



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

**(21) BR 10 2013 030053-5 A2**

(22) Data de Depósito: 22/11/2013  
(43) Data da Publicação: 02/09/2014  
(RPI 2278)



**(51) Int.Cl.:**  
G03G 9/09  
G03G 9/08

**(54) Título:** TONER PRETO

**(30) Prioridade Unionista:** 12/12/2012 US 13/711,621

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

**(72) Inventor(es):** GRAZYNA E. KMIECIK-LAWRYNOWICZ, 1/1  
MARK E. MANG, MICHAEL F. ZONA, Maura A. Sweeney, ROBERT D.  
BAYLEY

**(57) Resumo:** RESUMO  
TONER PRETO

A presente divulgação descreve um toner de componente preto único com desejável desempenho de fusão.

## TONER PRETO

### CAMPO DA INVENÇÃO

Um toner preto de propriedades desejadas, tais como, brilho e desempenho de fusão; dispositivos compreendendo o toner preto; componentes  
5 de dispositivos de geração de imagem compreendendo o toner preto; dispositivos de geração e imagem compreendendo o toner preto; e assim por diante, são descritos.

Negro de carbono é um pigmento orgânico possuindo densidade de cor alta (colorindo por unidade em peso), grau de negritude alto e resistência à luz  
10 alta. Contudo, pigmentos negros são condutivos e podem formar vias condutoras através de uma partícula de toner. Com frequência, toner preto possui brilho baixo ou desempenho de fusão baixo.

A presente divulgação descreve um toner de componente preto único compreendendo uma resina de estireno/acrilato, um corante preto, um corante  
15 ciano adicional, uma cera de baixa fusão, e como aditivos de superfície, um lubrificante e uma sílica hidrofóbica. Os aditivos de superfície contribuem com as desejadas compressibilidade e fluidez, que contribuem para o desempenho de limpeza, desempenho de fusão e assim por diante.

Ao menos que, indicado de outro modo, todos os números expressando  
20 quantias e condições, e assim sucessivamente usados na especificação e reivindicações devem ser entendidos como sendo modificados em todos as instâncias pelo termo, "em torno de." "Em torno de," se destina a indicar uma variação de não mais do que 20% do valor estabelecido. Também usados aqui são os termos, "equivalente," "similar," "essencialmente," "substancialmente,"  
25 "aproximando" e "correspondendo," ou variações gramaticais dos mesmos, que possuem definições geralmente aceitáveis ou no mínimo aceitáveis, são entendidos a possuir o mesmo significado como "em torno de."

Partículas de toner de interesse compreendem uma ou mais resinas. Um toner pode compreender mais do que uma forma ou tipo de polímero, tais como,  
30 dois ou mais polímeros diferentes. Um polímero pode ser um copolímero alternativo, um copolímero em bloco, um copolímero de enxerto, um copolímero ramificado, um copolímero reticulado e assim por diante.

A partícula de toner pode incluir outros reagentes opcionais, tais como, um surfactante, uma cera, um invólucro e assim por diante. Entre outras  
35 propriedades, um toner de interesse compreende desejáveis brilho, fluidez, desempenho de limpeza e na acumulação de aditivo de toner (TAB), aquelas

propriedades benéficas obtidas devido aos componentes aditivos são bem aderidos à superfície do toner.

Um, dois ou mais polímeros podem ser usados na formação uma partícula de toner. Onde dois ou mais polímeros são usados, os polímeros podem ser em  
 5 qualquer proporção adequada (por exemplo, proporção e peso) tal como, por exemplo, com dois polímeros diferentes, de em torno de 1% (primeiro polímero)/99% (segundo polímero) a em torno de 99% (primeiro polímero)/1% (segundo polímero), de em torno de 10% (primeiro polímero)/90% (segundo polímero) a em torno de 90% (primeiro polímero)/10% (segundo polímero) e  
 10 assim por diante, como uma escolha de design.

O polímero pode estar presente em uma quantidade de a partir de em torno de 75 a em torno de 95% em peso, de em torno de 80 a em torno de 94% em peso, de em torno de 85% a em torno de 93% de partículas de toner em uma base sólida.

