



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

(21) **PI 1101766-0 A2**

(22) Data de Depósito: 07/02/2011
(43) Data da Publicação: 24/07/2012
(RPI 2168)



(51) *Int.Cl.:*
G03G 9/08
B01J 13/00

(54) Título: PROCESSOS PARA PRODUZIR LÁTICES DE POLIÉSTER ATRAVÉS DE EMULSIFICAÇÃO SEM SOLVENTE

(30) Prioridade Unionista: 05/02/2010 US 12/701,118

(73) Titular(es): Xerox Corporation

(72) Inventor(es): Allan K. Chen, Brian J. Andaya, Emine Irmak Serifoglu, Fumii Higuchi, Joo T. Chung, Joseph L. Leonardo, Santiago Faucher, Shigang S. Qiu, Timothy L. Lincoln, Yuhua Tong

(57) Resumo: PROCESSOS PARA PRODUZIR LÁTICES DE POLIESTER ATRAVÉS DE EMULSIFICAÇÃO SEM SOLVENTE. A presente invenção refere-se a processos para fazer uma emulsão de látex adequada para uso em uma composição de toner, o qual inclui colocar pelo menos uma resina de poliéster amorfa em contato com um aditivo redutor de viscosidade na ausência de um solvente orgânico para formar uma mistura de resinas, através de um processo em extrusora ou em batelada, e adicionar um tensoativo, um agente de neutralização, e água deionizada à mistura de resinas.

Relatório Descritivo da Patente de Invenção para "**PROCESSOS PARA PRODUZIR LÁTICES DE POLIÉSTER ATRAVÉS DE EMULSIFICAÇÃO SEM SOLVENTE**".

Antecedentes

5 A presente invenção refere-se a inúmeros processos para a preparação de toners que são conhecidos pelos versados na técnica. A agregação em emulsão (EA) é um destes métodos. Os toners com agregação em emulsão podem ser usados na formação de imagens por impressão e/ou xerográficas. As técnicas de agregação em emulsão podem envolver a formação de uma emulsão de polímero mediante o aquecimento de um monô-
10 mero e realização de uma polimerização com emulsão em batelada ou semicontínua.

 Os toners de poliéster foram preparados com o uso de resinas de poliéster amorfas e cristalinas, conforme ilustrado. A incorporação destes
15 poliésteres no toner exige que eles sejam primeiro formulados em emulsões preparadas por processos em batelada contendo solvente, por exemplo, emulsificação rápida em solvente e/ou emulsificação por inversão de fase à base de solvente (PIE), que economiza tempo e energia. Em ambos os casos, grandes quantidades de solventes orgânicos, como cetonas ou alcoóis,
20 têm sido usados para dissolver as resinas, o que pode exigir uma subsequente destilação com intenso consumo de energia para formar os látices, e não são ecológicos.

 Emulsões de látex sem solvente foram formadas em um processo em batelada lote ou de extrusão através da adição de uma solução neu-
25 tralizante, uma solução de tensoativo e água a uma resina amaciada termicamente. Entretanto, resinas amorfas podem ser difíceis de processar sem o uso de um solvente, uma vez que elas não exibem um ponto de fusão exato e mesmo a 100°C exibem viscosidades substanciais que podem ir contra a formação de emulsões. Solventes podem ser adicionados a resinas amorfas
30 para reduzir a viscosidade e permitir a reorientação necessária da extremidade da cadeia, o que pode estabilizar e formar partículas que levam à formação de látices estáveis. A etapa adicional do processo de destilação para

remover o solvente, entretanto, não é desejável, uma vez que ela adiciona complexidade, consumo de energia e custo. Seria vantajoso fornecer um processo sem solvente mais eficaz, mais rápido, e com alto rendimento de produto, para a preparação de um látex polimérico adequado para uso em um produto de toner.

SUMÁRIO

Um processo da presente descrição inclui colocar pelo menos uma resina de poliéster amorfa em contato com um aditivo redutor de viscosidade que inclui uma resina de poliéster cristalina na ausência de um solvente orgânico, para formar uma mistura de resinas que tem uma temperatura de ponto de amolecimento de cerca de 95°C a cerca de 120°C; colocar a mistura de resinas em contato com um tensoativo e um agente de neutralização; misturar a mistura em estado fundido; colocar a mistura misturada em estado fundido com água deionizada para formar uma emulsão; e recuperar continuamente as partículas de látex.

Os processos da presente descrição também incluem colocar pelo menos uma resina de poliéster cristalina em contato com pelo menos uma resina de poliéster amorfa, na ausência de um solvente orgânico, para formar uma mistura de resinas que tem uma temperatura de ponto de amolecimento de cerca de 95°C a cerca de 120°C; colocar a mistura em contato com um tensoativo e um agente de neutralização; misturar em estado fundido a mistura; colocar a mistura misturada em estado fundido em contato com água deionizada para formar uma emulsão de óleo em água; e recuperar continuamente partículas de látex que tem um conteúdo de partículas grossas de cerca de 0,01% a cerca de 3%.

Em modalidades, os processos da presente descrição podem incluir também a etapa de colocar partículas de látex em contato com um corante opcional, uma cera opcional, e uma segunda resina de poliéster amorfa para formar um revestimento sobre as partículas de látex, formando assim partículas de toner.

Breve Descrição dos Desenhos

A figura 1 é um gráfico representando o ponto de amolecimento

de uma composição de mistura de resinas de acordo com a presente descrição, conforme medido por um aparelho para medição do ponto de amolecimento Metler-Toledo;

5 a figura 2 é um fluxograma representando um processo em extrusora para a preparação de um látex de poliéster de acordo com o exemplo comparativo 1 da presente descrição;

a figura 3 é um fluxograma representando um processo em extrusora para a preparação de um látex de poliéster de acordo com o exemplo 1 da presente descrição;

10 a figura 4 é um gráfico representando a distribuição de tamanho de partícula para o látex produzido de acordo com o exemplo 1 da presente descrição;

a figura 5 é um fluxograma representando um processo em extrusora para a preparação de um látex de poliéster de acordo com o exemplo 15 2 da presente descrição;

a figura 6 é um gráfico representando a distribuição de tamanho de partícula para o látex produzido de acordo com o exemplo 2 da presente descrição;

20 a figura 7 é um fluxograma representando um processo em extrusora para a preparação de um látex de poliéster de acordo com o exemplo 3 da presente descrição;

a figura 8 é um gráfico representando a distribuição de tamanho de partícula para o látex produzido de acordo com o exemplo 3 da presente descrição;

25 a figura 9 é um gráfico representando a distribuição de tamanho de partícula para o látex produzido de acordo com o exemplo comparativo 2 da presente descrição;

30 a figura 10 é um gráfico representando a distribuição de tamanho de partícula para o látex produzido de acordo com o exemplo 4 da presente descrição;

a figura 11 é um gráfico representando as propriedades de bloqueio do toner e a coesão de um toner produzido de acordo com os exem-

plos 2, 3 e 4 da presente descrição, em comparação com um toner de controle produzido a partir de látices derivados de um processo de emulsificação em solvente;

5 a figura 12 é um gráfico representando os valores de brilho obtidos para os toners da presente descrição produzidos nos exemplos em comparação a um toner de controle produzido a partir de látices derivados de um processo de emulsificação em solvente; e

10 a figura 13 é um gráfico representando os valores de desempenho de vinco obtidos para os toners da presente descrição produzidos nos exemplos em comparação a um toner de controle produzido a partir de látices derivados de um processo de emulsificação em solvente.

DESCRIÇÃO DETALHADA

15 A presente descrição apresenta processos sem solvente para formar látices de poliéster com baixo conteúdo de partículas grossas e de alto rendimento que podem ser utilizados na formação de um toner.

20 Em modalidades, a presente descrição fornece um processo que inclui colocar pelo menos uma resina de poliéster amorfa em contato com um aditivo redutor de viscosidade, na ausência de um solvente orgânico, para formar uma mistura de resinas; colocar a mistura de resinas em contato com um tensoativo e um agente de neutralização; misturar a mistura em estado fundido; colocar a mistura misturada em estado fundido em contato com água deionizada para formar uma emulsão; e recuperar continuamente as partículas de látex.

25 Em modalidades, a presente descrição fornece um processo que inclui colocar pelo menos uma resina de poliéster cristalina em contato com pelo menos uma resina de poliéster amorfa, na ausência de um solvente orgânico, para formar uma mistura de resinas que tem um ponto de amolecimento de cerca de 60°C a cerca de 130°C; colocar a mistura em contato com um tensoativo e um agente de neutralização; misturar em estado fundido a mistura; colocar a mistura misturada em estado fundido em contato com
30 água deionizada para formar uma emulsão de óleo em água; e recuperar continuamente partículas de látex que tem um conteúdo de partículas gros-

5/42
sas de cerca de 0% a cerca de 3%.

A adição de um aditivo redutor de viscosidade, tal como uma resina de poliéster cristalina a uma resina de poliéster amorfa permite que a resina de poliéster amorfa seja emulsionada em um processo sem solvente.

5 Sem o componente cristalino, a resina amorfa não emulsiona sob as mesmas condições experimentais sem solvente. Isto se deve ao fato das resinas amorfas não terem um ponto de fusão exato e mesmo a 100°C elas têm viscosidades substanciais. As forças viscosas agem contra a formação de emulsões, tal como é evidente no processo de emulsificação por inversão de fase à base de solvente (PIE) atualmente praticado, uma vez que solventes
10 são adicionados para reduzir a viscosidade e permitir a reorientação necessária das extremidades da cadeia para estabilizar e formar partículas que levam à formação de látices estáveis sem tensoativo. Portanto, a obtenção de um processo sem solvente para a produção de uma emulsão de látex a
15 partir de uma resina amorfa tem sido difícil devido às altas viscosidades das resinas amorfas.

De um ponto de vista ambiental, o processo de emulsificação por inversão de fase à base de solvente (PIE) é menos desejável do que um processo sem solvente que evita todos os solventes juntos (um processo
20 sem solvente). A energia necessária para destilar o solvente e, desta forma, a pegada de carbono associada, são grandes devido ao calor latente de vaporização a ser superado. Após a destilação, uma pequena concentração do solvente permanece no látex e, portanto, deve ser abordada no projeto do sistema de águas residuais à jusante. Portanto, o uso de solventes cria um
25 sistema menos eficaz, menos desejável e mais caro para a produção de látices.

De acordo com a presente descrição, um aditivo redutor de viscosidade, em modalidades, uma resina de poliéster cristalina, pode ser adicionada a uma resina de poliéster amorfa, o que reduz a temperatura de
30 amolecimento da resina de modo que em temperaturas próximas do ponto de ebulição da água, a viscosidade da mistura no estado fundido seja suficiente para formar uma emulsão através de um processo sem solvente. A adi-

ção de um aditivo redutor de viscosidade ao poliéster amorfo reduz suficientemente a viscosidade da resina amorfa para permitir uma emulsificação sem solvente da resina amorfa. Isto é, em um processo sem solvente, o aditivo redutor de viscosidade, em modalidades, um poliéster cristalino, age
5 como um solvente para o poliéster amorfo de forma muito semelhante a um solvente adicional usado em processos convencionais de PIE com solvente. Desta forma, a presente descrição apresenta um látex único sem solvente, contendo resinas amorfas e cristalinas, o que simplifica muito a produção e a liberação do látex. Além disso, a presente descrição permite a produção de
10 látices amorfos sem solvente para o núcleo de um toner, e permite, assim, que uma grande quantidade da resina (em modalidades, cerca de 67%) seja produzida de uma forma sem solvente com vantagens comerciais e ambientais.

Além disso, ao contrário dos processos de PIE à base de solvente,
15 te, o aditivo redutor de viscosidade pode permanecer no produto e não precisa ser separado do látex. Isto elimina o tempo de destilação, o descarte de refugos, e os custos associados com o uso dos solventes. Este método pode ser praticado em processos de emulsificação sem solvente, contínuos e em batelada.

20 Para uso na presente invenção, "a ausência de um solvente orgânico" inclui, em modalidades, por exemplo, que solventes orgânicos não são usados para dissolver a resina ou agente de neutralização para a emulsificação. Entretanto, entende-se que quantidades pequenas destes solventes podem estar presentes nestas resinas como uma consequência do uso
25 deles no processo de formação da resina.

Resinas

Qualquer resina pode ser utilizada na formação de uma emulsão de látex da presente descrição. Em modalidades, as resinas podem ser uma resina amorfa, uma resina cristalina, e/ou uma combinação das mesmas. As
30 resinas adequadas podem, também, incluir uma mistura de uma resina de poliéster amorfa e uma resina de poliéster cristalina conforme descrito na Patente U.S. nº 6.830.860.

Em 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 formar um poliéster cristalino, dióis orgânicos adequados incluem dióis alifáticos com de cerca de 2 a cerca de 36 átomos de carbono, 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 selecionado, por exemplo, em uma quantidade de cerca de 40 a cerca de 60 por cento em mol, em modalidades, de cerca de 42 a cerca de 55 por cento em mol, em 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, em 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 ciclohexano dicarboxílico, ácido malônico e ácido mesacônico, um diéster ou anidrido dos mesmos. O diácido orgânico pode ser selecionado em uma quantidade de, por exemplo, em modalidades, de cerca de 40 a cerca de 60 por cento em mol, em modalidades, de cerca de 42 a cerca de 52 por cento em mol, em 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, poliamidas, poli-imidas, poliolefinas, polietileno, polibutileno, poli-isobutirato, copolímeros de etileno-propileno, copolímeros de etileno-acetato de vinila, polipropilenos, misturas dos mesmos, e similares. Resinas cristalinas específicas podem ser à base de poliéster, como poli(etileno-adipato), poli(propileno-adipato), po-

li(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), poli(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-sebecamida). 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), poli(propileno-succinimida), e poli(butileno-succinimida).

A resina cristalina pode estar presente, por exemplo, em uma quantidade de cerca de 1 a cerca de 50 por cento, em peso, dos componentes do toner, em modalidade, de cerca de 5 a cerca de 35 por cento, em peso, dos componentes do toner. A resina cristalina pode possuir vários pontos de fusão, por exemplo, de cerca de 30° C a cerca de 120° C, em modalidades, de cerca de 50° C a cerca de 90° C. A resina cristalina pode ter um peso molecular numérico médio (M_n), como medido por cromatografia de permeação em gel (GPC), por exemplo, de cerca de 2.000 a cerca de 50.000, em modalidades, de cerca de 5.000 a cerca de 25.000, e um peso molecular médio ponderal (M_w), por exemplo, de cerca de 3.000 a cerca de 100.000, em modalidades, de cerca de 5.000 a cerca de 80.000, como determinado por cromatografia de permeação em gel com o uso de padrões de poliestireno. A distribuição de pesos moleculares (M_w/M_n) da resina cristalina pode ser, por exemplo, de cerca de 2 a cerca de 6, em modalidades, de cerca de

3 a cerca de 4.

Exemplos de diácidos ou diésteres, incluindo diácidos vinílicos ou diésteres vinílicos, usados 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, isoftalato de dimetila, isoftalato de dietila, ftalato de dimetila, anidrido ftálico, ftalato de dietila, succinato de dimetila, fumarato de dimetila, maleato de dimetila, glutarato de dimetila, adipato de dimetila, 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, em modalidades, de cerca de 42 a cerca de 52 por cento em mol da resina, em modalidades, de cerca de 45 a cerca de 50 por cento em mol da resina.

