que possui grupos de ácido de cerca de 5 a cerca de 12, nas modalidades, de cerca de 6 a cerca de 11. A neutralização dos grupos de ácido pode, nas modalidades, intensificar a formação da emulsão.

20 Tensoativos

Nas modalidades, o processo da presente descrição pode incluir a adição de um tensoativo na resina, antes ou durante a mistura em uma temperatura elevada, desse modo intensificando a formação da emulsão de fase invertida. Nas modalidades, o tensoativo pode ser adicionado antes da mistura da resina em uma temperatura elevada. Nas modalidades, o tensoativo pode ser adicionado antes, durante ou após a adição do agente básico. Nas modalidades, o tensoativo pode ser adicionado após o aquecimento com a adição de água para formar o látex de fase invertida. Onde utilizada, uma emulsão de resina pode incluir um, dois ou mais tensoativos. Os tensoativos podem ser selecionados de tensoativos iônicos e tensoativos não-iônicos. Os tensoativos não-iônicos e tensoativos catiônicos são incluídos pelo termo "tensoativos iônicos". Nas modalidades, o tensoativo pode ser

adicionado como um sólido ou como uma solução altamente concentrada com uma concentração de cerca de 10% a cerca de 100% (tensoativo puro) em peso, nas modalidades, de cerca de 15% a cerca de 75% em peso. Nas modalidades, o tensoativo pode ser utilizado de modo que esteja presente em uma quantidade de cerca de 0,01% a cerca de 20% em peso da resina, nas modalidades, de cerca de 0,1% a cerca de 10% em peso da resina, em outras modalidades, de cerca de 1% a cerca de 8% em peso da resina. Nas modalidades, o tensoativo pode ser adicionado como um sólido de cerca de 1 grama a cerca de 20 gramas, nas modalidades, de cerca de 3 gramas a cerca de 12 gramas.

Os tensoativos aniônicos que podem ser utilizados incluem sulfatos e sulfonatos, dodecilsulfato de sódio (SDS), dodecilbenzeno sulfonato de sódio, dodecilnaftaleno sulfato de sódio, sulfatos e sulfonatos de dialquil benzenoalquila, ácidos tais como ácido abético disponível da Aldrich, NEOGEN R®, NEOGEN SC® obtidos da Daiichi Kogyo Seiyaku, combinações dos mesmos, e similares. Outros tensoativos aniônicos adequados incluem, nas modalidades, DOWFAX® 2A1, um dissulfonato de alquildifenilóxido da The Dow Chemical Company, e/ou TAYCA POWER BN2060 da Tayca Corporation (Japan), que são sulfonatos de dodecil benzeno de sódio ramificados. Combinações dos mesmos tensoativos e qualquer um dos tensoativos aniônicos anteriores podem ser utilizados nas modalidades.

Exemplos dos tensoativos catiônicos, que são geralmente positivamente carregados, incluem, por exemplo, cloreto de alquilbenzil dimetil amônio, cloreto de dialquil benzenoalquil amônio, cloreto de lauril trimetil amônio, cloreto de alquilbenzil metil amônio, brometo de alquil benzil dimetil amônio, cloreto de benzalcônio, brometo de cetil piridínio, brometos de trimetil amônio C₁₂, C₁₅, C₁₇, sais de haleto de polioxietilalquilaminas quaternizadas, cloreto de dodecilbenzil trietil amônio, MIRAPOL® E ALKAQUAT®, disponível da Alkaril Chemical Company, SANIZOL® (cloreto de benzalcônio), disponível da Kao Chemicals, e similares, e suas misturas.

Exemplos de tensoativos não-iônicos que podem ser utilizados para os processos aqui ilustrados incluem, por exemplo, ácido poliacrílico,

metalose, metil celulose, etil celulose, propil celulose, hidróxi etil celulose, carbóxi metil celulose, éter polioxietileno cetílico, éter polioxietileno laurílico, éter polioxietileno octílico, éter polioxietileno octilfenílico, éter polioxietileno oleílico, monolaurato de polioxietileno sorbitano, éter polioxietileno estearílico, éter polioxietileno nonilfenílico, dialquilfenóxi poli(etilenoóxi) etanol, disponível da Rhone Poulenc 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 8970®, Outros exemplos de tensoativos não-iônicos adequados podem incluir um copolímero de bloco de óxido de polietileno e óxido de polipropileno, incluindo aqueles comercialmente disponíveis como SYNPERONIC PE/F, nas modalidades SYNPERONIC PE/F 108. Combinações dos mesmos tensoativos e qualquer um dos tensoativo não-iônicos anteriores podem ser utilizadas nas modalidades.

Agente antiespumante/Desespumante

15 Nas modalidades, o processo da presente descrição pode incluir a adição de um agente antiespumante ou desespumante na fase invertida ou mistura de resina. O controle de espuma melhora a eficiência e economia para a produção de dispersões de poliéster. Os desespumantes podem ser usados para suprimir a formação e captura das espumas (bolhas de ar) durante a formação do poliéster. Nas modalidades, o agente antiespumante livre de silicone pode ser adicionado na mistura de resina em quantidades de cerca de 325 ppm a cerca de 2500 ppm com base na quantidade de resina seca nas modalidades de cerca de 500 ppm a cerca de 2000 ppm com base na quantidade de resina seca.

25 Nas modalidades, os desespumantes podem ser produzidos de substâncias altamente hidrofóbicas, por exemplo, óleos minerais e de silicone. Embora o óleo de silicone possa ser usado como um desespumante, a presença de óleo de silicone pode ter efeitos nocivos sobre o desempenho final do toner. Portanto, a escolha de desespumante para as dispersões de poliéster pode ser limitada aos tipos livres de silicone. Os agentes antiespumantes adequados que podem ser utilizados para os processos e toners da presente descrição podem incluir quaisquer subprodutos líquidos de hidro-

30

carboneto de petróleo tais como, por exemplo, óleo mineral.

Nas modalidades, os agentes antiespumantes adequados que podem ser utilizados podem incluir óleos vegetais hidrogenados e não-hidrogenados extraídos de plantas, incluindo óleo de coco, óleo de milho, 5 óleo de algodão, óleo de oliva, óleo de palma, óleo de semente de colza, óleo de amêndoa, óleo de caju, óleo de avelã, óleo de macadâmia, óleo de mongongo, óleo de pinhão, óleo de pistache, óleo de noz, óleo de cabaça, óleo de cabaça de búfalo, óleo de semente de abóbora, óleo de semente de melancia, óleo de açaí, óleo de semente de groselha preta, óleo de semente 10 de borragem, óleo de onagra, óleo de alfarroba, óleo de amaranto, óleo de damasco, óleo de semente de maçã, óleo de argan, óleo de alcachofra, óleo de abacate, óleo de babaçu, óleo de bem, óleo de sebo, óleo de castanha, manteiga de cacau, óleo de algaroba, óleo de cardo, óleo de semente de papoula, óleo de *cohune*, óleo de *dika*, óleo falso de linhaça, óleo de semente 15 de linhaça, óleo de semente de uva, óleo de cânhamo, óleo de semente de sumaúma, óleo de *lallemantia*, óleo de marula, óleo de semente de *meadowfoam*, óleo de mostarda, manteiga de noz-moscada, óleo de noz-moscada, óleo de semente de quiabo (óleo de semente de hibisco), óleo de semente de mamão, óleo de semente de *perilla*, óleo de pequi, óleo de pinhão, óleo de semente de papoula, óleo de semente de ameixa, óleo de qui- 20 noa, óleo de *ramtil*, óleo de farelo de arroz, óleo de *royle*, óleo de *sacha inchi*, óleo de chá (óleo da camélia), óleo de cardo, óleo de semente de tomate, e óleo de gérmen de trigo, combinações dos mesmos, e similares.

Nas modalidades, os agentes antiespumantes adequados ou 25 desespumantes que podem ser utilizados para os processos e toners da presente descrição incluem homo- e copolímeros hidrofóbicos do tipo oligomérico de peso molecular baixo produzidos de éteres, éteres vinílicos, ésteres, ésteres vinílicos, cetonas, vinilpiridina, vinilpirrolidona, fluorocarbonos, amidas e imidas, cloretos de vinilideno, estirenos, carbonatos, acetáis de 30 vinila e acrílicos, combinações dos mesmos, e similares.

Nas modalidades, após a mistura com soluções aquosas, o desespumante pode formar pequenas gotículas e espontaneamente dispersar

sobre as películas aquosas na interface ar/água das bolhas (parte da espuma). As gotículas desespumantes rapidamente dispersam sobre a camada de película e, acopladas com fortes ações desumectantes, adelgaçam a camada de película, causando a ruptura da película. Para facilitar tal ruptura da

5 película, partículas de sílica defumada hidrofóbica de tamanho micron podem frequentemente ser adicionadas a uma formulação desespumante. As partículas de sílica hidrofóbica podem se reunir na interface ar/água junto das gotículas de óleo. Quando a camada de película adelgaça mediante a dispersão das gotículas de óleo, as partículas de sílica irregulares afiadas

10 podem ajudar a perfurar a película e a espuma como um todo. A combinação de óleo hidrofóbico e partícula de sílica sólida pode assim aumentar a potência desespumante total.