15 Exemplos incluem, mas não são limitados a, um estireno, um acrilato, tal como, um alquil acrilato, tais como, metil acrilato, etil acrilato, butil acrilato, isobutil acrilato, dodecil acrilato, n-octil acrilato, n-butilacrilato, 2-cloroetil acrilato;  $\beta$ -carboxi etil acrilato ( $\beta$ -CEA), fenil acrilato, metacrilato, butadienos, isoprenos, ácidos acrílicos, acrilonitrilas, estireno acrilatos, estireno butadienos, estireno  
 20 metacrilatos, e assim por diante, tais como, metil  $\alpha$ -cloroacrilato, metil metacrilato, etil metacrilato, butil metacrilato, butadieno, isopreno, metacrilonitrila, acrilonitrila, vinil éteres, tais como, vinil metil éter, vinil isobutil éter, vinil etil éter e os similares; vinil ésteres, tais como, vinil acetato, vinil propionato, vinil benzoato e vinil butirato; vinil cetonas, tais como, vinil metil cetona, vinil hexil cetona, metil  
 25 isopropenil cetona e os similares; haletos de vinilideno, tais como, vinilideno cloreto, vinilideno clorofluoreto e os similares; N-vinil indol, N-vinil pirrolidona, metacrilato, ácido acrílico, metáido acrílico, acrilamida, metacrilamida, vinilpiridina, vinilpirrolidona, vinil naftaleno, vinil-N-metilpiridínio cloreto, p-cloroestireno, vinil cloreto, vinil brometo, vinil fluoreto, etileno, propileno, butileno,  
 30 isobutileno e misturas dos mesmos. Uma mistura de monômeros pode ser usada para fazer um copolímero, tais como, um copolímero em bloco, um copolímero alternativo, um copolímero de enxerto e assim por diante.

Exemplos de copolímeros de látex incluem poli(estireno-n-butil acrilato- $\beta$ -CEA), poli(estireno-alquil acrilato), poli(estireno-1,3-dieno), poli(estireno-1,2-  
 35 dieno), poli(estireno-1,4-dieno), poli(estireno-alquil metacrilato), poli(alquil metacrilato-alquil acrilato), poli(alquil metacrilato-aril acrilato), poli(aril metacrilato-

alquil acrilato), poli(alquil metacrilato), poli(estireno-alquil acrilato-acrilonitrila), poli(estireno-1,3-dieno-acrilonitrila), poli(alquil acrilato-acrilonitrila), poli(estireno-butadieno), poli(metilestireno-butadieno), poli(metil metacrilato-butadieno), poli(etil metacrilato-butadieno), poli(propil metacrilato-butadieno), poli(butil metacrilato-butadieno), poli(metil acrilato-butadieno), poli(etil acrilato-butadieno), poli(propil acrilato-butadieno), poli(butil acrilato-butadieno), poli(estireno-isopreno), poli(metilestireno-isopreno), poli(metil metacrilato-isopreno), poli(etil metacrilato-isopreno), poli(propil metacrilato-isopreno), poli(butil metacrilato-isopreno), poli(metil acrilato-isopreno), poli(etil acrilato-isopreno), poli(propil acrilato-isopreno), poli(butil acrilato-isopreno); poli(estireno-propil acrilato), poli(estireno-butil acrilato), poli(estireno-butadieno-acrilonitrila), poli(estireno-butil acrilato-acrilonitrila) poli(estireno-alquil acrilato-ácido acrílico), poli(ácido estireno-1,3-dieno-acrílico), poli(ácido estireno-alquil metacrilato- acrílico), poli(ácido alquil metacrilato- acrílico), poli(ácido estireno-alquil acrilato-acrilonitrila- acrílico), poli(ácido estireno-1,3-dieno-acrilonitrila- acrílico), poli(ácido alquil acrilato-acrilonitrila- acrílico), poli(estireno-butilacrilato), poli(metil metacrilato-isopreno), poli(ácido estireno-butadieno- acrílico), poli(metácido estireno-butadieno- acrílico), poli(ácido estireno-butadieno- acrílico), poli(ácido estireno-butadieno-acrilonitrila-acrílico), poli(ácido estireno-butil acrilato- acrílico), poli(metácido estireno-butil acrilato- acrílico), poli(ácido estireno-butil acrilato-acrilonitrila- acrílico), poli(estireno-butadieno), poli(estireno-isopreno), poli(estireno-butil metacrilato), poli(ácido estireno-butil acrilato- acrílico), poli(estireno-isopreno-ácido acrílico), poli(estireno-butil metacrilato-ácido acrílico), poli(butil metacrilato-butil acrilato), poli(ácido butil metacrilato- acrílico), poli(ácido acrilonitrila-butil acrilato- acrílico), e misturas dos mesmos.

Um exemplo de uma composição para fazer um látex pode ser um compreendendo um estireno e um alquil acrilato, tal como, uma mistura compreendendo estireno e n-butil acrilato. Com base no peso total dos monômeros, estireno, geralmente, pode estar presente em uma quantidade a partir de em torno de 1% a em torno de 99%, de em torno de 50% a em torno de 95%, de em torno de 70% a em torno de 90%, embora possa estar presente em quantidades maiores ou inferiores; e alquil acrilato, tais como, n-butil acrilato, geralmente podem estar presentes em uma quantidade a partir de em torno de 1% a em torno de 99%, de em torno de 5% a em torno de 50%, de em torno de 10% a em torno de 30%, embora possa estar presente em quantidades maiores ou inferiores.