Exemplos de dióis que podem ser utilizados na geração do 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-trimetil-hexanodiol, heptanodiol, dodecanodiol, bis(hidroxi-etil)-bisfenol A, bis(2-hidroxi-propil)-bisfenol A, 1,4-ciclo-hexanodimetanol, 1,3-ciclo-hexanodimetanol, xilenodimetanol, ciclo-hexanodiol, dietileno glicol, óxido de bis(2-hidroxi-etila), dipropileno glicol, dibutileno, e combinações dos mesmos. A quantidade de dióis orgânicos selecionada pode variar, e eles podem estar presentes, por exemplo, em uma quantidade de cerca de 40 a cerca de 60 por cento em mol da resina, em modalidades, de cerca de 42 a cerca de 55 por cento em mol da resina, em modalidades, de cerca de 45 a cerca de 53 por cento em mol da resina.

Os catalisadores de policondensação que podem ser utilizados na formação dos poliésteres cristalinos ou amorfos incluem titanatos de te-

tralquila, óxidos de dialquilestanho, como óxido de dibutilestanho, tetraalquilestanhos, como dilaurato de dibutilestanho, e hidróxidos de óxido de dialquilestanho, como hidróxido de óxido de dibutilestanho, alcóxidos de alumínio, alquil zinco, dialquil zinco, óxido de zinco, óxido estanoso, ou combinações dos mesmos. Estes catalisadores podem ser utilizados em quantida-

5 des, por exemplo, de cerca de 0,01 por cento em mol a cerca de 5 por cento em mol, com base no diácido ou diéster inicial usado para gerar a resina de poliéster.

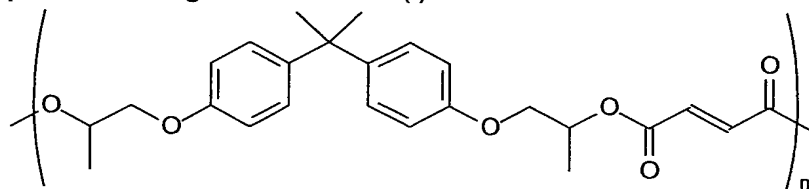
Em modalidades, conforme observado acima, uma resina de poliéster amorfa insaturada pode ser utilizada como uma resina de látex. Exemplos destas resinas incluem as apresentadas na Patente U.S. Nº. 6.063.827, estando sua descrição aqui incorporada por referência na sua totalidade. Resinas de poliéster amorfas insaturadas exemplificadoras incluem, mas não se limitam a, poli(cofumarato de bisfenol propoxilado), poli(cofumarato de bisfenol etoxilado), poli(cofumarato de bisfenol butiloxilado), poli(cofumarato de bisfenol copropoxilado de bisfenol coetoxilado), poli(fumarato de 1,2-prolileno), poli(comaleato de bisfenol propoxilado), poli(comaleato de bisfenol etoxilado), poli(comaleato de bisfenol butiloxilado), poli(comaleato de bisfenol copropoxilado de bisfenol coetoxilado), poli(maleato de 1,2-prolileno), poli(coitaconato de bisfenol propoxilado), poli(coitaconato de bisfenol etoxilado), poli(coitaconato de bisfenol butiloxilado), poli(coitaconato de bisfenol copropoxilado de bisfenol coetoxilado), poli(itaconato de 1,2-prolileno), e combinações dos mesmos.

15

20

Em modalidades, uma resina de poliéster adequada pode ser um poliéster amorfo como uma resina de poli(cofumarato de bisfenol A propoxilado) que tem a seguinte fórmula (I):

25



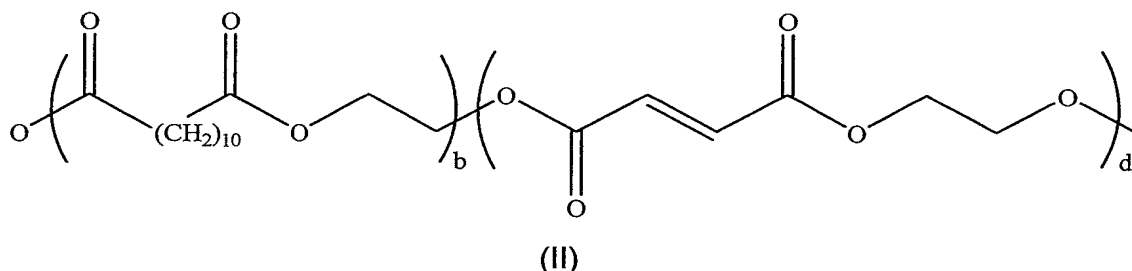
(I)

em que m pode ser de cerca de 5 a cerca de 1000. Exemplos destas resinas e processos para sua produção incluem os apresentados na Patente U.S.

Nº. 6.063.827, estando sua descrição aqui incorporada por referência na sua totalidade.

Um exemplo de uma resina de fumarato de bisfenol A propoxilado linear que pode ser utilizada como uma resina de látex está disponível sob o nome comercial SPARII junto à Resana S/A Indústrias Químicas, São Paulo, Brasil. Outras resinas de fumarato de bisfenol A propoxilado que podem ser utilizadas e estão disponíveis comercialmente incluem GTUF e FPESL-2 da Kao Corporation, Japão e EM181635 da Reichhold, Research Triangle Park, North Carolina, e similares.

As resinas cristalinas adequadas que podem ser utilizadas, opcionalmente em combinação com uma resina amorfa descrita acima, incluem as descritas na publicação de Pedido de Patente U.S. nº 2006/0222991, estando sua descrição aqui incorporada por referência na íntegra. Em modalidades, uma resina cristalina adequada pode incluir uma resina formada de etileno glicol e uma mistura de comonômeros de ácido dodecanodioico e ácido fumárico com a seguinte fórmula:



em que b é de cerca de 5 a cerca de 2000 e d é de cerca de 5 a cerca de 2000.

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

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 do toner, em modalidade, de cerca de 40 a cerca de 80 por cento, em peso, dos componentes do toner. Em modalidades, a resina amorfa ou combinações de resinas amorfas usadas no látex pode ter uma temperatura de

transição vítrea de cerca de 30°C a cerca de 80°C, em modalidades, de cerca de 35°C a cerca de 70°C. Em modalidades adicionais, as resinas combinadas usadas no látex podem ter uma viscosidade do fundido de cerca de 10 a cerca de 1.000.000 Pa*S a cerca de 130°C, em modalidades,
5 de cerca de 50 a cerca de 100.000 Pa*S.

Uma, duas ou mais resinas podem ser usadas. Em modalidades, quando duas ou mais resinas são usadas, as resinas podem estar em qualquer razão adequada (por exemplo, razão em peso) como, por exemplo, de cerca de 1% (primeira resina)/99% (segunda resina) a cerca de 99% (primeira resina)/ 1% (segunda resina), em modalidades, de cerca de 10% (primeira resina)/90% (segunda resina) a cerca de 90% (primeira resina)/10% (segunda resina).
10

Em modalidades, um toner adequado da presente descrição pode incluir 2 resinas de poliéster amorfas e uma resina de poliéster cristalina. A razão entre o peso das três resinas pode ser de cerca de 29% da primeira resina amorfa/69% da segunda resina amorfa/2% da resina cristalina, a cerca de 60% da primeira resina amorfa/20% da segunda resina amorfa/20% da resina cristalina.
15

Em modalidades, a resina pode possuir grupos ácidos que, em modalidades, pode estar presente no terminal da resina. Os grupos ácidos que podem estar presentes incluem grupos de ácido carboxílico, e similares. O número de grupos de ácido carboxílico pode ser controlado pelo ajuste dos materiais utilizados para formar a resina e pelas condições reacionais.
20

Em modalidades, a resina pode ser uma resina de poliéster que tem um número ácido de cerca de 2 mg de KOH/g de resina a cerca de 200 mg de KOH/g de resina, em modalidades, de cerca de 5 mg de KOH/g de resina a cerca de 50 mg de KOH/g de resina. A resina contendo ácido pode ser dissolvida em solução de tetraidrofurano. O número ácido pode ser detectado por titulação com solução de KOH/ metanol contendo fenolftaleína como o indicador. O número ácido pode, então, ser calculado com base na quantidade de equivalentes de KOH/metanol necessários para neutralizar todos os grupos ácidos na resina identificada como o objetivo da titulação.
25
30

Agente de neutralização

Em modalidades, a resina pode ser misturada com uma base fraca ou agente de neutralização. Em modalidades, o agente de neutralização pode ser usado para neutralizar os grupos ácidos nas resinas, então, um agente de neutralização pode, também, ser chamado na presente invenção como um "agente de neutralização básico." Qualquer reagente de neutralização básico adequado pode ser usado de acordo com a presente descrição. Em modalidades, os agentes de neutralização básicos adequados podem incluir agentes básicos inorgânicos e agentes básicos orgânicos. Os agentes básicos adequados podem incluir hidróxido de amônio, hidróxido de potássio, hidróxido de sódio, carbonatos de sódio, bicarbonato de sódio, hidróxido de lítio, carbonato de potássio, combinações dos mesmos, e similares. Os agentes básicos adequados podem, também, incluir compostos monocíclicos e compostos policíclicos que possuem pelo menos um átomo de nitrogênio, como, por exemplo, aminas secundárias, que incluem aziridinas, azetidinas, piperazinas, piperidinas, piridinas, biperidinas, terpiridinas, dihidropiridinas, morfollinas, N-alquilmorfollinas, 1,4-diazabicciclo[2.2.2]octanos, 1,8-diazabiccicloundecanos, 1,8-diazabiccicloundecenos, pentilaminas dimetiladas, pentilaminas trimetiladas, pirimidinas, pirróis, pirrolidinas, pirrolidinonas, indóis, indolinas, indanonas, benzindazonas, imidazóis, benzimidazóis, imidazolonas, imidazolinas, oxazóis, isoxazóis, oxazolinas, oxadiazóis, tiadiazóis, carbazóis, quinolinas, isoquinolinas, naftiridinas, triazinas, triazóis, tetrazóis, pirazóis, pirazolinas, e combinações dos mesmos. Em modalidades, os compostos monocíclicos e policíclicos podem ser não substituídos ou substituídos em qualquer posição de carbono no anel.

Em modalidades, uma emulsão formada de acordo com a presente descrição pode, também, incluir uma pequena quantidade de água, em modalidades, água deionizada (DIW), em quantidades de cerca de 30% a cerca de 95%, em modalidades, de cerca de 50% a cerca de 85%, a temperaturas que fundem ou amolecem a resina, de cerca de 40°C a cerca de 140°C, em modalidades de cerca de 60°C a cerca de 100°C.

O agente básico pode ser utilizado em uma quantidade de cerca

de 0,001 % em peso a 50% em peso da resina, em modalidades, de cerca de 0,01% em peso a cerca de 25 % em peso da resina, em modalidades, de cerca de 0,1% em peso a 5 % em peso da resina.

5 Conforme observado acima, o agente de neutralização básico pode ser adicionado a uma resina que possui grupos ácidos. A adição do agente de neutralização básico pode então, aumentar o pH de uma emulsão, incluindo uma resina que possui grupos ácidos, de cerca de 5 para cerca de 12, em modalidades, de cerca de 6 para cerca de 11. A neutralização dos grupos ácidos pode, em modalidades, intensificar a formação da emulsão.

10 Tensoativos

Em modalidades, o processo da presente descrição pode incluir a adição de um tensoativo, antes ou durante a mistura no estado fundido, à resina a uma temperatura elevada. Em modalidades, o tensoativo pode ser adicionado antes da mistura em estado fundido da resina a uma temperatura elevada.

Quando utilizados, uma emulsão de resina pode incluir um, dois ou mais tensoativos. Os tensoativos podem ser selecionados a partir de tensoativos iônicos e tensoativos não iônicos. Os tensoativos aniônicos e tensoativos catiônicos são abrangidos pelo termo "tensoativos iônicos." Em modalidades, o tensoativo pode ser adicionado como um sólido ou como uma solução com uma concentração de cerca de 5% a cerca de 100% (tensoativo puro) em peso, em modalidades, de cerca de 10% a cerca de 95% em peso. Em modalidades, o tensoativo pode ser utilizado para que ele esteja presente em uma quantidade de cerca de 0,01% a cerca de 20% em peso da resina, em modalidades, de cerca de 0,1% a cerca de 16% em peso, da resina, em outras modalidades, de cerca de 1% a cerca de 14%, em peso, da resina.

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 benzeno alquila, ácidos como o ácido abítico disponível junto à Aldrich, NEOGEN R[®], NEOGEN SC[®] obtidos junto à Daiichi Kogyo Seiyaku, combina-

ções dos mesmos, e similares. Outros tensoativos aniônicos adequados incluem, em modalidades, DOWFAX[®] 2A1, um dissulfonato de alquildifenilóxido da The Dow Chemical Company, e/ou TAYCA POWER BN2060 da Tayca Corporation (Japão), que são sulfonatos de dodecil benzeno de sódio ramificados. Combinações destes tensoativos e qualquer um dos tensoativos aniônicos supracitados podem ser utilizadas em algumas modalidades.

Exemplos dos tensoativos catiônicos que são geralmente carregados positivamente, incluem, por exemplo, cloreto de alquilbenzil dimetilamônio, cloreto de dialquil benzeno alquilamônio, cloreto de lauril trimetilamônio, cloreto de alquilbenzil metilamônio, brometo de alquilbenzil dimetilamônio, cloreto de benzalcônio, brometo de cetilpiridínio, brometos de C₁₂, C₁₅, C₁₇ trimetilamônio, sais de haleto de polioxietilalquilaminas quaternizadas, cloreto de dodecilbenzil trietilamônio, MIRAPOL[®] e ALKAQUAT[®], disponíveis junto à Alkaril Chemical Company, SANIZOL[®] (cloreto de benzalcônio), disponível junto à Kao Chemicals, e similares, e misturas dos mesmos.

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 octilfenólico, éter polioxietileno oleílico, monolaurato de polioxietileno sorbitano, éter polioxietileno estearílico, éter polioxietileno nonilfenílico, dialquilfenóxi poli(etilenóxi) etanol, disponível junto à 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 897[®]. Outros exemplos de tensoativos não iônicos adequados podem incluir um copolímero de bloco de óxido de polietileno e óxido de polipropileno, inclusive aqueles disponíveis comercialmente como SYNPERONIC PE/F, em modalidades, SYNPERONIC PE/F 108. Combinações destes tensoativos e qualquer um dos tensoativos supracitados podem ser utilizados em algumas modalidades.

Processamento

Conforme observado acima, o presente processo inclui misturar

uma mistura em estado fundido a uma temperatura elevada, contendo pelo menos uma resina amorfa, um agente redutor de viscosidade, em modalidades, pelo menos uma resina cristalina, um tensoativo, e um agente de neutralização, em que um solvente orgânico não é utilizado no processo, para
5 formar uma emulsão de látex. Em modalidades, as resinas podem ser pré-misturadas antes da mistura em estado fundido. Em modalidades, as resinas podem ser coalimentadas em um alimentador de rosca de uma extrusora.

