



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

(11) PI 0800127-8 B1

(22) Data do Depósito: 08/02/2008

(45) Data de Concessão: 03/07/2018



(54) Título: COMPOSIÇÃO DE TONER, MÉTODO PARA REVELAR UMA IMAGEM E MÉTODO PARA FORMAR PARTÍCULAS DO TONER

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

(30) Prioridade Unionista: 08/02/2007 US 11/672,723

(73) Titular(es): XEROX CORPORATION

(72) Inventor(es): DARYL W. VANBESIEN; CUONG VONG; PAUL J. GERROIR; RICHARD P.N. VEREGIN; KAREN A. MOFFAT; PETER REHBEIN

Relatório Descritivo da Patente de Invenção para "**COMPOSIÇÃO DE TONER, MÉTODO PARA REVELAR UMA IMAGEM E MÉTODO PARA FORMAR PARTÍCULAS DO TONER**".

ANTECEDENTES DA INVENÇÃO

5 O presente relatório descritivo descreve composições de toners que compreendem partículas de toner que incluem uma resina amorfa, uma resina cristalina e um agente controlador de carga elétrica. As composições de toner aqui descritas apresentam melhor desempenho de carga elétrica na Zona C e na Zona A, e melhor sensibilidade à umidade relativa.

10 REFERÊNCIAS

 Os toners com baixa fixação, que compreendem resinas semicristalinas, são conhecidos, tais como aqueles descritos na Patente US nº 5.166.026. Nessa patente estão descritos toners que compreendem uma resina semicristalina copolimérica, tais como as resinas de copolímeros de poli(alfa-olefinas), com um ponto de fusão entre cerca de 30°C e cerca de 100°C, e contendo grupos funcionais que compreendem hidroxila, carboxila, amido, amônio ou halogênio, e partículas de pigmento.

 Os toners baseados em resinas cristalinas com baixa fixação estão descritos na Patente US nº 6.413.691. Nessa patente, está ilustrado um toner que compreende uma resina aglutinante e um colorante, sendo que a resina aglutinante contém um poliéster cristalino que contém um ácido carboxílico com duas ou mais valências, tendo um grupo ácido sulfônico como componente monomérico.

 Composições de toners com fusão ultrabaixa, compreendendo uma resina amorfa ramificada, uma resina cristalina e um colorante, estão descritas na Patente US nº 6.830.860, que é aqui incorporada como referência em sua totalidade.

 Um problema com os atuais toners cristalinos e semicristalinos e sistemas de descrição que compreendem esses toners é que eles não funcionam bem em todas as umidades. É desejável que os reveladores sejam funcionais sob todas condições ambientais para permitir boa qualidade de imagem de uma impressora. Em outras palavras, é desejável que os revela-

dores funcionem e apresentem bom desempenho de carregamento elétrico em baixa umidade, tal como uma umidade relativa de 15% em uma temperatura de cerca de 10°C (aqui denotada como Zona C), e alta umidade, tal como uma umidade relativa de 85% em uma temperatura de cerca de 28°C (aqui denotada como Zona A).

Misturas de toners que contêm resinas poliésteres cristalinas ou semicristalinas com uma resina amorfa demonstraram recentemente proporcionar fusão ultrabaixa, que é um habilitador importante para impressão em alta velocidade e para consumo mais baixo da potência do fusor. Estes tipos de toners que contêm poliéster cristalino foram demonstrados para toners com agregação em emulsão (EA), e em toners jateados convencionais. Entretanto, o desempenho de carregamento elétrico, particularmente na Zona A, tem sido um problema significativo.

Assim sendo, toners que compreendem materiais cristalinos que apresentam bom carregamento elétrico na Zona A e na Zona C ainda são desejados.

SUMÁRIO DA INVENÇÃO

Em certas modalidades, descreve-se aqui uma composição de toner que compreende partículas de toner que têm uma resina cristalina, uma resina amorfa e um agente controlador de carga elétrica.

Em outras modalidades, descreve-se aqui um método que compreende formar uma emulsão que compreende pelo menos uma resina cristalina e um agente controlador de carga elétrica, formar outra emulsão que compreende pelo menos uma resina amorfa, combinar a emulsão de resina cristalina e agente controlador de carga elétrica com a emulsão de resina amorfa, para formar uma mistura de pré-toner, e agregar a mistura de pré-toner para formar partículas de toner.

Em ainda outras modalidades, descreve-se aqui um método para revelar uma imagem, compreendendo aplicar uma composição de toner a um substrato para formar uma imagem, sendo que a composição de toner compreende uma resina amorfa, uma resina cristalina e um agente controlador de carga elétrica, e fundir a composição de toner ao substrato.

Descreve-se aqui um toner que compreende partículas de toner que têm uma resina amorfa, uma resina cristalina e um agente controlador de carga elétrica.

Os exemplos de resinas amorfas apropriadas para o uso em questão incluem resinas amorfas ramificadas e lineares, e combinações de resinas amorfas ramificadas e lineares. Os exemplos específicos de resinas amorfas apropriadas para o uso em questão incluem resinas poliéster, resinas poliéster ramificadas, resinas de poliimidas, resinas de poliimidas ramificadas, resinas de poli(estireno-acrilato), resinas de poli(estireno-metacrilato), resinas de poli(estireno-metacrilato) reticuladas, resinas de poli(estireno-butadieno), resinas de poli(estireno-butadieno) reticuladas, resinas de poliéster sulfonado alcalino, resinas de poliimidas sulfonadas alcalinas ramificadas, resinas de poli(estireno-acrilato) sulfonado alcalino, resinas de poli(estireno-acrilato) sulfonado alcalino reticuladas, resinas de poli(estireno-metacrilato), resinas de poli(estireno-metacrilato) sulfonadas alcalinas reticuladas, resinas de poli(estireno-butadieno) sulfonadas alcalinas, poliéster, poliamida, poliéster-imida, poliamida sulfonada alcalina, poliimida sulfonada alcalina, poliestireno-acrilato sulfonado alcalino, poliéster-imida sulfonada alcalina, co-poli(tereftalato de etileno)-co-poli(5-sulfo-isoftalato de etileno), co-poli(tereftalato de propileno)-co-poli(5-sulfo-isoftalato de propileno), co-poli(tereftalato de dietileno)-co-poli(5-sulfo-isoftalato de dietileno), co-poli(tereftalato de propileno-dietileno)-co-poli(5-sulfo-isoftalato de propileno-dietileno), co-poli(tereftalato de propileno-butileno)-co-poli(5-sulfo-isoftalato de propileno-butileno), co-poli(fumarato de bisfenol A propoxilado)-co-poli(5-sulfo-isoftalato de bisfenol A propoxilado), co-poli(fumarato de bisfenol A etoxilado)-co-poli(5-sulfo-isoftalato de bisfenol A etoxilado), co-poli(maleato de bisfenol A etoxilado)-co-poli(5-sulfo-isoftalato de bisfenol A etoxilado), poli(tereftalato de etileno), poli(tereftalato de propileno), poli(tereftalato de dietileno), poli(tereftalato de propileno-dietileno), poli(tereftalato de propileno-butileno), poli(fumarato de bisfenol A propoxilado), ou poli(fumarato de bisfenol A etoxilado), ou poli(maleato de bisfenol A etoxilado).

A resina amorfa pode incluir partes reticuladas dentro dela, por

exemplo, de tal modo que o toner tenha uma fração ponderal do microgel (um teor de gel) na faixa entre, por exemplo, cerca de 0,001 e cerca de 50% em peso, tal como entre cerca de 0,1 e cerca de 40% em peso ou entre cerca de 1 e cerca de 10% em peso de poliéster amorfo. O teor de gel pode ser

5 conseguido misturando uma quantidade de material reticulado ou partes reticulantes do poliéster amorfo, por exemplo, incluindo um iniciador de reticulação no poliéster amorfo. Os iniciadores podem ser, por exemplo, peróxidos tais como peróxidos orgânicos ou azocompostos, por exemplo, peróxidos de diacilas tais como peróxido de decanoíla, peróxido de lauroíla, e peróxido de benzoíla, peróxidos de cetonas tais como peróxido de ciclohexanona e metil-

10 etil-cetona, peroxiésteres de alquilas, tais como peroxineodecanoato de t-butila, 2,5-dimetil-2,5-di(2-etil-hexanoil-peróxi)-hexano, peróxi-2-etil-hexanoato de t-amila, peróxi-2-etil-hexanoato de t-butila, peroxiacetato de t-butila, peroxiacetato de t-amila, peroxibenzoato de t-butila, peroxibenzoato

15 de t-amila, o-(2-etil-hexil)-monoperoxycarbonato de oo-t-butila, e o-(2-etil-hexil)-monoperoxycarbonato de oo-t-amila, peróxidos de alquilas, tais como peróxido de dicumila, 2,5-dimetil-2,5-di(t-butil-peróxi)-hexano, peróxido de t-butil-cumila, bis-(t-butil-peróxi)-diisopropil-benzeno, peróxido de di-t-butila e 2,5-dimetil-2,5-di(t-butil-peróxi)-hexino, hidroperóxidos de alquilas, tais como

20 2,5-diidro-peróxi-2,5-dimetil-hexano, hidroperóxido de cumeno, hidroperóxido de t-butila e hidroperóxido de t-amila, e peroxicetais de alquilas tais como 4,4-di-(t-butil-peróxi)-valerato de n-butila, 1,1-di-(t-butil-peróxi)-3,3,5-trimetil-ciclohexano, 1,1-di-(t-butil-peróxi)-ciclohexano, 1,1-di-(t-amil-peróxi)-ciclohexano, 2,2-di-(t-butil-peróxi)-butano, 3,3-di-(t-butil-peróxi)-butirato de

25 etila e 3,3-di-(t-amil-peróxi)-butirato de etila, azo-bis-isobutironitrila, 2,2'-azo-bis-(isobutironitrila), 2,2'-azo-bis-(2,4-dimetil-vaeronitrila), 2,2'-azo-bis-(metil-butironitrila), 1,1'-azo-bis-(ciano-ciclohexano), 1,1-di-(t-butil-peróxi)-3,3,5-trimetil-ciclohexano, combinações deles, e similares. A quantidade de iniciador usada é proporcional ao grau de reticulação, e assim sendo, do teor de

30 gel do material de poliéster. A quantidade de iniciador usada pode ficar na faixa entre, por exemplo, cerca de 0,01 e cerca de 10% em peso, tal como entre cerca de 0,1 e 5% em peso, do poliéster amorfo. Na reticulação, é de-

sejável que substancialmente toda a quantidade do iniciador seja usada. A reticulação pode ser conduzida em alta temperatura, e assim sendo, a reação pode ser muito rápida, por exemplo, em menos do que 10 min, tal como entre cerca de 2 segundos e cerca de 2 min de tempo de residência.