Uma resina de interesse possui um peso molecular de a partir de em torno de 20,000 a em torno de 50,000, de em torno de 25,000 a em torno de 45,000, de em torno de 30,000 a em torno de 40,000, como determinado, por exemplo, por cromatografia de permeação em gel (GPC). A temperatura de transição para vidro (Tg) de uma resina pode ser de em torno de 45° C a em torno de 65° C, de em torno de 47° C a em torno de 63° C, de em torno de 50° C a em torno de 60° C.

Em modalidades, toner preto pode conter, por exemplo, em torno de 5% corante preto, tal como, Nipex 35, Em que carregamento, carga, perda dielétrica, transferência e qualidade de imagem (IQ) estão em níveis desejados. Enquanto não estiverem ligados em teoria, um modo para manter desempenho com o intuito de habilitar inferior TMA é incluir um ou mais corantes ou pigmentos, que geralmente são de uma cor outra que não preto, tal como, um corante ciano.

Corantes adequados incluem um preto de forno, um preto térmico, um negro de carbono, tal como, REGAL 330® e Nipex 35; magnetitas, tais como, magnetitas Mobay, MO8029™ e MO8060™; magnetitas Columbian, MAPICO® BLACK; magnetitas de superfície tratada; magnetitas Pfizer, CB4799™, CB5300™, CB5600™ e MCX6369™; magnetitas Bayer, BAYFERROX 8600™ e 8610™; magnetitas Northern Pigments, NP604™ e NP-608™; magnetitas Magnox, TMB-100™ ou TMB104™; e as similares.

Exemplos ilustrativos de pigmentos ciano incluem cobre tetra(octadecilsulfonamido) ftalocianina, um pigmento cobre ftalocianina listado no Índice de Cor – (Cor Index - CI) como CI 74160, Pigmento Azul CI (PB), PB 15:3, PB 15:4, uma Antrazina Azul identificada no Índice de Cor como CI 69810, Azul Especial X-2137 e os similares.

Os corantes, por exemplo, um preto de forno e um corante ciano, podem ser incorporados em quantidades suficientes para conferir a densidade de cor desejada. Um corante preto pode ser empregado em uma quantidade a partir de em torno de 4% a em torno de 8% em peso de partículas de toner em uma base sólida, de em torno de 5% a em torno de 7% em peso, de em torno de 6% a em torno de 6,5% em peso. Um corante ciano pode ser empregado em uma quantidade a partir de em torno de 0,5% a em torno de 3% em peso de partículas de toner em uma base sólida, de em torno de 0,75% a em torno de 2,5% em peso, de em torno de 1% a em torno de 2% em peso.

Em modalidades, composições de toner, corantes e assim por diante, podem ser em dispersões incluindo surfactantes. Um, dois ou mais surfactantes podem ser usados. Os surfactantes podem ser selecionados a partir de

surfactantes iônicos e surfactantes não iônicos, ou combinações dos mesmos. Surfactantes aniônicos e surfactantes catiônicos são abrangidos pelo termo, "surfactantes iônicos."

5 Em modalidades, o surfactante ou a quantidade total de surfactantes pode ser usada em uma quantidade de a partir de em torno de 0,01% a em torno de 5% em peso do toner formando composição, por exemplo, de em torno de 0,75% a em torno de 4% em peso do toner-formando composição, em modalidades, de em torno de 1% a em torno de 3% em peso do toner-formando composição.

10 Um toner da divulgação eminente contém uma cera, que pode ser tanto um tipo único de cera ou uma mistura de dois ou mais tipos diferentes de ceras (doravante identificados como, "uma cera").

15 A cera pode ser combinada com a composição formadora de resina para formar partículas de toner. A cera pode estar presente em uma quantidade de, por exemplo, de em torno de 2 % em peso a em torno de 12 % em peso de partículas de toner, de em torno de 3 % em peso a em torno de 11 % em peso, de em torno de 4 % em peso a em torno de 10 % em peso, de em torno de 7 a em torno de 9 % em peso de partículas de toner. Uma cera é dada com um ponto de fusão de a partir de em torno de 60° C a em torno de 90° C, de em torno de 70° C a em torno de 87° C, de em torno de 75° C a em torno de 85° C, de em torno de 70° C a em  
20 torno de 80° C.