Mais de uma resina pode ser utilizada na formação do látex. Conforme observado acima, a resina pode ser uma resina amorfa, uma resina
10 cristalina, ou uma combinação das mesmas. Em modalidades, a resina pode ser uma resina amorfa e a temperatura elevada pode ser uma temperatura acima da temperatura de transição vítrea da resina amorfa. 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 cristalina.
15 Em modalidades adicionais, a resina pode ser uma mistura de resinas amorfas e cristalinas e a temperatura pode ser acima da temperatura de transição vítrea da mistura.

Em modalidades, pelo menos uma resina de poliéster amorfa é colocada em contato com um aditivo redutor de viscosidade para reduzir a
20 viscosidade da pelo menos uma resina amorfa, na ausência de um solvente orgânico para formar uma mistura de resinas. Conforme observado acima, em modalidades, o aditivo redutor de viscosidade pode ser uma resina de poliéster cristalina.

Em modalidades, o aditivo redutor de viscosidade pode reduzir a
25 temperatura de amolecimento da resina amorfa de modo que a resina amorfa tenha uma temperatura de amolecimento de cerca de 90°C a cerca de 130°C, em modalidades, de cerca de 95°C a cerca de 120°C.

Em modalidades, o aditivo redutor de viscosidade está presente em uma quantidade de cerca de 2 por cento, em peso, a cerca de 50 por cento, em peso, da mistura de resinas, em modalidades, de cerca de 5 por cento, em peso, a cerca de 45 por cento, em peso, e a pelo menos uma resina de poliéster amorfa está presente em uma quantidade de cerca de 50 por-

cento, em peso, a cerca de 98 por cento, em peso, da mistura de resinas, em modalidades, de cerca de 55 por cento, em peso, a cerca de 95 por cento, em peso,.

5 Em modalidades, o agente de neutralização que pode ser utilizado inclui os agentes mencionados anteriormente neste documento. Em modalidades, o tensoativo utilizado pode ser qualquer um dos tensoativos mencionados anteriormente neste documento para garantir a ocorrência da neutralização apropriada da resina e levar a um látex de alta qualidade com baixo conteúdo de partículas grossas.

10 Em modalidades, o tensoativo pode ser adicionado ao um ou mais ingredientes da composição de resina antes, durante, ou após a mistura no estado fundido. Em modalidades, o tensoativo pode ser adicionado antes, durante, ou após a adição do agente de neutralização. Em modalidades, o tensoativo pode ser adicionado antes da adição do agente de neutralização. Em modalidades, um tensoativo pode ser adicionado à mistura pré-misturada antes da mistura em estado fundido.

A temperatura elevada pode ser de cerca de 30°C a cerca de 300°C, em modalidades, de cerca de 50°C a cerca de 200°C, em outras modalidades, de cerca de 70°C a cerca de 150°C.

20 A mistura no estado fundido pode ser conduzida em uma extrusora, isto é, uma extrusora de rosca dupla, um amassador, tal como um misturador Haake, um reator de batelada, ou qualquer outro dispositivo capaz de misturar intimamente materiais viscosos para criar misturas quase homogêneas.

25 Formação da emulsão

Uma vez que as resinas, o agente de neutralização e o tensoativo são misturados em estado fundido, a mistura pode, então, ser colocada em contato com água, para formar uma emulsão de látex. Água pode ser adicionada de modo a formar um látex com um teor de sólidos de cerca de 30 10% a cerca de 50%, em modalidades, de cerca de 20% a cerca de 40%. Embora temperaturas da água mais elevadas possam acelerar o processo de dissolução, os látices podem ser formados a temperaturas tão baixas

quanto temperatura ambiente. Em outras modalidades, as temperaturas da água podem ser de cerca de 40°C a cerca de 110°C, em modalidades, de cerca de 50°C a cerca de 100°C.

O contato entre a água e a mistura de resinas pode ser obtido de qualquer forma adequada, tal como em um frasco ou conduto contínuo, em um leito compactado. Em modalidades é utilizado um processo em extrusora sem solvente, conforme mostrado na figura 3, e conforme descrito adicionalmente a seguir no exemplo 1. Em modalidades, conforme a mistura de resinas passa pela extrusora, água pode ser adicionada a uma porta de injeção. Em modalidades, a água pode ser adicionada a três portas subsequentes. Isto pode ser vantajoso para que a transição de uma emulsão água em óleo em uma emulsão óleo em água possa ser gradual, garantindo que os materiais continuem ser misturados ao invés de ocorrer separação de fases, e para otimizar a formação da emulsão na extrusora. Em modalidades, a porta pode injetar água deionizada preaquecida na extrusora a taxas adequadas para se obter o teor de sólidos desejado no látex final. Em modalidades, a porta pode injetar água deionizada preaquecida na extrusora a taxas de cerca de 40 ml/minuto a cerca de 500 ml/minuto, em modalidades, de cerca de 100 ml/minuto a cerca de 400 ml/minuto.

O produto que sai da extrusora pode incluir uma corrente de látex coletada em um banho-maria preaquecido com agitação suave antes de ser descartado para armazenamento e uso posterior no processo de agregação/coalescência descrito a seguir.

Em outras modalidades, como por exemplo, em um processo em batelada, o produto misturado em estado fundido que sai do misturador pode ser resfriado, triturado, e, então, adicionado a uma caldeira com água deionizada preaquecida para formar o látex.

O tamanho de partícula da emulsão de látex formada pode ser controlado pela razão entre a concentração do tensoativo e do agente de neutralização e a concentração da resina de poliéster. A concentração de sólidos do látex pode ser controlada pela razão entre a mistura de resinas e a água.

De acordo com a presente descrição, foi visto que os processos da presente invenção podem produzir partículas de resina emulsionadas que retêm as mesmas propriedades de peso molecular da resina de partida, em modalidades, as resinas pré-produzidas utilizadas na formação da emulsão.

5 As partículas de resina emulsionadas no meio aquoso podem ter um tamanho de cerca de 1500 nm ou menos, tal como de cerca de 10 nm a cerca de 1200 nm, em modalidades, de cerca de 30 nm a cerca de 1000 nm.

A distribuição de tamanho de partícula de um látex da presente descrição pode ser de cerca de 30 nm a cerca de 500 nm, em modalidades,
10 de cerca de 125 nm a cerca de 200 nm.

O conteúdo de partículas grossas do látex da presente descrição pode ser de cerca de 0,01% em peso, a cerca de 3%, em peso, em modalidades, de cerca de 0,1%, em peso, a cerca de 1%, em peso. O teor de sólidos do látex da presente descrição pode ser de cerca de 10%, em peso, a
15 cerca de 50%, em peso, em modalidades, de cerca de 20%, em peso, a cerca de 40%, em peso.

Após a emulsificação, tensoativo, água, e/ou agente de neutralização adicionais podem ser, opcionalmente, adicionados para diluir a emulsão, embora isto não seja necessário. Após a emulsificação, a emulsão pode
20 ser resfriada até a temperatura ambiente, por exemplo, de cerca de 20°C a cerca de 25°C.

As emulsões de látex da presente descrição oferecem várias vantagens incluindo, por exemplo, baixo conteúdo de partículas grossas, estreitas distribuições de tamanho de partícula e tamanhos de partícula adequados para fabricação de toner com agregação em emulsão; não são necessários
25 homogeneizadores ou outros dispositivos dispersantes para a preparação dos látices; filtração não é necessária para eliminar as partículas grossas; e não é necessário tempo para a destilação do solvente.

As emulsões de látex da presente descrição podem, então, ser
30 utilizadas para produzir tamanhos de partícula que são adequados para processos de agregação em emulsão de fusão ultrabaixa, com o uso de uma combinação de resinas de poliéster cristalinas e amorfas. Os látices podem

ser produzidos com um baixo conteúdo de partículas grossas sem o uso de homogeneização ou filtração.

Toner

Uma vez que a mistura de resinas tiver sido colocada em contato com água para formar uma emulsão, conforme descrito acima, o látex resultante pode, então, ser utilizado para formar um toner através de qualquer método conhecido pelos versados na técnica. A emulsão de látex pode ser colocada em contato com um corante, opcionalmente, em uma dispersão, e outros aditivos para formar um toner de fusão ultrabaixa através de um processo adequado, em modalidades, um processo de agregação em emulsão e coalescência.

Em modalidades, a emulsão de látex utilizada para formar um toner pode incluir tanto a resina amorfa quanto um aditivo redutor de viscosidade, em modalidades, uma resina cristalina.

Em modalidades, os ingredientes adicionais opcionais de uma composição de toner incluindo um corante, cera, e outros aditivos, podem ser adicionados antes, durante ou após a mistura no estado fundido da resina para formar a emulsão de látex da presente descrição. Os ingredientes adicionais podem ser adicionados antes, durante ou após a formação da emulsão de látex. Em modalidades adicionais, o corante pode ser adicionado antes da adição do tensoativo.

Corantes

Como o corante a ser adicionado, vários corantes adequados conhecidos, como corantes, pigmentos, misturas de corantes, misturas de pigmentos, misturas de corantes e pigmentos, e similares, podem ser incluídos no toner. Em modalidades, o corante pode estar incluído no toner em 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, embora a quantidade de corante possa estar fora destas faixas.

Como exemplos de corantes adequados, pode-se mencionar negros de fumo, como REGAL 330® (Cabot), Carbon Black 5250 e 5750 (Co-

lumbian Chemicals), Sunspere Carbon Black LHD 9303 (Sun Chemicals); magnetitas, como as magnetitas MO8029[®], MO8060[®] da Mobay ; magnetitas da Columbian; MAPICO BLACKS[®] e magnetitas com tratamento de superfície; magnetitas CB4799[®], CB5300[®], CB5600[®], MCX6369[®] da Pfizer; magnetitas da Bayer, BAYFERROX 8600[®], 8610[®]; magnetitas da Northern Pigments, NP-604[®], NP-608[®]; magnetitas da Magnox TMB-100[®], ou TMB-104[®]; e similares. Como pigmentos coloridos, pode-se selecionar ciano, magenta, amarelo, vermelho, verde, marrom, azul ou misturas dos mesmos. Geralmente, pigmentos ou corantes 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 5100 e 5890 (BASF), Normandy Magenta RD-2400 (Paul Uhrich), Permanent Violet VT2645 (Paul Uhrich), Heliogen Green L8730 (BASF), Argyle Green XP-111-S (Paul Uhrich), Brilliant Green Toner GR 0991 (Paul Uhrich), Lithol Scarlet D3700 (BASF), Toluidine Red (Aldrich), Scarlet for Thermoplast NSD PS PA (Ugine Kuhlmann of Canada), Lithol Rubine Toner (Paul Uhrich), Lithol Scarlet 4440 (BASF), NBD 3700 (BASF), Bon Red C (Dominion Color), Royal Brilliant Red RD-8192 (Paul Uhrich), Oracet Pink RF (Ciba Geigy), Paliogen Red 3340 and 3871K (BASF), Lithol Fast Scarlet L4300 (BASF), Heliogen Blue D6840, D7080, K7090, K6910 and L7020 (BASF), Sudan Blue OS (BASF), Neopen Blue FF4012 (BASF), PV Fast Blue B2G01 (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 Uhrich), Paliogen Yellow 152 e 1560 (BASF), Lithol Fast Yellow 0991K (BASF), Paliotol Yellow 1840 (BASF), Novaperm Yellow FGL (Hoechst), Permanerit Yellow YE 0305 (Paul Uhrich), 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 anteriormente mencionados, e similares.

Outras dispersões de corante à base de água adequadas incluem aquelas disponíveis comercialmente junto à Clariant, por exemplo, Hostafine Yellow GR, Hostafine Black T e Black TS, Hostafine Blue B2G, Hostafine Rubine F6B e pigmento magenta seco, como Toner Magenta 6BVP2213 e Toner Magenta EO2 que podem ser dispersos em água e/ou tensoativo antes do uso.

Exemplos de específicos de pigmentos incluem Sunsperser BHD 6011X (Azul tipo 15), Sunsperser BHD 9312X (Pigmento Azul 15 74160), Sunsperser BHD 6000X (Pigmento Azul 15:3 74160), Sunsperser GHD 9600X e GHD 6004X (Pigmento Verde 7 74260), Sunsperser QHD 6040X (Pigmento Vermelho 122 73915), Sunsperser RHD 9668X (Pigmento Vermelho 185 12516), Sunsperser RHD 9365X e 9504X (Pigmento Vermelho 57 15850:1, Sunsperser YHD 6005X (Pigmento Amarelo 83 21108), Flexiverse YFD 4249 (Pigmento Amarelo 17 21105), Sunsperser YHD 6020X e 6045X (Pigmento Amarelo 74 11741), Sunsperser YHD 600X e 9604X (Pigmento Amarelo 14 21095), Flexiverse LFD 4343 e LFD 9736 (Pigmento Preto 7 77226), Aquatone, combinações dos mesmos, e similares, como 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 junto à Paul Uhlich & Company, Inc., Pigment Violet 1[®], Pigment Red 48[®], Lemon Chrome Yellow DCC 1026[®], E.D. Toluidine Red[®] e Bon Red C[®] disponíveis junto à Dominion Color Corporation, Ltd., Toronto, Ontario, Novaperm Yellow FGL[®], e similares. Em geral, os corantes que podem ser selecionados são preto, ciano, magenta, ou amarelo, e misturas dos mesmos. Exemplos de magentas são corantes de quinacridona e antraquinona 2,9-dimetilsubstituídas identificados no índice de cores como CI 60710, CI Dispersed Red 15, corantes diazo identificado no índice de cores como CI 26050, CI Solvent Red 19, e similares. Exemplos ilustrativos de cianos incluem os pigmentos de tetra(octadecil sulfonamido) ftalocianina de cobre, ftalocianina de x-cobre listados no índice de cores como CI 74160, CI Pigment Blue, Pig-

ment Blue 15:3, e azul de antratreno, identificado no índice de cores como CI 69810, Special Blue X-2137, e similares. Exemplos ilustrativos de amarelos são amarelo de diarilida 3,3-diclorobenzideno acetoacetanilidas, um pigmento monoazo identificado no índice de cores como CI 12700, CI Solvent Yellow 16, uma nitrofenil amina sulfonamida identificada no índice de cores como Foron Yellow SE/GLN, CI Dispersed Yellow 33 2,5-dimetóxi-4-sulfonanilida fenilazo-4'-cloro-2,5-dimetóxi acetoacetanilida, e Permanent Yellow FGL.

Em modalidades, o corante pode incluir um pigmento, um corante, combinações dos mesmos, negro de fumo, magnetita, preto, ciano, magenta, amarelo, vermelho, verde, azul, marrom, combinações dos mesmos, em uma quantidade suficiente para conferir a cor desejada ao toner. Deve ser compreendido que outros corantes úteis serão facilmente evidenciados com base na presente descrição.

Em modalidades, um pigmento ou corante pode ser empregado em uma quantidade de cerca de 1%, em peso, a cerca de 35%, em peso, das partículas de toner, com base no conteúdo de sólidos, em outras modalidades, de cerca de 5%, em peso, a cerca de 25%, em peso. Entretanto, quantidades fora destas faixas também podem ser usadas, em algumas modalidades.