- 5 As resinas poliéster amorfas ramificadas são preparadas geralmente pela policondensação de um diol orgânico, um diácido ou um diéster, um poliácido polivalente ou um poliol, como agente de ramificação, um catalisador de policondensação e opcionalmente um monômero bifuncional sulfonado. O monômero bifuncional sulfonado pode ser opcionalmente um monômero bifuncional sulfonado alcalino.
- 10

- Os exemplos de diácidos ou diésteres selecionados para a preparação de poliésteres amorfos e poliésteres cristalinos incluem ácidos dicarboxílicos ou diésteres tais como ácido tereftálico, ácido ftálico, ácido isoftálico, ácido fumárico, ácido maléico, 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 misturas deles. Outros exemplos de diácidos orgânicos ou diésteres apropriados para o uso em questão incluem ácido oxálico, ácido sebáico, ácido naftaleno-2,6-dicarboxílico, ácido naftaleno-2,7-dicarboxílico, ácido ciclohexano-dicarboxílico, ácido malônico e ácido mesacônico, um diéster ou anidrido deles; e um diácido sulfo-orgânico alcalino, tal como o sal de sódio, lítio ou potássio de 5-sulfo-isoftalato de dimetila, anidrido dimetil-5-sulfo-isoftalato-4-sulfo-1,8-naftálico, ácido 4-sulfo-ftálico, 4-sulfo-ftalato de dimetila, 4-sulfo-ftalato de dialquila, 4-sulfo-fenil-3,5-dicarbometóxi-benzeno, 6-sulfo-2-naftil-3,5-dicarbometóxi-benzeno, ácido sulfo-tereftálico, sulfo-tereftalato de dimetila, ácido 5-sulfo-isoftálico, sulfo-tereftalato de dimetila, sulfoetanodiol, 2-sulfopropanodiol, 2-sulfobutanodiol, 3-sulfopentanodiol, 2-sulfo-hexanodiol, 3-sulfo-2-metil-pentanodiol, 2-sulfo-3,3-dimetil-pentanodiol,
- 15
- 20
- 25
- 30

ácido sulfo-p-hidróxi-benzóico, sulfonato de N,N-bis-(2-hidróxi-etil)-2-amino-etano, ou misturas deles. O diácido orgânico ou diéster são selecionados, por exemplo, entre cerca de 25 e cerca de 75% em mol da resina, tal como entre cerca de 40 e cerca de 60 ou entre cerca de 45 e cerca de 52% em mol da resina.

Os exemplos de dióis utilizados para gerar o poliéster amorfo e o poliéster cristalino podem incluir 1,2-propanodiol, 1,3-propanodiol, 1,2-butanodiol, 1,3-butanodiol, 1,4-butanodiol, pentanodiol, hexanodiol, 2,2-dimetil-propanodiol, 2,2,3-trimetil-hexanodiol, heptanodiol, dodecanodiol, bis-(hidróxi-etil)-bisfenol A, bis-(2-hidroxi-propil)-bisfenol A, 1,4-ciclohexano-dimetanol, 1,3-ciclohexano-dimetanol, xilenodimetanol, ciclohexanodiol, dietilenoglicol, óxido de bis-(2-hidróxi-etila), dipropilenoglicol, dibutileno, e misturas deles. Os exemplos de dióis orgânicos podem incluir ainda dióis alifáticos com cerca de 2 a cerca de 36 átomos de carbono, tais como 1,2-etanodiol, 1,8-octanodiol, 1,9-nonanodiol, 1,10-decanodiol, 1,12-dodecanodiol, e similares; dióis sulfo-alifáticos alcalinos 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, misturas deles, e similares. A quantidade do diol orgânico selecionada pode variar, e pode ser entre cerca de 25 e cerca de 75% em mol da resina, tal como entre cerca de 40 e cerca de 60 ou entre cerca de 45 e cerca de 52% em mol da resina.

Os exemplos de monômeros bifuncionais sulfonados alcalinos, onde o álcali é lítio, sódio, potássio, ou similares, incluem 5-sulfo-isoftalato de dimetila, anidrido dialquil-5-sulfo-isoftalato-4-sulfo-1,8-naftálico, ácido 4-sulfo-ftálico, 4-sulfo-fenil-3,5-dicarbometóxi-benzeno, 6-sulfo-2-naftil-3,5-dicarbometóxi-benzeno, ácido sulfo-tereftálico, sulfo-tereftalato de dimetila, ácido 5-sulfo-isoftálico, sulfo-tereftalato de dialquila, sulfoetanodiol, 2-sulfopropanodiol, 2-sulfobutanodiol, 3-sulfopentanodiol, 2-sulfo-hexanodiol, 3-sulfo-2-metil-pentanodiol, sulfonato de N,N-bis-(2-hidróxi-etil)-2-amino-etano, 2-sulfo-3,3-dimetil-pentanodiol, ácido sulfo-p-hidróxi-benzóico, ou misturas deles, e similares. Podem ser selecionadas quantidades de monômero

bifuncional eficazes, por exemplo, entre cerca de 0,01 e cerca de 10% em peso da resina, tal como entre cerca de 0,05 e cerca de 5% em peso ou entre cerca de 0,1 e cerca de 2% em peso da resina.

Os agentes de ramificação para gerar uma resina poliéster amorfa ramificada incluem, por exemplo, um políácido polivalente tal como

5 ácido 1,2,4-benzeno-tricarboxílico, ácido 1,2,4-ciclohexano-tricarboxílico, ácido 2,5,7-naftaleno-tricarboxílico, ácido 1,2,4-naftaleno-tricarboxílico, ácido 1,2,5-hexano-tricarboxílico, 1,3-dicarboxil-2-metil-2-metileno-carboxil-propano, tetra(metileno-carboxil)-metano, e ácido 1,2,7,8-octano-

10 tetracarboxílico, seus anidridos de ácidos, e seus ésteres com alquilas inferiores, de 1 a cerca de 6 átomos de carbono; um poliol polivalente tal como sorbitol, 1,2,3,6-hexanotetrol, 1,4-sorbitano, pentaeritritol, dipentaeritritol, tripentaeritritol, sacarose, 1,2,4-butanotriol, 1,2,5-pentatriol, glicerina, 2-metil-propanotriol, 2-metil-1,2,4-butanotriol, trimetiloletano, trimetilolpropano, 1,3,5-

15 triidróxi-metil-benzeno, misturas deles, e similares. A quantidade do agente de ramificação é selecionada, por exemplo, entre cerca de 0,01 e cerca de 10% em mol da resina, tal como entre cerca de 0,05 e cerca de 8% em mol ou entre cerca de 0,1 e cerca de 5% em mol da resina.

A resina amorfa está presente, por exemplo, em uma quantidade

20 entre cerca de 50 e cerca de 90% em peso, tal como entre cerca de 65 e cerca de 85% em peso, do aglutinante. Em certas modalidades, a resina amorfa possui, por exemplo, um peso molecular numérico médio (M_n), medido por cromatografia de permeação em gel (GPC), entre cerca de 2.000 e cerca de 50.000, tal como entre cerca de 3.000 e cerca de 25.000; um peso

25 molecular ponderal médio (M_w), por exemplo, entre cerca de 5.000 e cerca de 100.000, tal como entre cerca de 6.000 e cerca de 90.000, determinado por GPC, usando padrões de poliestireno; e onde a distribuição do peso molecular (M_w/M_n) é, por exemplo, entre cerca de 1,5 e cerca de 13, tal como entre cerca de 2 e cerca de 12.

30 A resina cristalina pode ser, por exemplo, um poliéster, uma poliamida, uma poliimida, um polietileno, um polipropileno, um polibutileno, um poliisobutirato, um copolímero de etileno e propileno, ou um copolímero de

etileno e acetato de vinila, ou uma poliolefina.

Os exemplos de resinas cristalinas que são apropriadas neste caso incluem poli(adipato de etileno), poli(adipato de propileno), poli(adipato de butileno), poli(adipato de pentileno), poli(adipato de hexileno), poli(adipato de octileno), poli(succinato de etileno), poli(succinato de propileno), poli(succinato de butileno), poli(succinato de pentileno), poli(succinato de hexileno), poli(succinato de octileno), poli(sebacato de etileno), poli(sebacato de propileno), poli(sebacato de butileno), poli(sebacato de pentileno), poli(sebacato de hexileno), poli(sebacato de octileno), co-poli(5-sulfo-isoftaloil)-co-poli(adipato de etileno), co-poli(5-sulfo-isoftaloil)-co-poli(adipato de propileno), co-poli(5-sulfo-isoftaloil)-co-poli(adipato de butileno), co-poli(5-sulfo-isoftaloil)-co-poli(adipato de pentileno), co-poli(5-sulfo-isoftaloil)-co-poli(adipato de hexileno), co-poli(5-sulfo-isoftaloil)-co-poli(adipato de octileno), co-poli(5-sulfo-isoftaloil)-co-poli(succinato de etileno), co-poli(5-sulfo-isoftaloil)-co-poli(succinato de propileno), co-poli(5-sulfo-isoftaloil)-co-poli(succinato de butileno), co-poli(5-sulfo-isoftaloil)-co-poli(succinato de pentileno), co-poli(5-sulfo-isoftaloil)-co-poli(succinato de hexileno), co-poli(5-sulfo-isoftaloil)-co-poli(succinato de octileno), co-poli(5-sulfo-isoftaloil)-co-poli(sebacato de etileno), co-poli(5-sulfo-isoftaloil)-co-poli(sebacato de propileno), co-poli(5-sulfo-isoftaloil)-co-poli(sebacato de butileno), co-poli(5-sulfo-isoftaloil)-co-poli(sebacato de pentileno), co-poli(5-sulfo-isoftaloil)-co-poli(sebacato de hexileno), co-poli(5-sulfo-isoftaloil)-co-poli(sebacato de octileno), co-poli(etileno-dodecano-dioato-fumarato), ou combinações dos mesmos.