Ceras que podem ser selecionadas incluem ceras possuindo, por exemplo, um peso molecular de peso médio de a partir de em torno de 500 a em torno de 20,000, em modalidades, de em torno de 1,000 a em torno de 10,000, Ceras que podem ser usadas incluem, por exemplo, poliolefinas, tais como, ceras de  
25 polietileno, polipropileno e polibuteno, tais como, aquelas que são comercialmente disponíveis, por exemplo, POLIWAX™ - ceras de polietileno de Baker Petrolite, emulsões de cera disponíveis de Michaelman, Inc. ou Daniels Products Co., EPOLENE N15™ que é comercialmente disponível de Eastman Chemical Products, Inc., VISCOL 550PTM, um polipropileno de peso molecular de peso  
30 médio baixo disponível de Sanyo Kasei K.K.; ceras com base em plantas, tais como cera de carnaúba, cera de arroz, cera de candelila, cera de sumagre e óleo de jojoba; ceras de base animal, tais como cera de abelhas; ceras de base mineral e ceras de base em petróleo, tais como cera de montana, osocerite, cera de ceresina, cera de parafina, cera microcristalina e ceras Fischer-Tropsch; ceras  
35 de éster obtidas a partir de ácidos graxos superiores e álcoois superiores, tais como estearil esterato e behenil behenato; ceras de éster obtidas a partir de

ácidos graxos superiores e álcoois monovalentes ou multivalentes inferiores, tais como butil esterato, propil oleato, glicerídeo monoesterato, glicerídeo dietearato e pentaeritritol tetrabehenato; ceras de éster obtidas a partir de ácidos graxos superiores e multímeros álcool multivalentes, tais como dietilenoglicol  
5 monoesterato, dipropilenoglicol dietearato, digliceril dietearato e trigliceril tetrastearato; ceras de éster de ácido graxo superior sorbitano, tais como sorbitano monoesterato; ceras de éster de ácido graxo superior de colesterol, tais como, colesteril esterato, e assim por diante.

Exemplos de ceras funcionalizadas que podem ser usadas incluem, por exemplo, aminas e amidas, por exemplo, AQUA SUPERSLIP 6550™ e  
10 SUPERSLIP 6530™ disponíveis de Micro Powder Inc.; ceras fluoradas, por exemplo, POLIFLUO 190™, POLIFLUO 200™, POLISILK 19™ e POLISILK 14™ disponíveis de Micro Powder Inc.; ceras amida fluoradas mistas, por exemplo, MICROSPERSION 19™ também disponível de Micro Powder Inc.; imidas,  
15 ésteres, aminas quaternárias, ácidos carboxílicos, emulsões de polímero acrílico, por exemplo, JONCRYL 74™, 89™, 130™, 537™ e 538™ disponíveis de SC Johnson Wax; e polipropilenos e polietilenos clorados disponíveis de Allied Chemical, Petrolite Corp. and SC Johnson. Misturas e combinações das anteriores ceras também podem ser usadas em modalidades.

Um fator de agregação ou floculante pode ser um coagulante catiônico inorgânico, tal como, por exemplo, um haleto de polialumínio, tal como, cloreto de polialumínio (PAC) ou o brometo correspondente, fluoreto ou iodeto; um polialumínio silicato, tal como, polialumínio sulfossilicato (PASS); ou um sal de metálico solúvel em água, incluindo, alumínio cloreto, alumínio nitreto, alumínio sulfato,  
25 potássio alumínio sulfato, cálcio acetato, cálcio cloreto, cálcio nitreto, cálcio oxilato, cálcio sulfato, magnésio acetato, magnésio nitrato, magnésio sulfato, zinco acetato, zinco nitrato, zinco sulfato, zinco cloreto, zinco brometo, magnésio brometo, cobre cloreto, cobre sulfato ou combinações dos mesmos.

Em modalidades, o fator de agregação pode ser adicionado à mistura em  
30 uma temperatura que é abaixo da Tg da resina ou de um polímero.

O fator de agregação pode estar presente em uma quantidade de, por exemplo, de em torno de 0,15 partes por cem (pph) a em torno de 0,175 pph, de em torno de 0,155 a em torno de 0,17 pph, de em torno de 0,16 a em torno de 0,165 pph.

Em modalidades, um agente sequestrante ou agente quelante pode ser  
35 introduzido após agregação ser concluída para sequestrar ou extrair um íon

