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

(21) **BR 10 2014 022005-4 A2**

**(22) Data de Depósito:** 05/09/2014

**(43) Data da Publicação:** 15/09/2015
**(RPI 2332)**

**(54) Título:** COMPOSIÇÃO DE TONER AUTOLIMPANTE

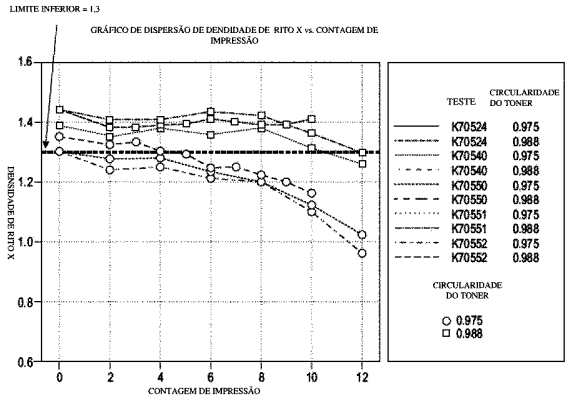
**(51) Int.Cl.:** G03G9/08; C09D11/02; G03G15/00

**(30) Prioridade Unionista:** 20/09/2013 US 14/033,224

**(73) Titular(es):** XEROX CORPORATION

**(72) Inventor(es):** Juan A. Morales-Tirado, MARK E. MANG, MICHAEL F. ZONA, Samir Kumar, Susan J. LaFica

**(57) Resumo:** COMPOSIÇÃO DE TONER AUTOLIMPANTE. Composições de toner que possuem partículas esféricas e fornecem densidade estável. As composições de toner também compõem e entregam um óleo de silicone para o subsistema de limpeza no aparelho de formação de imagem formando aparelhos incorporando um pacote de aditivo inorgânico em pó fino que foi misturado com óleo de silicone de forma tal que o toner é misturado com o pó fino inorgânico e óleo de silicone.



# COMPOSIÇÃO DE TONER AUTOLIMPANTE

## CAMPO TÉCNICO

**[0001]** As modalidades atualmente divulgadas geralmente são direcionadas para composições de toner que tem partículas esféricas e fornecem a densidade estável. As composições de toner também compreendem e entregam um óleo de silicone para o subsistema no aparelho de formação de imagem. Ao incorporar o óleo de silicone diretamente à composição de toner durante a formação o toner, em vez de também ser pré-misturado em um pacote de aditivos que é adicionado separadamente à composição de toner formada ou sendo incorporado aos materiais fotorreceptores ou sendo aplicados separadamente aos componentes de aparelho de formação de imagem , o toner melhorou muito a função de limpeza. As composições de toner presente assim fornecem tanto desempenho como limpeza melhorados. O toner das modalidades presentes pode ser usado tanto em sistemas individuais e em sistemas de componente duplo.

## FUNDAMENTOS

**[0002]** Em electrostatographic reprodução de aparelhos, incluindo aparelhos de contato eletrostático de impressão, uma imagem clara de um original para ser copiado e digital, imagem em imagem, normalmente é gravado sob a forma de uma imagem latente eletrostática sobre um membro fotossensível e a imagem latente é posteriormente processada visível através da aplicação de partículas de resina termoplástica electroscopic e partículas de pigmento ou toner. Membros de imageamento eletrofotográficos podem incluir membros fotossensíveis (fotorreceptores) que são comumente utilizados em processos de eletrofotográficos (xerografia), tanto em uma configuração de correia flexível ou um tambor rígido. Outros membros podem incluir correias de transferência intermediária flexíveis que são sem costura ou com costura e geralmente formadas por cortar uma folha retangular de um reforço, sobrepondo-se a extremidades opostas e soldando as extremidades sobrepostas para formar

uma costura soldada. Esses membros de imageamento eletrofotográficos compreendem uma camada fotocondutora compreendendo uma camada única ou camadas compostas.

**[0003]** Composições de toner convencionaissofrem de problemas como a falta de robustez, que está relacionada a distribuição de carga e desenvolvimento seletivo. Os inventores presentes verificaram que fazer as partículas de toner mais esféricas ajuda a tornar as propriedades da superfície das partículas mais uniforme e, consequentemente, facilita uma distribuição de carga mais estreita. Esta abordagem tem tido sucesso em estabilizar a densidade do toner. Os dados obtido mostram q a queda de densidade ao longo do tempo (contagem de impressão) com o toner de circularidade menor (por exemplo, 0,975), como medido com um analisador de formato Sysmex 300. No entanto, as partículas de toner mais esféricas (por exemplo, 0,988) mostram um desenvolvimento muito mais estável ao longo do tempo. No entanto, componentes de máquina robusta são necessários para limpar as partículas esféricas com uma alta eficiência. Sistemas de limpeza de lâmina exigem um bom equilíbrio entre lubrificação suficiente para não danificar a lâmina e a força normal suficiente para impedir que partículas de toner ultrapassem o estreitamento da lâmina. Métodos anteriores para combater este problema envolveram impregnar a camada exterior de fotorreceptores com óleo de silicone. Entretanto, tais métodos provaram custo proibitivo.

**[0004]** Assim, há um desejo de melhorar as características e desempenho de composições de toner para resolver os problemas acima. As presentes modalidades são direcionadas para composições de toner composta por óleo de silicone que proporcionam limpeza melhorada e permitem o uso de partículas esféricas para alcançar a estabilidade de densidade desejada.

**[0005]** Uma modalidade pode incluir um processo para produzir uma composição de toner compreendendo: mistura de uma resina, um colorante, uma cera e um agente de controle de carga opcional para formar

partículas de resina; misturando juntamente um pó fino inorgânico primeiro e óleo de silicone para formar um pó fino inorgânico oleado; e adicionando o pó fino inorgânico oleado às partículas de resina e misturando o pó fino inorgânico oleado e partículas de resina juntamente para formar partículas de toner.

**[0006]** Em outra encarnação, é fornecida uma composição de toner composta por partículas de resina mais composto por uma resina, um substância corante, uma cera e um agente de controle de carga opcional; e um aditivo que compreende um primeiro inorgânico pó fino e um óleo de silicone, no qual o primeiro pó fino inorgânico e um óleo de silicone são misturados diretamente com as partículas de resina para formar as partículas de toner.

## BREVE DESCRIÇÃO DAS FIGURAS

**[0007]** Figura 1 é um gráfico que mostra uma comparação do desempenho de densidade entre as partículas ásperas e circulares;

**[0008]** A Figura 2 é um gráfico mostrando o desempenho de limpeza relativo de um toner de controle sem o aditivo como comparado com toners feitos de acordo com as presentes modalidades;

**[0009]** A Figura 3 é uma micrografia de foto mostrando a borda da lâmina que foi rompida após o uso em um toner de controle sem aditivo; e

**[0010]** Figura 4 é uma micrografia de foto mostrando uma borda da lâmina limpa após o uso de um toner feito de acordo com as presentes modalidades.

## DESCRIÇÃO DETALHADA

**[0011]** As presentes modalidades fornecem uma composição de toner nova tendo uma combinação de características específicas e ingredientes que operam juntos para fornecer um toner tendo distribuição de carga mais estreita e uniforme e assim densidade mais estável do toner, apesar de ser autolimpante. O termo "autolimpante" é usado para significar que as composições de toner incorporam em si determinados aditivos que

melhoram a capacidade de limpeza das partículas de toner do membro da imagem latente.

**[0012]** As composições de toner presente incluem óleo de silicone, que melhora a função de autolimpeza dos membros da limpeza na imagem formando o aparelho, por exemplo, a lâmina de limpeza. Além disso, ao incorporar o óleo de silicone para a composição de toner ao invés de nas camadas externas do membro de imageamento ou entregando o óleo de silicone separadamente através de outros membros, as presentes modalidades evitam o tempo e os custos associados com necessidade de fabricação de componentes de máquinas adicionais ou refabricação de componentes existentes.