Cera

Opcionalmente, uma cera pode, também, ser combinada com a resina e um corante na formação das partículas de toner. A cera pode ser fornecida em uma dispersão de cera, que pode incluir um único tipo de cera ou uma mistura de duas ou mais ceras diferentes. Uma única cera pode ser adicionada a formulações de toner, por exemplo, para otimizar as propriedades particulares do toner, como o formato da partícula do toner, a presença e quantidade de cera sobre a superfície da partícula de toner, características de carga e/ou fusão, brilho, decapagem, propriedades de offset, e similares. Alternativamente, uma combinação de ceras pode ser adicionada para fornecer várias propriedades à composição de toner.

Quando incluída, a cera pode estar presente em uma quantida-

de, por exemplo, de cerca de 1%, em peso, a cerca de 25%, em peso, das partículas de toner, em modalidades, de cerca de 5%, em peso, a cerca de 20%, em peso, das partículas de toner, embora a quantidade de cera possa estar fora destas faixas.

5 Quando uma dispersão de cera é usada, a dispersão de cera pode incluir qualquer uma das várias ceras convencionalmente usadas em composições de toner com agregação em emulsão. As ceras que podem ser selecionadas incluem ceras que têm, por exemplo, um peso molecular médio de cerca de 500 a cerca de 20.000, em modalidades, de cerca de 1.000 a
10 cerca de 10.000. As ceras que podem ser usadas incluem, por exemplo, poliolefinas, tal como polietileno, incluindo ceras de polietileno linear e ceras de polietileno ramificado, polipropileno, incluindo ceras de polipropileno linear e ceras de polipropileno ramificado, ceras de polietileno/amida, polietilenotetrafluoroetileno, polietilenotetrafluoroetileno/amida, e de polibuteno, tais como
15 as disponíveis comercialmente junto à Allied Chemical e Petrolite Corporation, por exemplo, ceras de polietileno POLYWAX[®] como as disponíveis comercialmente junto à Baker Petrolite, emulsões de cera disponíveis junto à Michaelman, Inc. e à Daniels Products Company, EPOLENE N-15[®] disponível comercialmente junto à Eastman Chemical Products, Inc., e VISCOL
20 550-P[®], um polipropileno de baixo peso molecular médio disponível junto à Sanyo Kasei K. K.; ceras de plantas, como cera de carnaúba, cera de arroz, cera de candelila, cera de sumagre, e óleo de jojoba; ceras animais, como cera de abelha; ceras minerais e ceras à base de petróleo, como cera de lignita, ozoquerita, ceresina, cera de parafina, cera microcristalina, como as
25 ceras derivadas da destilação de óleo cru, ceras de silicone, ceras de mercapto, ceras de poliéster, ceras de uretano; ceras de poliolefina modificadas (como uma cera de polietileno terminada em ácido carboxílico ou uma cera de polipropileno terminada em ácido carboxílico); cera Fischer-Tropsch; ceras de éster obtidas a partir de ácido graxo superior e álcool superior, como
30 estearato de estearila e beenato de beenila; ceras de éster obtidas a partir de ácido graxo superior e álcool inferior monovalente ou multivalente, como estearato de butila, oleato de propila, monoestearato de gliderídeo, diestea-

rato de glícerido, e pentaeritritol tetra-beenato; ceras de éster obtidas a partir de ácido graxo superior e multímeros de álcool multivalente, como monoestearato de dietileno glicol, diestearato de dipropileno glicol, diestearato de diglicerila, e tetraestearato de triglicerila; ceras de éster de ácido graxo superior, como monoestearato de sorbitano, e ceras de éster de ácido graxo superior de colesterol, como estearato de colesterila. Exemplos de ceras funcionalizadas que podem ser usadas incluem, por exemplo, aminas, amidas, por exemplo, AQUA SUPERSLIP 6550[®], SUPERSLIP 6530[®] disponíveis junto à Micro Powder Inc., ceras fluoradas, por exemplo POLYFLUO 190[®], POLYFLUO 200[®], POLYSILK 19[®], POLYSILK 14[®] disponíveis junto à Micro Powder Inc., ceras de amidas, mistas fluoradas, como ceras funcionalizadas de amida polar alifática; ceras alifáticas consistindo em ésteres de ácidos graxos insaturados hidroxilados, por exemplo, MICROSPERSION 19[®] também disponível junto à Micro Powder Inc., imidas, ésteres, aminas quaternárias, ácidos carboxílicos ou emulsão de polímero acrílico, por exemplo, JONCRYL 74[®], 89[®], 130[®], 537[®], e 538[®], todas disponíveis junto à SC Johnson Wax, e polipropilenos e polietilenos clorados disponíveis junto à Allied Chemical e Petrolite Corporation e SC Johnson wax. Misturas e combinações das ceras anteriormente mencionadas podem, também, ser usadas em modalidades. As ceras podem estar incluídas, por exemplo, como agentes de liberação do tipo "fuser roll". Em modalidades, as ceras podem ser cristalinas ou não-cristalinas.

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

Preparação do toner

As partículas de toner podem ser preparadas através de qualquer método conhecido pelo versado na técnica. Embora modalidades relacionadas à produção da partícula de toner sejam descritas a seguir com relação a processos de agregação em emulsão, qualquer método adequado para preparar partículas de toner podem ser usados, incluindo processos

químicos, como os processos de suspensão e encapsulação apresentados nas patentes U.S. Nº 5.290.654 e 5.302.486, cujas descrições estão por meio desta incorporadas por referência na íntegra. Em modalidades, as composições de toner e partículas de toner podem ser preparadas por processos de agregação e coalescência nos quais partículas de resina de pequeno tamanho são agregadas até o tamanho de partícula do toner adequado e, então, coalescidas para obter o formato e morfologia final da partícula de toner.

Em modalidades, as composições de toner podem ser preparadas por processos de agregação em emulsão, como um processo que inclui agregar uma mistura de um corante opcional, uma cera opcional e quaisquer outros aditivos desejados ou necessários, e emulsões incluindo as resinas descritas acima, opcionalmente, em tensoativos conforme descrito acima, e, então, coalescer a mistura agregada. Uma mistura pode ser preparada pela adição de um corante e, opcionalmente, uma cera ou outros materiais, que podem estar, também, opcionalmente, em dispersão(ões) 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 como, por exemplo, ácido acético, ácido nítrico ou similares. Em modalidades, o pH da mistura pode ser ajustado de cerca de 2 a cerca de 5. Adicionalmente, em modalidades, a mistura pode ser homogeneizada. Se a mistura for homogeneizada, a homogeneização pode ser realizada pela mistura a cerca de 600 a cerca de 6.000 revoluções por minuto. A homogeneização pode ser feita através de qualquer meio adequado, incluindo, por exemplo, um homogeneizador de sonda T50 ULTRA TURRAX da IKA.

Após a preparação da mistura acima, um agente de agregação pode ser adicionado à 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 exemplo, um agente de agregação catiônico inorgânico, tal como haletos de polialumínio, como cloreto de polialumínio (PAC), ou o brometo, fluoreto, ou iode-

to correspondente, silicatos de polialumínio, como sulfossilicato de polialumínio (PASS), e sais metálicos solúveis em água incluindo cloreto de alumínio, nitrito de alumínio, sulfato de alumínio, sulfato de potássio e alumínio, 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. Em modalidades, o agente de agregação pode ser adicionado à mistura a uma temperatura abaixo da temperatura de transição vítrea (Tg) da resina.

Exemplos adequados de agentes de agregação de catiônicos orgânicos incluem, por exemplo, cloreto de dialquil benzenoalquilamônio, cloreto de lauril trimetilamônio, cloreto de alquilbenzil metilamônio, brometo de alquil benzil dimetilamônio, cloreto de benzalcônio, brometo de cetil piridínio, brometos de C₁₂, C₁₅, C₁₇ trimetilamônio, sais de haleto de polioxietilalquilaminas quaternizadas, cloreto de dodecilbenzil trietilamônio, combinações dos mesmos, e similares.

Outros agentes de agregação adequados incluem, também, mas não se limitam a, titanatos de tetralquila, óxido de dialquilestanho, hidróxido de óxido de tetra-alquilestanho, hidróxido de óxido de dialquilestanho, alcóxidos de alumínio, alquil zinco, dialquil zinco, óxido de zinco, óxido estanoso, óxido de dibutilestanho, hidróxido de óxido de dibutilestanho, estanho de dibutilestanho, combinações dos mesmos, e similares. Quando o agente de agregação é um agente de agregação de poliíon, o agente pode ter qualquer número desejado de átomos de poliíon presentes. Por exemplo, em 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 10% em peso, em 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 agregação.

As partículas podem ser deixadas em agregação até que um tamanho de partícula desejado predeterminado seja obtido. Um tamanho
5 desejado predeterminado refere-se ao tamanho de partícula desejado a ser obtido, conforme determinado antes da formação, e o tamanho de partícula sendo monitorado durante o processo de crescimento até que este tamanho de partícula seja atingido. Amostras podem ser retiradas durante o processo de crescimento e analisadas, por exemplo, com um contador Coulter, quanto
10 ao tamanho médio de partícula. A agregação pode, então, continuar, pela manutenção da temperatura elevada, ou pela redução lenta da temperatura até, por exemplo, cerca de 40°C a cerca de 100°C, e manutenção da mistura nesta temperatura durante um período de cerca de 0,5 horas a cerca de 6 horas, em modalidades, de cerca de hora 1 a cerca de 5 horas, enquanto se
15 mantém a agitação, para fornecer as partículas agregadas. Uma vez que o tamanho de partícula desejado predeterminado é atingido, o processo de crescimento é interrompido.

O crescimento e a definição da forma das partículas após a adição do agente de agregação podem ser feitos sob quaisquer condições adequadas. Por exemplo, o crescimento e definição da forma podem ser conduzidos sob condições nas quais a agregação ocorre independente da coalescência. Para estágios de agregação e coalescência separados, o processo de agregação pode ser conduzido sob condições de cisalhamento a uma temperatura elevada, por exemplo, de cerca de 40°C a cerca de 90°C, em
20 modalidades, de cerca de 45°C a cerca de 80°C, que podem ser abaixo da temperatura de transição vítrea da resina, conforme discutido acima.

Uma vez que o tamanho final desejado das partículas de toner é atingido, o pH da mistura pode ser ajustado com uma base ate um valor de cerca de 3 a cerca de 10, e em modalidades, de cerca de 5 a cerca de 9. O
30 ajuste do pH pode ser utilizado para congelar, isto é, parar o crescimento do toner. A base utilizada para parar o crescimento do toner pode incluir qualquer base adequada como, por exemplo, hidróxidos de metal alcalino como,

por exemplo, hidróxido de sódio, hidróxido de potássio, hidróxido de amônio, combinações dos mesmos, e similares. Em modalidades, ácido etilenodiaminotetracético (EDTA) pode ser adicionado para ajudar a ajustar o pH para os valores desejados observados acima.

5 Resina de revestimento

Em modalidades, após a agregação, mas antes da coalescência, uma cobertura de resina pode ser aplicada às partículas agregadas para formar um revestimento sobre eles. Em modalidades, o núcleo pode, assim, incluir uma resina amorfa e um aditivo redutor de viscosidade, em modalidades, uma resina cristalina, conforme descrito acima. Qualquer resina descrita acima pode ser utilizada como o revestimento. Em modalidades, um látex de resina amorfa de poliéster, conforme descrito acima, pode estar incluído no revestimento. Em modalidades, o látex de resina amorfa de poliéster descrito acima pode ser combinado com uma resina diferente, e, então, adicionado às partículas como uma cobertura de resina para formar um revestimento.

Em modalidades, as resinas que podem ser utilizadas para formar um revestimento incluem, mas não se limitam a, um látex de resina cristalina descrito acima, e/ou as resinas amorfas descritas acima. Em modalidades, uma resina amorfa que pode ser utilizada para formar um revestimento de acordo com a presente descrição inclui um poliéster amorfo, opcionalmente, em combinação com um látex de resina de poliéster cristalina descrito acima. Várias resinas podem ser utilizadas em quaisquer quantidades adequadas. Em modalidades, uma primeira resina de poliéster amorfa, por exemplo, uma resina amorfa da 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 de revestimento total, em modalidades, de cerca de 30 por cento, em peso, a cerca de 90 por cento, em peso, da resina de revestimento total. Desta forma, em modalidades, uma segunda resina pode estar presente na resina de revestimento em uma quantidade de cerca de 0 por cento, em peso, a cerca de 80 por cento, em peso, da resina de revestimento total, em modalidades, de cerca de 10 por cento, em peso, a cerca de 70 por cento, em peso, resina de revestimento.

A resina de revestimento pode ser aplicada às partículas agregadas através de qualquer método conhecido dos versados na técnica. Em modalidades, as resinas utilizadas para formar o revestimento podem estar em uma emulsão que inclui qualquer tensoativo descrito acima. A emulsão que possui as resinas, opcionalmente, o látex de resina de poliéster cristalina sem solvente neutralizado com NaOH descrito acima, pode ser combinada com as partículas agregadas descritas acima para que o revestimento se forme sobre as partículas agregadas.

A formação do revestimento sobre as partículas agregadas pode ocorrer durante aquecimento até uma temperatura de cerca de 30°C a cerca de 80°C, em modalidades, de cerca de 35°C a cerca de 70°C. A formação do revestimento pode ocorrer durante um período de tempo de cerca de 5 minutos a cerca de 10 horas, em modalidades, de cerca de 10 minutos a cerca de 5 horas.

15 Coalescência

Após a agregação até o tamanho de partícula desejado e aplicação de qualquer revestimento opcional, as partículas podem, então, ser coalescidas até o formato final desejado, a coalescência sendo obtida, por exemplo, pelo aquecimento da mistura até uma temperatura de cerca de 45°C a cerca de 100°C, em modalidades, de cerca de 55°C a cerca de 99°C, o que pode ser maior ou igual à temperatura de transição vítrea das resinas utilizadas para formar as partículas de toner, e/ou redução da agitação, por exemplo, até cerca de 100 rpm a cerca de 1.000 rpm, em modalidades, de cerca de 200 rpm a cerca de 800 rpm. A coalescência pode ser executada ao longo de um período de cerca de 0,01 a cerca de 9 horas, em modalidades, de cerca de 0,1 a cerca de 4 horas.

Após a agregação e/ou coalescência, a mistura pode ser resfriada até a temperatura ambiente, tal como de cerca de 20°C a cerca de 25°C. O resfriamento pode ser rápido ou lento, como desejado. Um método de resfriamento adequado pode incluir a introdução de água fria a uma camisa em torno do reator. Após o resfriamento, as partículas de toner podem ser, opcionalmente, lavadas com água, e, então, secas. A secagem pode ser

feita por meio de qualquer método adequado para secagem incluindo, por exemplo, secagem por congelamento.

Aditivos

Em modalidades, as partículas de toner podem conter, também,
5 outros aditivos opcionais, como desejado ou necessário. 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, em modalidades, de cerca de 1 a cerca de 3%, em peso, do toner. Exemplos de agentes de controle de carga adequados incluem compostos
10 de amônio quaternário inclusive de haletos de alquil piridínio; bissulfatos; compostos de alquil piridínio, inclusive aqueles apresentados na patente U.S. Nº 4.298.672, estando sua descrição aqui incorporada por referência na íntegra; composições de sulfato e sulfonato orgânico, inclusive aquelas apresentadas na patente U.S. Nº 4.338.390, estando sua descrição aqui in-
15 corporada por referência na íntegra; tetrafluorboratos de cetil piridínio; metil sulfato de diestearil dimetilamônio; sais de alumínio como BONTRON E84[®] ou E88[®] (Orient Chemical Industries, Ltd.); combinações dos mesmos, e similares.