complexante metálico, tal como, alumínio a partir do processo de agregação. Assim, o agente sequestrante, quelante ou complexante usados após agregação ser concluída pode compreender um componente complexante orgânico, tal como, ácido etilenodiaminatetraacético (EDTA), gluconal, hidroxil-ácido 5 2,2'iminodisucínico (HIDS), ácido dicarboxilmetil glutâmico (GLDA), metil ácido glicidil diacético (MGDA), ácido hidroxidietiliminodiacético (HIDA), sódio gluconato, potássio citrato, sódio citrato, sal de nitrotriacetato, ácido húmico, ácido fúlvico; sais de EDTA, tais como, sais alcali metálicos de EDTA, ácido tartárico, ácido glucônico, oxalic ácido, poliacrilatos, açúcar acrilatos, ácido cítrico, ácido 10 poliaspárico, dietilenotriamina pentaacetato, 3-hidroxi-4-piridinona, dopamina, eucalipto, ácido iminodisucínico, etilenodiaminadisucinato, polisacarídeo, sódio etilenodinitrilotetraacetato, tiamina pirofosfato, farnesil pirofosfato, 2 aminoetilpirofosfato, ácido hidroxil etilideno-1,1-difosfônico, ácido aminotrimetilenofosfônico, ácido dietileno triaminapentametileno fosfônico, ácido 15 etilenodiamina tetrametileno fosfônico, e misturas dos mesmos.

Em modalidades, a partículas de toner podem ser misturadas com um ou mais de dióxido de silício ou sílica (SiO<sub>2</sub>). Sílica pode ser uma primeira sílica e uma segunda sílica. A primeira sílica pode possuir um tamanho de partícula primário médio, medido em diâmetro, no intervalo de, por exemplo, de em torno 20 de 10 nm a em torno de 18 nm, de em torno de 12 nm a em torno de 16 nm, de em torno de 13 nm a em torno de 15 nm. Uma segunda sílica pode ser usada, com um tamanho não maior do que aquele da primeira sílica. Uma sílica pode ser uma sílica pirogenada. Uma sílica pode ser tratada com um polímero para fixar uma desejada propriedade, tal como, hidrofobicidade, fluidez e assim por diante. 25 Assim, uma sílica pode ser revestida com um polímero siloxano, tal como, um polidimetilsiloxano. Tais sílicas revestidas para propriedades de ajuste de reologia são disponíveis comercialmente, tais como, TS-720 disponível de Cabot Corp. A quantidade total de sílica em uma partícula de toner, em uma base de peso, é de em torno de 0,9 % em peso a em torno de 2.5 % em peso, de em torno de 1 % 30 em peso a em torno de 2 % em peso, de em torno de 1.2 a em torno de 1.6 % em peso.

Magnésio esterato pode ser usado como um lubrificante. Cálcio esterato e zinco esterato podem prover funções similares. Um lubrificante pode possuir um tamanho de partícula primário médio no intervalo de, por exemplo, de em torno de 35 500 nm a em torno de 700 nm, de em torno de 500 nm a em torno de 600 nm, de em torno de 550 nm a em torno de 650 nm. Um lubrificante é usado, em uma

base de peso, em uma quantidade a partir de em torno de 0,05 % em peso a em torno de 0,5 % em peso, de em torno de 0,07 % em peso a em torno de 0,3 % em peso, de em torno de 0,09 a em torno de 0,2 % em peso, de em torno de 0,1 % em peso a em torno de 0,18 % em peso.

5 As partículas de toner podem ser preparadas por qualquer método dentro do alcance de um versado na técnica, por exemplo, qualquer dentre método de emulsão/agregação (E/A) pode ser usado com uma resina e o primeiro e segundo corantes como ensinado aqui. Qualquer método adequado de preparar partículas de toner pode ser usado, incluindo processo químico, tais como, suspensão e  
10 encapsulação; por métodos de granulação convencionais, tais como, moagem a jato; placas de peletização de material; outros processos mecânicos; quaisquer processos para produzir nanopartículas ou micropartículas; e assim por diante.

Em modalidades com relação a um processo E/A, uma resina pode ser dissolvida em um solvente, e pode ser misturada em um meio de emulsão, por  
15 exemplo, água, tal como, água deionizada, opcionalmente contendo um estabilizador, e opcionalmente um surfactante, por exemplo, em temperatura ambiente (RT). Exemplos de estabilizadores adequados incluem hidróxidos metálicos alcali solúveis em água, tais como, hidróxido de sódio, hidróxido de potássio, hidróxido de lítio, hidróxido de berílio, hidróxido de magnésio, hidróxido  
20 de cálcio ou hidróxido de bário; hidróxido de amônio; carbonatos alcali metálicos, tal como, sódio bicarbonato, lítio bicarbonato, potássio bicarbonato, lítio carbonato, potássio carbonato, sódio carbonato, berílio carbonato, magnésio carbonato, cálcio carbonato, bário carbonato ou célio carbonato; ou misturas dos mesmos. Quando um estabilizador é usado, o estabilizador pode estar presente  
25 em quantidades de a partir de em torno de 0,1 % a em torno de 5 %, de em torno de 0,5 % a em torno de 3 % em peso de resina. O estabilizador pode ser adicionado à mistura em temperatura ambiente, ou pode ser aquecido à temperatura da mistura antes da adição.