A quantidade de agente antiespumante presente nas partículas de toner é de cerca de 0,001% em peso a cerca de 0,1% em peso, nas modalidades, de cerca de 0,003% em peso a cerca de 0,06% em peso, em outras modalidades, de cerca de 0,005% em peso a cerca de 0,04% em peso.

15

Nas modalidades, um agente antiespumante pode incluir, por exemplo, TEGO FOAMEX 830®, comercialmente disponível da Evonik Co, que inclui óleo mineral com partículas de sílica de tamanho micron dispersas

20 tendo suas superfícies modificadas com moléculas de poliéter hidrofóbicas. Nas modalidades, o peso total das partículas de sílica na formulação de desespumante pode ser menor do que 3%. As partículas tanto de óleo mineral quanto de sílica podem ajudar a controlar a formulação de espuma. Além disso, o óleo mineral também pode ser parcialmente destilado durante o curso da destilação, o que alivia seu impacto potencial sobre as partículas

25 de toner. Tais desespumantes podem potencialmente ajudar a suprimir a espumação e podem permitir uma extração de solvente muito mais eficiente na PIE por destilação a vácuo. Conseqüentemente, o processo de destilação total também pode prosseguir mais tranquila e limpamente sem a formação

30 de espumas espessas e de longa duração, reduzindo a perda do produto devido ao salpico de ebulição de espuma sobre e na parede.

Processamento

Como observado acima, o presente processo inclui a mistura de pelo menos uma resina em uma temperatura elevada, na presença de um solvente orgânico. Mais do que uma resina pode ser utilizada, A resina pode ser uma resina amorfa, uma resina cristalina, ou uma combinação destas.

5 Nas modalidades, a resina pode ser uma resina amorfa e a temperatura elevada pode ser uma temperatura acima da temperatura de transição vítrea da resina. Em outras modalidades, a resina pode ser uma resina cristalina e a temperatura elevada pode ser uma temperatura acima do ponto de fusão da resina. Em outras modalidades, a resina pode ser uma mistura de resinas

10 amorfas e cristalinas e a temperatura pode estar acima da temperatura de transição vítrea da mistura.

Assim, nas modalidades, o processo de fabricação da emulsão pode incluir o contato de pelo menos uma resina com um solvente orgânico, o aquecimento da mistura de resina para uma temperatura elevada, agitação

15 da mistura, e, enquanto se mantém a temperatura na temperatura elevada, adição de um agente de inversão de solvente na mistura de resina para diluir a mistura para uma concentração desejada, a adição de um agente de neutralização para neutralizar os grupos de ácido da resina, e a adição de água por gotejamento na mistura até que a inversão de fase ocorra para formar

20 uma emulsão de látex de fase invertida. Nas modalidades, um agente anti-espumante ou desespumante é adicionado na mistura de resina de fase invertida. Nas modalidades, o agente antiespumante livre de silicone é de forma incremental adicionado à mistura de resina.

No processo de inversão de fase, a resina de poliéster amorfa

25 e/ou cristalina pode ser dissolvida em um solvente orgânico de baixa ebulição, cujo solvente é imiscível em água, tal como acetato de etila, cetona metil etílica, ou qualquer solvente observado mais acima, em uma concentração de cerca de 1% em peso a cerca de 75% em peso de resina em solvente nas modalidades de cerca de 5% em peso a cerca de 60% em peso. A mistura

30 de resina é depois aquecida para uma temperatura de cerca de 25°C a cerca de 90°C, nas modalidades de cerca de 30°C a cerca de 85°C. O aquecimento não necessita ser mantido em uma temperatura constante, mas po-

de ser variada. Por exemplo, o aquecimento pode ser lentamente ou de forma incremental aumentado durante o aquecimento até que uma temperatura desejada seja alcançada.

5 Enquanto a temperatura é mantida na faixa anteriormente mencionada, o agente de inversão de solvente pode ser adicionado na mistura. O agente de inversão de solvente, tal como um álcool como isopropanol, ou qualquer outro agente de inversão de solvente observado mais acima, em uma concentração de cerca de 1% em peso a cerca de 25% em peso da resina, nas modalidades de cerca de 5% em peso a cerca de 2% em peso, 10 pode ser adicionado à mistura de resina aquecida, seguido pela adição por gotejamento de água, ou opcionalmente uma base alcalina, tal como amônia, até que a inversão de fase ocorra (óleo em água).

15 A composição alcalina aquosa e o tensoativo opcional podem ser medidos na mistura aquecida pelo menos até que a inversão de fase seja alcançada. Em outras modalidades, a composição alcalina aquosa e o tensoativo opcional podem ser medidos na mistura aquecida, seguido pela adição de uma solução aquosa, nas modalidades água desionizada, até que a inversão de fase seja alcançada.

20 Nas modalidades, uma emulsão de fase invertida contínua pode ser formada. A inversão de fase pode ser executada mediante a continuação da adição de uma solução alcalina aquosa ou agente básico, as composições opcionais de tensoativo e/ou água criam uma emulsão de fase invertida incluindo uma fase dispersa que inclui gotículas possuindo os ingredientes fundidos da composição de resina, e uma fase contínua incluindo a composição de tensoativo e/ou água. 25

Nas modalidades, um processo da presente descrição pode incluir o aquecimento de um ou mais ingredientes de uma composição de resina em uma temperatura elevada, agitação da composição de resina, e, enquanto se mantém a temperatura na temperatura elevada, adição do agente de base ou neutralização, opcionalmente em uma solução alcalina aquosa, e tensoativo opcional na mistura para intensificar a formação da emulsão que inclui uma fase dispersa e uma fase contínua incluindo a com- 30

posição de resina, e a continuação da adição da solução alcalina aquosa, tensoativo opcional, e/ou água até que a inversão de fase ocorra para formar a emulsão de fase invertida.

5 Como observado acima, de acordo com a presente descrição, um agente de neutralização pode ser adicionado na resina após ter sido misturado em fusão. A adição do agente de neutralização pode ser útil, nas modalidades, onde a resina utilizada possui grupos de ácido. O agente de neutralização pode neutralizar os grupos acídicos da resina, desse modo intensificando a formação da emulsão de fase invertida e formação de partículas
10 adequadas para uso na formação de composições de toner.

Antes da adição, o agente de neutralização pode estar em qualquer temperatura adequada, incluindo a temperatura ambiente de cerca de 20°C a cerca de 25 °C, ou uma temperatura elevada, por exemplo, a temperatura elevada mencionada acima.

15 Nas modalidades, o agente de neutralização pode ser adicionado em uma taxa de cerca de 0,01% em peso a cerca de 10% em peso a cada 10 minutos, nas modalidades de cerca de 0,5% em peso a cerca de 5% em peso a cada 10 minutos, em outras modalidades de cerca de 1% em peso a cerca de 4% em peso a cada 10 minutos. A taxa de adição do agente
20 de neutralização não necessita ser constante, mas pode ser variada.

Nas modalidades, onde o processo ainda inclui a adição de água após a adição do agente de neutralização básico e tensoativo opcional, a água pode ser medida na mistura em uma taxa de cerca de 0,01% em peso a cerca de 10% em peso a cada 10 minutos, nas modalidades de cerca de
25 0,5% em peso a cerca de 5% em peso a cada 10 minutos, em outras modalidades de cerca de 1% em peso a cerca de 4% em peso a cada 10 minutos. A taxa de adição de água não necessita ser constante, mas pode ser variada.

Embora o ponto de inversão de fase possa variar dependendo
30 dos componentes da emulsão, da temperatura de aquecimento, da velocidade de agitação, e outras mais, a inversão de fase pode ocorrer quando o agente de neutralização básico, o tensoativo opcional, e/ou a água forem

adicionados de modo que a resina resultante esteja presente em uma quantidade de cerca de 5% em peso a cerca de 70% em peso da emulsão, nas modalidades de cerca de 20% em peso a cerca de 65% em peso da emulsão, em outras modalidades de cerca de 30% em peso a cerca de 60% em peso da emulsão.

Nas modalidades, um agente antiespumante livre de silicone pode ser adicionado à mistura de resina para reduzir a quantidade de espuma formada durante o processo de inversão de fase. Nas modalidades, o desespumante pode reduzir o tempo de destilação significativamente como descrito mais abaixo.

Como observado mais acima, o desespumante pode alcançar os seus melhores resultados quando aplicado de modo incremental na mistura de resina. Nas modalidades, o desespumante é medido na mistura de resina. O desespumante pode ser medido na mistura em uma taxa de cerca de 5% em peso a cerca de 100% em peso a cada 1 minuto, nas modalidades de cerca de 10% em peso a cerca de 75% em peso a cada 1 minuto, em outras modalidades de cerca de 25% em peso a cerca de 55% em peso a cada 1 minuto. A taxa de adição de desespumante não necessita ser constante, mas pode ser variada.

Nas modalidades, a destilação com agitação do solvente orgânico é executada para fornecer partículas de emulsão de resina com um tamanho médio de diâmetro, por exemplo, nas modalidades, de cerca de 50 nm a cerca de 250 nm, em outras modalidades de cerca de 120 a cerca de 180 nanômetros.

Na inversão de fase, as partículas de resina se tornam emulsificadas e dispersas dentro da fase aquosa. Isto é, uma emulsão de óleo em água das partículas de resina na fase aquosa é formada. A inversão de fase pode ser confirmada, por exemplo, mediante a medição através de qualquer uma das técnicas dentro da competência daqueles versados na técnica.