Partículas de aditivos externos também podem ser misturadas
20 com as partículas de toner após a formação, incluindo aditivos para auxílio de fluxo, cujos aditivos podem estar presentes sobre a superfície das partículas de toner. Exemplos destes aditivos incluem óxidos metálicos como óxido de titânio, óxido de silício, óxido de alumínio, óxidos de cério, óxido de estanho, misturas dos mesmos, e similares; sílicas coloidais e amorfas, como AEROSIL[®], sais metálicos e sais metálicos de ácidos graxos inclusive de
25 estearato de zinco, estearato de cálcio, ou álcoois de cadeia longa tais como UNILIN 700, e misturas dos mesmos.

Em geral, a sílica pode ser aplicada à superfície do toner para o
fluxo do toner, tribo intensificação, controle da mistura, desenvolvimento
30 aprimorado e estabilidade de transferência, e maior temperatura de bloqueio do toner. TiO₂ pode ser aplicado para estabilidade aprimorada à umidade relativa (RH), tribo controle e desenvolvimento aprimorado e estabilidade de

transferência. Estearato de zinco, estearato de cálcio e/ou estearato de magnésio podem também ser opcionalmente usados como um aditivo externo para fornecer propriedades de lubrificação, condutividade do revelador, tribo intensificação, para permitir maior carga do toner e estabilidade da carga mediante o aumento do número de contatos entre o toner e as partículas 5 carreadoras. Em modalidades, um estearato de zinco disponível comercialmente, conhecido como Zinc Stearate L, obtido junto à Ferro Corporation, pode ser usado. Os aditivos de superfície externa podem ser usados com ou sem um revestimento.

10 Cada um destes aditivos externos pode estar presente em uma quantidade de cerca de 0,1%, em peso, a cerca de 5% em peso, do toner, em modalidades, de cerca de 0,25%, em peso, a cerca de 3% em peso, do toner, embora a quantidade de aditivos possa estar fora destas faixas. Em modalidades, os toners podem incluir, por exemplo, de cerca de 0,1%, em 15 peso, a cerca de 5%, em peso, de óxido de titânio, 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. Aditivos adequados incluem os apresentados nas patentes U.S. Nº 3.590.000, 3.800.588, e 6.214.507, cujas descrições estão aqui incorporadas por referência nas suas totalida- 20 des.

Os exemplos a seguir estão sendo submetidos para ilustrar modalidades da presente descrição. Estes exemplos se destinam apenas a ilustrar e não se a limitar o escopo da presente descrição. Além disso, partes e porcentagens são em peso, exceto onde indicado em contrário. Para uso na 25 presente invenção, "temperatura ambiente" refere-se a uma temperatura de cerca de 20 ° C a cerca de 25° C.

Exemplos

Exemplo Comparativo 1

30 Emulsificação sem solvente de uma resina de poliéster amorfa através de extrusão na ausência de uma resina cristalina.

Uma extrusora, conforme mostrado na figura 2, equipada com um depósito alimentador e portas para injeção de líquido, foi preaquecida a

cerca de 95°C e ajustada para uma velocidade de rotor de cerca de 450 rpm. Uma resina de poliéster à base de bisfenol-A propoxilado foi colocada no depósito alimentador do alimentador helicoidal 20 que liberou cerca de 380 gramas/minuto da mistura para a extrusora 30. Conforme o material passava
5 pelo alimentador helicoidal e fundia, cerca de 21,6%, em peso, de dodecilbenzeno sulfonato de sódio (SDBS), disponível comercialmente junto à Tayca Co., preaquecido até uma temperatura de cerca de 55°C, foi alimentado na primeira porta de injeção 70 da extrusora a uma taxa de alimentação de cerca de 138 ml/minuto a partir do recipiente 40 através de uma bomba de
10 diafragma 50 e aquecida pela placa quente 60. O tensoativo foi misturado em estado fundido com a resina para produzir uma mistura homogênea.

Enquanto a mistura passava pela extrusora, cerca de 10%, em peso, de solução pré-aquecida de NaOH de um segundo recipiente 80 foi alimentada na segunda porta de injeção 110 da extrusora a uma taxa de a-
15 limentação de cerca de 41 ml/minuto através de uma bomba de diafragma 90 e aquecida através da placa quente 100. Enquanto a mistura continuava a passar pela extrusora, água deionizada (DIW) preaquecida de um terceiro recipiente 120 foi adicionada na terceira porta de injeção 150 a uma taxa de
20 alimentação de cerca de 300 ml/minuto através da bomba de diafragma 140 e aquecida através da placa quente 130. A adição de água forneceu uma transição de uma emulsão água em óleo para uma emulsão óleo em água, garantindo que os materiais continuaram a ser misturados, ao invés de ocorrer separação de fase.

O produto coletado da extrusora 30 incluiu uma corrente de látex
25 que foi coletada em um banho-maria 160 preaquecido até 100°C através da placa quente 170 com agitação suave. Este processo não gerou uma emulsão que pudesse ser utilizada para formar um toner.

Exemplo 1

Emulsificação sem solvente de uma resina de poliéster amorfa
30 na presença de uma resina de poliéster cristalina através de extrusão.

Uma extrusora, conforme mostrado na figura 3, equipada com um depósito alimentador e portas para injeção de líquido foi preaquecida até

cerca de 95°C e ajustada para uma velocidade de rotor de cerca de 450 rpm. Uma mistura consistindo em cerca de 88,5 %, em peso, de resina de poliéster amorfa à base de bisfenol-A propoxilado e cerca de 11,5% resina de poliéster cristalina de poli(nonileno-decanoato) foram colocados no depósito alimentador do alimentador helicoidal 20, que liberou cerca de 380 gramas/minuto da mistura para a extrusora 30. Quando o material passou pelo alimentador helicoidal e fundiu, cerca de 21,6% em peso de SDBS, preaquecido até uma temperatura de cerca de 55°C, foi alimentado na primeira porta de injeção 70 da extrusora a uma taxa de alimentação de cerca de 138 ml/minuto a partir do recipiente 40 através de uma bomba de diafragma 50 e aquecido pela placa quente 60.

Enquanto a mistura passava pela extrusora, cerca de 10%, em peso, de solução preaquecida de NaOH de um segundo recipiente 80 foi alimentada na segunda porta de injeção 110 da extrusora a uma taxa de alimentação de cerca de 41 ml/minuto através de uma bomba de diafragma 90 e aquecida através da placa quente 100. Enquanto a mistura continuava a passar pela extrusora, água deionizada (DIW) pré-aquecida de um terceiro recipiente 120 foi adicionada na terceira porta de injeção 150 a uma taxa de alimentação de cerca de 300 ml/minuto através da bomba de diafragma 140 e aquecida através da placa quente 130. A adição de água forneceu uma transição de uma emulsão água em óleo para uma emulsão óleo em água, garantindo que os materiais continuaram a ser misturados, ao invés de ocorrer separação de fase.

O produto coletado da extrusora 30 incluiu uma corrente de látex que foi coletada em um banho-maria 160 preaquecido até 100°C através da placa quente 170 com agitação suave.

Uma amostra da corrente de látex coletada foi retirada e filtrada através de um filtro de 25 µm para determinar o conteúdo de partículas grossas, o tamanho de partícula, a distribuição de tamanho de partícula, e o peso molecular da resina do látex. O conteúdo de partículas grossas foi de cerca de 0,1%, o tamanho de partícula foi de cerca de 130 nm com uma distribuição de tamanho de partícula estreita, conforme mostrado na figura 4.

Apesar do uso de uma resina amorfa de peso molecular mais alto neste exemplo, em relação à resina usada no exemplo comparativo 1, a adição da resina de poliéster cristalina levou a um processo de emulsificação sem solvente bem sucedido.

5 Ponto de amolecimento

O ponto de amolecimento da resina resultante foi medido por um aparelho para medição do ponto de amolecimento Metler-Toledo, com os resultados mostrados na figura 1. A mistura de resinas incluiu uma combinação de pelo menos uma resina amorfa e pelo menos uma resina cristalina. O ponto de fusão da mistura foi de cerca de 74°C. Conforme ilustrado, conforme o conteúdo da resina cristalina foi aumentado, o ponto de amolecimento da mistura de resinas diminuiu. Quando o ponto de amolecimento foi reduzido até aproximadamente 100°C, um processo sem solvente se tornou exequível. Temperaturas mais elevadas não foram possíveis uma vez que, sob condições atmosféricas, elas poderiam fazer a água ferver.

Exemplo 2

Emulsificação sem solvente de duas resinas de poliéster amorfas na presença de uma resina de poliéster cristalina através de extrusão.

Uma extrusora, conforme mostrado na figura 5, equipada com um depósito alimentador e portas para injeção de líquido foi preaquecida até cerca de 95°C e ajustada para uma velocidade de rotor de cerca de 450 rpm. Cerca de 44,25%, em peso, de uma resina de poliéster amorfa à base de bisfenol-A propoxilado e cerca de 44,25%, em peso, de uma resina de poliéster amorfa à base de bisfenol-A etoxilado e cerca de 11,5%, em peso, de uma resina de poliéster cristalina de poli(nonileno-decanoato) foram colocados no depósito alimentador do alimentador helicoidal 20, que liberou cerca de 380 gramas/minuto da mistura para a extrusora 30. Quando o material passou pelo alimentador helicoidal e fundiu, cerca de 21,6% em peso de SDBS, preaquecido até uma temperatura de cerca de 55°C, foi alimentado na primeira porta de injeção 70 da extrusora a uma taxa de alimentação de cerca de 138 ml/minuto a partir do recipiente 40 através de uma bomba de diafragma 50 e aquecido pela placa quente 60.

Enquanto a mistura passava pela extrusora, cerca de 10%, em peso, de solução preaquecida de NaOH de um segundo recipiente 80 foi alimentada na segunda porta de injeção 110 da extrusora a uma taxa de alimentação de cerca de 41 ml/minuto através de uma bomba de diafragma 90 e aquecida através da placa quente 100. Enquanto a mistura continuava a passar pela extrusora, água deionizada (DIW) preaquecida de um terceiro recipiente 120 foi adicionada na terceira porta de injeção 150 a uma taxa de alimentação de cerca de 300 ml/minuto através da bomba de diafragma 140 e aquecida através da placa quente 130. A adição de água forneceu uma transição de uma emulsão água em óleo para uma emulsão óleo em água, garantindo que os materiais continuaram a ser misturados, ao invés de ocorrer separação de fase.

O produto coletado da extrusora 30 incluiu uma corrente de látex que foi coletada em um banho-maria 160 preaquecido até 100°C através da placa quente 170 com agitação suave.

Uma amostra da corrente de látex foi retirada e filtrada através de um filtro de 25 µm para determinar o conteúdo de partículas grossas, o tamanho de partícula e a distribuição de tamanho de partícula. O conteúdo de partículas grossas foi de cerca de 0%, o tamanho de partícula foi de cerca de 60 nm com uma distribuição de tamanho de partícula estreita e monomodal desejável, conforme mostrado na figura 6. Ao contrário do exemplo comparativo 1, a adição da resina de poliéster em pequenas quantidades levou a um processo de emulsificação sem solvente bem-sucedido com um látex de alta qualidade composto predominantemente de resina amorfa.

Exemplo 3

Emulsificação sem solvente de duas resinas de poliéster amorfas na presença de uma resina de poliéster cristalina através de extrusão.

Uma extrusora, conforme mostrado na figura 7, equipada com um depósito alimentador e portas para injeção de líquido foi pré-aquecida até cerca de 95°C e ajustada a uma velocidade de rotor de cerca de 450 rpm. Cerca de 3,36 quilogramas de uma resina de poliéster amorfa à base de bisfenol-A propoxilado e cerca de 3,36 quilogramas de uma resina de po-

liéster amorfa à base de bisfenol-A etoxilado, cerca de 0,87 quilogramas de uma resina de poliéster cristalina poli(nonileno-decanoato), cerca de 91,2 gramas de NaOH, e cerca de 760 gramas de SDBS foram pré-misturados no recipiente 40 e, então, colocados no depósito alimentador do alimentador helicoidal 20 que liberou cerca de 380 gramas/minuto da mistura à extrusora 30.

Conforme a mistura passava pela extrusora, água deionizada (DIW) preaquecida foi adicionada em três portas subsequentes. A DIW do tanque 120, aquecida através da placa quente 130, foi alimentada na primeira porta de injeção 70 da extrusora, na segunda porta de injeção 110, e na terceira porta de injeção 150, a taxas de alimentação de cerca de 120 ml/minuto, cerca de 180 ml/minuto, e cerca de 300 ml/minuto, respectivamente, através das bombas de diafragma 50, 90, e 140, respectivamente. A água adicional forneceu uma transição gradual de uma emulsão água em óleo para uma emulsão óleo em água, garantindo que os materiais continuaram a ser misturados, ao invés de ocorrer separação de fase.

O produto coletado da extrusora 30 incluiu uma corrente de látex que foi coletada em um banho-maria 160 preaquecido até 100°C através da placa quente 170 com agitação suave.

Uma amostra da corrente coletada de látex foi retirada e filtrada através de um filtro de 25 µm para determinar o conteúdo de partículas grossas, o tamanho de partícula e a distribuição de tamanho de partícula. O conteúdo de partículas grossas foi de cerca de 0,4%, o tamanho de partícula foi de cerca de 50 nm com uma distribuição de tamanho de partícula estreita e monomodal desejável, conforme mostrado na figura 8. Ao contrário do exemplo comparativo 1, a adição da resina de poliéster em pequenas quantidades levou a um processo de emulsificação sem solvente bem-sucedido com um látex de alta qualidade composto predominantemente de resina amorfa.

Exemplo Comparativo 2

Emulsificação sem solvente de uma resina de poliéster amorfa na ausência de uma resina cristalina através de um processo em batelada.

Cerca de 50 gramas de uma resina de poliéster amorfa à base de bisfenol-A propoxilado foram carregados em um misturador Haake e fundidos a uma temperatura de cerca de 95°C e a uma velocidade de mistura de cerca de 100 rpm. Cerca de 1,27 gramas de NaOH e cerca de 4 gramas de SDBS foram adicionados à mistura de resinas e a mistura foi deixada misturar em estado fundido durante cerca de 15 minutos. Cerca de 11,4 gramas de água deionizada foram adicionados à mistura e continuou-se a misturar durante cerca de 20 minutos. O material misturado em estado fundido foi resfriado, triturado e adicionado a uma caldeira com cerca de 400 gramas de água deionizada preaquecida para cerca de 95°C para formar o látex. O látex tinha uma distribuição de tamanho de partícula bimodal indesejável, conforme mostrado na figura 9 e um alto conteúdo de partículas grossas de cerca de 6,5%. O processo levou a grande degradação da resina.

Exemplo 4

Emulsificação sem solvente de uma resina de poliéster amorfa na presença de uma resina cristalina através de um processo em batelada.