Seguindo-se de emulsificação, composições de toner podem ser  
30 preparadas por agregar uma mistura de uma resina, os primeiro e segundo corantes de interesse, a cera e quaisquer outros aditivos desejados em uma emulsão, opcionalmente, com surfactantes como descrito acima, e então opcionalmente coalescendo a mistura agregada. Uma mistura pode ser preparada por adicionar a cera ou outros materiais, que também podem estar,  
35 opcionalmente, em uma dispersão, incluindo um surfactante, à emulsão compreendendo uma resina e o primeiro e segundo corantes, que podem ser uma

mistura de duas ou mais emulsões contendo os reagentes requisitados para produzir toner. O pH da mistura formando partícula pode ser ajustado com um ácido, tal como, por exemplo, ácido acético, ácido nítrico ou os similares. Em modalidades, o pH da mistura pode ser ajustado a em torno de 2 a em torno de

5 4,5,

Seguindo-se preparação da mistura acima, com frequência, é desejável formar partículas maiores ou agregados, com frequência dimensionados em micrômetros, as partículas menores a partir da emulsão inicial, com frequência dimensionadas em nanômetros. Um fator de agregação pode ser adicionado à  
10 mistura. Fatores de agregação adequados incluem, por exemplo, soluções aquosas de um cátion divalente, um cátion multivalente ou um composto compreendendo o mesmo.

Para controlar agregação das partículas, o fator de agregação pode ser doado na mistura ao longo do tempo. Por exemplo, o fator pode ser adicionado de  
15 modo incrementado na mistura ao longo de um período de a partir de em torno de 5 min a em torno de 240 minutos, de em torno de 30 a em torno de 200 minutos.

Adição do fator de agregação também pode ser feita enquanto a mistura é mantida sob condições de agitação, tal como, de em torno de 50 rpm a em torno de 1,000 rpm, em modalidades, de em torno de 100 rpm a em torno de 500 rpm; e  
20 em uma temperatura que está abaixo da T<sub>g</sub> da resina ou polímero. O crescimento e formatação das partículas seguindo-se de adição do fator de agregação pode ser efetuado sob qualquer condição adequada(s).

As partículas podem ser permitidas a se agregar até um tamanho de partícula desejado predeterminado ser obtido, tal como, de em torno de 5,4 a em  
25 torno de 6,2  $\mu\text{m}$ , de em torno de 5,6 a em torno de 6  $\mu\text{m}$ , de em torno de 5,7 a em torno de 5,9  $\mu\text{m}$ . O tamanho de partícula pode ser monitorado durante o processo de crescimento. Por exemplo, amostras podem ser tomadas durante o processo de crescimento e analisadas, por exemplo, com um CONTADOR COULTER, para tamanho médio de partícula. A agregação pode, assim, proceder por manter a  
30 mistura, por exemplo, em temperatura elevada, ou elevando lentamente a temperatura e mantendo a mistura em tal temperatura por em torno de 0,5 hora a em torno de 6 horas, de em torno de que 1 hora a em torno de 5 horas, enquanto mantiver agitação, para prover as partículas agregadas desejadas. Uma vez que o tamanho de partícula desejado predeterminado é fixado, o processo de  
35 crescimento é interrompido.

Em modalidades, após agregação, mas antes da coalescência, um revestimento de resina pode ser aplicado a as partículas agregadas formando um invólucro sobre as mesmas. Qualquer resina descrita aqui ou como conhecida na técnica pode ser usada como o invólucro. Um invólucro sequestra cera, pigmento e assim por diante no toner e para longe da partícula de superfície do toner.

5

Uma resina de invólucro pode ser aplicada às partículas agregadas por qualquer método dentro do alcance d aquele versado na técnica. Em modalidades, as resinas usadas formar o invólucro podem estar em uma emulsão, opcionalmente incluindo qualquer surfactante descrito aqui. A emulsão tendo as resinas pode ser combinada com as partículas agregadas tal que o invólucro se forma ao longo das partículas agregadas.

10

A partícula de núcleo de invólucro pode possuir um tamanho de partir de em torno de 5 a em torno de 7  $\mu\text{m}$ , de em torno de 5,5 a em torno de 6,8  $\mu\text{m}$ , de em torno de 6 a em torno de 6,6  $\mu\text{m}$ .

15

Para parar o crescimento de partícula, se um invólucro está presente, após o invólucro ser formado, o pH da emulsão pode ser aumentado, por exemplo, a em torno de 7, a temperatura pode ser aumentada para acima da Tg, ou ambos. Por isso, o pH da mistura pode ser ajustado com base em um valor de a partir de em torno de 6 a em torno de 10, de em torno de 6,5 a em torno de 7,5, A base usada para parar crescimento de partícula de toner pode ser, por exemplo, um hidróxido alcali metálico, tal como, por exemplo, hidróxido de sódio, hidróxido de potássio, hidróxido de amônio, combinações dos mesmos e os similares. Em modalidades, EDTA pode ser adicionado para auxiliar o ajuste do pH ao valor desejado.