**[0013]** Além disso, as modalidades presentes fornecem composições de toner tendo partículas de toner pequenas e mais esféricas. Em modalidades, as partículas de toner têm uma circularidade de 0,975 a cerca de 0,995, ou de cerca de 0,978 a cerca de 0,990, ou mais de preferência de cerca de .980 a cerca de 0,988, medido com um analisador de formato Sysmex 3000. Em modalidades, as partículas de toner têm um tamanho de partícula de cerca de 4 mícrons a cerca de 9 mícrons ou cerca de 5 microns a 8 microns, ou mais preferencialmente de cerca de 5,2 microns a cerca de 7 microns. Esta abordagem tem tido sucesso em estabilizar a densidade do toner. A Figura 1 fornece um gráfico demonstrando o desempenho de densidade entre partículas ásperas e circulares. Os dados obtidos mostram a queda de densidade ao longo do tempo (contagem de impressão) com o toner de circularidade menor, por exemplo, uma circularidade de menos que 0,975. Quanto mais esféricas as partículas de toner, tal como por exemplo, 0,988, mostram desenvolvimento muito mais estável ao longo do tempo. No entanto, como acima mencionado, componentes de máquina robusta são necessários para limpar as partículas esféricas com uma alta eficiência. Por exemplo, métodos anteriores para combater este problema envolveram impregnar a

camada exterior de fotorreceptores com óleo de silicone. Entretanto, tais métodos provaram custo proibitivo.

**[0014]** A incorporação do óleo de silicone as composições de toner presentes fornecem uma solução para o problema de limpeza sem elevar os custos ou adição ao processo de fabricação dos componentes da máquina, enquanto permite o uso das partículas de toner esféricas para melhorar o desempenho.

**[0015]** Nas modalidades presentes, a composição de toner pode ser um toner convencional ou um toner do tipo agregado de emulsão (EA). Em modalidades, a composição de toner compreende pelo menos uma resina aglutinante, colorante, um óleo de silicone e um pó fino inorgânico. Em outras modalidades, algum do pó fino inorgânico é pré-misturado com o óleo de silicone para formar um pó oleado. O pó oleado é misturado com pó fino inorgânico que não foi oleado para formar um pacote de aditivo que é então adicionado aos componentes toner restantes para misturar e formar a composição final do toner.

**[0016]** Em modalidades, o óleo de silicone e pó fino inorgânico são misturados em um aparelho de mistura, como por exemplo, um liquidificador para formar o pó fino inorgânico oleado. A mistura é feita adicionando o pó inorgânico primeiro e, durante a execução do liquidificador, uma quantidade adequada de óleo de silicone é adicionada no topo do pó fino inorgânico. Este método de mistura garante que óleo de silicone excessivo não coleta nas paredes e parafuso do liquidificador. A mistura é misturada por cerca de 30 a cerca de 600 segundos, ou cerca de 45 segundos a cerca de 300 segundos, ou, preferencialmente cerca de 60 a cerca de 240 segundos. Em modalidades, a mistura é feita em explosões separadas, com uma pausa na mistura entre cada explosão. Em modalidades, a pausa é pela mesma quantidade de tempo usado para cada explosão de mistura. Isso garante que o óleo e pó fino inorgânico sejam corretamente misturados e o óleo uniformemente revista as partículas de pó fino inorgânico sem calor excessivo, sendo gerado no aparelho de mistura.

**[0017]** O pó fino inorgânico oleado é misturado com pó fino inorgânico não oleado nas relações de peso desejadas e adicionado às partículas de toner. O pacote de aditivos é misturado então com o toner para certificar-se que o pó inorgânico oleado adequadamente adira o toner. Mais especificamente, depois o silicone e o pó fino inorgânico são misturados, os restantes componentes do toner são adicionados à mistura para continuar se misturando para formar o produto final do toner. O pacote de aditivos é misturado então com o toner para certificar-se que o pó inorgânico oleado adequadamente adira ao produto de toner. Em particular, é desejável para incorporar pós oleados inorgânicos, tendo a mesma quantidade de óleo de silicone. Nestas incorporações, o pacote de aditivos de pó fino inorgânico oleado e não oleado está presente na composição de uma quantidade de toner de cerca de 10 a 95%, ou cerca de 15 a cerca de 75% ou de aproximadamente 20 a cerca de 60% por cento do peso.

**[0018]** Nas modalidades presentes, o pó fino inorgânico pode incluir metais óxidos de metais tais como o silício, titânio, alumínio, germânio, magnésio, zinco, cério, cobalto, ferro, zircônio, cromo, manganês, estrôncio, estanho, antimônio, molibdênio e tungstênio; óxidos tais como óxido de boro; nitretos, tais como o nitreto de silício e nitreto de germânio; composto de óxidos de metal como titanato de cálcio, titanato de magnésio, titanato de estrôncio, ácido tungstofosfórico e ácido molibdofosfórico; sais de metal tais como o carbonato de cálcio, carbonato de magnésio e carbonato de alumínio; minerais de argila, tais como o caulim; compostos de fósforo como apatita; carbonetos como o carboneto de silício e carbeto de titânio; compostos de silício; e pós de carbono tais como negro de carbono e grafite; e suas misturas.

**[0019]** Exemplos do pó fino inorgânico incluem pós finos de, por exemplo, sílica, alumina, óxido de titânio, titanato de bário, titanato de magnésio, titanato de cálcio, titanato de estrôncio, óxido de zinco, areia de quartzo, argila, mica, wollastonita, terra de diatomáceas, óxido de cromo, óxido de cério, óxido de ferro vermelho, trióxido de antimônio, óxido de

magnésio, óxido de zircônio, sulfato de bário, carbonato de bário, carbonato de cálcio e carboneto de silício, nitreto de silício. Em uma modalidade específica, o pó fino inorgânico é um pó de sílica pequena.

**[0020]** Também é conhecido, materiais como resina, pó fino pode ser usado em combinação com o pó fino inorgânico acima. Ademais, um sal de metal de ácido graxo superior representado por estearato de zinco e pó de partículas mais finas de alto peso molecular do tipo flúor pode ser adicionado como um ativador de limpeza.

**[0021]** Em modalidades, o óleo de silicone usado pode incluir, por exemplo, óleo de dimetilsilicone, óleo de metilfenilsilicone, óleo de metilidrogensilicone, óleos de silicone, alquil-modificado, óleos de silicone modificados por cloroalquil, óleos de silicone modificado por clorofenil, óleos de silicone, ácido graxo modificado, óleos de silicone modificado por poliéter, óleos de silicone modificado por alcoxi, óleos de silicone modificado carbinol, óleos de silicone amino modificado e óleos de silicone, flúor-modificado e suas misturas.

**[0022]** O óleo de silicone pode ter uma viscosidade de cerca de 10 a cerca de 1000 centistoques, ou de cerca de 50 a cerca de 500 centistoques ou, mais preferencialmente de cerca de 200 a cerca de 400 centistoques à temperatura ambiente (*por exemplo*, 20-27° C).

**[0023]** Em modalidades mais preferenciais, o óleo de silicone e pó fino inorgânico são misturados diretamente com as partículas de resina bem em um liquidificador, sem pré-mistura o óleo com o pó fino inorgânico. Desta forma, o óleo de silicone é permitido a revestir as partículas de toner individuais em vez de apenas as partículas finas inorgânicas. Isso fornece uma entrega mais eficiente de óleo para a interface entre a lâmina de limpeza e superfície de fotorreceptoras. os inventores demonstraram que a homogeneidade da distribuição do óleo dentro de um lote de toner é muito melhor do que quando se pré-mistura o óleo com o pó fino inorgânico antes da mistura com as partículas de toner. No caso de pré-mistura, as partículas finas inorgânicas com alta cobertura de óleo de silicone tendem a

desviar para o fundo do recipiente de transporte, deixando as partículas mal cobertas na parte superior. A menos que o recipiente de transporte inteiro de partículas finas inorgânicas oleadas seja usado na mistura de toner no final, o teor de óleo no toner acabado pode variar grandemente de lote para lote. Adicionando o óleo durante a etapa de mistura de toner, em paralelo com o pó fino inorgânico, a uniformidade do óleo, tanto dentro do lote como de lote para lote de mistura é muito melhorada.