Cerca de 45 gramas de uma resina de poliéster amorfa à base de bisfenol-A propoxilado e cerca de 5 gramas de uma resina de poliéster cristalina de poli(nonileno-decanoato) foram carregados em um misturador Haake e fundidos a uma temperatura de cerca de 95°C e a uma velocidade de mistura de cerca de 100 rpm. Cerca de 1,1 grama de NaOH e cerca de 4 gramas de SDBS foram adicionados à mistura de resinas e a mistura foi deixada misturar em estado fundido durante cerca de 15 minutos. Cerca de 8 gramas de água deionizada foram adicionados à mistura e continuou-se a misturar durante cerca de 20 minutos. O material misturado em estado fundido foi resfriado, triturado e adicionado a uma caldeira com cerca de 400 gramas de água deionizada preaquecida para cerca de 95°C para formar o látex. O látex tinha uma distribuição de tamanho de partícula de pico único monomodal desejável, conforme mostrado na figura 10, e um baixo conteúdo de partículas grossas de cerca de 0,9%.

Preparação do toner

Um toner incluindo uma configuração núcleo-revestimento foi

produzido da seguinte forma. Um toner que tem um látex coemulsionado de resina amorfa de baixo peso molecular (50,7%) e resina cristalina (6,8%), conforme produzido no exemplo 4, foi utilizado para formar o núcleo, e um látex coemulsionado de resina amorfa de baixo peso molecular e uma resina amorfa de alto peso molecular (28%) foi utilizado para formar o revestimento. O toner foi preparado através de coalescência por agregação padrão, e o tamanho de partícula (D50), índice de distribuição do tamanho médio volumétrico de partícula (GSDv), o índice da distribuição do tamanho de partícula médio numérico (GSDn), e a circularidade foram medidos. Os resultados são apresentados na Tabela 1 abaixo.

Tabela 1

ID do toner	D50	GSDv	GSDn	Circularidade
Exemplo 3	5,422	1,285	1,245	0,971

Desempenho de bloqueio/carregamento

O desempenho de bloqueio do toner produzido a partir do látex formado no exemplo 4 foi medido da seguinte forma: cerca de dois gramas de toner aditivo foram pesados em um prato aberto e condicionados em uma câmara ambiental a uma temperatura especificada e cerca de 50% de umidade relativa. Após cerca de 17 horas, as amostras foram removidas e aclimatadas em condições ambientais durante cerca de 30 minutos. Cada amostra reaclimatada foi medida por peneiração através de uma pilha de duas peneiras de tela pré-pesadas, que foram empilhadas da seguinte forma: cerca de 1000 µm no topo e cerca de 106 µm no fundo. As peneiras foram submetidas à vibração durante 90 segundos a cerca de 1 mm de amplitude com um equipamento para teste de fluxo Hosokawa. As peneiras foram, então, pesadas novamente e a coesão a quente do toner foi calculada a partir da quantidade total de toner remanescente em ambas as peneiras como uma porcentagem do peso inicial. Outras amostras foram preparadas e medidas com o uso de variação da temperatura da câmara para gerar um gráfico de percentual de coesão a quente em relação à temperatura.

Conforme ilustrado na figura 11, o início do bloqueio para o toner do exemplo 4 foi 2°C superior ao do toner de controle e foi aceitável. O uso

de uma resina cristalina de modo a reduzir o ponto de amolecimento das resinas amorfas no processo de emulsificação não levou a deterioração do bloqueio ou a quaisquer sinais de plastificação da resina.

O desempenho de carregamento do toner produzido a partir do látex formado no exemplo 4 foi medido com o uso do seguinte procedimento: amostras de revelador foram preparadas por pesagem de cerca de 0,5g de toner aditivo sobre cerca de 10 g de veículo xerográfico em um frasco de vidro de 60 ml lavado. As amostras de revelador foram preparadas em duplicata como descrito acima para cada toner que estava sendo avaliado. Uma amostra do par foi condicionada no ambiente da zona A de 28C/85% de umidade relativa, e a outra foi condicionada no ambiente da zona C 10C/15% de umidade relativa. As amostras foram mantidas nos seus respectivos ambientes durante a noite para equilibrar completamente. O revelador foi, então, carregado por agitação das amostras durante uma hora em um misturador Turbula. A carga sobre as partículas de toner foi medida com o uso de um espectrógrafo de carga (CSG). A carga do toner foi calculada como o ponto médio do traço da carga do toner do CSG. Q/d é relatada em milímetros de deslocamento a partir da linha zero ou pode ser convertida em fC/mícron multiplicando-se o valor em mm por 0,092. O Q/m correspondente em uC/g também foi medido.

Conforme pode ser observado a partir da tabela 2, o desempenho de carregamento do toner do exemplo 4 foi igual ao do toner de controle. O uso de uma resina cristalina de modo a reduzir o ponto de amolecimento das resinas amorfas no processo de emulsificação não levou a deterioração do carregamento.

Tabela 2: Desempenho de carregamento para o toner do exemplo 4 em relação a um toner de controle

ID do toner	Zona A			Zona C		Manutenção da carga	
	Q/d em 60 minutos	Q/m em 60 minutos	Q/m em 2 minutos	Q/d em 60 minutos	Q/m em 60 minutos	24 horas	7 dias
Alvos	4mmα11		>33 $\mu</math>C/g$			>80%	>65 %

ID do toner	Zona A			Zona C		Manutenção da carga	
	Controle	7,5	36	40	13,8	55	95
Exemplo 4	6,7	32	40	13,8	72	80	70

Q/d = carga do toner

Q/m= carga do toner de origem por razão de massa

Brilho / ajuste de vinco (crease)

Imagens de teste não-fundidas foram feitas com o uso de uma impressora / copiadora a cores DC12 da Xerox Corporation. As imagens foram removidas da DC12 da Xerox Corporation antes do documento passar através do fusor. Estas amostras de teste não-fundidas foram, então, fundidas com o uso de um fusor iGen3[®] da Xerox Corporation. As amostras de teste foram direcionadas através do fusor com o uso das condições de processamento da iGen3[®] da Xerox Corporation (100 impressões por minuto). A temperatura do cilindro do fusor foi variada durante os experimentos para que o brilho e a área de vinco pudessem ser determinados como uma função da temperatura do cilindro do fusor. O brilho da impressão foi medido com o uso de um medidor de brilho 75° da BYK Gardner. A aderência do toner ao papel foi determinada por sua temperatura de fusão mínima (MFT) para ajuste de vinco. As amostras foram fundidas em Color Xpressions+ (90 gsm) com o uso do acessório de fusão PATRIOT[®] da Xerox a cerca de 220 mm/segundo. A imagem fundida foi dobrada e um peso de cerca de 860 gramas de toner foi girado em toda a dobra; posteriormente, a página foi desdobrada e limpa para remover o toner fraturado da folha. Esta folha foi, então, escaneada com o uso de um scanner de base lisa Epson e a área de toner que foi removida do papel foi determinada por um software para análise de imagens como o IMAQ da National Instruments.

O toner do exemplo 4 tinha brilho e desempenho de vinco similares quando comparado às amostras produzidas com o processo de emulsão por inversão de fase convencional. O toner do exemplo 4 atingiu 40 unidades de brilho com a temperatura do cilindro do fusor a 147°C e tinha uma MFT de ajuste de vinco ultrabaixa de 127°C. O "hot offset" do toner do e-

xemplo 4 ocorreu a uma temperatura mais elevada do que o toner de controle em escala de bancada. Conforme ilustrado acima no exemplo 4, o látex sem solvente foi produzido pela emulsificação de resina amorfa e resina cristalina juntas. A razão entre a resina de alto peso molecular e a resina de baixo peso molecular no toner do exemplo 4 foi diferente da formulação de controle padrão, entretanto, esta diferença na formulação não teve impacto sobre o desempenho da fusão do tempo zero, conforme mostrado nas figuras 12 e 13. Como pode ser observado a partir destes dados, o desempenho de fusão do toner do Exemplo 4 foi igual ao de um toner de controle padrão.

10 Para o toner do exemplo 4, a temperatura de ajuste mínima foi de cerca de 158°C, uma temperatura de "hot-offset" foi de cerca de 210°C, a latitude de fusão foi de cerca de 60°C, e o brilho de pico foi de cerca de 65.

 Observou-se, então, que apesar de uma neutralização eficaz, um látex sem solvente de alta qualidade (distribuição de tamanho de partícula estreita e baixo conteúdo de partículas grossas) é difícil de ser formado por causa da alta viscosidade da fase de resina amorfa (vide os exemplos comparativos). Este não é o caso do látex cristalino, onde látexes sem solvente de alta qualidade foram obtidos devido às baixas viscosidades da resina com um ponto de fusão alto.

20 Será apreciado que variações das características e funções acima apresentadas e de outras características e funções, ou alternativas das mesmas, podem ser desejavelmente combinadas em muitos outros sistemas ou aplicações diferentes. Além disso, várias alternativas, modificações, variações ou aprimoramentos não previstos ou não antecipados até o momento podem ser feitos subsequentemente pelos versados na técnica e também estão abrangidos pelas seguintes reivindicações. Exceto quando especificamente mencionado em uma reivindicação, etapas ou componentes das reivindicações não devem ser subentendidos ou importados do relatório descritivo ou de qualquer outra reivindicação quanto a qualquer ordem, número, posição, tamanho, formato, ângulo, cor ou material particular.

REIVINDICAÇÕES

1. Processo, que compreende:

colocar pelo menos uma resina de poliéster amorfa em contato com um aditivo redutor de viscosidade que inclui uma resina de poliéster cristalina na ausência de um solvente orgânico, para formar uma mistura de
5 resinas que tem uma temperatura de ponto de amolecimento de cerca de 95°C a cerca de 120°C;

colocar a mistura de resinas em contato com um tensoativo e um agente de neutralização;

10 misturar em estado fundido a mistura;

colocar a mistura misturada em estado fundido em contato com água deionizada para formar uma emulsão; e

recuperar continuamente as partículas de látex.

2. Processo, de acordo com a reivindicação 1, em que o tensoativo é selecionado do grupo que consiste em dodecilsulfatos de sódio, dodecilbenzeno sulfonatos de sódio, dodecil naftaleno sulfato de sódio, dialquil benzenoalquil sulfatos, dialquil benzenoalquil sulfonatos, ácido abítico, alquil difenilóxido dissulfonatos, dodecil benzeno sulfonato de sódio ramificado, álcool polivinílico, ácido poliacrílico, metalose, metil celulose, etil celulose,
20 propil celulose, hidroxietil celulose, carbóxi metil celulose, éter polioxietileno cetílico, éter polioxietileno laurílico, éter polioxietileno octílico, éter polioxietileno octilfenólico, éter polioxietileno oleílico, monolaurato de polioxietileno sorbitano, éter polioxietileno estearílico, éter polioxietileno nonilfenílico, dialquilfenóxi poli(etilenóxi) etanol, cloreto de alquilbenzil dimetilamônio, cloreto de dialquil benzeno alquilamônio, cloreto de lauril trimetilamônio, cloreto de alquilbenzil metil amônio, brometo de alquil benzil dimetilamônio, cloreto de benzalcônio, brometo de C12 trimetilamônio, brometo de C15 trimetilamônio, brometo de C17 trimetilamônio, cloreto de dodecilbenzil trietilamônio, brometo de cetil piridínio, e combinações dos mesmos; e em que o agente de neutralização é selecionado do grupo que consiste em hidróxido de amônio, hidróxido de potássio, hidróxido de sódio, carbonato de sódio, bicarbonato de sódio, hidróxido de lítio, carbonato de potássio, aziridinas, azetidinas, pipe-

razinas, piperidinas, piridinas, biperidinas, terpiridinas, diidropiridinas, morfolin-
nas, N-alquilmorfolinas, 1,4-diazabicyclo[2.2.2]octanos, 1,8-
diazabicycloundecanos, 1,8-diazabicycloundecenes, pentilaminas dimetiladas,
pentilaminas trimetiladas, pirimidinas, pirróis, pirrolidinas, pirrolidinonas, in-
5 dóis, indolinas, indanonas, benzindazonas, imidazóis, benzimidazóis, imida-
zolonas, imidazolinas, oxazóis, isoxazóis, oxazolinas, oxadiazóis, tiadiazóis,
carbazóis, quinolinas, isoquinolinas, naftiridinas, triazinas, triazóis, tetrazóis,
pirazóis, pirazolinas, e combinações dos mesmos.

3. Processo, de acordo com a reivindicação 1, em que as partí-
10 culas de látex possuem um tamanho de partícula de cerca de 30 nm a cerca
de 500 nm.

4. Processo, de acordo com a reivindicação 1, em que o aditivo
reductor de viscosidade está presente em uma quantidade de cerca de 2 por
cento, em peso, a cerca de 50 por cento, em peso, da mistura de resinas.

5. Processo, de acordo com a reivindicação 1, em que a pelo
15 menos uma resina de poliéster amorfa está presente em uma quantidade de
cerca de 50 por cento, em peso, a cerca de 98 por cento, em peso, da mistu-
ra de resinas.

6. Processo, de acordo com a reivindicação 1, que compreende,
20 adicionalmente, colocar a mistura de resinas em contato com um corante
opcional, uma cera opcional, e uma segunda resina de poliéster amorfa para
formar um revestimento sobre as partículas de látex.

7. Processo, de acordo com a reivindicação 1, em que as partí-
25 culas de látex possuem um conteúdo de partículas grossas baixo, de cerca
de 0,01% a cerca de 3%.

8. Processo, de acordo com a reivindicação 1, em que as partí-
culas de látex possuem um teor de sólidos de cerca de 10% a cerca de 50%.

9. Processo, que compreende:

colocar pelo menos uma resina de poliéster cristalina em contato
30 com pelo menos uma resina de poliéster amorfa, na ausência de um solven-
te orgânico, para formar uma mistura de resinas que tem uma temperatura
de ponto de amolecimento de cerca de 95°C a cerca de 120°C;

colocar a mistura em contato com um tensoativo e um agente de neutralização;

misturar em estado fundido a mistura;

colocar a mistura misturada em estado fundido em contato com
5 água deionizada para formar uma emulsão óleo em água; e

recuperar continuamente partículas de látex que possuem um conteúdo de partículas grossas de cerca de 0,01% a cerca de 3%.

10. Processo, de acordo com a reivindicação 9, em que o tensoativo é selecionado do grupo que consiste em dodecilsulfatos de sódio, dodecilbenzeno sulfonatos de sódio, dodecil naftaleno sulfato de sódio, dialquil benzenoalquil sulfatos, dialquil benzenoalquil sulfonatos, ácido abítico, alquil difenilóxido dissulfonatos, dodecil benzeno sulfonato de sódio ramificado, álcool polivinílico, ácido poliacrílico, metalose, metil celulose, etil celulose, propil celulose, hidroxietil celulose, carbóxi metil celulose, éter polioxietileno cetílico, éter polioxietileno laurílico, éter polioxietileno octílico, éter polioxietileno octilfenólico, éter polioxietileno oleílico, monolaurato de polioxietileno sorbitano, éter polioxietileno estearílico, éter polioxietileno nonilfenílico, dialquilfenóxi poli(etilenóxi) etanol, cloreto de alquilbenzil dimetilamônio, cloreto de dialquil benzeno alquilamônio, cloreto de lauril trimetilamônio, cloreto de alquilbenzil metil amônio, brometo de alquil benzil dimetilamônio, cloreto de benzalcônio, brometo de C12 trimetilamônio, brometo de C15 trimetilamônio, brometo de C17 trimetilamônio, cloreto de dodecilbenzil trietilamônio, brometo de cetil piridínio, e combinações dos mesmos; e em que o agente de neutralização é selecionado do grupo que consiste em hidróxido de amônio, hidróxido de potássio, hidróxido de sódio, carbonato de sódio, bicarbonato de sódio, hidróxido de lítio, carbonato de potássio, aziridinas, aze-
25 tidinas, piperazinas, piperidinas, piridinas, biperidinas, terpiridinas, diidropiridinas, morfollinas, N-alquilmorfollinas, 1,4-diazabicciclo[2.2.2]octanos, 1,8-diazabiccicloundecanos, 1,8-diazabiccicloundecenas, pentilaminas dimetiladas, pentilaminas trimetiladas, pirimidinas, pirróis, pirrolidinas, pirrolidinonas, indóis, indollinas, indanonas, benzindazonas, imidazóis, benzimidazóis, imidazolonas, imidazolinas, oxazóis, isoxazóis, oxazolinas, oxadiazóis, tiadiazóis,

30

carbazóis, quinolinas, isoquinolinas, naftiridinas, triazinas, triazóis, tetrazóis, pirazóis, pirazolininas, e combinações dos mesmos.