A resina cristalina no toner pode apresentar ou possuir uma temperatura de fusão, por exemplo, entre cerca de 60°C e 85°C, e uma temperatura de recristalização de pelo menos cerca de 43°C, tal como uma temperatura de recristalização, por exemplo, entre cerca de 45°C e 80°C. A resina cristalina pode ser sulfonada em um grau entre cerca de 0,1% em peso e cerca de 4,5% em peso, tal como entre cerca de 0,5% em peso e cerca de 3,0% em peso.

Como aqui utilizado, o termo "cristalino" refere-se a um polímero

com uma ordem tridimensional. O termo "semicristalino", como aqui utilizado, refere-se a resinas com uma porcentagem cristalina, por exemplo, entre cerca de 10 e cerca de 60%, e mais especificamente entre cerca de 12 e cerca de 50%. Além disso, com aqui doravante utilizado, o termo "cristalina" engloba resinas cristalinas e materiais semicristalinos, a menos que diferentemente especificado.

Caso sejam empregadas neste caso resinas poliéster semicristalinas, a resina semicristalina inclui, por exemplo, poli(3-metil-1-buteno), poli(carbonato de hexametileno), poli(etileno-p-carbóxi-fenóxi-butirato), poli(etileno-acetato de vinila), poli(acrilato de docosila), poli(acrilato de dodecila), poli(acrilato de octadecila, poli(metacrilato de octadecila), poli(metacrilato de beenil-poli-etóxi-etila), poli(adipato de etileno), poli(adipato de decametileno), poli(azelato de decametileno), poli(oxalato de hexametileno), poli(oxalato de decametileno), poli(óxido de etileno), poli(óxido de propileno), poli(óxido de butadieno), poli(óxido de decametileno), poli(sulfeto de decametileno), poli(dissulfeto de decametileno), poli(sebacato de etileno), poli(sebacato de decametileno), poli(suberato de etileno), poli(succinato de decametileno), poli(malonato de eicosametileno), poli(etileno-p-carbóxi-fenóxi-undecanoato), poli(ditionesoftalato de etileno), poli(tereftalato de metiletileno), poli(etileno-p-carbóxi-fenóxi-valerato), poli(4,4'-oxibenzoato de hexametileno), poli(ácido 10-hidróxi-cáprico), poli(isoftalaldeído), poli(dodecanodioato de octametileno), poli(dimetil-siloxano), poli(dipropil-siloxano), poli(diacetato de trimetileno-fenileno), poli(tritiodicarboxilato de tetrametileno), poli(dodecanodioato de trimetileno), poli(m-xileno), poli(p-xilileno-pimelamida), e combinações deles. As resinas semicristalinas possuem, por exemplo, um peso molecular ponderal médio, Mw, apropriado, entre cerca de 7.000 e cerca de 200.000, tal como entre cerca de 10.000 e cerca de 150.000, e um peso molecular numérico médio, Mn, por exemplo, entre cerca de 1.000 e cerca de 60.000, tal como entre cerca de 3.000 e cerca de 50.000.

Em certas modalidades, a resina cristalina é derivada de monômeros selecionados entre ácido 5-sulfo-isoftálico, ácido sebácico, ácido do-

decanodióico, etilenoglicol e butilenoglicol. Os versados nessas técnicas devem avaliar facilmente que o monômero pode ser qualquer monômero apropriado para gerar a resina cristalina. Por exemplo, o ácido sebácico pode ser substituído por ácido fumárico ou ácido adípico.

5 A resina cristalina está presente, por exemplo, em uma quantidade entre cerca de 3 e cerca de 50% em peso do aglutinante, tal como entre cerca de 5 e cerca de 40% peso do aglutinante.

A resina cristalina pode possuir um peso molecular numérico médio (Mn), medido por cromatografia de permeação em gel (GPC), por exemplo, entre cerca de 1.000 e cerca de 50.000, tal como entre cerca de 2.000 e cerca de 25.000; e um peso molecular ponderal médio (Mw) da resina entre, por exemplo, cerca de 2.000 e cerca de 100.000, tal como entre cerca de 3.000 e cerca de 80.000, determinado por GPC, usando padrões de poliestireno. A distribuição do peso molecular (Mw/Mn) da resina cristalina é, por exemplo, entre cerca de 2 e cerca de 6, tal como entre cerca de 2 e cerca de 4.

A resina cristalina pode ser preparada por um processo de policondensação, reagindo um diol orgânico e um diácido orgânico na presença de um catalisador de policondensação. Os dióis orgânicos e diácidos orgânicos apropriados para preparar resinas cristalinas podem ser iguais àqueles apropriados para preparar resinas amorfas e estão descritos acima. Geralmente, uma razão estequiométrica equimolar de diol orgânico para diácido orgânico é utilizada. Entretanto, em alguns casos, onde o ponto de ebulição do diol orgânico é entre cerca de 180°C e cerca de 230°C, um excesso de quantidade de diol pode ser utilizado e removido durante o processo de policondensação.

A quantidade de catalisador utilizada varia, e pode ser selecionada em uma quantidade, por exemplo, entre cerca de 0,01 e cerca de 1% em mol da resina. Adicionalmente, no lugar de um diácido orgânico, um diéster orgânico também pode ser selecionado, e onde um subproduto álcool é gerado.

Os exemplos de catalisadores de policondensação para os poli-

ésteres cristalinos ou amorfos incluem titanatos de tetraalquilas, óxido de dialquil-estanho, tal como óxido de dibutil-estanho, tetraalquil-estanho tal como dilaurato de dibutil-estanho, hidróxido de óxido de dialquil-estanho tal como hidróxido de óxido de butil-estanho, alcóxidos de alumínio, alquil-zinco, 5 dialquil-zinco, óxido de zinco, óxido estanhoso, ou misturas deles; catalisadores estes que podem ser selecionados em quantidades, por exemplo, entre cerca de 0,01% em mol e cerca de 5% em mol, baseado no diácido ou diéster de partida usado para gerar a resina poliéster.

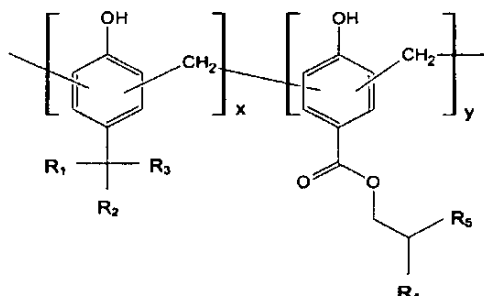
Os toners com agregação em emulsão de fusão ultrabaixa, que 10 compreendem resina poliéster cristalina e resina poliéster amorfa, tendo boas propriedades de fusão e boa compensação vinílica, são conhecidos. Esses toners podem apresentar distribuição de carga elétrica mais baixa na Zona A e na Zona C, por exemplo, porque a resina poliéster cristalina pode tender a migrar para a superfície das partículas do toner durante a coalescência em uma temperatura ao redor do ponto de fusão da resina poliéster 15 cristalina. Embora a presença do toner cristalino atue para baixar o ponto de fusão do toner, sua presença sobre a superfície do toner pode afetar adversamente o desempenho de carregamento elétrico do toner.

Para enfrentar tais problemas com distribuição de carga elétrica 20 na Zona A e na Zona C das partículas do toner aqui descritas, um agente controlador de carga elétrica é incorporado diretamente na resina poliéster cristalina durante o processo de emulsão ou dispersão. Assim sendo, durante a preparação do toner, caso qualquer resina poliéster cristalina venha para a superfície das partículas do toner, essa resina cristalina conterá o agente 25 controlador de carga elétrica, que compensará quaisquer efeitos de a resina cristalina migrar para a superfície das partículas com relação à distribuição de carga elétrica na Zona A e na Zona C das partículas do toner.

Em certas modalidades, a resina cristalina e o agente controlador de carga elétrica podem ficar localizados em uma parte externa das partículas do toner. Isto é, a resina cristalina e o agente controlador de carga elétrica 30 podem ficar localizados sobre a superfície do toner, mas dentro de quaisquer aditivos que possam estar presentes sobre as partículas do toner.

Embora a resina cristalina e o agente controlador de carga elétrica possam migrar na direção da superfície das partículas do toner, uma parte da resina cristalina e do agente controlador de carga elétrica presente nas partículas do toner pode permanecer dentro do núcleo das partículas do toner.

- 5 Em certas modalidades, o agente controlador de carga elétrica é um agente controlador de carga elétrica interno, tal como um agente controlador de carga elétrica polimérico, baseado em acrílico. Em outras modalidades, o agente controlador de carga elétrica é um polímero de estireno-acrilato, tal como:



- 10 em que R_1 , R_2 e R_3 podem ser hidrogênio ou um grupo alquila tal como metila ou etila, R_4 e R_5 podem ser um grupo alquila, tal como metila, etila, propila ou butila, x pode ser entre cerca de 0,4 e cerca de 0,8, tal como entre cerca de 0,5 e cerca de 0,7 ou cerca de 0,6, e y pode ser entre cerca de 0,2 e cerca de 0,6, tal como entre cerca de 0,3 e cerca de 0,5, ou cerca de 0,4.
- 15 Em certas modalidades, o agente controlador de carga elétrica está presente nas partículas do toner em quantidades entre cerca de 0,5% em peso e cerca de 20% em peso, tal como entre cerca de 1,0% em peso e cerca de 15% em peso, ou entre cerca de 1,5% em peso e cerca de 10% em peso, do peso das partículas do toner.
- 20 O agente controlador de carga elétrica eleva eficazmente a distribuição de carga elétrica da Zona A e da Zona C de uma partícula de toner originária, que é o toner antes de ser misturado com quaisquer aditivos externos, elevando assim eficazmente a distribuição de carga elétrica da Zona A e da Zona C das partículas do toner finais. Em certas modalidades, a distribuição de carga elétrica desejada para a partícula de toner originária na
- 25 Zona A e na Zona C é entre cerca de -0,1 e cerca de -12 mm de desloca-

mento, tal como entre cerca de -0,2 e cerca de -11 mm de deslocamento.

O desempenho ou distribuição de carga elétrica de um toner é freqüentemente demarcado como q/d (mm). A carga (q/d) do toner é medida como o ponto mediano da distribuição de carga elétrica do toner. A carga elétrica é relatada em milímetros de deslocamento a partir da linha zero em um espectrógrafo de carga elétrica, usando um campo elétrico transversal aplicado de 100 V/cm. A medida de q/d em mm de deslocamento pode ser convertida em um valor em fC/ μ m, multiplicando o valor em mm por 0,092.