**[0024]** Independentemente do método usado para incorporar o óleo de silicone, o toner final deve conter entre 500 e 3500 partes por milhão (ppm) de óleo de silicone no toner misturado, ou 1000 a 3000 ppm de óleo de silicone no toner misturado ou, mais, de preferência, de 1800 a 2700 ppm de óleo de silicone no toner misturado. Níveis de óleo de silicone abaixo de 1800 partes por milhão não fornecem lubrificação suficiente para o sistema de limpeza que cria defeitos de limpeza. Os níveis de óleo de silicone acima de 2700 ppm começam a reduzir a carga de tribo do toner que leva ao desenvolvimento de plano de fundo e de densidade reduzida. Teor de óleo de silicone é medido utilizando extração de querosene descrita abaixo:

**[0025]** Amostras duplicadas de das 0,5 g de toner foram extraídas em 25 ml de querosene em uma caixa de agitadora por 1 hora. Pesos de amostra exatos foram gravados. As amostras foram centrifugadas a 4000 rpm por 4 minutos. O sobrenadante foi analisado por ICP para o teor de Si. A curva de calibração foi construída usando óleo DOW PMX-200 350cs.

**[0026]** Além de resina aglutinante, corante e pó fino inorgânico, o toner pode adicionalmente compreender uma cera e/ou um ou mais aditivos.

**[0027]** Em modalidades, um desenvolvedor é divulgado incluindo uma transportador revestido de resina e um toner, onde o toner pode ser um toner de agregação de emulsão, contendo, mas não se limitando a, uma resina de látex, uma cera e um polímero opcionais.

**[0028]** Em modalidades, a resina látex pode ser composta de uma primeira e uma segunda composição de monômero. Qualquer monômero apropriado ou mistura de monômeros é selecionável para preparar a primeira composição de monômero e a segunda composição de monômero. A seleção do monômero ou mistura de monômeros para a primeira composição de monômero é independente daquela para a segunda composição de monômero e vise-versa. Monômeros exemplares para a primeira ou a segunda composições de monômero incluem, mas não estão limitados a, poliésteres, estireno acrilato de alquila, tais como, acrilato de metila, acrilato de etila, butil arilate, acrilato de isobutila, dodecil acrilato, acrilato de n-octila, acrilato de 2-cloroetil; acrilato de etila carboxi-β (β-CEA), acrilato de fenil, alfacloroacrilato de metilo, metacrilato de metila, metacrilato de etila e metacrilato de butila; butadieno; isopreno; metacrilonitrila; acrilonitrila; éteres de vinil, tais como, éter metílico de vinil, éter isobutílico de vinil, vinil etílico éter e afins; ésteres de vinil, tais como, vinil acetato, propionato de vinil, benzoato de vinil e butirato de vinil; cetonas de vinil, tais como, cetona metílica de vinil, vinil cetona hexil e isopropenil-metil-cetona; halogenetos de vinilideno, tais como, cloreto de vinilideno e vinilideno clorofluorida; N-vinil indol; N-vinil pirrolidona; metacrilato; ácido acrílico; ácido metacrílico; acrilamida; metacrilamida; vinilpiridina; vinilpirrolidona; cloreto de N-vinil-metilpiridínio; naftaleno de vinil; p-clorostireno; cloreto de vinil; brometo de vinil; fluoreto de vinil; etileno; propileno; butenos; isobutileno; semelhantes e suas misturas. No caso de uma mistura de monômeros ser usada, normalmente, o polímero de látex será um copolímero.

**[0029]** Em algumas modalidades, a primeira composição de monômero e a segunda composição de monômero podem independentemente uma da outra compreender duas ou três ou mais monômeros diferentes. O polímero de látex, portanto, pode compreender um copolímero. Exemplos ilustrativos de um copolímero tal látex inclui poli (n-butil-estireno acrilato-β-CEA), poli (acrilato de alquila-estireno),

poli(estireno-1,3-dieno), poli (metacrilato de alquil-estireno), poli (acrilato de alquila metacrilato-alquil), poli (acrilato de alquila metacrilato-aril), poli (acrilato de metacrilato-alquil aril), poli (metacrilato de alquila), poli (acrilato de alquila-estireno-acrilonitrila), poli(estireno-1,3-dieno-acrilonitrila), poli (acrilato de alquila-acrilonitrila), poli(estireno-butadieno), poli(metilestireno-butadieno), poli (metacrilato de metila-butadieno), poli (metacrilato de etila-butadieno), poli (metacrilato de propil-butadieno), poli (metacrilato de butila-butadieno), poli (acrilato de metila-butadieno), poli (acrilato de etila-butadieno), poli (acrilato de propil-butadieno), poli (acrilato de butilo-butadieno), poli(estireno-isopreno), poli(metilestireno-isopreno), poli (metacrilato de metila-isopreno), poli (metacrilato de etila-isopreno), poli (metacrilato de propil-isopreno), poli (metacrilato de butila-isopreno), poli (acrilato de metila-isopreno), poli (acrilato de etila-isopreno), poli (acrilato de propil-isopreno), poli (acrilato de butilo-isopreno); poli (acrilato de estireno-propil), poli (acrilato de butilo-estireno), poli(estireno-butadieno-acrilonitrila), poli (acrilato de butilo-estireno-acrilononitrila) e afins.

**[0030]** Em modalidades, a primeira composição de monômero e a segunda composição de monômero podem ser substancialmente insolúveis em água, tais como, hidrofóbicas e podem ser dispersas em uma fase aquosa com agitação adequada quando adicionadas a um recipiente de reação.

**[0031]** A proporção de peso entre a primeira composição de monômero e a segunda composição de monômero pode ser na faixa de cerca de 0,1:99,9 a cerca de 50: 50, incluindo de sobre 0,5:99,5 de cerca de 25:75, de cerca de 1:99 a cerca de 10:90.

**[0032]** Em modalidades, a primeira composição de monômero e a segunda composição de monômero podem ser a mesma. Exemplos da primeira/segunda composição de monômero podem ser uma mistura composta por estireno e alquil acrilato, tais como, uma mistura composta por estireno, acrilato de n-butila e β-CEA. Com base no peso total dos monômeros, estireno pode estar presente em uma quantidade de cerca de

1% a cerca de 99%, de cerca de 50% a cerca de 95%, de cerca de 70% a 90%, embora possa estar presente em quantidades maiores ou menores; acrilato de alquila, tais como, acrilato de n-butila, podem estar presentes em uma quantidade de cerca de 1% a cerca de 99%, de cerca de 5% a cerca de 50%, de cerca de 10% a cerca de 30%, embora possam estar presentes em quantidades maiores ou menores.

**[0033]** Em algumas 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, os dióis orgânicos adequados incluem dióis alifáticos com cerca de 2 a cerca de 36 átomos de carbono, tais como 1,2-etanodiol, 1,3-propanodiol, 1,4-butanodiol, 1,5 pentanodiol, 1,6-hexanodiol, 1,7-heptanodiol, 1,8-octanodiol, 1,9-nonanodiol, 1,10-decanodiol, 1,12-dodecanodiol e similares; dióis de álcali sulfo-alifáticos, tais como sódio 2-sulfo-1,2-etanodiol, lítio 2-sulfo-1,2-etanodiol, potássio 2-sulfo-1,2-etanodiol, sódio 2-sulfo-1,3-propanodiol, lítio 2-sulfo-1,3-propanodiol, potássio 2-sulfo-1,3-propanodiol, suas misturas e similares. O diol alifático pode ser, por exemplo, selecionado 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 (embora quantidades fora desses intervalos possam ser usadas), e o alcalóide diol sulfo-alifático 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.

**[0034]** Exemplos de diácidos orgânicos ou diésteres selecionados para a preparação das resinas cristalinas incluem o ácido oxálico, ácido succínico, ácido glutárico, ácido adípico, ácido subérico, ácido azeláico, ácido sebácico, ácido ftálico, ácido isoftálico, ácido tereftálico, ácido naftaleno-2,6-dicarboxílico, ácido naftaleno-2,7-dicarboxílico, ácido ciclohexano dicarboxílico, ácido malônico e ácido mesacônico, um diéster ou anidrido destes; e um diácido de álcali sulfo-

orgânico, como o sal de sódio, lítio ou potássio de dimetil-5-sulfo-isoftalato, anidrido dialquil-5-sulfo-isoftalato-4-sulfo-1,8-naftálico, ácido 4-sulfo-ftálico, dimetil-4-sulfo-ftalato, dialquil-4-sulfo-ftalato, 4-sulfofenil-3,5-dicarbometoxibenzeno, 6-sulfo-2-naftil-3,5-dicarbometoxibenzeno, ácido sulfo-tereftálico, dimetil-sulfo-tereftalato, ácido 5-sulfo-isoftálico, dialquil-sulfotereftalato, sulfoetanodiol, 2-sulfopropanodiol, 2-sulfobutanodiol, 3-sulfopentanodiol, 2-sulfohexanodiol, 3-sulfo-2-metilpentanodiol, 2-sulfo-3,3-dimetilpentanodiol, ácido sulfo-p-hidroxibenzóico, etano sulfonato de N, N-bis(2-hidroxietil)-2-amino, ou as misturas destes. O diácido orgânico pode ser selecionado numa 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 formas de realização de cerca de 45 a cerca de 50 por cento em mol, e o álcali diácido sulfo-alifático pode ser selecionada numa quantidade de cerca de 1 a cerca de 10 por cento em mol de resina.