20

25

Seguindo-se de agregação a um tamanho desejado de partícula e aplicação de quaisquer invólucros opcionais, as partículas então são coalescidas a um formato final desejado, tal como, um formato circular, por exemplo, para corrigir irregularidades em formato e tamanho, a coalescência sendo atingida por aquecer a mistura a uma temperatura de em torno de 80 $^{\circ}$  C a em torno de 110 $^{\circ}$  C, de em torno de 87 $^{\circ}$  C a em torno de 100 $^{\circ}$  C, de em torno de 90 $^{\circ}$  C a em torno de 96 $^{\circ}$  C, e/ou reduzindo a agitação, por exemplo, a em torno de 1000 rpm a em torno de 100 rpm, de em torno de 800 rpm a em torno de 200 rpm. Coalescência pode ser conduzida ao longo de um período de em torno de 0,01 a em torno de 9 horas, de em torno de 0,1 a em torno de 4 horas. As partículas são coalescidas até as partículas atingirem uma circularidade, como medido com um dispositivo

30

35

5        Sysmex 3000, de a partir de em torno de 0,96 a em torno de 0,99, de em torno de 0,965 a em torno de 0,985, de em torno de 0,97 a em torno de 0,98.

5        Após agregação e/ou coalescência, a mistura pode ser resfriada a temperatura ambiente, tal como, de em torno de 20<sup>o</sup> C a em torno de 25<sup>o</sup> C. O resfriamento pode ser rápido ou lento, como desejado. Um método de resfriamento adequado pode incluir introduzir água fria a uma camisa em torno do reator. Após resfriamento, as partículas de toner opcionalmente podem ser lavadas com água e então secas. Secagem pode ser por qualquer método adequado, incluindo, por exemplo, secagem por congelamento.

10        Aditivos de superfície podem ser adicionados às composições de toner da presente divulgação, por exemplo, após lavagem ou secagem. Assim, um toner, sílica e lubrificante são combinados e mesclados, por exemplo, em um mesclador Henschel, sob condições, tais como, pelo menos em torno de 35 watt x hr/lb. /% sílica, para atingir distribuição de força de adesão aditiva (AAFD) de pelo menos em torno de 68% mantendo-se a 3000 joules, pelo menos em torno de 70%, pelo menos em torno de 72% mantendo-se a 3000 joules; de pelo menos em torno de 58% mantendo-se a 6000 joules, pelo menos em torno de 60%, pelo menos em torno de 62% mantendo-se a 6000 joules; de pelo menos em torno de 13% mantendo-se a 12000 joules, pelo menos em torno de 15%, pelo menos em torno de 17% mantendo-se a 12000 joules, praticando os materiais e métodos providos nas Patentes N<sup>o</sup>s, U.S. 6,508,104 e 6,598,466.

15        O brilho de um toner pode ser influenciado pela quantidade de íons metálicos retidos, tal como, Al<sup>3+</sup>, em uma partícula. A quantidade de íons metálicos retidos pode ser ajustada pela quantidade de fator de agregação ou flocculante compreendendo um íon metálico usado na agregação. O nível de brilho de um toner de interesse pode possuir um brilho, como medido por unidades de brilho de Gardner (ggu), de a partir de em torno de 10 ggu a em torno de 100 ggu, de em torno de 20 ggu a em torno de 95 ggu, de em torno de 30 ggu a em torno de 90 ggu.

20        O índice de fluidez (MFI) de um toner pode ser, usando um dispositivo Tinius Olsen a 130<sup>o</sup> C e uma carga aplicada de 5 kg de pelo menos em torno de 15 g/10 min, pelo menos em torno de 20 g/10 min, pelo menos em torno de 25 g/10 min. MFI como usado aqui inclui, por exemplo, o peso de um toner (em gramas) que passa através de um orifício de comprimento L e diâmetro D em um período de 10 minutos com uma carga aplicada específica. Uma Unidade MFI de 1, assim, indica que somente 1 grama do toner passou através do orifício sob as

condições específicas em tempo de 10 minutos. "Unidade MFIs," como usado aqui, assim, se refere a unidades de gramas por 10 minutos.

5 Outras características das partículas de toner podem ser determinadas por quaisquer técnica e aparelhos adequados. O diâmetro de partícula médio em volume e desvio padrão geométrico pode ser medido usando um instrumento, tal como, um Beckman Coulter MULTISIZER 3, operado de acordo com as instruções do fabricante.