A inversão de fase pode permitir a formação da emulsão em temperaturas que evitam a reticulação prematura da resina da emulsão.

A agitação pode ser utilizada para intensificar a formação da

emulsão de fase invertida. Qualquer dispositivo de agitação adequado pode ser utilizado. A agitação não necessita ser em uma velocidade constante, mas pode ser variada. Por exemplo, quando o aquecimento da mistura se torna mais uniforme, a taxa de agitação pode ser aumentada. Nas modalidades, a agitação pode ser em cerca de de 10 revoluções por minuto (rpm) a cerca de 5.000 rpm, nas modalidades de cerca de 20 rpm a cerca de 2.000 rpm, em outras modalidades de cerca de 50 rpm a cerca de 1.000 rpm. Nas modalidades, um homogeneizador (isto é, um dispositivo de cisalhamento elevado), pode ser utilizado para formar a emulsão de fase invertida, mas em outras modalidades, o processo da presente descrição pode ocorrer sem o uso de um homogeneizador. Onde utilizado, um homogeneizaro pode operar em uma taxa de cerca de 3.00 rpm a cerca de 10.000 rpm.

Nas modalidades, a preparação de emulsão de poliéster da presente descrição pode incluir a dissolução de pelo menos uma resina em pelo menos um solvente orgânico, o aquecimento da mistura para uma temperatura elevada, a neutralização mediante o uso de um agente de neutralização, sua inversão através da mistura com um agente de inversão de solvente e água, a introdução de um agente antiespumante na mistura de resina e finalmente a destilação do solvente a partir da emulsão. Este processo oferece várias vantagens sobre os processos baseados nos solventes correntes para a formação de emulsões em escala tanto de laboratório quanto industrial.

Nas modalidades, o agente antiespumante ou desespumante pode reduzir o tempo total de destilação do solvente de cerca de 30 horas para cerca de 8 horas, nas modalidades, de cerca de 26 horas para cerca de 10 horas, e em outras modalidades, de cerca de 23 horas para cerca de 12 horas. Sem desespumante, o tempo de destilação pode ser de cerca de 24 horas a cerca de 32 horas, nas modalidades de cerca de 26 horas a cerca de 30 horas. Com desespumante, o tempo de destilação pode ser de cerca de 5 horas a cerca de 10 horas, nas modalidades de cerca de 7 horas a cerca de 9 horas.

O processo da presente descrição para a produção de emulsões

de látex de poliéster usando PIE permite a triagem experimental de alto rendimento, taxas de produção de alto rendimento, elimina ou minimiza o produto consumido, grandemente reduz o tempo para vender a produção de látex, e produz látex com extração de solvente mais eficiente.

5 Seguindo a inversão de fase, tensoativo adicional, água e/ou solução alcalina aquosa podem ser opcionalmente adicionados para diluir a emulsão de fase invertida, embora isto não seja requerido. Seguindo a inversão de fase, a emulsão de fase invertida pode ser esfriada para a temperatura ambiente, por exemplo, de cerca de 20°C a cerca de 25 °C.

10 As partículas de resina emulsificadas no meio aquoso podem ter um tamanho submícron, por exemplo, de cerca de 1 µm ou menos, nas modalidades de cerca de 500 nm ou menos, tal como de cerca de 10 nm a cerca de 500 nm, nas modalidades de cerca de 50 nm a cerca de 400 nm, em outras modalidades de cerca de 100 nm a cerca de 300 nm, em algumas
15 modalidades ao redor de 200 nm. Os ajustes no tamanho de partícula podem ser feitos mediante a modificação da relação das taxas de fluxo água para resina, a relação de neutralização, a concentração de solvente, e a composição de solvente.

 De acordo com a presente descrição, foi observado que os processos aqui podem produzir partículas de resina emulsificadas que retêm as
20 mesmas propriedades de peso molecular da resina de partida, incluindo a carga equivalente e o desempenho de fusão. A utilização de um desespumante nos processos e toners da presente descrição pode resultar em cerca de 30% a cerca de 75% de economias em equipamento mediante o uso de
25 apenas um reator quando comparado com um processo de dois reatores.

 As emulsões de poliéster também podem ter um rendimento elevado de produto mediante a redução da incrustação do reator e aumento da carga do reator. Conseqüentemente, uma dispersão de poliéster purificada com menos solventes residuais é produzida.

30 Toner

 A emulsão assim formada como descrito acima pode ser utilizada para formar composições de toner por qualquer método dentro da compe-

tência daqueles versados na técnica. A emulsão de látex pode ser colocada em contato com um colorante, opcionalmente em uma dispersão, e outros aditivos para formar um toner por um processo adequado, nas modalidades, um processo de agregação e coalescência de emulsão.

5 Nas modalidades, os ingredientes adicionais opcionais de uma composição de toner incluindo colorante, cera e outros aditivos podem ser adicionados antes, durante ou após a mistura de fusão da resina para formar o látex. Os ingredientes adicionais podem ser adicionados antes, durante ou após a formação da emulsão de látex, em que a resina neutralizada é colocada em contato com a água. Em outras modalidades, o colorante pode ser
10 adicionado antes da adição do tensoativo.

Os toners produzidos de acordo com a presente descrição podem possuir excelentes características de carga quando expostos às condições extremas de umidade relativa (RH). A zona de baixa umidade (zona C)
15 pode ser de cerca de 10 °C/15% RH, enquanto a zona de alta umidade (zona A) pode ser de cerca de 28 °C/85% RH. Nas modalidades, a distribuição de carga (q/d) dos toners da presente descrição pode ser de cerca de 3 mm a cerca de 15 mm, nas modalidades de cerca de 5 a cerca de 12 mm, em outras modalidades de cerca de 7,5 mm a cerca de 10,5 mm. Os toners da
20 presente descrição podem possuir uma carga de toner de origem per relação de massa (Q/M) em condições ambientes (zona B) de cerca de 21 °C/50% RH de cerca de 25 µC/g a cerca de 65 µC/g, nas modalidades de cerca de 30 µC/g a cerca de 60 µC/g, em outras modalidades de cerca de 35 µC/g a cerca de 50 µC/g.

25 Colorantes

Como o colorante a ser adicionado, vários colorantes adequados conhecidos tais como tinturas, pigmentos, misturas de tinturas, misturas de pigmentos, misturas de tinturas e pigmentos, e similares, podem ser incluídos no toner. Nas modalidades, o colorante pode ser incluído no toner em
30 uma quantidade de, por exemplo, cerca de 0,1 a cerca de 35% em peso do toner, ou de cerca de 1 a cerca de 15% em peso do toner, ou de cerca de 3 a cerca de 10% em peso do toner.

Como exemplos de colorantes adequados, menção pode ser feita de negro de fumo como REGAL 300® (Cabot), Carbon Black 5250 e 5750 (Columbian Chemicals), Sunspere Carbon Black LHD 9303 (Sun Chemicals); magnetitas, tais como magnetitas Mobay MO8029®, MO8060®; 5 magnetitas Columbian; MAPICO BLACKS® e magnetitas de superfície tratada; magnetitas CB4799®, CB5300®, CB5600®, MCX6369® da Pfizer; magnetitas Bayer, BAYFERROX 8600®, 8610®; Northern Pigments magnetites, NP 604®, NP 608®; magnetitas Magnox TMB 100®, or TMB 104®; e outras mais. Como pigmentos coloridos, podem ser selecionados ciano, magenta, 10 amarelo, vermelho, verde, marrom, azul ou misturas dos mesmos. Geralmente, pigmentos ou tinturas de ciano, magenta, ou amarelo, ou misturas dos mesmos, são usados. O pigmento ou pigmentos são geralmente usados como dispersões de pigmento à base de água.

Em geral, os corantes adequados podem incluir Paliogen Violet 15 5100 e 5890 (BASF), Normandy Magenta RD 2400 (Paul Uhlich), Permanent Violet VT2645 (Paul Uhlich), Heliogen Green L8730 (BASF), Argyle Green XP 111 S (Paul Uhlich), Brilliant Green Toner GR 0991 (Paul Uhlich), Lithol Scarlet D3700 (BASF), Toluidine Red (Aldrich), Scarlet para Thermoplast NSD PS PA (Ugine Kuhlmann do Canadá), Lithol Rubine Toner 20 (Paul Uhlich), Lithol Scarlet 4440 (BASF), NBD 3700 (BASF), Bon Red C (Dominion Color), Brilliant Red RD 8192 (Paul Uhlich), 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 25 (American Hoechst), Irgalite Blue BCA (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 Uhlich), Paliogen Yellow 152 e 1560 (BASF), Lithol Fast Yellow 0991K (BASF), Paliotol Yellow 1840 (BASF), Novaperm Yellow FGL 30 (Hoechst), Permanerit Yellow YE 0305 (Paul Uhlich), Lumogen Yellow D0790 (BASF), Sunspere Yellow YHD 6001 (Sun Chemicals), 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 Magenta® (DuPont), Paliogen Black L9984 (BASF), Pigment Black K801 (BASF), Levanyl Black A SF (Miles, Bayer), combinações dos anteriores, e similares.