**[0035]** Exemplos de resinas cristalinas incluem poliésteres, poliamidas, poli-imidas, poliolefinas, polietileno, polibutileno, poli-isobutirato, copolímeros de etileno-propileno, copolímeros de acetato de etileno-vinil, polipropileno, as misturas destes e similares. As resinas cristalinas específicas podem ser baseadas em poliéster, tais como poli(etileno-adipato), poli(propileno-adipato), poli(butileno-adipato), poli(pentileno-adipato), poli(hexileno-adipato), poli(octileno-adipato), poli(etileno-succinato), poli(propileno-succinato), poli(butileno-succinato), poli(pentileno-succinato), poli(hexileno-succinato), poli(octileno-succinato), poli(etileno-sebacato), poli(propileno-sebacato), poli(butileno-sebacato), poli(pentileno-sebacato), poli(hexileno-sebacato), poli(octileno-sebacato), álcali de copoli(5-sulfoisoftaloil)-copoli(etileno-adipato), álcali de copoli(5-sulfoisoftaloil)-copoli(propileno-adipato), álcali de copoli(5-sulfoisoftaloil)-copoli(butileno-adipato), álcali de copoli(5-sulfoisoftaloil)-copoli(pentileno-adipato), álcali de copoli(5-sulfoisoftaloil)-copoli(hexileno-adipato), álcali de copoli(5-sulfo-isoftaloil)-copoli(octileno-adipato), álcali de copoli(5-sulfo-

isoftaloil)-copoli(etileno-adipato), álcali de copoli(5-sulfo-isoftaloil)-copoli(propileno-adipato), álcali de copoli(5-sulfo-isoftaloil)-copoli(butileno-adipato), álcali de copoli(5-sulfo-isoftaloil)-copoli(butileno-adipato), álcali de copoli(5-sulfo-isoftaloil)-copoli(pentileno-adipato), álcali de copoli(5-sulfo-isoftaloil)-copoli(hexileno-adipato), álcali de copoli(5-sulfo-isoftaloil)-copoli(octileno-adipato), álcali de copoli(5-sulfoisoftaloil)-copoli(etileno-succinato), álcali de copoli(5-sulfoisoftaloil)-copoli(propileno-succinato), álcali de copoli(5-sulfoisoftaloil)-copoli(butileno-succinato), álcali de copoli(5-sulfoisoftaloil)-copoli(pentileno-succinato), álcali de copoli(5-sulfoisoftaloil)-copoli(hexileno-succinato), álcali de copoli(5-sulfoisoftaloil)-copoli(octileno-succinato), álcali de copoli(5-sulfo-isoftaloil)-copoli(etileno-sebacato), álcali de copoli(5-sulfo-isoftaloil)-copoli(propileno-sebacato), álcali de copoli(5-sulfo-isoftaloil)-copoli(butileno-sebacato), álcali de copoli(5-sulfo-isoftaloil)-copoli(pentileno-sebacato), álcali de copoli(5-sulfo-isoftaloil)-copoli(hexileno-sebacato), álcali de copoli(5-sulfo-isoftaloil)-copoli(octileno-sebacato), álcali de copoli(5-sulfo-isoftaloil)-copoli(etileno-adipato), álcali de copoli(5-sulfo-isoftaloil)-copoli(propileno-adipato), álcali de copoli(5-sulfo-isoftaloil)-copoli(butilrno-adipato), álcali de copoli(5-sulfo-isoftaloil)-copoli(pentileno-adipato), álcali de copoli(5-sulfo-isoftaloil)-copoli(hexileno-adipato), álcali de copoli(5-sulfo-isoftaloil)-copoli(octileno-adipato), em que o álcali é um metal como sódio, lítio ou potássio. Exemplos de poliamidas incluem poli(etileno-adipamida), poli(propileno-adipamida), poli(butileno-adipamida), poli(pentileno-adipamida), poli(hexileno-adipamida), poli(octileno-adipamida), poli(etileno-succinamida) e poli(propileno-sebacamida). Exemplos de poliamidas incluem poli(etileno-adipamida), poli(propileno-adipamida), poli(butileno-adipamida), poli(pentileno-adipamida), poli(hexileno-adipamida), poli(octileno-adipamida), poli(etileno-succinamida), poli(propileno-succinimida) e poli(butileno-succinimida).

**[0036]** A resina cristalina pode estar presente, por exemplo, em uma quantidade de cerca de 5 a cerca de 50 porcento em peso dos

componentes do toner, em modalidades de cerca de 10 a cerca de 35 por cento em peso dos componentes do toner. A resina cristalina pode possuir diversos pontos de fusão, por exemplo, de cerca de 30ºC a cerca de 120ºC, nas modalidades de cerca de 50°C a cerca de 90°C. A resina cristalina pode ter um número de peso molecular médio ($M_n$), conforme medido pela cromatografia de permeação em gel (GPC) de, por exemplo, de cerca de 1.000 a cerca de 50.000, nas modalidades de cerca de 2.000 a cerca de 25.000, e um peso molecular ponderal médio ($M_W$) de, por exemplo, de cerca de 2.000 a cerca de 100.000, nas modalidades de cerca de 3.000 a cerca de 80.000, conforme determinado pela Cromatografia de Permeação em Gel usando padrões de poliestireno. A distribuição do peso molecular ($M_W/M_n$) da resina cristalina pode ser, por exemplo, de cerca de 2 a cerca de 6, nas modalidades de cerca de 3 a cerca de 4.

**[0037]** Em modalidades, resinas amorfas adequadas incluem poliésteres, poliamidas, poli-imidas, poliolefinas, polietileno, polibutileno, poli-isobutirato, copolímeros de etileno-propileno, copolímeros de acetato de etileno-vinil, polipropileno, as misturas destes e similares. Os exemplos das resinas amorfas, que podem ser utilizados incluindo resinas de poliéster sulfonado alcalóide, resinas de poliéster sulfonado ramificado de alcalóide, resinas de poliamida sulfonado alcalóide e resinas de poliamida sulfonado alcalóide ramificadas. As resinas de álcali de poliéster sulfonado podem ser útil nas modalidades, tais como os sais de metal ou de álcali do copoli(etileno-tereftalato)-copoli(etileno-5-sulfo-isoftalato), copoli(propileno-tereftalato)-copoli(propileno-5-sulfo-isoftalato), copoli(dietileno-tereftalato)-copoli(dietileno-5-sulfo-isoftalato), copoli(propileno-dietileno-tereftalato)-copoli(propileno-dietileno-5-sulfoisoftalato), copoli(propileno-butileno-tereftalato)-copoli(propileno-butileno-5-sulfo-isoftalato), copoli(bisfenol-A-fumarato propoxilado)-copoli(bisfenol A-5-sulfo-isoftalato propoxilado), copoli(bisfenol-A-fumarato etoxilado)-copoli(bisfenol-A-5-sulfo-isoftalato etoxilado) e copoli(bisfenol-A-maleato etoxilado)-copoli(bisfenol-A-5-sulfo-

isoftalato etoxilado), e em que o metal alcalino é, por exemplo, um íon de sódio, lítio ou potássio.

**[0038]** Em modalidades, como observado acima, uma resina de poliéster insaturado amorfa pode ser utilizada como uma resina de látex. Além disso, em modalidades, uma resina de poliéster cristalina pode estar contida na resina de ligação. A resina de poliéster cristalina pode ser sintetizada a partir de um componente ácido (ácido dicarboxílico) de um componente álcool (diol). A seguir, um "componente derivado de ácido" indica uma fração constituinte que originalmente era um componente ácido antes da síntese de uma resina de poliéster e um "componente derivado de álcool" indica uma fração constituinte que originalmente era um componente alcoólico antes da síntese da resina de poliéster.