Em certas modalidades, deseja-se que a razão da distribuição de carga elétrica na Zona A para a Zona C seja tão próxima de 1 quanto possível. Esta razão de carga elétrica (Zona A/Zona C) é freqüentemente referida como sensibilidade à umidade relativa pelos versados nessas técnicas. Em certas modalidades, a sensibilidade à umidade relativa pode ficar na faixa entre menos do que cerca de 10, tal como entre cerca de 0,5 e cerca de 4.

Em certas modalidades, o agente controlador de carga elétrica pode ser incorporado na resina cristalina por qualquer método conhecido ou a ser desenvolvido. Um exemplo de um método para gerar uma emulsão de resina que tem a resina cristalina e o agente controlador de carga elétrica está descrito na Patente US nº 7.029.817, que é aqui incorporada como referência em sua totalidade.

Em outras modalidades, a resina cristalina e o agente controlador de carga elétrica podem ser preparados dissolvendo a resina e o agente controlador de carga elétrica em um solvente apropriado. Qualquer emulsão de resina pode ser preparada similarmente. Os solventes apropriados incluem álcoois, cetonas, ésteres, éteres, solventes clorados, solventes que contêm nitrogênio, e misturas deles. Os exemplos específicos de solventes apropriados incluem acetona, acetato de metila, acetato de etila, metil-etil-cetona, tetraidrofurano, ciclohexanona, N,N-dimetil-formamida, ftalato de dioctila, tolueno, xileno, benzeno, sulfóxido de dimetila, misturas deles, e similares. Caso desejado ou necessário, a resina cristalina e o agente controlador de carga elétrica podem ser dissolvidos no solvente em temperatura

elevada, tal como cerca de 40°C a cerca de 80°C ou cerca de 50°C a cerca de 70°C ou cerca de 60°C a cerca de 65°C, embora a temperatura seja desejavelmente mais baixa do que a temperatura de transição vítrea da cera e da resina. Em certas modalidades, a resina e o agente controlador de carga elétrica são dissolvidos no solvente em temperatura elevada, mas abaixo do ponto de ebulição do solvente, tal como cerca de 2°C a cerca de 15°C ou cerca de 5°C a cerca de 10°C abaixo do ponto de ebulição do solvente.

A resina e o agente controlador de carga elétrica são dissolvidos no solvente, e são misturados em um meio de emulsão, como por exemplo, água, tal como água desmineralizada, contendo um estabilizador, e opcionalmente um surfactante. Os exemplos de estabilizadores apropriados incluem hidróxidos de metais alcalinos solúveis em água, tais como hidróxido de sódio, hidróxido de potássio, hidróxido de lítio, hidróxido de berílio, hidróxido de magnésio, hidróxido de cálcio, ou hidróxido de bário; hidróxido de amônio; carbonatos de metais alcalinos tais como bicarbonato de sódio, bicarbonato de lítio, bicarbonato de potássio, carbonato de lítio, carbonato de potássio, carbonato de sódio, carbonato de berílio, carbonato de magnésio, carbonato de cálcio, carbonato de bário, ou carbonato de cério; ou misturas deles. Em certas modalidades, um estabilizador particularmente desejável é bicarbonato de sódio ou hidróxido de amônio. Quando o estabilizador é usado na composição, ele está tipicamente presente em quantidades entre cerca de 0,1% e cerca de 5%, tal como entre cerca de 0,5% e cerca de 3% em peso da cera e resina. Quando tais sais são adicionados à composição como um estabilizador, é desejável, em certas modalidades, que sais metálicos incompatíveis não estejam presentes na composição. Por exemplo, quando esses sais são usados, a composição deve ser completamente ou essencialmente isenta de zinco e outros íons metálicos incompatíveis, como por exemplo, Ca, Fe, Ba, etc., que formam sais insolúveis em água. O termo "essencialmente isento" refere-se, por exemplo, aos íons metálicos incompatíveis presentes em um nível menor do que cerca de 0,01%, tal como menos do que cerca de 0,005% ou menos do que cerca de 0,001% em peso da cera e resina. Caso desejado ou necessário, o estabilizador pode ser adiciona-

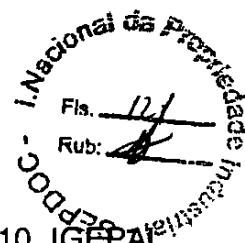
do à mistura à temperatura ambiente, cerca de 25°C, ou ele pode ser aquecido até a temperatura da mistura antes da adição.

5 Opcionalmente, pode ser desejável adicionar um estabilizador adicional, tal como um surfactante, ao meio da emulsão aquosa, de modo a produzir estabilização adicional para a resina. Os surfactantes apropriados incluem surfactantes aniônicos, catiônicos e não-iônicos. Em certas modalidades, o uso de surfactantes aniônicos e não-iônicos pode ajudar adicionalmente a estabilizar o processo de agregação na presença do coagulante, que de outra forma poderia levar à instabilidade da agregação.

10 Os surfactantes aniônicos incluem dodecil-sulfato de sódio (SDS), dodecil-benzeno-sulfonato de sódio, dodecil-naftaleno-sulfato de sódio, sulfatos e sulfonatos de dialquil-benzeno-alquilas, ácido abiético, e a marca NEOGEN de surfactantes aniônicos. Um exemplo, de um surfactante apropriado é NEOGEN R-K, disponível na Daiichi Kogyo Seiyaku Co. Ltd.
15 (Japão), ou TAYCAPOWER BN2060 da Tayca Corporation (Japão), que consiste principalmente em dodecil-benzeno-sulfonato de sódio ramificado.

Os exemplos de surfactantes catiônicos incluem cloreto de dialquil-benzeno-alkil-amônio, cloreto de lauril-trimetil-amônio, cloreto de alquil-benzil-metil-amônio, brometo de alquil-benzil-dimetil-amônio, cloreto de benzalcônio, brometo de cetil-piridínio, brometos de C₁₂, C₁₅, C₁₇-trimetil-amônio, sais halogenetos de polioxietil-alkil-aminas quaternizadas, cloreto de dodecil-benzil-trietil-amônio, MIRAPOL e ALKAQUAT, disponíveis na Alkaril Chemical Company, SANISOL (cloreto de benzalcônio) disponível na Kao Chemicals, e similares. Um exemplo de um surfactante catiônico apropriado é
20 SANISOL B-50, disponível na Kao Corporation, que consiste principalmente em cloreto de benzil-dimetil-alcônio.

Os exemplos de surfactantes não-iônicos incluem poli(álcool vinílico), poli(ácido acrílico), metalose, metil-celulose, etil-celulose, propil-celulose, hidróxi-etil-celulose, carbóxi-metil-celulose, polioxietileno-cetil-éter,
30 polioxietileno-lauril-éter, polioxietileno-octil-éter, polioxietileno-octil-fenil-éter, polioxietileno-oleil-éter, monolaurato de polioxietileno e sorbitano, polioxietileno-estearil-éter, polioxietileno-nonil-fenil-éter, dialquil-fenóxi-poli(etilenoxi)-



etanol, disponíveis na Rhone-Poulenc, Inc., como IGEPAL CA-210, IGEPAL CA-520, IGEPAL CA-720, IGEPAL CO-890, IGEPAL CO-720, IGEPAL CO-290, IGEPAL CA-210, ANTAROX 890 E ANTAROX 897. Um exemplo de um surfactante não-iônico apropriado é ANTAROX 897, disponível na Rhone-Poulenc, Inc., que consiste principalmente em etoxilato de alquil-fenol.

Depois de adicionado o estabilizador ou estabilizadores, a mistura resultante pode ser misturada ou homogeneizada por qualquer tempo desejado.

A seguir, a mistura pode ser aquecida para volatilizar o solvente, e depois resfriada até a temperatura ambiente. Por exemplo, a volatilização do solvente pode ser conduzida em qualquer temperatura apropriada acima do ponto de ebulição do solvente em água, que volatilize instantaneamente o solvente, tal como cerca de 60°C a cerca de 100°C, tal como cerca de 70 ° a cerca de 90°C ou cerca de 80°C, embora a temperatura possa ser ajustada de acordo com, por exemplo, a cera, resina e solvente específico usado.

Depois da etapa de volatilização do solvente, a emulsão da resina cristalina e do agente controlador de carga elétrica, em certas modalidades, tem um diâmetro médio de partícula na faixa entre cerca de 100 e cerca de 500 nanômetros (nm), tal como entre cerca de 130 e cerca de 300 nm, medido com um analisador do tamanho de partículas MICROTRAC® U-PA150.

Uma mistura de pré-toner é preparada combinando o colorante, e opcionalmente uma cera ou outros materiais, o surfactante, e a emulsão de resina cristalina/agente controlador de carga elétrica e a emulsão de resina amorfa. Em certas modalidades, o pH da mistura de pré-toner é ajustado de cerca de 2,5 para cerca de 4. O pH da mistura de pré-toner pode ser ajustado por um ácido, tal como, por exemplo, ácido acético, ácido nítrico, e similares. Adicionalmente, em certas modalidades, a mistura de pré-toner pode ser opcionalmente homogeneizada. Caso a mistura de pré-toner seja homogeneizada, a homogeneização pode ser realizada misturando a cerca de 600 a cerca de 4.000 revoluções por minuto (rpm). A homogeneização pode ser realizada por qualquer meio apropriado, incluindo, por exemplo, um

homogeneizador com sonda IKA ULTRA TURRAX T50.

- Depois da preparação da mistura de pré-toner, uma mistura de agregado é formada adicionando um agente agregador (coagulante) à mistura de pré-toner. O agente agregador é geralmente uma solução aquosa de
- 5 um cátion bivalente ou um material de cátion polivalente. O agente agregador pode ser, por exemplo, poli(halogenetos de alumínio), tal como poli(cloreto de alumínio) (PAC), ou o brometo, fluoreto ou iodeto correspondente, poli(silicatos de alumínio), tal como poli(sulfossilicato de alumínio), e sais metálicos solúveis em água, incluindo cloreto de alumínio, nitrito de alumínio,
- 10 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.
- 15 Em certas modalidades, o agente agregador pode ser adicionado à mistura de pré-toner em uma temperatura abaixo da temperatura de transição vítrea (T_g) da resina da emulsão. Em algumas modalidades, o agente agregador pode ser adicionado em uma quantidade de cerca de 0,05 a cerca de 3 partes por 100 partes (pph) e entre cerca de 1 e cerca de 10 pph em relação ao
- 20 peso do toner. O agente agregador pode ser adicionado à mistura de pré-toner durante um período entre cerca de 0 e cerca de 60 min. A agregação pode ser realizada com ou sem a manutenção da homogeneização. A agregação é realizada em temperaturas que podem ser maiores do que 60°C.