5 Outras dispersões adequadas de corante à base de água incluem aquelas comercialmente disponíveis dae 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 6BVP2213 e Toner Magenta EO2 que podem ser dispersíveis em água e/ou
10 tensoativo antes do uso.

 Exemplos específicos de pigmentos incluem Sunsperser BHD 6011X (Blue 15 Type), Sunsperser BHD 9312X (Pigment Blue 15 74160), Sunsperser BHD 6000X (Pigment Blue 15:3 74160), Sunsperser GHD 9600X e GHD 6004X (Pigment Green 7 74260), Sunsperser QHD 6040X (Pigment
15 Red 122 73915), Sunsperser RHD 9668X (Pigment Red 185 12516), Sunsperser RHD 9365X e 9504X (Pigment Red 57 15850:1), Sunsperser YHD 6005X (Pigment Yellow 83 21108), Flexiverse YFD 4249 (Pigment Yellow 17 21105), Sunsperser YHD 6020X e 6045X (Pigment Yellow 74 11741), Sunsperser YHD 600X e 9604X (Pigment Yellow 14 21095), Flexiverse LFD 4343
20 e LFD 9736 (Pigment Black 7 77226), Aquatone, combinações dos mesmos, e similares, como as dispersões de pigmento à base de água da Sun Chemicals, Heliogen Blue L6900®, D6840®, D7080®, D7020®, Pylam Oil Blue®, Pylam Oil Yellow®, Pigment Blue 1® disponível da Paul Uhlich & Company, Inc., Pigment Violet 1®, Pigment Red 48®, Lemon Chrome Yellow DCC
25 1026®, E.D. Toluidine Red® e Bon Red C® disponível da Dominion Color Corporation, Ltd., Toronto, Ontario, Novaperm Yellow FGL®, e similares. Geralmente, os colorantes que podem ser selecionados são preto, ciano, magenta ou amarelo, e misturas dos mesmos. Exemplos de magentas são quinacridona substituída por 2,9-dimetila e tintura de antraquinona identificada no Color Index como CI 60710, CI Dispersed Red 15, tintura de diazo i-
30 dentificada no Color Index como CI 26050, CI Solvent Red 19, e similares. Os exemplos ilustrativos de cianos incluem tetra(octadecil sulfonamida) fta-

locianina de cobre, pigmento de ftalocianina de cobre x listado no Color Index como CI 74160, CI Pigment Blue, Pigment Blue 15:3, e Anthrathrene Blue, identificado no Color Index como CI 69810, Special Blue X 2137, e similares. Exemplos ilustrativos de amarelos são 3,3-diclorobenzideno acetocetanilídeos de diarilida amarela, um pigmento de monoazo identificado no

5 Color Index como CI 12700, CI Solvent Yellow 16, uma sulfonamida de nitrofenil amina identificada no Color Index como Foron Yellow SE/GLN, CI Dispersed Yellow 33 2,5-dimetóxi-4-sulfonanilídeo fenilazo-4'-cloro-2,5-dimetóxi acetacetanilida, e Permanent Yellow FGL.

10 Nas modalidades, o colorante pode incluir um pigmento, uma tintura, combinação dos mesmos, negro de fumo, magnetita, preto, ciano, magenta, amarelo, vermelho, verde, azul, marrom, combinações dos mesmos, em uma quantidade para conceder a cor desejada ao toner. Deve ficar entendido que outros colorantes úteis tornar-se-ão facilmente evidentes com

15 base na presente descrição.

Nas modalidades, um pigmento ou colorante pode ser empregado em uma quantidade de cerca de 1% em peso a cerca de 35% em peso das partículas de toner em uma base de sólidos, em outras modalidades, de cerca de 5% em peso a cerca de 25% em peso.

20 Cera

Opcionalmente, uma cera também pode ser combinada com a resina e um colorante na formação de partículas de toner. A cera pode ser fornecida em uma dispersão de cera, que pode incluir um tipo único de cera ou uma mistura de duas ou mais ceras diferentes. Uma única cera pode ser

25 adicionada às formulações de toner, por exemplo, para melhorar as propriedades particulares do toner, tais como a forma da partícula de toner, presença e quantidade de cera da superfície de partícula de toner, características de carga e/ou fusão, brilho, extração, propriedades de off set, e similares. Alternativamente, uma combinação de ceras pode ser adicionada para fornecer

30 múltiplas propriedades às composições de toner.

Quando incluída, a cera pode estar presente em uma quantidade, por exemplo, de cerca de 1% em peso a cerca de 25% em peso das par-

tículas de toner, nas modalidades de cerca de 5% em peso a cerca de 20% em peso das partículas de toner.

Quando uma dispersão de cera for usada, a dispersão de cera pode incluir qualquer uma das várias ceras convencionalmente usadas nas

5 composições de toner de agregação de emulsão. As ceras que podem ser selecionadas incluem ceras tendo, por exemplo, um peso molecular médio de cerca de 500 a cerca de 20.000, nas modalidades de cerca de 1.000 a cerca de 10.000. As ceras que podem ser usadas incluem, por exemplo, poliolefinas tais como polietileno incluindo ceras de polietileno linear e ceras de

10 polietileno ramificado, polipropileno incluindo ceras de polipropileno linear e ceras de polipropileno ramificado, polietileno/amida, polietilenotetrafluoroetileno, polietilenotetrafluoroetileno/amida, e ceras de polibuteno tais como comercialmente disponível da Allied Chemical and Petrolite Corporation, por exemplo, ceras de polietileno POLYWAX® tais como comercialmente dispo-

15 nível da Baker Petrolite, emulsões de cera disponíveis da Michaelman, Inc. and the Daniels Products Company, EPOLENE N 15® comercialmente disponível da Eastman Chemical Products, Inc., e VISCOL 550 P®, um polipropileno de peso molecular médio ponderado baixo disponível da Sanyo Kasei K. K.; ceras com base em vegetal, tais como cera de carnaúba, cera de arroz, cera de candelila, cera de sumagre e óleo de jojoba; ceras com base

20 animal, tais como cera de abelha; ceras com base mineral e ceras com base em petróleo, tais como cera de linhito, ozoquerita, ceresina, cera de parafina, cera microcristalina tal como ceras derivadas da destilação de óleo bruto, ceras de silicone, ceras de mercapto, ceras de poliéster, ceras de uretano;

25 ceras de poliolefina modificadas (tais como uma cera de polietileno terminado em ácido carboxílico ou uma cera de polipropileno terminado em ácido carboxílico); cera Fischer-Tropsch; ceras de éster obtidas de ácido graxo superior e álcool superior, tais como estearato de estearila e beenato de be-

30 enila; ceras de éster obtidas de ácido graxo superior e álcool inferior monovalente ou multivalente, tal como estearato de butila, oleato de propila, monoestearato de glicerídeo, diestearato de glicerídeo, e tetra-beenato de pentaeritritol; ceras de éster obtidas de ácido graxo superior e multímeros de

álcool multivalentes, tais como monoestearato de dietilenoglicol, diestearato de dipropilenoglicol, diestearato de diglicerila, e tetraestearato de triglicerila; ceras de éster de ácido graxo superior de sorbitan, tais como monoestearato de sorbitano, e ceras de éster de ácido graxo superior de colesterol, tais como estearato de colesterila. Exemplos de ceras funcionalizadas que podem ser usadas incluem, por exemplo, aminas, amidas, por exemplo, AQUA SUPERSLIP 6550®, SUPERSLIP 6530® disponível da Micro Powder Inc., ceras fluoradas, por exemplo, POLYFLUO 190®, POLYFLUO 200®, POLYSILK 19®, POLYSILK 14® disponível da Micro Powder Inc., ceras de amida fluoradas misturadas, tais como ceras funcionalizadas de amida polar alifática; ceras alifáticas consistindo de ésteres de ácidos graxos insaturados hidroxilados, por exemplo, MICROSPERSION 19® também disponível da Micro Powder Inc., imidas, ésteres, aminas quaternárias, ácidos carboxílicos ou emulsão polimérica acrílica, por exemplo, JONCRYL 74®, 89®, 130®, 537® e 538®, todos disponíveis da SC Johnson Wax, e polipropilenos e polietilenos clorados disponíveis da Allied Chemical and Petrolite Corporation and SC Johnson wax. Misturas e combinações das ceras anteriores também podem ser usadas nas modalidades. As ceras podem ser incluídas como, por exemplo, agentes de liberação de rolo de fusão. Nas modalidades, as ceras podem ser cristalinas ou não-cristalinas.

Nas modalidades, a cera pode ser incorporada no toner na forma de uma ou mais emulsões ou dispersões aquosas de cera sólida em água, onde o tamanho de partícula de cera sólida pode estar na faixa de cerca de 100 a cerca de 300 nm.

25 Preparação de Toner

As partículas de toner podem ser preparadas por qualquer método dentro da competência de uma pessoa versada na técnica. Embora as modalidades em relação à produção de partícula de toner sejam descritas abaixo com respeito aos processos de agregação de emulsão, qualquer método adequado de preparação de partículas de toner pode ser usado, incluindo os processos químicos, tais como processos de suspensão e encapsulação descritos nas Patentes US nºs 5.290.654 e 5.302.486, cujas descrições

de cada uma são por meio desta incorporadas por referência em sua totalidade. Nas modalidades, as composições de toner e as partículas de toner podem ser preparadas pelos processos de agregação e coalescência em que partículas de resina de tamanho pequeno são agregadas no tamanho de
5 partícula de toner apropriado e depois submetidas a coalescência para obter a forma e morfologia de partícula de toner final.