**[0039]** As resinas de poliéster cristalinas podem ser sintetizadas a partir de uma combinação de componentes selecionados dos componentes acima mencionados monômero, usando métodos convencionais conhecidos. Métodos exemplares incluem o método de troca de éster e o método de policondensação direta, que pode ser usado singularmente ou em uma combinação dos mesmos. A proporção molar (componente ácido / componente álcool) quando o componente ácido e álcool são reagidos, pode variar dependendo das condições de reação. A proporção molar é geralmente cerca de 1/1 em policondensação direta. No método de troca de éster, um monômero tal como o glicol de etileno, Neopentil glicol ou ciclohexanedimetanol, que pode ser destilado, embora sob vácuo, pode ser usada em excesso.

**[0040]** Quaisquer surfactantes adequado podem ser utilizado para a preparação das dispersões de látex e cera de acordo com a presente divulgação. Dependendo do sistema de emulsão, podem prever-se quaisquer surfactantes tais como surfactantes aniônicos ou catiônicos desejados.

**[0041]** Surfactantes aniônicos podem ser empregados em qualquer quantidade desejada ou eficaz, por exemplo, pelo menos cerca de

0,01% em peso de monômeros totais usado para preparar o polímero de látex, pelo menos cerca de 0,1% em peso, dos monômeros totais usados para preparar o polímero de látex; e não mais do que cerca de 10% em peso, do monômeros totais usados para preparar o polímero de látex, não mais do que cerca de 5% em peso, do monômeros totais usados para preparar o polímero de látex, embora a quantidade possa ser fora desses intervalos.

**[0042]** Qualquer qualquer iniciador apropriado ou mistura de iniciadores pode ser selecionada no processo de látex e o processo de toner. Em modalidades, o iniciador é selecionado de iniciadores de polimerização de radicais livres conhecidos. O iniciador de radical livre pode ser qualquer iniciador de polimerização de radical livre capaz de iniciar um processo de polimerização de radical livre e suas misturas, tal iniciador de radical livre, sendo capaz de fornecer espécies radicalares em aquecimento a acima de 30 ºC.

**[0043]** Embora iniciadores de radicais livres solúveis em água sejam usados nas reações de polimerização da emulsão, outros iniciadores de radicais livres também podem ser usados. Iniciadores de radical livre mais típicos incluem, mas não limitados a, persulfato de amônio, peróxido de hidrogênio, peróxido de acetil, peróxido de cumil, peróxido de tert-butílico, propionil peróxido, peróxido de benzoíla, peróxido de clorobenzoil, peróxido de diclorobenzoilo, peróxido de bromometilbenzoil, lauroil peróxido, persulfato de sódio, persulfato de potássio, diisopropil peroxicarbonato e similares.

**[0044]** Com base no peso total dos monômeros a ser polimerizado, o iniciador pode estar presente em uma quantidade de cerca de 0,1% a cerca de 5%, de cerca de 0,4% a cerca de 4%, de cerca de 0,5% a cerca de 3%, embora esteja presente em quantidades maiores ou menores.

**[0045]** Um agente de transferência de cadeia, opcionalmente, pode ser usado para controlar o grau de polimerização do látex e controlar

o peso molecular e distribuição de peso molecular do látex do produto do processo de látex e/ou o processo de toner de acordo com a presente divulgação. Como pode ser apreciado, um agente de transferência de cadeia pode tornar-se parte do polímero de látex.

**[0046]** Em modalidades, o agente de transferência de cadeia tem uma ligação covalente carbono-enxofre. A ligação covalente carbono-enxofre tem um pico de absorção em uma região de número de onda que varia de 500 a 800 $cm^{-1}$ em um espectro de absorção infravermelho. Quando o agente de transferência de cadeia é incorporado o látex e o toner feitos a partir do látex, o pico de absorção pode ser alterado, por exemplo, para uma região de número de onda de 400 a 4.000 $cm^{-1}$.

**[0047]** Exemplos de tais agentes de transferência de cadeia também incluem, mas não estão limitados a, dodecanetiol, Butanotiol, octil-3-mercaptopropionato, 2-metil-5-t-butil-tiofenol, tetracloreto de carbono, tetrabrometo carbono e afins.

**[0048]** Com base no peso total dos monômeros a serem polimerizados, o agente de transferência de cadeia pode estar presente numa quantidade de cerca de 0,1% a cerca de 7%, a partir de cerca de 0,5% a cerca de 6%, a partir de cerca de 1,0% a cerca de 5%, embora se possam estar presente em quantidades maiores ou menores.

**[0049]** Em modalidades, um agente de ramificação, opcionalmente, pode ser incluído na primeira/segunda composição de monômero para controlar a estrutura de ramificação do látex alvo. Agentes de ramificação exemplares incluem, mas não estão limitados a, decanediol diacrilato (ADOD), trimetilolpropano, pentaeritritol, ácido trimelítico, ácido dianidrido e suas misturas.

**[0050]** Com base no peso total dos monômeros a ser polimerizado, o agente de ramificação estar presente em uma quantidade de cerca de 0 % a cerca de 2%, de cerca de 0,05% a cerca de 1,0%, de cerca de 0,8%, embora possa estar presente em quantidades maiores ou menores.

**[0051]** No processo de látex e no processo de toner da divulgação, a emulsificação pode ser feita por qualquer processo adequado como a mistura à temperatura elevada. Por exemplo, a mistura de emulsão pode ser misturada em um homogeneizador definido a cerca de 200 a cerca de 400 rpm e a uma temperatura da 40 ºC a cerca de 80 ºC por um período de cerca de 1 min a cerca de 20 min.

**[0052]** Qualquer tipo de reator pode ser usado sem restrição. O reator pode incluir meios para agitar as composições nele, tal como um rotor. Um reator pode incluir pelo menos um rotor. Para formar o látex e/ou o toner, o reator pode ser operado em todo o processo tal que os rotores podem operar a uma taxa de mistura eficaz de cerca de 10 a cerca de 1, 000 rpm.

**[0053]** Após a conclusão da adição do monômero, se pode permitir que o látex estabilize, mantendo as condições por um período de tempo, por exemplo, por cerca de 10 a cerca de 300 minutos, antes de refrigerar. Opcionalmente, o látex formado pelo processo acima pode ser isolado por métodos padrão conhecidos na técnica, por exemplo, coagulação, dissolução e precipitação, filtração, lavagem, secagem ou similares.

**[0054]** O látex da divulgação presente pode ser selecionado para processos de coalescência-agregação-emulsão para formar toners, tintas e desenvolvedores por métodos conhecidos. O látex da divulgação presente pode ser derretido misturado ou, de outro modo, misturado com vários ingredientes de toner, por exemplo, uma dispersão de cera, um coagulante, uma sílica opcional, um carga opcional reforço aditivo carga controle ou aditivo, um surfactante opcional, um emulsificante opcional, um aditivo de fluxo opcional e o como. Opcionalmente, o látex (por exemplo, em torno de 40% de sólidos) pode ser diluído para os carga (por exemplo, cerca de 12 a 15% de sólidos de peso), de sólidos desejados antes de que formulado em uma composição de toner.

**[0055]** Com base no peso total dos monômeros a ser polimerizado, o iniciador pode estar presente em uma quantidade de cerca de 0,1% a cerca de 5%, de cerca de 0,4% a cerca de 4%, de cerca de 0,5% a cerca de 3%, embora esteja presente em quantidades maiores ou menores.

**[0056]** Vários corantes adequados conhecidos, tais como tintas, pigmentos, misturas de tintas, mistura de pigmentos, mistura de tintas e pigmentos, e similares, podem ser incluídos no toner. O corante pode ser incluído no toner em uma quantidade de, por exemplo, cerca de 0,1 a cerca de 35% em peso do toner, a partir de cerca de 1 a cerca de 15% por cento do toner, a partir de cerca de 3 a cerca de 10%, em peso, de o toner, apesar de poderem ser utilizados valores para fora desses intervalos.