- Em certas modalidades, embora um sal polivalente, tal como
- 25 poli(cloreto de alumínio), ou um sal bivalente, tal como acetato de zinco, possa ser usado, e as formulações de toners possam ser idênticas para ambos agentes agregadores, o processo para preparar as partículas do toner é diferente. Um material de cátion bivalente pode ser usado em modalidades nas quais o aglutinante inclui poliésteres amorfos e cristalinos lineares. No
- 30 caso do sal polivalente, surfactantes aniônicos e não-iônicos podem ser adicionados à mistura do látex para estabilizar a partícula e reduzir o choque quando um agente agregador polivalente, tal como PAC, é adicionado. O

PAC pode ser adicionado à temperatura ambiente (adição fria) para iniciar a agregação na presença do pigmento, pois a adição do PAC em temperatura elevada pode não ser eficaz. Em modalidades nas quais sais bivalentes são usados como agentes agregadores, o agente pode ser adicionado em temperatura elevada, por exemplo, cerca de 50 a 60°C (adição quente) em oposição à adição fria. A principal razão para isto é que o acetato de zinco se dissocia na fase aquosa e na partícula (a pKa do acetato de zinco é de cerca de 4,6). A dissociação é dependente da temperatura, bem como dependente do pH. Quando o acetato de zinco é adicionado em temperatura elevada, o fator temperatura é minimizado ou eliminado. A quantidade de acetato de zinco adicionada pode controlar o tamanho das partículas, enquanto que, no caso da adição fria de acetato de zinco, nenhum desses parâmetros pode ser controlado.

Assim sendo, o processo exige misturar as emulsões de resina poliéster cristalina e de resina poliéster amorfa linear e/ou ramificada, entre si, na presença de um pigmento, e opcionalmente uma cera ou outros aditivos, todos compreendendo partículas submicrométricas, aquecer a mistura da temperatura ambiente até cerca de 60°C, e em seguida, adicionar a solução de acetato de zinco. A temperatura pode ser elevada lentamente até 65°C e mantida nesta temperatura durante cerca de 3 horas a cerca de 9 horas, tal como cerca de 6 horas, para produzir partículas de cerca de 6 microns a cerca de 12 microns, tais como partículas de cerca de 9 microns, que têm uma circularidade de, por exemplo, cerca de 0,930 a cerca de 0,980, medida no analisador FPIA SYSMEX.

Quando um íon polivalente, tal como PAC, é usado como agente agregador, ele pode ser adicionado como discutido acima. Assim sendo, as etapas do processo são diferentes com acetato de zinco, e exige a adição de surfactantes à mistura do látex, e em seguida, adição do pigmento e aditivos opcionais. O surfactante estabiliza as partículas por forças eletrostáticas ou estéricas, ou ambas, para impedir a floculação maciça, quando o agente agregador é adicionado. O pH da mistura que contém a resina do toner, pigmento, aditivos opcionais (cera), etc. é ajustado de cerca de 5,6 para cerca

de 3,0 com ácido nítrico 0,1 M, e em seguida, adiciona-se o PAC, e ao mesmo tempo, submetendo a um homogeneizador Polytron em velocidades de cerca de 5.000 rpm. A temperatura da mistura é elevada da temperatura ambiente para 55°C, e lentamente em estágios até cerca de 70°C, para coalescer as partículas. Nenhum ajuste de pH é necessário para estabilizar o tamanho das partículas em qualquer um dos dois processos de agregação.

Depois da agregação, os agregados podem ser coalescidos. A coalescência pode ser realizada aquecendo a mistura dos agregados até uma temperatura que é cerca de 5°C a cerca de 20°C acima da T_g da resina amorfa. Geralmente, a mistura de agregados é aquecida até uma temperatura de cerca de 50°C a cerca de 80°C. Em certas modalidades, a mistura pode ser também agitada a cerca de 200 a cerca de 750 rpm, para coalescer as partículas. A coalescência pode ser realizada durante um período de cerca de 3 a cerca de 9 horas.

Opcionalmente, durante a coalescência, o tamanho das partículas do toner pode ser controlado e ajustado até um tamanho desejado, ajustando o pH da mistura. Geralmente, para controlar o tamanho das partículas, o pH da mistura é ajustado até entre cerca de 5 a cerca de 7, usando uma base, tal como, por exemplo, hidróxido de sódio.

Depois da coalescência, a mistura pode ser resfriada até a temperatura ambiente. Depois de resfriar, a mistura das partículas do toner de algumas modalidades pode ser lavada com água e depois seca. A secagem pode ser realizada por qualquer método apropriado para secagem, incluindo secagem por congelamento. A secagem por congelamento é realizada tipicamente em temperaturas de cerca de -80°C por um período de cerca de 72 horas.

Depois da agregação e da coalescência, as partículas do toner de certas modalidades têm um tamanho médio de partícula entre cerca de 1 e cerca de 15 microns, em outras modalidades entre cerca de 3 e cerca de 15 microns, e, em modalidades específicas, entre cerca de 3 e cerca de 11 microns, tal como cerca de 7 microns. A distribuição geométrica das partículas (GSD) das partículas do toner de certas modalidades pode ficar na faixa

entre cerca de 1,20 e cerca de 1,35, e em modalidades específicas, menos do que cerca de 1,25.

Em certas modalidades, o processo pode incluir o uso de surfactantes, emulsificantes, e outros aditivos tais como aqueles discutidos acima.

- 5 Similarmente, várias modificações do processo acima devem ficar evidentes e estão aqui englobadas.

As partículas do toner aqui descritas podem incluir ainda outros componentes, tais como colorantes, ceras e vários aditivos externos. O colorante inclui pigmento, corante, misturas de corantes, misturas de pigmentos, misturas de corantes e pigmentos, e similares.

10

Quando presente, o colorante pode ser adicionado em uma quantidade eficaz, por exemplo, entre cerca de 1 e cerca de 25% em peso da partícula, tal como em uma quantidade entre cerca de 2 e cerca de 15% em peso. Os colorantes exemplificativos apropriados incluem, por exemplo,

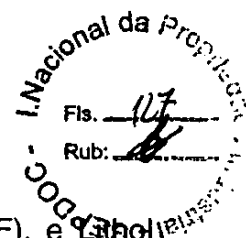
15 negro-de-fumo, tal como as magnetitas REGAL 330[®], as magnetitas da Mobay MO8029[®], MO8060[®]; magnetitas coulombianas; MAPICO BLACKS[®] e magnetitas com tratamento superficial; magnetitas da Pfizer, CB4799[®], CB5300[®], CB5600[®], MCX6369[®]; magnetitas da Bayer, BAYFERROX 8600[®], 8610[®]; magnetitas da Northern Pigments, NP-604[®], NP-608[®]; magnetitas da

20 Magnox, TMB-100[®] ou TMB-104[®]; e similares. Na qualidade de pigmentos coloridos, podem ser selecionados, ciano, magenta, amarelo, vermelho, verde, marrom, azul ou misturas deles. Os exemplos específicos de pigmentos incluem ftalocianina HELIOGEN BLUE L6900[®], D6840[®], D7080[®], D7020[®], PYLAM OIL BLUE[®], PYLAM OIL YELLOW[®], PIGMENT BLUE 1[®], disponíveis na Paul Uhlich & Company, Inc., PIGMENT VIOLET 1[®], PIGMENT RED

25 48[®], LEMON CHROME YELLOW DCC 1026[®], E.D. TOLUIDINE RED[®] e BON RED C[®], disponíveis na Dominion Color Corporation Ltd., Toronto, Ontário, NOVAPERM YELLOW FGL[®], HOSTAPERM PINK E[®] da Hoechst, e CINQUASIA MAGENTA[®], disponível na E.I. DuPont de Nemours & Company, e similares. Geralmente, os colorantes que podem ser selecionados

30 são preto, ciano, magenta ou amarelo, e misturas deles. Os exemplos de magentas são o corante de quinacridona e antraquinona substituídas com

2,9-dimetila, identificado no Color Index como CI 60710, CI Dispersed 15, o diazocorante identificado no Color Index como CI 26050, CI Solvent Red 19, e similares. Os exemplos ilustrativos de cianos incluem tetra(octadecil-sulfonamido)-ftalocianina de cobre, o pigmento de ftalocianina de x-cobre listado no Color Index como CI 74160, CI Pigment Blue, e Azul de Antraceno, identificado no Color Index como CI 69810, Special Blue X-2137, e similares; embora os exemplos ilustrativos de amarelos sejam amarelo de diarilida 3,3-dicloro-benzideno-acetoanilidas, um pigmento monoazo identificado no Color Index como CI 12700, CI Solvent Yellow 16, uma nitro-fenil-amina-sulfonamida identificada no Color Index como Foron Yellow SE/GLN, CI Dispersed Yello 33 2,5-dimetóxi-4-sulfoanilida-fenil-azo-4'-cloro-2,5-dimetóxi-acetoanilida, e Permanent Yellow FGL, magnetitas coloridas tais como misturas de MAPICO BLACKS®, e componentes ciano também podem ser selecionados como clorantes. Outros colorantes conhecidos podem ser selecionados, tais como Levanyl Black A-SF (Miles Bayer) e Sunsperser Carbon Black LHD 9303 (Sun Chemicals), e corantes coloridos tais como Neopen Blue (BASF), Sudan Blue OS (BASF), PV Fast Blue B2G01 (American Hoechst), Sunsperser Blue BHD 6000 (Sun Chemicals), Irgalite Blue BCA (Ciba-Geigy), Paliogen Blue 6470 (BASF), Sudan III (Matheson, Coleman, Bell), Sudan II (Matheson, Coleman, Bell), Sudan IV (Matheson, Coleman, Bell), Sudan Orange G (Aldrich), Sudan Orange 220 (BASF), Paliogen Orange 3040 (BASF), Ortho Orange OR 2673 (Paul Uhlich), Paliogen Yellow 152, 1560 (BASF), Lithol Fast Yellow 0991K (BASF), Paliotol Yellow 1840 (BASF), Neopen Yellow (BASF), Novoperm Yellow D0790 (Hoechst), Permanent Yellow YE 0305 (Paul Uhlich), Lumogen Yellow D0790 (BASF), Sunsperser Yellow YHD 6001 (Sun Chemicals), Suco-Gelb L1250 (BASF), Suco-Yeloow D1355 (BASF), Hostaperm Pink E (American Hoechst), Fanal Pink D4830 (BASF), Cinquasia Magenta (DuPont), Lithol Scarlet D3700 (BASF), Toluidine Red (Aldrich), Scarlet for Thermoplast NSD PS PA (Ugine Kuhlmann of Canada), E.D. Toluidine Red (Aldrich), Lithol Rubine Toner (Paul Uhlich), Lithol Scarlet 4440 (BASF), Bon Red C (Dominion Color Company), Royal Brilliant Red RD-8192 (Paul Uhlich), Oracet Pink RF (Ciba-



Geigy), Paliogen Red 3871K (BASF), Paliogen Red 3340 (BASF), e Libbol Fast Scarlet L4300 (BASF).