11. Processo, de acordo com a reivindicação 9, em que a pelo menos uma resina cristalina está presente em quantidades de cerca de 2 por cento, em peso, a cerca de 50 por cento, em peso, da mistura de resinas.

12. Processo, de acordo com a reivindicação 9, em que a pelo menos uma resina de poliéster amorfa é usada em quantidades de cerca de 50 por cento, em peso, a cerca de 98 por cento, em peso, da mistura de resinas.

13. Processo, de acordo com a reivindicação 9, que compreende, adicionalmente, colocar a mistura de resinas em contato com um corante opcional, uma cera opcional, e uma segunda resina de poliéster amorfa para formar um revestimento sobre as partículas de látex.

14. Processo, de acordo com a reivindicação 9, em que as partículas de látex possuem um teor de sólidos de cerca de 10% a cerca de 50%.

15. Processo, de acordo com a reivindicação 9, em que as partículas de látex possuem um tamanho de partícula de cerca de 30 nm a cerca de 500 nm.

16. Processo, que compreende:
colocar pelo menos uma resina de poliéster cristalina em contato com pelo menos uma resina de poliéster amorfa, na ausência de um solvente orgânico, para formar uma mistura de resinas que tem um ponto de amolecimento de cerca de 95°C a cerca de 120°C;

colocar a mistura em contato com um tensoativo e um agente de neutralização;

misturar em estado fundido a mistura;

colocar a mistura misturada em estado fundido em contato com água deionizada para formar uma emulsão óleo em água;

recuperar continuamente partículas de látex que possuem um conteúdo de partículas grossas de cerca de 0,1% a cerca de 3%; e

colocar as partículas de látex em contato com um corante opcional, uma cera opcional e uma segunda resina de poliéster amorfa para for-

mar um revestimento sobre as partículas de látex, formando assim, partículas de toner.

17. Processo, de acordo com a reivindicação 16, em que o tensoativo é selecionado do grupo que consiste em dodecilsulfatos de sódio, dodecilbenzeno sulfonatos de sódio, dodecil naftaleno sulfato de sódio, dialquil benzenoalquil sulfatos, dialquil benzenoalquil sulfonatos, ácido abítico, alquil difenilóxido dissulfonatos, dodecil benzeno sulfonato de sódio ramificado, álcool polivinílico, ácido poliacrílico, metalose, metil celulose, etil celulose, propil celulose, hidroxietil celulose, carbóxi metil celulose, éter polioxietileno cetílico, éter polioxietileno laurílico, éter polioxietileno octílico, éter polioxietileno octilfenólico, éter polioxietileno oleílico, monolaurato de polioxietileno sorbitano, éter polioxietileno estearílico, éter polioxietileno nonilfenílico, dialquilfenóxi poli(etilenóxi) etanol, cloreto de alquilbenzil dimetilamônio, cloreto de dialquil benzeno alquilamônio, cloreto de lauril trimetilamônio, cloreto de alquilbenzil metil amônio, brometo de alquil benzil dimetilamônio, cloreto de benzalcônio, brometo de C12 trimetilamônio, brometo de C15 trimetilamônio, brometo de C17 trimetilamônio, cloreto de dodecilbenzil trietilamônio, brometo de cetil piridínio, e combinações dos mesmos.

18. Processo, de acordo com a reivindicação 16, em que a pelo menos uma resina cristalina é usada em quantidades de cerca de 2 por cento, em peso, a cerca de 50 por cento, em peso, da mistura de resinas, e em que a pelo menos uma resina de poliéster amorfa é usada em quantidades de cerca de 50%, em peso, a cerca de 98%, em peso, da mistura de resinas.

19. Processo, de acordo com a reivindicação 16, em que as partículas de látex possuem um teor de sólidos de cerca de 10% a cerca de 50%.

20. Processo, de acordo com a reivindicação 16, em que as partículas de látex possuem um tamanho de partícula de cerca de 30 nm a cerca de 500 nm.