**[0057]** Como exemplos de corantes apropriados, pode ser feito de negro de carbono como 330 REGAL®; magnetitas, tais como, Mobay magnetites MO8029 ™ e MO8060 ™; magnetitas Columbiam; MAPICO BLACKS™, magnetitas tratadas em superfície; Pfizer magnetites CB4799 ™, CB5300 ™, CB5600 ™ e MCX6369 ™; Magnetites Bayer, 8600 BAYFERROX ™ e 8610™; magnetitas de Norther Pigments, NP-604 ™ e NP-608 ™; magnetitas Magnox TMB-100 ™ ou TMB-104 ™; e similares. Como pigmentos coloridos, podem ser selecionados ciano, magenta, amarelo, vermelho, verde, marrom, azul ou suas misturas. Geralmente, são usados pigmentos ou tintas ciano, magenta ou amarelos ou misturas dos mesmos. O pigmento ou pigmentos podem ser dispersões de pigmentos à base de água.

**[0058]** Além da resina de ligação de polímero, os toners da presente divulgação, também podem conter uma cera, que pode ser tanto um único tipo de cera ou uma mistura de duas ou mais ceras diferentes. Uma única cera pode ser adicionada às formulações do toner, por exemplo, para melhorar as propriedades do toner específicas, tais como, formato de partícula do toner, a presença e a quantidade de cera na superfície das partículas de toner, características de carregamento e/ou fusão, o brilho,

esvaziamento, propriedades compensadas e afins. Alternativamente, uma combinação de ceras pode ser adicionadas para fornecer várias propriedades para a composição do toner.

**[0059]** Quando incluída, a cera pode estar presente em uma quantidade de, por exemplo, de cerca de 1% em peso a cerca de 25 % em peso das partículas de toner, nas modalidades, de cerca de 5% em peso a cerca de 20% em peso das partículas de toner.

**[0060]** Ceras que podem ser selecionadas incluem ceras com, por exemplo, um peso molecular médio ponderado de cerca de 500 a cerca de 20.000, nas modalidades de cerca de 1.000 a cerca de 10.000. As ceras que podem ser utilizadas incluem, por exemplo, poliolefinas, tais como, polietileno, polipropileno e polibuteno, ceras, tais como, comercialmente disponíveis de Allied Chemical e Petrolite Corporation, por exemplo POLYMAX ™ ceras de polietileno de Baker Petrolite, emulsões de cera, disponíveis de Michaelman, Inc. e Daniels Products Company, EPOLENE N-15 ™ comercialmente disponível de Eastman Chemical Products, Inc., e VISCOL 550-P ™, uma peso molecular médio ponderado baixo de polipropileno disponível de Sanyo Kasei K. K.; ceras à base de plantas, como por exemplo, cera de carnaúba, cera de arroz, a cera de candelila, cera de sumagreira e óleo de jojoba; ceras à base de animais, tais como, cera de abelha; ceras à base de minerais e ceras à base de petróleo, como por exemplo, cera de montana, ozocerita, ceresina, cera de parafina, cera microcristalina e cera de Fischer-Tropsch; éster de ceras obtidos a partir de ácido graxo superior e álcool superior, tal como, estearato de estearila e behenato de behenil; éster de ceras obtidos a partir de ácido gordo superior e monovalente ou multivalente de álcool inferior, tal como, estearato de butila, oleato de propila, monoestearato de glicerida, diestearato de glicerida, pentaeritritol tetra behenato; éster ceras obtidas a partir de ácido gordo superior e multímeros álcool multivalentes, tais como, o monoestearato de dietilenoglicol, dipropilenoglicol diestearato de diglicerila diestearato de trigliceríla e tetraestearato; ceras de sorbitano superiores de

ácidos graxos de éster, como por exemplo, o monoestearato de sorbitano, e colesterol ceras de ésteres de ácidos graxos superiores, tais como, estearato de colesterila. Exemplos de ceras funcionais que podem ser utilizados incluem, por exemplo, aminas, amidas, por exemplo, AQUA SUPERSLIP 6550™ e 6530 SUPERSLIP™ disponível a partir de Micro Powder Inc., ceras de gases fluorados, por exemplo, POLYFLUO 190 ™, 200 POLYFLUO™, 19 POLYSILK™ e POLYSILK 14™ disponível a partir de Micro Powder Inc., misturados com gases fluorados, ceras de amidas, por exemplo, MICROSPERSION 19™ disponível a partir de Micro Powder Inc., imidas, ésteres, aminas quaternárias, ácidos carboxílicos ou emulsão de polímero acrílico, por exemplo JONCRYL 74™, 89™, 130™, 537™ e 538™, está disponível a partir de SC Johnson Wax e polipropileno e polietileno clorados disponíveis a partir de ceras Allied Chemical e Petrolite Corporation e SC Johnson. Misturas e combinações das ceras acima também podem ser utilizadas nas modalidades. Ceras podem ser incluídas como, por exemplo, agentes de liberação de rolo fusor.

**[0061]** A composição de toner pode ser preparada por um número de métodos conhecidos, incluindo misturar em derretimento as partículas de resina de toner e partículas de pigmento ou corantes, seguidos por atrito mecânico. Outros métodos incluem aqueles conhecidos na técnica como dispersão de derretimento, dispersão de polimerização, polimerização de suspensão, extrusão e processos de emulsão/agregação.

**[0062]** As partículas de toner resultantes podem então ser formuladas em uma composição de desenvolvedor. As partículas de toner podem ser misturadas com partículas de transportador para atingir uma composição de desenvolvedor de dois componentes.

**[0063]** Em modalidades, um agente de controle de carga é adicionado. Em modalidades adicionais, o agente de controle de carga é um agente de controle de carga interno, como um agente de controle de carga polimérica a base de acril. Em modalidades particulares, o toner

contém entre cerca de 0,5% e 7% em peso do agente de controle de carga interno.

**[0064]** O toner pode ser feito pela admistura de resina, cera, o corante/pigmento e o um ou mais aditivos. A admistura pode ser feita em um dispositivo de extrusão. O produto extrudido então pode então ser triturado, por exemplo em um moinho de jato, seguido por classificação para fornecer um toner tendo um tamanho de partícula médio de volume desejado, por exemplo, de cerca de 7,5 a cerca de 9,5 microns, ou em uma personificação específica, cerca de 8,4 ± 0,5 mícrons. O toner classificado é misturado com aditivos externos, que são especificamente formulados em um liquidificador Henschel e posteriormente selecionando o toner através de uma tela, como uma tela de 37 mícrons, para eliminar as partículas grossas ou aglomerado de aditivos.

## Exemplo 1

### Preparação do Pacote de Aditivo de Pó Fino Inorgânico

**[0065]** Um óleo de silicone (Dow PMX-200 de Dow Chemicals) e uma sílica pequena (TG308F de Cabot Corporation) são misturados em um liquidificador para fornecer um pacote de aditivos para depois se misturar com partículas de toner EA. Foram utilizados os seguintes equipamentos e condições: Ferramenta, 10L Henschel – Padrão, Velocidade de Ferramente – 2550 rpms, carregamento de sílica – 300 gramas.

**[0066]** O liquidificador estava carregado com 300 gramas de sílica TG308F. O óleo de silicone foi adicionado com uma seringa na quantidade necessária (ml) com base na proporção de óleo para sílica. Por exemplo, uma proporção de 0,30 ml/g exigirá 90 ml de óleo. O liquidificador foi fechado e executado por 30 segundos. O rotor foi desligado e o lote foi mantido no no liquidificador por 30 segundos. O liquidificador foi então ligado e e executado por outros 30 segundos. O rotor foi desligado e o lote foi descarregado.

### Preparação de Amostra de Toner com Sílica de Óleo Pré-misturado

**[0067]** Uma pré mistura de óleo de silicone (Dow PMX-200) e sílica pequena (TG308F) é feita antes da mistura de toner, como descrito acima, para fornecer uma composição de aditivo que fornece o óleo para o subsistema de lâmina de limpeza na máquina. A quantidade total de sílica utilizada no projeto foi 1,4% em peso do toner a ser misturado. Propõe-se usar uma proporção de sílica oleada para sílica não oleada no intervalo de 0,2:1,0 para 0,8:1,0. Esta escala fornece óleo suficiente para lubrificação da lâmina, mas não tanto que os componentes críticos do sistema xerográfico sejam contaminados com óleo. Assim, a proporção de pó fino inorgânico oleado para pó fino inorgânico não-oleado deve ser cuidadosamente trabalhada. Limpeza bem sucedida foi observada usando sílica oleada a 50% (0,7% em peso de toner) e 50% TG308F sem óleo (0,7% em peso). O liquidificador Henshel é usado para aderir à mistura de sílicas (oleada e não-oleada) às partículas de toner.