Opcionalmente, uma cera pode estar presente em ma quantidade entre cerca de 4 e cerca de 30% em peso das partículas. Os exemplos de ceras, caso presentes, incluem polipropilenos e polietilenos, disponíveis comercialmente na Allied Chemical e Petrolite Corporation, ceras Fischer-Tropsch disponíveis comercialmente na Nippon Seiro, emulsões de ceras disponíveis na Michaelman, Inc. e na Daniels Products Company, EPOLENE N-15[®] disponível comercialmente na Eastman Chemical Products, Inc., VISCOL 550-P[®], um polipropileno com baixo peso molecular ponderal médio, disponível na Sanyo Kasei K.K., e materiais similares. Os polietilenos disponíveis comercialmente, selecionados usualmente, possuem um peso molecular numérico médio entre cerca de 1.000 e cerca de 1.500, enquanto que acredita-se que os polipropilenos disponíveis comercialmente, utilizados nas composições de toner da presente invenção, tenham um peso molecular numérico médio entre cerca de 4.000 e cerca de 5.000. Os exemplos de ceras funcionalizadas incluem aminas, amidas, imidas ésteres, aminas quaternárias, ácidos carboxílicos ou emulsão de polímero acrílico, por exemplo, JONCRYL[®] 74, 89, 130, 537 e 538, todos disponíveis na SC Johnson Wax, polipropilenos e polietilenos clorados disponíveis comercialmente na Allied Chemical de Petrolite Corporation e SC Johnson Wax.

As partículas resultantes podem possuir um diâmetro volumétrico médio de partícula de cerca de 2 a cerca de 25 microns, tal como entre cerca de 3 e cerca de 15 microns ou entre cerca de 5 e cerca de 7 microns.

Quaisquer aditivos superficiais apropriados podem ser selecionados. Os exemplos de aditivos são sílicas pirogênicas com tratamento superficial, como por exemplo, TS-530 da Cabosil Corporation, com um tamanho de partícula de 8 nanômetros (nm) e um tratamento superficial de hexametil-dissilazano; sílica NAX50, disponível na DeGussa/Nippon Aerosil Corporation, revestida com HMDS; sílica DTMS, disponível na Cabot corporation, compreendendo um núcleo L90 de dióxido de silício de sílica pirogênica revestido com DTMS; H2050EP, disponível na Wacker Chemie, revesti-

da com um organo-polissiloxano funcionalizado com amina; óxidos metálicos tais como TiO_2 , por exemplo, MT-3103 da Tayca Corp. com um tamanho de partícula de 16 nm e um tratamento superficial de decil-silano; SMT5103, disponível na Tayca Corp, compreendendo um núcleo de dióxido de titânio cristalino MT500B revestido com DTMS; P-25 da Degussa Chemicals sem tratamento superficial; óxidos metálicos alternativos tal como óxido de alumínio, e como um agente lubrificante, por exemplo, estearatos ou álcoois de cadeia longa, tal como UNILIN 700®, e similares. Geralmente, a sílica é aplicada à superfície do toner para obter fluidez do toner, melhor característica triboelétrica, controle de mistura, melhor descrição e estabilidade de transferência, e temperatura mais alta de bloqueamento do toner. O TiO_2 é aplicado para melhorar a estabilidade à umidade relativa, controle triboelétrico e melhor descrição e estabilidade de transferência.

O SiO_2 e o TiO_2 podem possuir mais especificamente um tamanho de partícula primário maior do que aproximadamente 30 nm, ou pelo menos 40 nm, sendo o tamanho de partícula primário medido, por exemplo, por microscopia eletrônica de transmissão (TEM) ou calculado (supondo partículas esféricas) a partir de uma medição da absorção de gás, ou área superficial BET. O TiO_2 demonstrou ser especialmente útil para manter a descrição e a transferência por uma ampla faixa de área de cobertura e extensão da operação do serviço. O SiO_2 e o TiO_2 são aplicados mais especificamente à superfície do toner com a cobertura total do toner na faixa entre, por exemplo, cerca de 140 e cerca de 200% de área de cobertura superficial teórica (SAC), onde a SAC teórica (aqui doravante referida como SAC) é calculada presumindo que todas as partículas do toner são esféricas e têm um diâmetro igual ao diâmetro volumétrico médio do toner medido no método do Contador Coulter padrão, e que as partículas de aditivos estão distribuídas como partículas primárias sobre a superfície do toner em uma estrutura compactada fechada hexagonal. Outra medida referente à quantidade e tamanho dos aditivos é a soma de "SAC x Tamanho" (cobertura da área superficial multiplicado pelo tamanho da partícula primária do aditivo em nanômetros) para cada uma das partículas de sílica e titânia, ou similares, para

as quais todos os aditivos devem ter, mais especificamente uma faixa total de SAC x Tamanho de, por exemplo, cerca de 4.500 a cerca de 7.200. A razão de partículas de sílica para titânia é geralmente entre cerca de 50% de sílica/50% de titânia e cerca de 85% de sílica/15% de titânia (em base de
5 porcentagem ponderal).

Os exemplos de SiO_2 e TiO_2 apropriados são aqueles compso-
tos com tratamento superficial, incluindo DTMS (decil-trimetóxi-silano) ou
HMDS (hexametil-dissilazano). Os exemplos destes aditivos são a sílica
NAX50, disponível na Degussa/Nippon Aerosil Corporation, revestida com
10 HMDS; sílica DTMS, disponível na Cabot Corporation, compreendendo sílica
pirogênica, por exemplo, núcleo L90 de dióxido de silício revestido com
DTMS; H2050EP, disponível na Wacker Chemie, revestida com um organo-
polissiloxano com funcioalidade amina; e SMT5103, disponível na Tayca
Corporation, compreendendo um núcleo MT500B de dióxido de titânio crista-
15 lino revestido com DTMS.

Estearato de cálcio e estearato de zinco podem ser selecionados
como aditivos para os toners da presente invenção em suas modalidades,
sendo que os estearatos de cálcio e zinco proporcionam principalmente pro-
priedades lubrificantes. Além disso, os estearatos de cálcio e zinco propor-
20 cionam condutividade do revelador e intensificação triboelétrica, ambas de-
vido à sua natureza lubrificante. Além disso, os estearatos de cálcio e zinco
podem permitem carga elétrica mais alta do toner e estabilidade da carga
elétrica aumentando o número de contatos entre as partículas do toner e do
carreador. Um exemplo apropriado é o estearato de cálcio e zinco disponível
25 comercialmente com uma pureza maior do que cerca de 85%, por exemplo
entre cerca de 85 e 100% de pureza, por exemplo, 85% (menos do que 12%
de óxido de cálcio e ácido graxo livre em peso, e menos do que 3% de teor
de umidade em peso), e que tem um diâmetro médio de partícula de cerca
de 7 microns, e está disponível na Ferro Corporation (Cleveland, OH). Os
30 exemplos são Estearato de cálcio SYNPRO® 392A e Estearato de Cálcio
SYNPRO® NF Vegetal ou Estearato de Zinco L. Outro exemplo é é um este-
arato de cálcio disponível comercialmente com mais do que 95% de pureza

(menos do que 0,5% de óxido de cálcio e ácido graxo livre em peso, e menos do que 4,5% de teor de umidade em peso), e este estearato tem um diâmetro médio de partícula de cerca de 2 microns e está disponível na NOF Corporation (Tóquio, Japão). Em certas modalidades, os toners contêm, por exemplo, entre cerca de 0,1 e cerca de 5% em peso de titânia, cerca de 0,1 a cerca de 8% em peso de sílica, e entre cerca de 0,1 e cerca de 4% em peso de estearato de cálcio ou zinco.

Quando aditivos externos estão presentes sobre as partículas do toner, a distribuição de carga dessas partículas na Zona A pode ser entre cerca de -1 e cerca de -5 mm de deslocamento, tal como entre cerca de -1 e cerca de -4 mm de deslocamento, e a distribuição de carga dessas partículas do toner na Zona C pode ser entre cerca de -2 e cerca de -11 mm de deslocamento, tal como entre cerca de -3 e cerca de -10 mm de deslocamento.

As partículas do toner de todas modalidades podem ser incluídas em composições reveladoras. Em certas modalidades, as composições do revelador compreendem partículas de toner, tais como aquelas descritas acima, misturadas com partículas de carreador, para formar uma composição reveladora com dois componentes. Em algumas modalidades, a concentração do toner na composição reveladora pode ficar na faixa entre cerca de 1% em peso e cerca de 25% em peso, tal como entre cerca de 2% em peso e cerca de 15% em peso, do peso total da composição reveladora.

Os exemplos de partículas carreadoras para misturar com o toner incluem aquelas partículas capazes de obter de forma triboelétrica uma carga elétrica com polaridade oposta àquela das partículas do toner, tal como zircônio granular, silício granular, vidro, aço, níquel, ferritas, dióxido de silício, e similares.