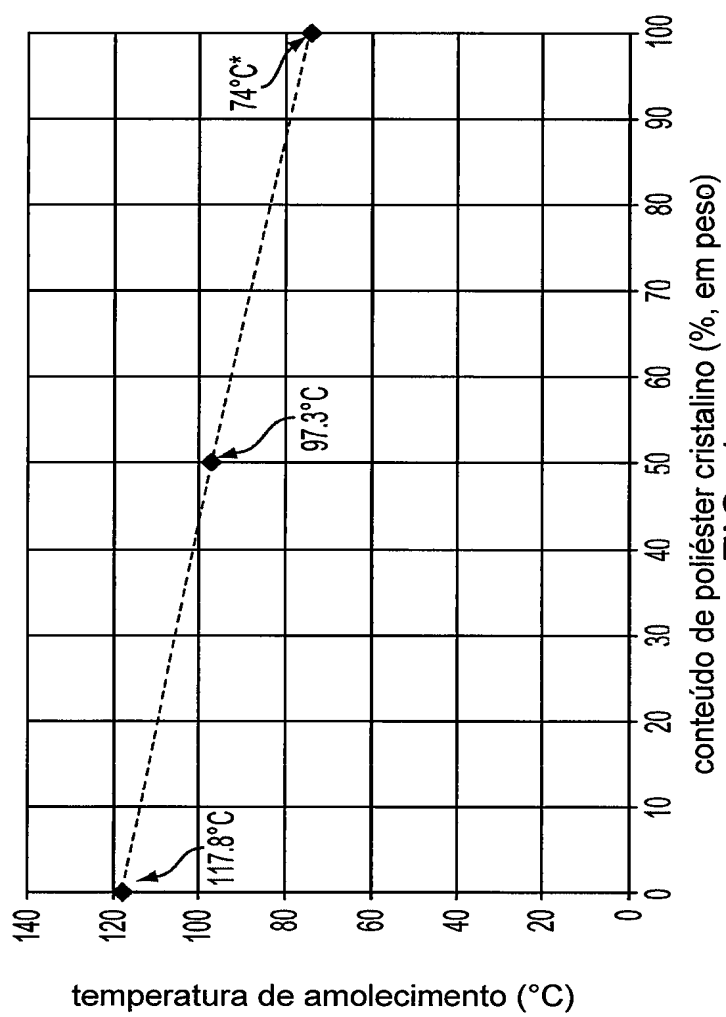


FIG. 1

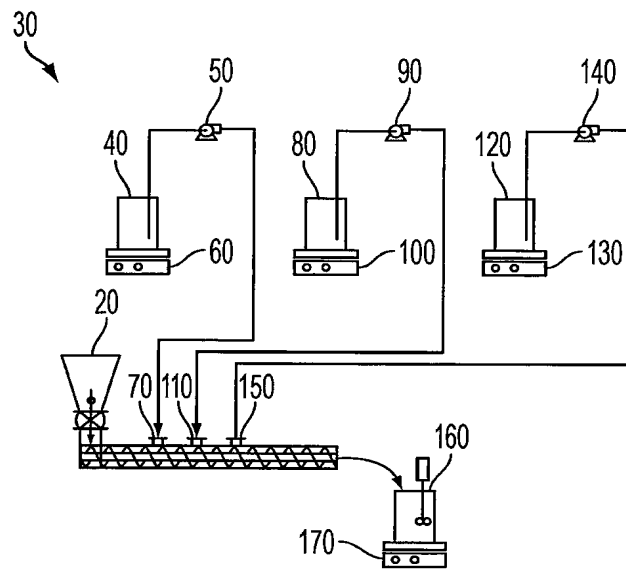


FIG. 2

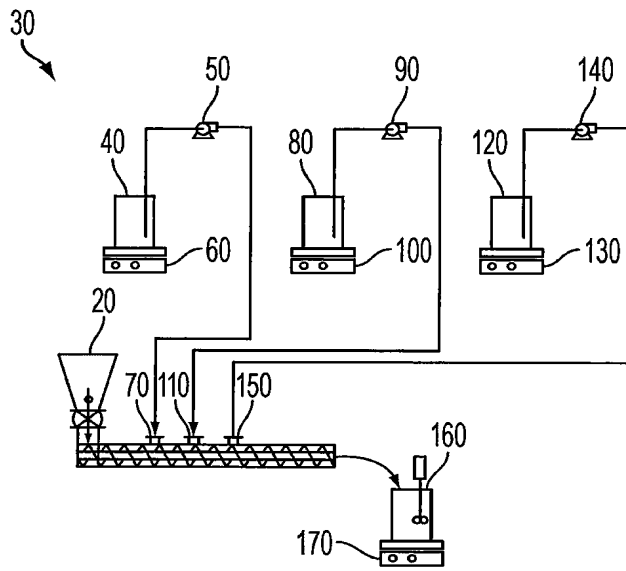


FIG. 3

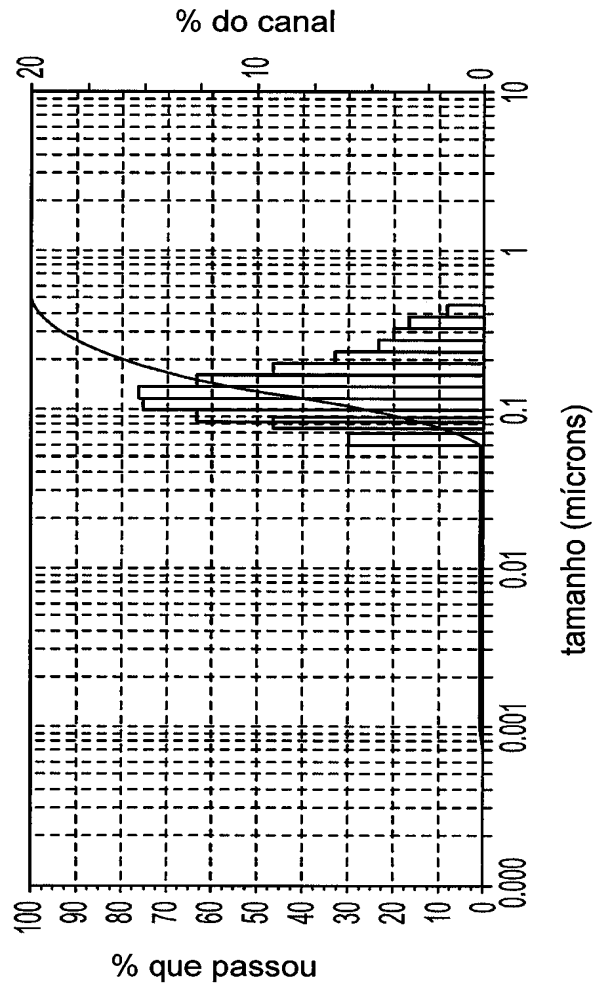


FIG. 4

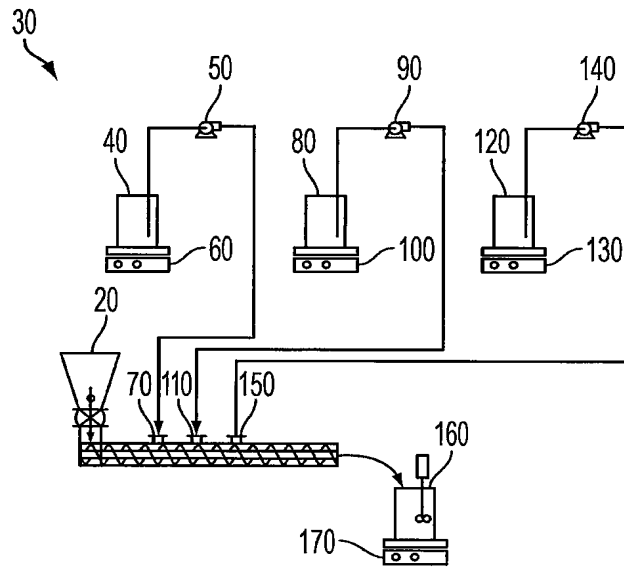


FIG. 5

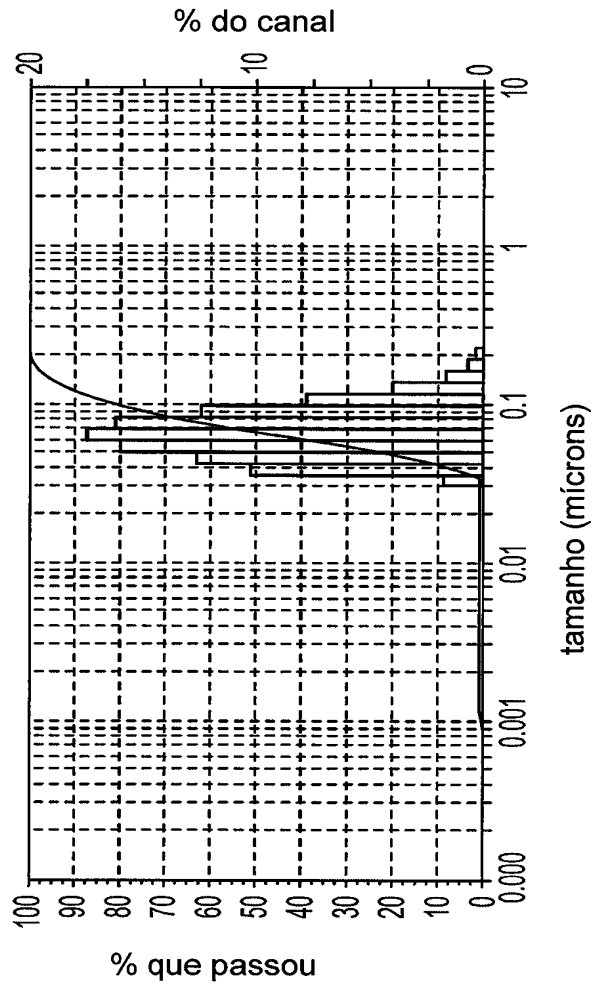


FIG. 6

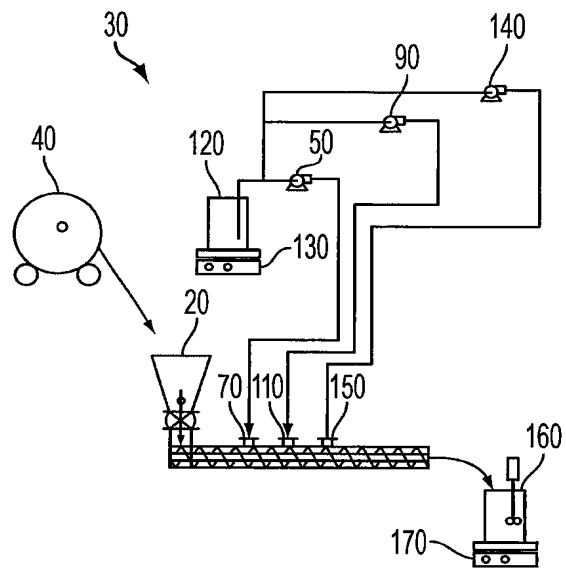


FIG. 7

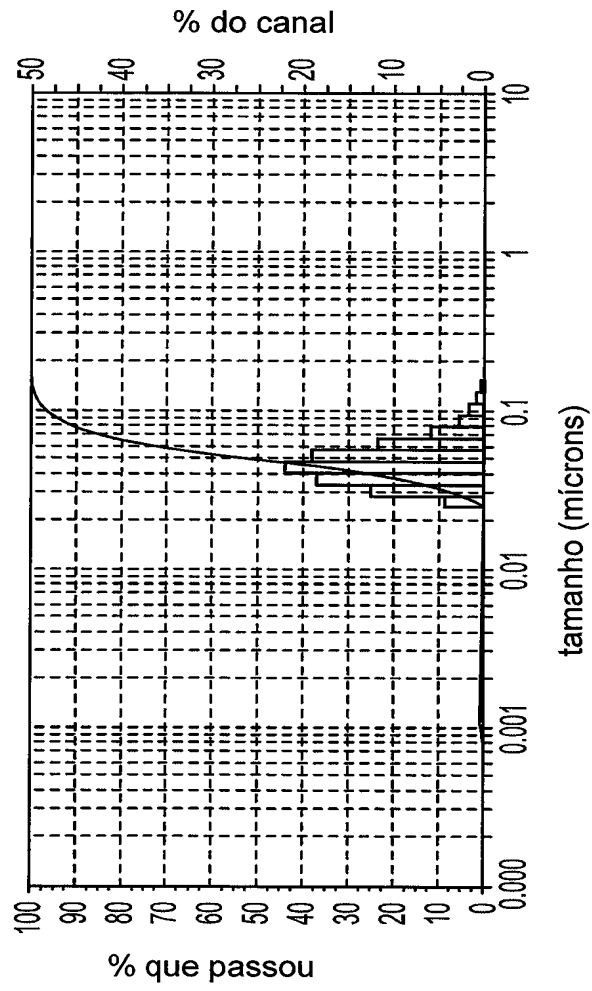


FIG. 8

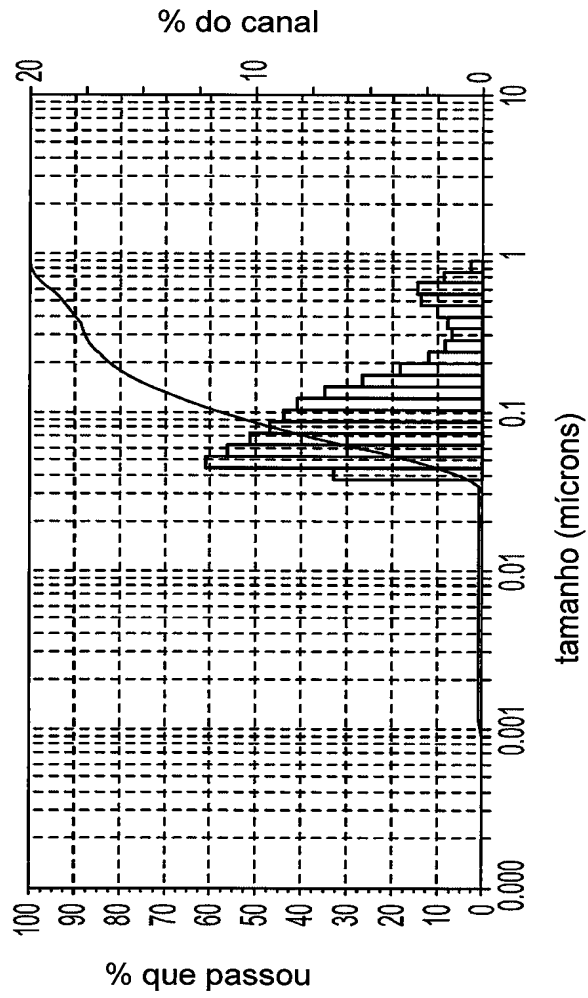


FIG. 9

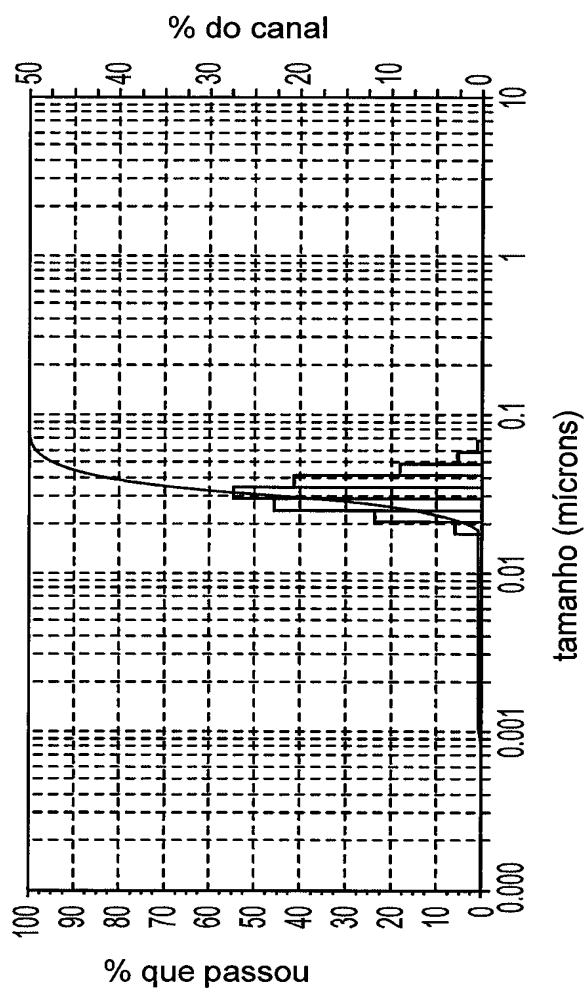


FIG. 10

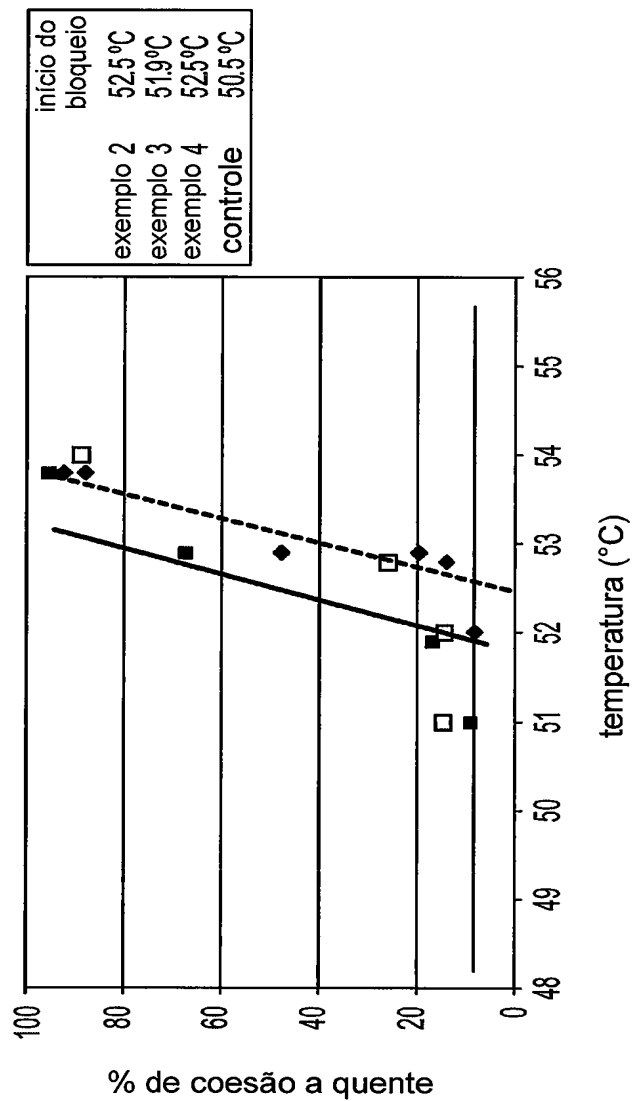


FIG. 11

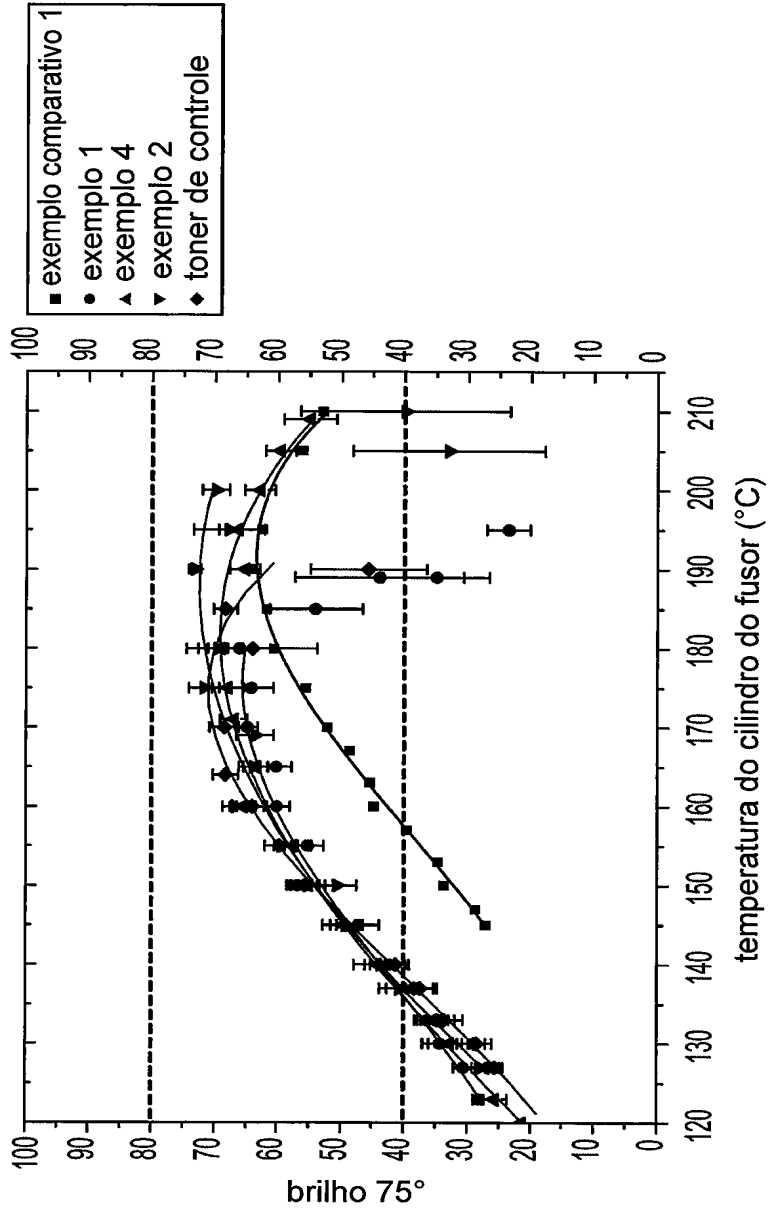


FIG. 12

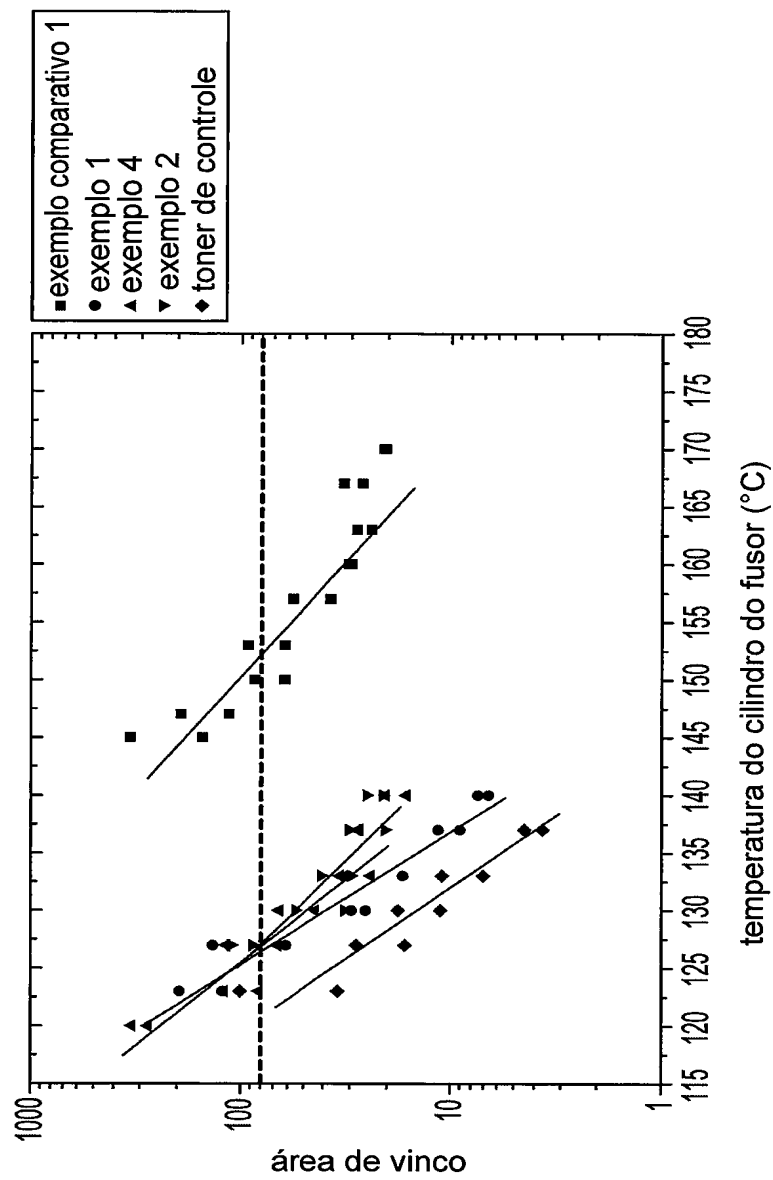


FIG. 13

RESUMO

Patente de Invenção: **"PROCESSOS PARA PRODUZIR LÁTICES DE POLIÉSTER ATRAVÉS DE EMULSIFICAÇÃO SEM SOLVENTE"**.

5 A presente invenção refere-se a processos para fazer uma emulsão de látex adequada para uso em uma composição de toner, o qual inclui colocar pelo menos uma resina de poliéster amorfa em contato com um aditivo redutor de viscosidade na ausência de um solvente orgânico para formar uma mistura de resinas, através de um processo em extrusora ou em batelada, e adicionar um tensoativo, um agente de neutralização, e água
10 deionizada à mistura de resinas.