**[0068]** O toner final toner é removido e selecionados por jato de ar através de uma malha de tela de 37μm para remover eventuais partículas grossas antes da instalação na máquina para testes. Essa partícula de resina era de 5,8 μm de diâmetro em média e aproximadamente esférica com uma circularidade 0,988.

## Exemplo 2

**[0069]** Em um Henshel liquidificador, são adicionados, 3,3 libras (1,5 quilogramas) de partículas de resina de estireno/acrilato, 4,3 gramas de óleo de silicone (Dow PMX-200) e 20 gramas de sílica pequena (TG308F de Cabot Corp.) em um liquidificador e misturados por 16 minutos a 2048 rpm. O toner final toner é removido e selecionado por jato de ar através de uma malha de tela de 37 μm para remover quaisquer partículas grossas antes da instalação na máquina para testes. Essa partícula de resina era de 5,8 μm de diâmetro em média e aproximadamente esférica com uma circularidade 0,988.

## Exemplo Comparativo 3

**[0070]** Em um Henshel liquidificador, são adicionados, 3,3 libras (1,5 quilogramas) de partículas de resina de estireno/acrilato, e 20 gramas de sílica pequena (TG308F de Cabot Corp.) por 16 minutos a 2048 rpm. O toner final toner é removido e selecionado por jato de ar através de uma malha de tela de 37 µm para remover quaisquer partículas grossas antes da instalação na máquina para testes. Essa partícula de resina era de 5,8 µm de diâmetro em média e aproximadamente esférica com uma circularidade 0,988.

**[0071]** Testes extensivos mostraram que quanto maior a circularidade é necessário evitar que a densidade de sólidos degrade ao longo da vida do cartucho. Na medida em que a circularidade diminui, diminui a estabilidade de densidade ao longo da vida. Sem a sílica que foi misturada com óleo de silicone, o sistema de limpeza é incapaz de limpar essa partícula altamente esférica usando o fotorreceptor de reposição e limpeza de lâminas usadas atualmente no cartucho xerográfico.

**[0072]** Figura 2 mostra o desempenho de limpeza relativo dos toners inventivos em comparação com um toner de controle quando na condição de estresse (baixo RH / baixa temperatura em um comprimento de trabalho de página). A cada 1000 páginas, uma fita transparente é aderida ao fotorreceptor em uma posição imediatamente após o estreitamento de contato de lâmina de limpeza e subsequentemente aderida a um substrato de papel branco. Quaisquer faixas de limpeza criada no estreitamento de limpeza são aderidas à fita e se tornam visíveis contra o substrato branco. Cada faixa é contada e registrada na tabela, conforme mostrado. Como pode ser visto, os toners inventivos tiveram melhor desempenho no geral do que o toner de controle.

**[0073]** Além disso, Figuras 3 e 4 mostram micrografias de foto da borda da lâmina de limpeza após imprimir 7.000 páginas com um toner compreendendo uma sílica oleada a 50% da sílica total versus um toner compreendendo 100% de sílica não oleada. As figuras mostram claramente como a borda de lâmina é quase intocada quando usada com o toner

inventivo (Figura 4), em comparação com a borda rompida do toner de controle (Figura 3) e demonstra quão bem o desempenho de limpeza é melhorado.

**[0074]** Como pode ser visto a partir dos resultados de teste, a adição do óleo silicone melhorou muito a funcionalidade de limpeza na condição de estresse. Os testes demonstraram que o óleo de silicone não afeta negativamente a densidade de toner excelente e estabilidade de fundo. A composição de toner de exemplo apresentou densidade e desempenho de fundo semelhantes a um cartucho OEM, funcionando como um de controle.

## REIVINDICAÇÕES

1. Processo para produzir uma composição de toner **caracterizado** pelo fato de que compreende:

misturar juntamente uma resina, um corante, uma cera e um agente de controle de carga opcional para formar partículas de resina;

misturar juntamente um primeiro pó fino inorgânico primeiro e óleo de silicone para formar um pó fino inorgânico oleado; e

adicionar o pó fino inorgânico oleado às partículas de resina e misturar o pó fino inorgânico oleado e partículas de resina juntamente para formar partículas de toner.

2. Processo, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pelo fato de um segundo pó fino inorgânico é adicionado ao primeiro pó fino inorgânico e óleo de silicone na segunda etapa de mistura.

3. Composição de toner **caracterizada** pelo fato de que compreende:

partículas de resina adicionalmente compreendendo

uma resina;

um colorante;

uma cera, e

um agente de controle de carga opcional; e

um aditivo compreendendo um primeiro pó fino inorgânico e um óleo de silicone, em que o primeiro pó fino inorgânico e um óleo de silicone são misturados diretamente com as partículas de resina para formar as partículas de toner.

4. Composição de toner, de acordo com a reivindicação 3, **caracterizada** pelo fato de que partículas de toner possuem uma circularidade maior do que 0,975.

5. Composição de toner de acordo com a reivindicação 3, **caracterizada** pelo fato de que as partículas do toner possuem um tamanho de partícula médio de a partir de 4 a cerca de 9 µm.

6. Composição de toner de acordo com a reivindicação 3, **caracterizada** pelo dato de que o pó fino inorgânico é selecionado do grupo constituído por sílica, alumina, óxido de titânio, titanato de bário, titanato de magnésio, titanato de cálcio, titanato de estrôncio, óxido de zinco, areia de quartzo, argila, mica, wollastonita, terra de diatomáceas, óxido de cromo, óxido de cério, óxido de ferro vermelho, trióxido de antimônio, óxido de magnésio, óxido de zircônio, sulfato de bário, carbonato de bário, carbonato de cálcio, carboneto de silício, nitreto de silício e suas misturas, e em que o óleo de silicone é selecionado do grupo constituído por óleo de dimetilsilicone, óleo de metilfenilsilicone, metilhidrogensilicone óleo, óleos de silicone, modificados por alquil, óleos de silicone modificados por cloroalquil, óleos de silicone modificados por clorofenil, óleos de silicone, ácido graxo modificado, óleos de silicone poliéter modificado, óleos de silicone modificado por alcoxi, óleos de silicone modificado carbinol, óleos de silicone amino modificado, óleos de silicone modificados por fluorina, e suas misturas.

7. Composição de toner, de acordo com a reivindicação 3, **caracterizada** pelo fato de que óleo de silicone possui uma viscosidade de cerca de 10 a cerca de 1,000 centitoques em temperatura ambiente.

8. Composição de toner de acordo com a reivindicação 3, **caracterizada** pelo fato de que o óleo de silicone está presente na composição de toner em uma quantidade de entre 500 e 3500 partes por milhão (ppm).

9. Aparelho de formação de imagem, **caracterizado** pelo fato de que compreende:

um membro de rolamento de imagem latente eletrostática para assegurar nele uma imagem latente eletrostática;

uma montagem de desenvolvimento para desenvolver a imagem latente eletrostática mantida no membro de rolamento de imagem latente eletrostática, no qual o conjunto de desenvolvimento compreende

uma composição de toner para desenvolver uma imagem latente eletrostática;

um recipiente de toner para fixar a composição de toner; e um membro carregador de toner para carregar a composição de toner fixada no recipiente de toner e transportar a composição de toner para uma área no membro de rolamento de imagem latente eletrostática onde a imagem latente eletrostática é desenvolvida; e

uma unidade de limpeza para limpar a superfície do membro de rolamento de imagem latente eletrostática, no qual a composição de toner é composta por partículas de toner que compreendem:

partículas de resina adicionalmente compreendendo

uma resina;

um colorante;

uma cera, e

um agente de controle de carga opcional; e

um aditivo compreendendo um primeiro pó fino inorgânico e um óleo de silicone, em que o primeiro pó fino inorgânico e um óleo de silicone são misturados diretamente com as partículas de resina para formar as partículas de toner.