As partículas carreadoras selecionadas podem ser usadas com ou sem um revestimento, sendo que o revestimento compreende geralmente fluoropolímeros, tais como resinas de poli(fluoreto de vinilideno); terpolímeros de estireno; metacrilato de metila; silanos, tal como trietóxi-silano; tetraflúor-etilenos; outros revestimentos conhecidos; e similares.

Em aplicações nas quais os toners descritos são usados com um dispositivo revelador de imagens que emprega fusão em rolo, o núcleo do carreador pode ser revestido pelo menos parcialmente com um polímero de poli(metacrilato de metila) (PMMA) com um peso molecular ponderal médio de 300.000 a 350.000, como por exemplo, o disponível comercialmente na Soken. PMMA é um polímero eletropositivo que geralmente conferirá uma carga negativa ao toner após contato. O revestimento tem, em certas modalidades, um peso de revestimento entre cerca de 0,1% em peso e cerca de 5,0% em peso ou entre cerca de 0,5% em peso e cerca de 2,0% em peso do carreador. PMMA pode ser opcionalmente copolimerizado com qualquer comonômero apropriado, de tal modo que o copolímero resultante retenha um tamanho de partícula apropriado. Os co-monômeros apropriados podem incluir monoalquil- ou dialquil-aminas, tais como metacrilatos de dimetil-amino-etila, metacrilatos de dietil-amino-etila, metacrilatos de diisopropil-amino-etila, metacrilatos de t-butil-amino-etila, e similares, e misturas deles. As partículas do carreador podem ser preparadas misturando o núcleo do carreador com entre cerca de 0,05% em peso a cerca de 10% em peso de polímero, tal como entre cerca de 0,05% em peso de cerca de 3% em peso de polímero, baseado no peso das partículas do carreador revestidas, até que o revestimento de polímero adira ao núcleo do carreador por impacto mecânico e/ou atração eletrostática. Vários meios apropriados eficazes podem ser usados para aplicar o polímero à superfície das partículas do núcleo do carreador, por exemplo, misturação por rolo em cascata, tamboramento, moagem, vascoejamento, aspersão com nuvem eletrostática de pó, leito fluidizado, processamento com disco eletrostático, e com uma cortina eletrostática. A mistura das partículas do carreador e polímero pode ser então aquecida para fundir e fundir o polímero às partículas do núcleo do carreador. As partículas do carreador revestidas são então resfriadas e classificadas até um tamanho de partícula desejado.

As partículas do carreador podem ser misturadas com as partículas do toner em qualquer combinação apropriada em certas modalidades. Em algumas modalidades, por exemplo, cerca de 1 a cerca de 10 partes em

peso de partículas de toner são misturadas com entre cerca de 10 e cerca de 300 partes em peso das partículas do carreador.

Em certas modalidades, qualquer tipo conhecido de sistema de descrição de imagens pode ser usado em um dispositivo revelador de imagens, incluindo, por exemplo, descrição com escoava magnética, descrição com um único componente por transposição, descrição híbrida sem remove-
dores (HSD), etc. Estes sistemas de descrição são nem conhecidos nessas técnicas, e explicações adicionais da operação destes dispositivos para formar um imagem não são assim aqui necessárias. Depois que a imagem foi formada com toners/reveladores da invenção por intermédio de um método apropriado de descrição de imagens, tal como qualquer um dos métodos descritos acima, a imagem é então transferida para um meio recebedor de imagens, tal como um papel e similares. Em uma modalidade da presente invenção, deseja-se que os toners sejam usados para revelar uma imagem em um dispositivo revelador de imagens utilizando um membro de rolo fusor. Os membros de rolos fusores são dispositivos de fusão por contato que são bem conhecidos nessas técnicas, nos quais calor e pressão do rolo são usadas para fundir o toner ao meio recebedor de imagens. Tipicamente, o membro fusor pode ser aquecido até uma temperatura logo acima da temperatura de fusão do toner, isto é, até temperaturas entre cerca de 80°C e cerca de 150°C ou mais.

As modalidades descritas acima serão agora ilustradas adicionalmente pelos exemplos que se seguem.

EXEMPLOS

Vários toners com pigmentos pretos foram preparados para ilustrar a presente invenção, como demonstrado na Tabela 1. Sem limitar a presente invenção, acredita-se que, como a resina cristalina escoar para a superfície do toner, o agente controlador de carga elétrica na resina cristalina melhora o carregamento elétrico porque o agente controlador de carga elétrica escoará para a superfície do toner junto com a resina cristalina.

TABELA 1**EXEMPLOS DE COMPOSIÇÕES DE TONERS**

	Exemplo de Toner Comparativo	Toner 1	Toner 2	Toner 3	Toner 4
Resina Amorfa	54%	51%	80%	83%	54%
Resina Cristalina	29%	29%	Nenhum	Nenhum	26%
Agente Controlador de Carga	Nenhum	3% em Resina Amorfa	3% em Resina Amorfa	Nenhum	3% em Resina Cristalina
Colorante	8%	9%	8%	8%	8%
Cera	9%	9%	9%	9%	9%
Carga na Zona A	-0,2 mm	-0,03 mm	-3,1 mm	-1,6 mm	-0,2 mm
Carga na Zona B	-1,5 mm	-1,1 mm	-5,5 mm	-2,9 mm	-2,7 mm

EXEMPLO DE EMULSÃO DE RESINA 1

100 gramas da resina amorfa poli(fumarato de bisfenol A propoxilado) foram pesados dentro de um frasco de 2 L, e depois dissolvidos em cerca de 1.200 g de acetato de etila, e aquecidos até cerca de 65°C.

Em um frasco de 4 L separado, cerca de 1.100 gramas de água desmineralizada e cerca de 2,5 gramas de surfactante foram adicionados. Esta solução foi aquecida até cerca de 60°C. Quando esta temperatura foi atingida, a solução foi homogeneizada a cerca de 8.800 rpm e a solução de resina amorfa em acetato de etila foi vertida para dentro do frasco de 4 L durante um período de cerca de 2 min.

A mistura cremosa resultante foi homogeneizada durante cerca de mais 30 min. O frasco foi então aquecido até cerca de 80°C por cerca de 2 horas para remover o acetato de etila, e a solução foi deixada agitando durante a noite inteira.

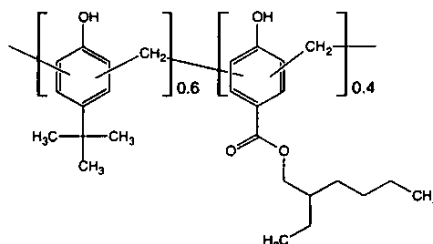
EXEMPLO DE EMULSÃO DE RESINA 2

O Exemplo de Resina 1 foi repetido, mas cerca de 100 gramas de resina cristalina fabricada a partir de etilenodiol, dodecanodiácido e ácido

fumárico foram usados em vez da resina amorfa.

EXEMPLO DE EMULSÃO DE RESINA 3

- O Exemplo de Resina 1 foi repetido, exceto que cerca de 92,6 gramas de resina amorfa foram usados além de cerca de 7,4 g de agente controlador de carga elétrica que tem a fórmula:



EXEMPLO DE EMULSÃO DE RESINA 4

O Exemplo 2 foi repetido, exceto que cerca de 89,7 g de resina cristalina foram usados além de cerca de 10,3 g de agente controlador de carga elétrica.

EXEMPLO COMPARATIVO DE TONER

- A um frasco de 2 L adicionou-se cerca de 130 g de Emulsão de Resina do Exemplo 1 (cerca de 12,45% de sólidos), cerca de 77,5 g de Emulsão de Resina do Exemplo 2 (cerca de 11,24% de sólidos), cerca de 15,1 gramas de colorante (cerca de 17,05% de pigmento preto), cerca de 12,66 g de emulsão de cera (cerca de 21,85% de sólidos) e cerca de 36 g de água desmineralizada.

- O pH da mistura foi então ajustado para cerca de 3,3 usando HNO_3 cerca de 0,3 M. Cerca de 15,53 g de $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ (cerca de 1,0% em peso diluído em HNO_3 cerca de 0,02 M) foram adicionados em um flocculante sob homogeneização. A mistura foi subsequente aquecida até cerca de 35°C, e depois aquecida lentamente até 43°C para agregação a cerca de 600 rpm.

- O tamanho das partículas foi monitorado com um Contador Coulter até que o tamanho volumétrico médio de partícula fosse de cerca de 4,8 com uma GSD de cerca de 1,25. O pH foi então aumentado até cerca de 8, usando NaOH para interromper o crescimento do toner. Depois disso, a mistura reativa foi aquecida até 83°C para coalescer e mantida por cerca de

30 min. A lama do toner foi então resfriada até perto da temperatura ambiente, tal como cerca de 25°C, separada por peneiramento (cerca de 25 µm, filtração, e em seguida, lavagem e secagem por congelamento.

O toner resultante continha cerca de 54% de resina amorfa, cerca de 29% de resina cristalina, cerca de 8% de cera, e cerca de 9% de corante.

EXEMPLO DE TONER 1

O processo para fabricar o Toner do Exemplo 1 é igual ao processo para fabricar o toner do Exemplo Comparativo, exceto que em vez da Emulsão da Resina do Exemplo 1, usou-se cerca de 163,4 g da Emulsão de Resina do Exemplo 3 (cerca de 10,15% de sólidos). O toner resultante continha cerca de 51% de resina amorfa, cerca de 29% de resina cristalina, cerca de 8% de cera, cerca de 9% de corante, e cerca de 3% de agente controlador de carga elétrica.

EXEMPLO DE TONER 2

O processo para fabricar o Toner do Exemplo 2 é igual ao processo para fabricar o Toner do Exemplo Comparativo, exceto que nenhuma resina cristalina estava presente no toner. O toner resultante continha cerca de 80% de resina amorfa, cerca de 8% de cera, cerca de 9% de corante, e cerca de 3% de agente controlador de carga elétrica.

EXEMPLO DE TONER 3

O processo para fabricar o Toner do Exemplo 3 é igual ao processo para fabricar o Toner do Exemplo 1, exceto que não havia resina cristalina no toner. O toner resultante continha cerca de 83% de resina amorfa, cerca de 8% de cera de carnaúba, e 9% de pigmento preto.