Nas modalidades, a presente descrição fornece processos para a produção de partículas de toner com um agente antiespumante tendo um tempo de destilação mais eficiente. Nas modalidades, um processo da presente descrição inclui a mistura em fusão de pelo menos uma resina em
10 uma temperatura elevada na presença de um solvente orgânico como debaixo acima; a adição opcional de um tensoativo antes, durante ou após a mistura em fusão da resina; a adição opcional de um ou mais ingredientes adicionais de uma composição de toner tais como colorante, cera e outros
15 aditivos; a adição de um agente de inversão de solvente, um agente básico, água, e um agente antiespumante; execução de uma inversão de fase para criar uma emulsão de fase invertida incluindo uma fase dispersa que compreende gotículas de tamanho de toner incluindo a resina fundida e os ingredientes opcionais da composição de toner; e solidificação das gotículas
20 de tamanho de toner para resultar em partículas de toner.

Nas modalidades, os ingredientes adicionais opcionais de uma composição de toner incluindo colorante, cera, e outros aditivos podem ser adicionados antes, durante ou após a mistura de fusão da resina. Os ingredientes adicionais podem ser adicionados antes, durante ou após a adição
25 dos tensoativo opcional. Em outras modalidades, o colorante pode ser adicionado antes da adição do tensoativo opcional.

Nas modalidades, os componentes da mistura estão presentes em uma quantidade de cerca de 5% em peso a cerca de 25% em peso de resina cristalina, cerca de 60% em peso a cerca de 90% em peso de resina amorfa, cerca de 3% em peso a cerca de 15% em peso de colorante, e op-
30 cionalmente de cerca de 5% em peso a cerca de 15% em peso de uma dispersão de cera, e em que a porcentagem em peso total de todos os compo-

nentes é de 100% em peso do toner. A quantidade de tensoativo aniônico opcional utilizada é de cerca de 0% em peso a cerca de 3% em peso do toner, mas não incluído na porcentagem em peso total do toner visto que o tensoativo é geralmente de forma eventual removido do compósito de toner mediante lavagem.

5 Tamanho de toner indica que as gotículas possuem um tamanho comparável às partículas de toner usadas em impressoras e copiadoras xerográficas, em que o "tamanho de toner" nas modalidades indica um diâmetro médio em volume, por exemplo, de cerca de 2 μm a cerca de 25 μm , nas
10 modalidades de cerca de 3 μm a cerca de 15 μm , em outras modalidades de cerca de 4 μm a cerca de 10 μm . Como pode ser difícil diretamente medir o tamanho da gotícula na emulsão, o tamanho da gotícula na emulsão pode ser determinado pela solidificação das gotículas de tamanho de toner e depois medir as partículas de toner resultantes.

15 Desde que as gotículas possam ser de tamanho de toner na fase dispersa da emulsão de fase invertida, nas modalidades pode não haver nenhuma necessidade de agregar as gotículas para aumentar o seu tamanho antes da solidificação das gotículas para resultar em partículas de toner. No entanto, tal agregação/coalescência das gotículas é opcional e pode ser
20 empregada nas modalidades da presente descrição, incluindo as técnicas de agregação/coalescência descritas, por exemplo, na Publicação do Pedido de Patente U.S. no. 2007/0088117, cuja descrição é por meio desta incorporada por referência em sua totalidade.

25 Nas modalidades, as composições de toner podem ser preparadas por processos de agregação de emulsão, tais como um processo que inclui a agregação de uma mistura de um colorante opcional, uma cera opcional e quaisquer outros aditivos desejados ou requeridos, e emulsões incluindo as resinas descritas acima, opcionalmente em tensoativos como descritos acima, e depois a coalescência da mistura de agregado. Uma
30 mistura pode ser preparada mediante a adição de um colorante e opcionalmente uma cera ou outros materiais, que também podem estar opcionalmente em uma dispersão(s) incluindo um tensoativo, à emulsão, que pode ser uma

mistura de duas ou mais emulsões contendo a resina. O pH da mistura resultante pode ser ajustado por um ácido tal como, por exemplo, ácido acético, ácido nítrico ou similares. Nas modalidades, o pH da mistura pode ser ajustado para cerca de 2 a cerca de 5. Adicionalmente, nas modalidades, a

5 mistura pode ser homogeneizada. Se a mistura for homogeneizada, a homogeneização pode ser executada pela mistura em cerca de 600 a cerca de 6.000 rotações por minuto. A homogeneização pode ser executada por qualquer meio adequado, incluindo, por exemplo, um homogeneizador de sonda IKA ULTRA TURRAX T50.

10 Seguinte a preparação da mistura acima, um agente de agregação pode ser adicionado na mistura. Qualquer agente de agregação adequado pode ser utilizado para formar um toner. Os agentes de agregação adequados incluem, por exemplo, soluções aquosas de um cátion divalente ou um material de cátion multivalente. O agente de agregação pode ser, por

15 exemplo, um agente de agregação catiônico inorgânico tal como haletos de polialumínio tais como cloreto de polialumínio (PAC), ou o brometo, fluoreto ou iodeto correspondente, silicatos de polialumínio tais como sulfossilicatos de polialumínio (PASS), e sais de metal solúveis em água incluindo cloreto de alumínio, nitrito de alumínio, sulfato de alumínio, sulfato de potássio alu-

20 mínio, acetato de cálcio, cloreto de cálcio, nitrito de cálcio, oxilato de cálcio, sulfato de cálcio, acetato de magnésio, nitrato de magnésio, sulfato de magnésio, acetato de zinco, nitrato de zinco, sulfato de zinco, cloreto de zinco, brometo de zinco, brometo de magnésio, cloreto de cobre, sulfato de cobre, e combinações dos mesmos. Nas modalidades, o agente de agregação po-

25 de ser adicionado à mistura em uma temperatura que está abaixo da temperatura de transição vítrea (T_g) da resina.

Os exemplos adequados de agentes de agregação catiônicos orgânicos incluem, por exemplo, cloreto de dialquil benzenoalquil amônio, cloreto de lauril trimetil amônio, cloreto de alquilbenzil metil amônio, brometo

30 de alquil benzil dimetil amônio, cloreto de benzalcônio, brometo de cetil piridínio, brometos de trimetil amônio C₁₂, C₁₅, C₁₇, sais de haleto de polioxiethylalquilaminas quaternizadas, cloreto de dodecilbenzil trietil amônio, e simila-

res, e suas misturas.

Outros agentes de agregação adequados também incluem, mas não são limitados a eles, titanatos de tetra-alquila, óxido de dialquilestano, hidróxido de óxido de tetra-alquilestano, hidróxido de óxido de dialquilestano, alcóxidos de alumínio, zinco de alquila, zinco de dialquila, óxidos de zinco, óxido estanoso, óxido de dibutilestano, hidróxido de óxido de dibutilestano, tetra-alquil estano, e similares. Onde o agente de agregação for um agente de agregação de poli-íon, o agente pode ter qualquer número desejado de átomos de poli-íon presentes. Por exemplo, nas modalidades, os compostos de polialumínio adequados possuem de cerca de 2 a cerca de 13, em outras modalidades, de cerca de 3 a cerca de 8, íons de alumínio presentes no composto.

O agente de agregação pode ser adicionado à mistura utilizada para formar um toner em uma quantidade, por exemplo, de cerca de 0% a cerca de 100% em peso, nas modalidades de cerca de 0,2% a cerca de 8% em peso, em outras modalidades de cerca de 0,5% a cerca de 5% em peso, da resina na mistura. Isto deve fornecer uma quantidade suficiente de agente para a agregação.

As partículas podem ser permitidas para agregar até que um tamanho de partícula desejado predeterminado seja obtido. Um tamanho desejado predeterminado se refere ao tamanho de partícula desejado a ser obtido como determinado antes da formação, e o tamanho de partícula sendo monitorado durante o processo de desenvolvimento até que tal tamanho de partícula seja alcançado. As amostras podem ser tiradas durante o processo de desenvolvimento e analisadas, por exemplo, com um Coulter Counter, com relação ao tamanho médio de partícula. A agregação assim pode prosseguir mediante a manutenção da temperatura elevada, ou a elevação lenta da temperatura para, por exemplo, cerca de 40°C a cerca de 100 °C, e a sustentação da mistura nesta temperatura durante um tempo de cerca de 0,5 hora a cerca de 6 horas, nas modalidades de cerca de 1 hora a cerca de 5 horas, enquanto se mantém a agitação, para fornecer as partículas agregadas. Assim que o tamanho de partícula desejado predeterminado

seja alcançado, então o processo de desenvolvimento é detido.

O desenvolvimento e moldagem das partículas seguinte a adição do agente de agregação podem ser executados sob quaisquer condições adequadas. Por exemplo, o desenvolvimento e moldagem podem ser
5 conduzidos sob condições em que a agregação ocorre separada da coalescência. Para os estágios de agregação e coalescência separados, o processo de agregação pode ser conduzido sob condições de cisalhamento em uma temperatura elevada, por exemplo, de cerca de 40°C a cerca de 90 °C, nas modalidades de cerca de 45°C a cerca de 80 °C, que pode estar abaixo
10 da temperatura de transição vítrea da resina como debatido acima.