10. Aparelho de formação de imagem de acordo com a reivindicação 9, **caracterizado** pelo fato de que a unidade de limpeza compreende uma lâmina de limpeza e a lâmina de limpeza apresenta pouco ou nenhum desgaste da limpeza das partículas de toner do membro de rolamento de imagem latente eletrostática após impressão de 20.000 páginas.

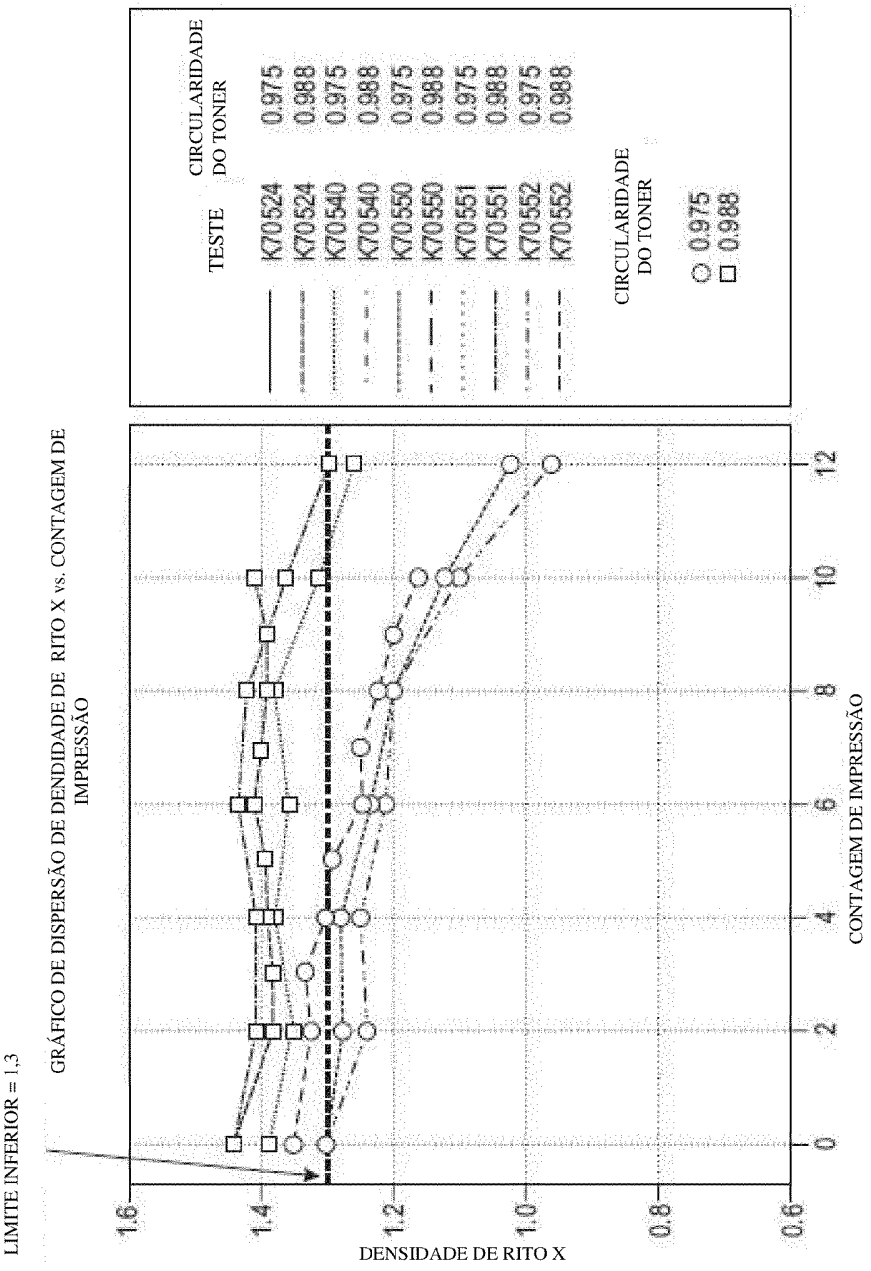

LIMITE INFERIOR = 1,3
GRÁFICO DE DISPERSÃO DE DENDIDADE DE RITO X vs. CONTAGEM DE IMPRESSÃO
DENSIDADE DE RITO X
CONTAGEM DE IMPRESSÃO
1.6
1.4
1.2
1.0
0.8
0.6
0
2
4
6
8
10
12
TESTE
CIRCULARIDADE DO TONER
K70524 0.975
K70524 0.988
K70540 0.975
K70540 0.988
K70550 0.975
K70550 0.988
K70551 0.975
K70551 0.988
K70552 0.975
K70552 0.988
CIRCULARIDADE DO TONER
0.975
0.988

FIG. 1

CONTAGEM DE FAIXA DE LIMPEZA A PARTIR DE CONTAGEM DE IMPRESSÃO DE TRANSFERÊNCIAS DE FITA (1000S)

| AMOSTRA | MÉTODO DE ADIÇÃO DE ÓLEO | MEDIDA DE TEOR DE ÓLEO (p pm) | RENDI-MENTO DE PAGINA | BOM / RUIM | | | | | | | | | | | | | | | | | FAIXAS/kp (META < 0.05) |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | | 0 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 | 12 | 13 | 14 | 15 | 16 | |
| TONER DE CONTROLE EXEMPLO 3 | NENHUM | 0 | 13787 | 0 | 0 | 9 | 18 | 25 | 47 | 60 | 81 | | | | | | | | | | 9.529 |
| EXEMPLO 1 | PRE-MIX | 955 | 13431 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 5 | 7 | 3 | 3 | | | | 0.247 |
| EXEMPLO 2 | DIRETO | 2130 | 16105 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 1 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | | 0.006 |

FIG. 2

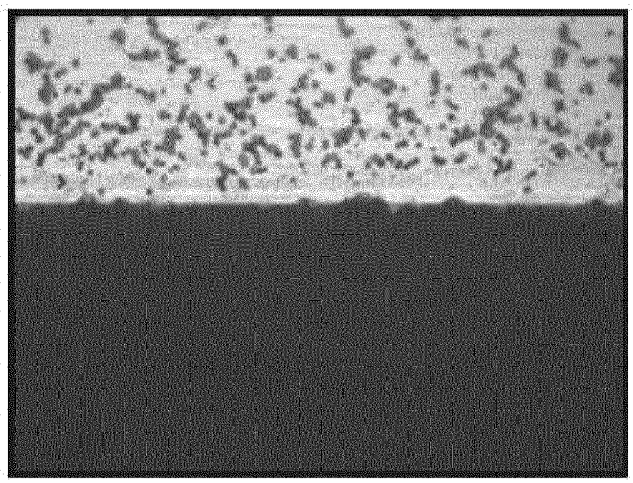


FIG. 3

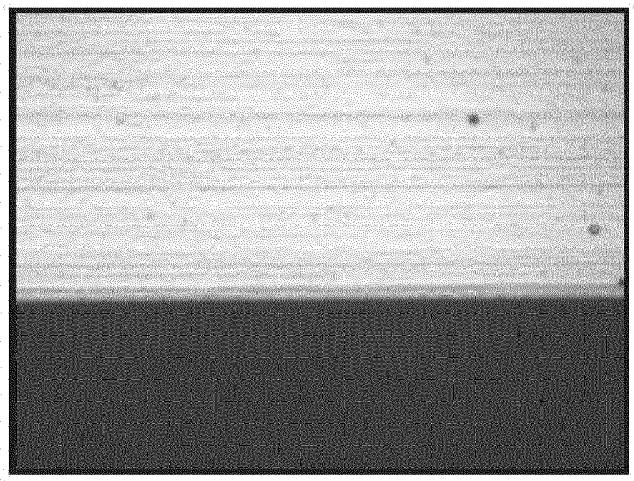


FIG. 4

## RESUMO

## COMPOSIÇÃO DE TONER AUTOLIMPANTE

Composições de toner que possuem partículas esféricas e fornecem densidade estável. As composições de toner também compõem e entregam um óleo de silicone para o subsistema de limpeza no aparelho de formação de imagem formando aparelhos incorporando um pacote de aditivo inorgânico em pó fino que foi misturado com óleo de silicone de forma tal que o toner é misturado com o pó fino inorgânico e óleo de silicone.