EXEMPLO DE TONER 4

O processo para fabricar o Toner do Exemplo 4 é igual ao processo para fabricar o Toner do Exemplo 1, exceto que em vez da Resina do Exemplo 2, foram usados cerca de 91,6 g da Resina do Exemplo 4 (cerca de 9,51% de sólidos). O toner resultante continha cerca de 54% de resina amorfa, cerca de 26% de resina cristalina, cerca de 8% de cera de carnaúba, e 9% de pigmento preto, e cerca de 3% de agente controlador de carga elétrica.

ca.

Como observado na Tabela 1 acima, o deslocamento de carga elétrica na Zona A e na Zona C foi melhorado quando o agente controlador de carga foi incluído na formulação das partículas do toner. Duas amostras

5 de cerca de 8 g de toner e cerca de 100 g de carreador foram pesados dentro de um frasco de 60 mL e condicionados durante a noite inteira na Zona A (cerca de 15% de umidade relativa e cerca de 10°C) e na Zona C (cerca de 85% de umidade relativa e cerca de 28°C). Estes reveladores foram então

10 misturados por cerca de 60 min em uma batadeira de tinta. A carga elétrica foi medida em um espectrógrafo de carga elétrica, medindo q/d em mm de deslocamento em um campo elétrico de 100 V/mm. O deslocamento de carga elétrica em mm corresponde a uma carga elétrica de 0,092 fentocoulombs/mícron para cada mm de deslocamento.

Deve-se avaliar que várias das características e funções descritas acima e outras delas, ou alternativas a elas, podem ser combinadas de

15 sejavelmente em muitos sistemas ou aplicações diferentes. Além disso, pretende-se que várias alternativas, modificações, variações ou aperfeiçoamentos atualmente imprevisíveis ou inesperados, que podem ser posteriormente

20 feitos pelos versados nessas técnicas também estejam englobados pelas reivindicações que seguem. A menos que especificamente enunciado em uma reivindicação, nas etapas ou componentes das reivindicações, não se deve inferir ou concluir a partir do relatório descritivo ou outras reivindicações, qualquer ordem, número, posição, tamanho, formato, ângulo, cor ou material.

REIVINDICAÇÕES

1. Composição de toner, caracterizada pelo fato de que compreende partículas de toner tendo uma resina cristalina, uma resina amorfa e um agente controlador de carga elétrica, em que:

5 o agente controlador de carga elétrica é incorporado dentro da resina cristalina antes da formação das partículas de toner, pelo menos uma parte da resina cristalina e uma parte do agente controlador de carga elétrica estão localizadas sobre uma parte externa das partículas do toner separada da resina amorfa em uma parte do núcleo das

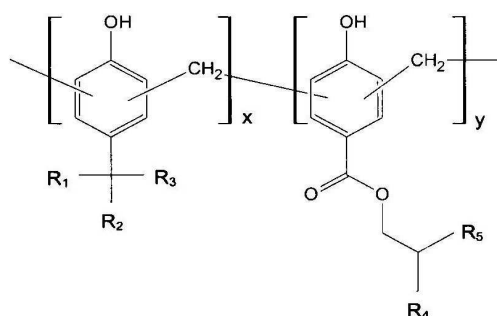
10 partículas de toner; e

as partículas do toner têm uma sensibilidade à umidade relativa na faixa inferior a 10, e em que as partículas do toner têm uma distribuição de carga elétrica na Zona A e uma distribuição de carga elétrica na Zona C de -0,1 mm de deslocamento a -12 mm de deslocamento.

15 2. Composição de toner, de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que a distribuição de carga elétrica na Zona A e a distribuição de carga elétrica na Zona C é de -0,2 mm a -11 mm de deslocamento.

3. Composição de toner, de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que o agente controlador de carga elétrica tem a

20 fórmula:



em que

R₁, R₂ e R₃ são cada um independentemente hidrogênio ou uma alquila,

25 R₄ e R₅ são cada um independentemente uma alquila,

x é um número de 0,4 a 0,8, e

y é um número de 0,2 e a 0,6.

4. Composição de toner, de acordo com a reivindicação 3, caracterizada pelo fato de que a alquila em R₁, R₂ e R₃ é metila ou etila, e a alquila em R₄ e R₅ é metila, etila, propila ou butila.

5 5. Composição de toner, de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que as partículas do toner são partículas de toner com agregação em emulsão.

6. Composição de toner, de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que a resina cristalina é selecionada a partir do
10 grupo compreendendo um poliéster, uma poliamida, uma poliimida, um polietileno, um polipropileno, um polibutileno, um poliisobutirato, um copolímero de etileno e propileno e um copolímero de etileno e acetato de vinila.

7. Composição de toner, de acordo com a reivindicação 1,
15 caracterizada pelo fato de que a resina amorfa é uma resina amorfa ramificada, uma resina amorfa linear ou uma mistura das mesmas.

8. Composição de toner, de acordo com a reivindicação 7, caracterizada pelo fato de que a resina amorfa é uma resina amorfa ramificada é selecionada a partir do grupo compreendendo um poliéster,
20 uma poliamida, uma poliimida, um poliestireno-acrilato, um poliestireno-metacrilato, um poliestireno-butadieno, uma poliéster-imida, um poliéster sulfonado alcalino, uma poliamida sulfonada alcalina, uma poliimida sulfonada alcalina, um poliestireno-acrilato sulfonado alcalino, um poliestireno-metacrilato sulfonado alcalino, um poliestireno-butadieno
25 sulfonado alcalino ou uma poliéster-imida sulfonada alcalina.

9. Composição de toner, de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que o agente controlador de carga elétrica está presente nas partículas do toner em uma quantidade de 0,5% em peso a 20% em peso.

30 10. Composição de toner, de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que as partículas do toner ainda compreendem um colorante e/ou uma cera.

11. Método para revelar uma imagem, caracterizado pelo fato de que compreende as seguintes etapas:

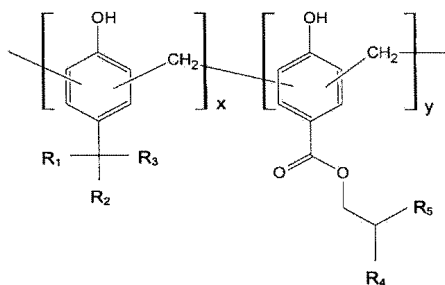
aplicar uma composição de toner, como definida na reivindicação 1, a um substrato para formar uma imagem; e

5 fundir a composição de toner ao substrato.

12. Método para formar partículas do toner, caracterizado pelo fato de que compreende as seguintes etapas:

incorporar um agente controlador de carga elétrica dentro de uma resina cristalina pela formação de uma emulsão compreendendo a resina cristalina e o agente controlador de carga apresentando a fórmula:

10



em que R_1 , R_2 e R_3 são cada um independentemente hidrogênio ou uma alquila, R_4 e R_5 são cada um independentemente uma alquila, x é um número de 0,4 a 0,8, e y é um número de 0,2 a 0,6,

formar uma emulsão compreendendo uma resina amorfa,

15 combinar a emulsão da resina cristalina e do agente controlador de carga elétrica com a emulsão da resina amorfa para formar uma mistura de pré-toner; e

agregar e coalescer a mistura de pré-toner para formar as partículas do toner,

20 em que pelo menos uma parte da resina cristalina e uma parte do agente controlador de carga elétrica estão localizadas sobre uma parte externa das partículas do toner separada da resina amorfa em uma parte do núcleo das partículas de toner.

13. Método, de acordo com a reivindicação 12, caracterizado pelo fato de que a alquila em R_1 , R_2 e R_3 é metila ou etila, e a alquila em R_4 e R_5 é metila, etila, propila ou butila.

25

14. Método, de acordo com a reivindicação 12, caracterizado pelo fato de que a etapa de incorporar o agente controlador de carga elétrica dentro da resina cristalina pela formação da emulsão tendo a resina cristalina e o agente controlador de carga compreende as seguintes etapas:

- 5 dissolver a resina cristalina e o agente controlador de carga elétrica em um solvente para formar uma emulsão;
 misturar a solução em um meio de emulsão para formar uma mistura; e
 aquecer a mistura para vaporizar instantaneamente o solvente, a
10 fim de formar a emulsão que tem a resina cristalina e o agente controlador de carga elétrica.

15 15. Método, de acordo com a reivindicação 14, caracterizado pelo fato de que o solvente é selecionado a partir do grupo compreendendo acetona, acetato de metila, acetato de etila, metil-etil-cetona, tetraidrofurano, ciclohexanona, N,N-dimetil-formamida, ftalato de dioctila, tolueno, xileno, benzeno, sulfóxido de dimetila e misturas dos mesmos.

16. Método, de acordo com a reivindicação 14, caracterizado pelo fato de que o meio de emulsão compreende água e um estabilizador.

20 17. Método, de acordo com a reivindicação 12, caracterizado pelo fato de que a resina cristalina é selecionada a partir do grupo compreendendo um poliéster, uma poliamida, uma poliimida, um polietileno, um polipropileno, um polibutileno, um poliisobutirato, um copolímero de etileno e propileno, e um copolímero de etileno e acetato de vinila.

25 18. Método, de acordo com a reivindicação 12, caracterizado pelo fato de que a resina amorfa é uma resina amorfa ramificada ou uma resina amorfa linear.

30 19. Método, de acordo com a reivindicação 18, caracterizado pelo fato de que a resina amorfa ramificada é selecionada a partir do grupo compreendendo um poliéster, uma poliamida, uma poliimida, um poliestireno-acrilato, um poliestireno-metacrilato, um poliestireno-butadieno, uma poliéster-imida, um poliéster sulfonado alcalino, uma poliamida sulfonada alcalina, uma poliimida sulfonada alcalina, um poliestireno-acrilato

sulfonado alcalino, um poliestireno-metacrilato sulfonado alcalino, um poliestireno-butadieno sulfonado alcalino, e uma poliéster-imida sulfonada alcalina.

5 20. Método, de acordo com a reivindicação 12, caracterizado pelo fato de que as partículas do toner têm uma distribuição de carga elétrica na Zona A e uma distribuição de carga elétrica na Zona C de -0,1 mm de deslocamento a -12 mm de deslocamento.

10 21. Método, de acordo com a reivindicação 20, caracterizado pelo fato de que a distribuição de carga elétrica na Zona A e a distribuição de carga elétrica na Zona C é de -0,2 mm de deslocamento a -11 mm de deslocamento

22. Método, de acordo com a reivindicação 12, caracterizado pelo fato de que a mistura de pré-toner compreende ainda um colorante e/ou uma cera.