Assim que o tamanho final desejado das partículas de toner é alcançado, o pH da mistura pode ser ajustado com uma base para um valor de cerca de 3 a cerca de 10, e nas modalidades de cerca de 5 a cerca de 9. O ajuste do pH pode ser utilizado para congelar, isto é, interromper, o desenvolvimento do toner. A base utilizada para interromper o desenvolvimento
15 do toner pode incluir qualquer base adequada tal como, por exemplo, hidróxidos de metal alcalino tais como, por exemplo, hidróxido de sódio, hidróxido de potássio, hidróxido de amônio, combinações dos mesmos, e similares. Nas modalidades, o ácido etileno diamina tetraacético (EDTA) pode ser adicionado para ajudar no ajuste do pH para os valores desejados menciona-
20 dos acima.

Resina Estrutural

Nas modalidades, após a agregação, mas antes da coalescência, um revestimento de resina pode ser aplicado às partículas agregadas
25 para formar uma estrutura sobre elas. Qualquer resina descrita acima como adequada para a formação da resina de núcleo pode ser utilizada como a estrutura. Nas modalidades, um látex de resina amorfa de poliéster como descrito acima pode ser incluído na estrutura.

Nas modalidades, as resinas que podem ser utilizadas para formar uma estrutura incluem, mas não limitadas a elas, um látex de resina
30 cristalina descrito acima, e/ou as resinas amorfas descritas acima que podem ser formadas pelos processos de emulsificação de inversão de fase da

presente descrição. Nas modalidades, uma resina amorfa que pode ser utilizada para formar uma estrutura de acordo com a presente descrição inclui um poliéster amorfo, opcionalmente em combinação com um látex de resina de poliéster cristalino descrito acima. Múltiplas resinas podem ser utilizadas em quaisquer quantidades adequadas. Nas modalidades, uma primeira resina de poliéster amorfa, por exemplo, uma resina amorfa de fórmula I acima, pode estar presente em uma quantidade de cerca de 20 por cento em peso a cerca de 100 por cento em peso da resina estrutural total, nas modalidades de cerca de 30 por cento em peso a cerca de 90 por cento em peso da resina estrutural total. Assim, nas modalidades, uma segunda resina pode estar presente na resina estrutural em uma quantidade de cerca de 0 por cento em peso a cerca de 80 por cento em peso da resina estrutural total, nas modalidades de cerca de 10 por cento em peso a cerca de 70 por cento em peso da resina estrutural.

A resina estrutural pode ser aplicada às partículas agregadas por qualquer método dentro da competência daqueles versados na técnica. Nas modalidades, as resinas utilizadas para formar a estrutura podem estar em uma emulsão incluindo qualquer tensoativo descrito acima. A emulsão que possui as resinas, opcionalmente o látex de resina de poliéster cristalino livre de solvente neutralizado com piperazina descrita acima, pode ser combinada com as partículas agregadas descritas acima de modo que a estrutura se forma sobre as partículas agregadas.

A formação da estrutura sobre as partículas agregadas pode ocorrer enquanto se aquece para uma temperatura de cerca de 30°C a cerca de 80 °C, nas modalidades de cerca de 35°C a cerca de 7 °C. A formação da estrutura pode ocorrer durante um período de tempo de cerca de 5 minutos a cerca de 10 horas, nas modalidades de cerca de 10 minutos a cerca de 5 horas.

Coalescência

Seguinte a agregação no tamanho de partícula desejado e aplicação de qualquer estrutura opcional, as partículas podem depois ser submetidas a coalescência na forma final desejada, a coalescência sendo obti-

da, por exemplo, pelo aquecimento da mistura para uma temperatura de cerca de 45°C a cerca de 100 °C, nas modalidades de cerca de 55°C a cerca de 99 °C, que pode ser na ou acima da temperatura de transição vítrea das resinas utilizadas para formar as partículas de toner, e/ou pela redução da agitação, por exemplo, de cerca de 100 rpm a cerca de 1.000 rpm, nas modalidades de cerca de 200 rpm a cerca de 800 rpm. As temperaturas mais elevadas ou mais baixas podem ser usadas, ficando entendido que a temperatura é uma função das resinas usadas para o aglutinante. A coalescência pode ser executada durante um período de cerca de 0,01 a cerca de 9 horas, nas modalidades de cerca de 0,1 a cerca de 4 horas.

Após a agregação e/ou coalescência, a mistura pode ser esfriada para a temperatura ambiente, tal como de cerca de 20°C a cerca de 25 °C. O esfriamento pode ser rápido ou lento, como desejado. Um método de esfriamento adequado pode incluir a introdução de água fria a um envoltório ao redor do reator. Após o esfriamento, as partículas de toner podem ser opcionalmente lavadas com água, e depois secadas. A secagem pode ser executada por qualquer método adequado para a secagem incluindo, por exemplo, a secagem por congelamento.

Aditivos

Nas modalidades, as partículas de toner também podem conter outros aditivos opcionais, como desejável ou requerido. Por exemplo, o toner pode incluir agentes de controle de carga positiva ou negativa, por exemplo, em uma quantidade de cerca de 0,1 a cerca de 10% em peso do toner, nas modalidades de cerca de 1 a cerca de 3% em peso do toner. Exemplos de agentes de controle de carga adequados incluem compostos de amônio quaternário incluindo haletos de alquil piridínio; bissulfatos; compostos de alquil piridínio, incluindo aqueles descritos na Patente US nº 4.298.672, cuja descrição é por meio desta incorporada por referência em sua totalidade; composições de sulfato e sulfonato orgânicas, incluindo aquelas divulgadas na Patente US nº 4.338.390, cuja descrição é por meio desta incorporada por referência em sua totalidade; tetrafluoroboratos de cetil pirídio; sulfato de diestearil dimetil amônio metila; sais de alumínio tais como BONTRON E84®

ou E88® (Orient Chemical Industries, Ltd.); combinações dos mesmos, e similares.

Também podem ser misturados com as partículas aditivas externas das partículas de toner após formação incluindo os aditivos auxiliares de fluxo, cujos aditivos podem estar presentes na superfície das partículas de toner. Exemplos dos mesmos aditivos incluem óxidos de metal tais como óxido de titânio, óxido de silício, óxidos de alumínio, óxidos de cério, óxido de estanho, misturas dos mesmos, e similares; sílicas coloidais e amorfas, tais como AEROSH®, sais de metal e sais de metal de ácidos graxos incluindo estearato de zinco, estearato de cálcio, ou alcoóis de cadeia longa tais como UNILIN 700, e misturas dos mesmos.

Em geral, a sílica pode ser aplicada à superfície de toner para a tribo intensificação do fluxo de toner, controle de mistura, desenvolvimento melhorado e estabilidade de transferência, e temperatura de bloqueio do toner mais elevada. O TiO_2 pode ser aplicado para a estabilidade melhorada da umidade relativa (RH), tribo controle e desenvolvimento melhorado e estabilidade de transferência. O estearato de zinco, estearato de cálcio e/ou estearato de magnésio também podem opcionalmente ser utilizados como um aditivo externo para fornecer propriedades de lubrificação, condutividade do fomentador, tribo intensificação, que permite a carga de toner mais elevada e estabilidade de carga mediante o aumento do número de contatos entre o toner e as partículas portadoras. Nas modalidades, um estearato de zinco comercialmente disponível conhecido como Zinc Stearate L, obtido da Ferro Corporation, pode ser utilizado. Os aditivos de superfície externa podem ser usados com ou sem um revestimento.

Cada um dos mesmos aditivos externos pode estar presente em uma quantidade de cerca de 0,1% em peso a cerca de 5% em peso do toner, nas modalidades de cerca de 0,25% em peso a cerca de 3% em peso do toner. Nas modalidades, os toners podem incluir, por exemplo, de cerca de 0,1% em peso a cerca de 5% em peso de titânia, de cerca de 0,1% em peso a cerca de 8% em peso de sílica, e de cerca de 0,1% em peso a cerca de 4% em peso de estearato de zinco.

Os aditivos adequados incluem aqueles descritos nas Patentes US n^{os} 3.590.000 e 6.214.507, cujas descrições de cada um dos quais são por meio desta incorporadas por referência em sua totalidade.

Os seguintes Exemplos estão sendo submetidos para ilustrar as modalidades da presente descrição. Estes Exemplos são destinados a serem apenas ilustrativos e não são destinados a limitar o escopo da presente descrição. Da mesma forma, as partes e porcentagens são em peso a não ser que de outra maneira indicada. Como aqui usado, "temperatura ambiente" se refere a uma temperatura de cerca de 20°C a cerca de 25 °C.

10 EXEMPLOS

Exemplo 1

Um processo de emulsificação de inversão de fase (PIE) em escala de 2 L foi desenvolvido para a triagem da eficiência do desespumante. Cerca de 100 gramas de um desespumante líquido viscoso livre de silicone, TEGO FOAMEX 830®, comercialmente disponível da Evonik Co., foram utilizados para a triagem de laboratório inicial da eficiência do desespumante no processo de PIE através de uma ampla faixa de níveis de dose de desespumante. Cerca de 10% em peso de uma resina de poliéster amorfo de peso molecular elevado, cerca de 6,9% em peso de cetona metil etílico (MEK) e cerca de 1,5% em peso de 2-propanol (IPA) foram adicionados em um recipiente de reação de vidro, aquecido até cerca de 45 °C, e deixado dissolver com agitação durante cerca de 2 horas. Cerca de 1 ml de uma solução aquosa de hidróxido de sódio a 3,5M (NaOH) foi depois adicionado por gotejamento a esta solução de resina e a combinação foi deixada agitar durante 10 minutos em uma temperatura de cerca de 40 °C. Água desionizada (DIW), aquecida para cerca de 40°C através de um trocador térmico, foi alimentada na resina neutralizada por uma bomba de medição (isto é, uma bomba Knauer) durante cerca de um período de 2 horas.

Depois disso, uma quantidade prescrita de TEGO FOAMEX 830® foi adicionada ao recipiente do reator. O nível de dose de desespumante variou de cerca de 325 ppm, 500 ppm, 625 ppm, e ao redor de 2500 ppm (com base na quantidade de resina seca).

A temperatura do reator foi depois fixada em cerca de 55°C e um vácuo foi lentamente aplicado ao reator e aumentado para cerca de 27 Hg após 30 minutos.

5 Em todos os diferentes níveis de dose estudados, o desespumante foi eficaz na eliminação de espumas e economia de tempo durante a destilação a vácuo. Por exemplo, levaria cerca de 2 horas para extrair MEK/IPA até 20 ppm, quando se utiliza cerca de 625 ppm de desespumante, enquanto que sem um desespumante, a destilação a vácuo levaria até cerca de 3,5 horas.

10 Exemplo 2

Formação de partícula de agregação de emulsão e propriedades de toner. Uma dispersão polimérica foi embebida com cerca de 600 ppm de TEGO FOAMEX 830® e convertida em partículas em um reator de 20 galões usando um processo de partícula EA. A dispersão de poliéster embebida do

15 Exemplo 1 compreendia as mesmas características como aquela de uma dispersão de poliéster normal sem desespumante, como mostrado abaixo na Tabela 1. Especificamente, as partículas de toner não tendo nenhum desespumante e as partículas de toner tendo desespumante possuíam propriedades muito similares, incluindo o diâmetro médio de partícula em volume

20 (D50v), Distribuição do Tamanho Geométrico Médio Numérico (GSDa), Distribuição do Tamanho Médio Geométrico em Volume (GSDv), e Circularidade (Circ.)

Tabela 1: Comparação do Processo de Formação de Partícula de Origem

	D50v	GSDn	GSDv	Circ.
sem desespumante	5,56	1,23	1,18	0,980
com desespumante	5,60	1,23	1,18	0,981

25 As características das partículas de toner podem ser determinadas por qualquer técnica e mecanismo adequados. O diâmetro médio de partícula em volume D_{50v}, GSDv e GSDa foi medido por meio de um instrumento de medição tal como um Beckman Coulter Multisizer 3, operado de acordo com as instruções do fabricante. A amostragem representativa ocorreu como se segue: uma pequena quantidade de amostra de toner, ao redor

de 1 grama, foi obtida e filtrada através de uma peneira de 25 micrômetros, depois colocada em solução isotônica para obter uma concentração de cerca de 10%, com a amostra depois operada em um Meckman Coulter Multisizer 3. A circularidade foi medida com, por exemplo, um analisador Sysmex FPIA 2100.

As partículas produzidas a partir da dispersão de poliéster embebida foram ainda convertidas em partículas de toner com aditivos e avaliadas. Os resultados são listados abaixo na Tabela 2, e comparados com o toner não tendo nenhum desespumante. As propriedades de toner com relação às partículas produzidas com dispersões embebidas de desespumante foram observadas de serem comparáveis com aquelas do toner sem o desespumante.

Tabela 2: Comparação das Propriedades de Partícula de Toner

	Zona C (10°C/15% RH)		Zona C (28°C/85% RH)			
Alvos	(4mm-11 mm)		(4mm-11 mm)		>80%	>10%
Toner ID	q/d (mm)	q/m (uC/g)	q/d (mm)	q/m (uC/g)	Manutenção de carga da zona A (24h)	coesão térmica @ 51 °C/50% RH
Sem desespumante	10,0	43	6,0	26	81	6,5
Com espumante	10,5	50	7,5	35	71	10,3

Os toners produzidos de acordo com a presente descrição possuíam excelentes características de carga quando expostos às condições extremas de umidade relativa (RH). Como mostrado acima, a zona de baixa umidade (zona C) pode ser ao redor de 10 °C/15% RH, enquanto a zona de alta umidade (zona A) pode ser de cerca de 28 °C/85% RH. Nas modalidades, a distribuição de carga (q/d) dos toners da presente descrição foi de cerca de 7,5 mm a cerca de 10,5 mm. Os toners da presente descrição possuíam uma carga de toner de origem per relação de massa (Q/M) em condições ambientes (zona B) ao redor de 21 °C/50% RH de cerca de 35 µC/g a cerca de 50 µC/g.

É desejável ter um toner com baixa coesão para permitir o fluxo de toner eficaz. Os toner da invenção e comparativos foram testados em um

Hosokawa Powder Flow Tester mediante o uso de uma série de peneiras microns 53 (A), 45 (B) e 38 (C) empilhadas entre si, com o peso das peneiras registrado antes da adição na peneira superior cerca de 2 gramas de toner, com o tempo de vibração fixado em 90 segundos ao redor de 1 mm de vibração. Após a vibração, as peneiras foram removidas e pesadas para determinar o peso do toner (peso após – peso antes = peso de toner retido).

A% de coesão foi calculada pela seguinte fórmula:

$$\% \text{ de coesão} = (R_1/T_i) \times 100\% + (R_2/T_i) \times 60\% + (R_3/T_i) \times 20\%$$

em que R_1 , R_2 e R_3 são as quantidades de toner retidas nas peneiras A, B e C, respectivamente, e T_i é a quantidade inicial de toner.

Como é mostrado na Tabela 2 acima, foi observado que a adição do desespumante forneceu um toner desejável com baixa coesão, ou seja, coesão diminuída de partícula para partícula. Isto é, as propriedades de fluxo de toner dos toners da presente descrição eram equivalentes ao toner da técnica anterior sem desespumante.

Exemplo 3

Processo de PIE com uma resina de poliéster cristalino de peso molecular baixo, FXC42, no reator de 0,113 m³ (30 galões) com desespumante. Uma resina de poliéster cristalino de peso molecular baixo, FXC42, foi emulsificada por um processo de PIE típico em um reator de 30 galões como se segue. Ao redor de 10% em peso de uma resina de poliéster cristalino FXC42, ao redor de 5% em peso de cetona metil etílica (MEK) e ao redor de 0,65% em peso de 2-propanol (IPA) foram adicionados a um recipiente de reação de vidro, aquecida até cerca de 45 °C, e deixada se dissolver com agitação durante cerca de 2 horas. Cerca de 60 ml de uma solução aquosa de hidróxido de sódio a 3,5M (NaOH) (relação de neutralização (NR) de 75%) foram depois adicionados por gotejamento a esta solução de resina e a combinação foi deixada agitar durante cerca de 1 minutos em uma temperatura de cerca de 40 °C. Ao redor de 30% em peso de DIW, aquecido para cerca de 40°C através de um trocador térmico, foi alimentado na resina neutralizada mediante uma bomba de medição (isto é, uma bomba Knauer) durante cerca de um período de 2 horas.

Durante a destilação a vácuo, o reator foi reaquecido com um envoltório fixado no ponto de aproximadamente 60 °C. Cerca de 500 ppm de desespumante, isto é, TEGO FOAMEX 830®, foram adicionados ao reator mediante a abertura do orifício de admissão de carga. Assim que a temperatura do reator alcançou cerca de 58 °C, um vácuo foi lentamente aplicado ao reator e um vácuo de aproximadamente 74 mmHg foi obtido no reator após cerca de 36 minutos. A destilação foi inicialmente rápida e a temperatura no reator foi depois reduzida de cerca de 58°C para cerca de 45,2 °C. Uma outra carga de cerca de 500 ppm de desespumante foi então adicionada e vácuo completo foi obtido quase imediatamente. O tempo total para alcançar a especificação dos solventes residuais de menos do que cerca de 50 ppm foi de aproximadamente 3 horas. O tempo de destilação total para a solução de resina cristalina reduziu de cerca de 4,5 horas para cerca de 3,25 horas.

Exemplo 4

Processo de PIE com resina de poliéster de peso molecular elevado, FXC56, no reator de 0,113 m³ (30 galões) com desespumante. Um poliéster foi produzido como no exemplo 3 acima, exceto que a resina de poliéster cristalino de peso molecular elevado, FXC56, foi usado como a resina em lugar de FXC42.

Durante a destilação a vácuo, o reator foi reaquecido com um envoltório fixado no ponto de aproximadamente 60°C. Assim que a temperatura do reator alcançou cerca de 56,4°C, o vácuo foi lentamente aplicado ao reator e um vácuo de aproximadamente 116 mmHg foi obtido após cerca de 45 minutos. A destilação foi inicialmente rápida e a temperatura no reator foi reduzida de cerca de 56,4°C para cerca de 44,5°C. A destilação diminuiu a velocidade e o vácuo não pode ser aumentado. Depois disso, cerca de 500 ppm de desespumante foram adicionados à mistura através de uma linha de carga na parte superior do reator. A pressão no reator foi reduzida de cerca de 116 mmHg para cerca de 28 mmHg (vácuo completo) ao redor de cinco minutos. O tempo total para alcançar a especificação do solvente residual foi de aproximadamente 3 horas e 20 minutos (vs. 6 horas sem desespumante). O tempo de destilação total para a solução de resina de poliéster cristalino

reduziu de cerca de 5,6 horas para cerca de 3,75 horas.

Exemplo 5

Formação de partícula EA. As dispersões de poliéster dos Exemplos 3 e 4 foram convertidas em partículas em um reator de 0,0757 m³ (20 galões) usando os processos de partícula EA de linha principal padrão como descrito acima. O nível médio de desespumante nas dispersões de poliéster foi de cerca de 750 ppm. O processo de partícula total não apresentou nenhuma diferença significativa de processos EA, como mostrado abaixo na Tabela 3. Especificamente, as partículas de toner não tendo nenhum desespumante e as partículas de toner tendo desespumante possuíam propriedades muito similares com relação ao diâmetro médio de partícula em volume (D50v), Distribuição de Tamanho Geométrico Médio Numérico (GSDn), Distribuição de Tamanho Geométrico Médio em Volume (GSDv) e Circularidade (Circ.).

15 Tabela 3: Comparação das Propriedades de Partícula de Origem

	D50v	GSDn	GSDv	Circ.	Carga da zona C q/m (uC/g)	Carga da zona A q/m (uC/g)	C/Z-sem desespumante
Sem desespumante	5,56	1,23	1,18	0,980	44	29	1,52
Com espumante	5,50	1,22	1,19	0,979	49	36	1,36

Como ilustrado na Tabela 3, o toner da presente descrição foi muito similar ao toner de controle que não continha desespumante com relação ao desempenho de brilho preferido. Sob condições de alta umidade, alta temperatura (A-Z) que desfavorecem a triboeletrificação do toner contra o portador, o toner da presente descrição apresentou carga ligeiramente maior do que o toner de controle. Sob condições de baixa umidade, baixa temperatura (C-Z) que favorecem a triboeletrificação, o toner da presente descrição apresentou carga ligeiramente maior do que o toner de controle. Assim, a partir do ponto de vista da triboeletrificação, os toners da presente descrição com desespumante forneceram desempenho equivalente aos toners convencionais.

Exemplo 6

Processo de PIE com resina de poliéster cristalino de peso mo-

lecular elevado, FXC56, no reator de 1,13 m³ (300 galões) e desespumante. Resina de poliéster cristalino de peso molecular elevado, FXC56, foi convertida em dispersão aquosa usando um processo de PIE padrão em um reator de 1,13 m³ (300 galões). Durante a destilação a vácuo, quatro pequenas partes de desespumante foram adicionados em diferentes estágios nas condições de espumação de controle dentro do reator, com a quantidade total de desespumante ao redor de 700 ppm. A espumação foi bem controlada e a destilação foi concluída em 8 horas em comparação com o tempo de processo de 30 horas quando nenhum desespumante foi utilizado.

10 Exemplo 7

Formação de partícula EA. A dispersão de poliéster de peso molecular elevado foi convertida em partículas em um reator de 0,0757 m³ (20 galões) usando os processos de partícula EA da linha principal padrão como debatido acima na preparação de toner. As partículas de toner totais com desespumante não apresentaram nenhuma diferença das partículas de toner sem desespumante, como mostrado abaixo na Tabela 4. Especificamente, as partículas de toner não tendo nenhum desespumante e as partículas de toner tendo desespumante possuíam propriedades muito similares com relação ao diâmetro médio de partícula em volume (D50v), Distribuição de Tamanho Geométrico Médio Numérico (GSDn), Distribuição de Tamanho Geométrico Médio em Volume (GSDv) e Circularidade (Circ.).

Tabela 4: Comparação da Formação de Partícula de Origem

	D50v	GSDn	GSDv	Circ.
sem desespumante	5,46	1,212	1,19	0,978
com desespumante	5,50	1,22	1,19	0,979

Será observado que as variações dos aspectos e funções divulgadas acima e outras, ou alternativas destas, podem ser desejavelmente combinadas em muitos outros sistemas ou aplicações diferentes. Da mesma forma, várias alternativas, modificações, variações ou melhoras aqui no momento imprevistas ou não previstas podem ser subsequentemente criadas por aqueles versados na técnica, as quais também são destinadas a serem incorporadas pelas reivindicações que seguem. A não ser que especifica-

mente recitadas em uma reivindicação, as etapas ou componentes das reivindicações não devem ser envolvidos ou importados do relatório descritivo ou qualquer outra reivindicação, assim como em qualquer ordem, número, tamanho, forma, ângulo, cor ou material particular.

REIVINDICAÇÕES

1. Processo para produzir uma emulsão de resina de toner, caracterizado pelo fato de que compreende:

- 5 contatar pelo menos uma resina com um solvente orgânico para formar uma mistura de resina;
- opcionalmente adicionar um tensoativo a dita mistura;
- aquecer a mistura de resina;
- adicionar pelo menos um agente de inversão de solvente na mistura;
- 10 neutralizar a mistura de resina com um agente de neutralização;
- e
- introduzir um agente antiespumante livre de silicone compreendendo um óleo hidrofóbico que possui partículas de sílica de tamanho micrometron nele dispersas na mistura de resina para formar uma emulsão de resina
- 15 de toner.

2. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que a pelo menos uma resina é selecionada do grupo consistindo em resinas amorfas, resinas cristalinas e combinações destas.

3. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o agente de neutralização é adicionado na forma de uma solução aquosa selecionada do grupo consistindo em hidróxido de amônio, hidróxido de potássio, hidróxido de sódio, carbonato de sódio, bicarbonato de sódio, hidróxido de lítio, carbonato de potássio, organoaminas, e combinações dos mesmos, e eleva o pH da mistura de resina de 5 para 12.

25 4. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que as partículas de sílica de tamanho micrometron têm uma superfície modificada com uma molécula de poliéter hidrofóbica, em uma quantidade de 325 ppm a 2500 ppm com base no peso seco da resina, em que o óleo hidrofóbico é selecionado do grupo consistindo em óleo mineral, óleo de coco, óleo de milho, óleo de algodão, óleo de oliva, óleo de palma, óleo de semente de colza, óleo de amêndoa, óleo de caju, óleo de avelã, óleo de macadâmia, óleo de mongongo, óleo de pinhão, óleo de pistache, óleo de noz,

30

óleo de cabaça, óleo de cabaça de búfalo, óleo de semente de abóbora, óleo de semente de melancia, óleo de açaí, óleo de semente de groselha preta, óleo de semente de borragem, óleo de onagra, óleo de alfarroba, óleo de amaranto, óleo de damasco, óleo de semente de maçã, óleo de argan, óleo de alcachofra, óleo de abacate, óleo de babaçu, óleo de ben, óleo de sebo, 5 óleo de castanha, manteiga de cacau, óleo de algaroba, óleo de cardo, óleo de semente de papoula, óleo de cohune, óleo de dika, óleo falso de linhaça, óleo de semente de linhaça, óleo de semente de uva, óleo de cânhamo, óleo de semente de sumaúma, óleo de lallemantia, óleo de marula, óleo de se- 10 mente de meadowfoam, óleo de mostarda, manteiga de noz-moscada, óleo de noz-moscada, óleo de semente de quiabo, óleo de semente de mamão, óleo de semente de perilla, óleo de pequi, óleo de pinhão, óleo de semente de papoula, óleo de semente de ameixa, óleo de quinoa, óleo de ramtil, óleo de farelo de arroz, óleo de royle, óleo de sacha inchi, óleo de camélia, óleo de cardo, 15 óleo de semente de tomate, e óleo de gérmen de trigo, combinações dos mesmos, e similares.

5. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que a mistura de resina é aquecida para uma temperatura de 25°C a 90°C.

20 6. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o solvente orgânico é selecionado do grupo consistindo em um álcool, éster, éter, cetona, uma amina, e combinações dos mesmos, em uma quantidade de 10% em peso a 60% em peso da resina de poliéster.

25 7. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que compreende ainda: depois da etapa de neutralização, adicionar água à mistura de resina neutralizada até que ocorra a inversão de fase.

8. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que a pelo menos uma resina compreende uma resina poliéster.

30 9. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que compreende ainda após a adição do agente antiespumante, remover o solvente.

10. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado

pelo fato de que o agente de inversão de solvente é um álcool selecionado do grupo consistindo em metanol, etanol, propanol, butanol, pentanol, etileno glicol, propileno glicol, e combinações dos mesmos, em uma quantidade de 1% em peso a 25% em peso da resina de poliéster.

RESUMO

Patente de Invenção: "**PROCESSO PARA PRODUZIR UMA EMULSÃO DE RESINA DE TONER**".

5 A presente invenção refere-se a um processo e sistema para a produção de uma emulsão de resina adequada para uso na formação de partículas de toner incluindo um agente antiespumante livre de silicone para controlar a espuma durante a formação de uma dispersão de poliéster.