10 Compressibilidade de um toner de interesse, como determinado usando materiais e métodos conhecidos, tal como, usando um reômetro em pós Freeman FT4, pode ser de em torno de 5% a em torno de 11% a 10 kPa, de em torno de 6% a em torno de 10%, de em torno de 7% a em torno de 9% a 10 kPa.

15 Uma característica desejável de um toner é liberação suficiente da imagem do papel a partir do rolo fusor. Assim, uma característica do toner para aplicações de fusão de contato é que a latitude de fusão, que é a diferença de temperatura entre a temperatura de fixação mínima (MFT) e a temperatura do offset quente, deve ser de em torno de 50° C a em torno de 100° C, de em torno de 75° C a em torno de 100° C, de em torno de 80° C a em torno de 100° C e de em torno de 90° C a em torno de 95° C.

20 Para a avaliação de partículas de toner, por exemplo, nos exemplos que se seguem, a carga principal pode ser medida por condicionar o toner em uma Tc específica (toner concentração, por exemplo, 8%) em ambos a zona-A e a zona-C ao longo da noite, seguido por avaliação de carga tanto após 2 min ou 60 min de mistura em um misturador Turbula. Sensibilidade à umidade é uma propriedade de carga importante para toners EA. O desempenho de carga pode ser testado em duas câmaras, um é uma zona de umidade baixa (conhecida como a zona-C), enquanto outra é uma zona de umidade alta (conhecida como a zona-A). A  
25 quantia de carga é um valor medido através de análise de imagem de processo de espectrografia de carga (CSG). Proporções diâmetro-carga (q/d) do toner na zona-C e zona-A, tipicamente com uma unidade de femtocoulombs/(mm), podem ser medidas em um espectógrafo de carga padrão conhecido.  
30

Toners da divulgação iminente também podem possuir uma carga de toner principal por proporção de massa (q/m) de a partir de em torno de -5  $\mu\text{C/g}$  a em torno de -90  $\mu\text{C/g}$ , e uma carga de toner final após mescla de aditivos de superfície de a partir de em torno de -15  $\mu\text{C/g}$  a em torno de 80  $\mu\text{C/g}$ .

35 Os toners podem ser usados para processos eletroestratográficos ou eletrofotográficos. Em modalidades, qualquer tipo conhecido de sistema de

desenvolvimento de imagem pode ser usado em um dispositivo de desenvolvimento de imagem, incluindo, por exemplo, desenvolvimento de escova magnética, desenvolvimento de componente único de saltos, desenvolvimento de híbrido sem limpeza (HSD) e os similares. Aqueles e similares sistemas de desenvolvimento estão dentro do alcance daqueles versados na técnica.

Os seguintes exemplos ilustram modalidades da divulgação iminente. Partes e percentagens são em peso, ao menos que, indicado de outro modo. Como usado aqui, RT se refere a uma temperatura de a partir de em torno de 20° C a em torno de 30° C.

Uma partícula preta E/A foi feita por homogeneizar uma resina estireno butilacrilato com duas dispersões de pigmento, negro de carbono (3-7 % em peso) e ciano 15,3 (0,5-1.5 % em peso), uma dispersão de cera de parafina (4-12 % em peso) bem como cloreto de polialumínio (PAC) (0,12-0,18 pph) em temperatura ambiente. A mistura foi então aquecida à temperatura ligeiramente abaixo da Tg da resina (54° C) enquanto em mistura, para habilitar crescimento de partícula a 5,8 µm. Um invólucro foi então adicionado usando a mesma resina e incubação continuada até as partículas atingirem 6,4 µm. Para evitar crescimento adicional da partícula, solução de hidróxido de sódio foi adicionada e a temperatura no reator foi aumentada acima da Tg da resina. As partículas são então coalescidas a 94° C até uma circularidade de 0,975 ser obtida (como medido por Sysmex 3000). Partículas foram peneiradas úmidas, lavadas por filtração três vezes e secas. As partículas resultantes foram então mescladas com sílica TS-720 (Cabot) (1.3-1.65 % em peso) e magnésio esterato (0,1-0,5 % em peso) para produzir toner.

Tal fórmula básica foi praticada e reagentes e condições variaram como notado acima, e com o remanescente de cada formulação feita até 100% com resina para determinar quando desempenho de fusão e outros parâmetros de interesse foram maximizados. Por exemplo, condições de mescla de toner com sílica e lubrificante foram otimizadas para habilitar uma distribuição de força de adesão aditiva (AAFD) que foi pelo menos 68% mantendo-se a 3k joules, pelo menos 58% mantendo-se a 6k joules e pelo menos 13% mantendo-se a 12k joules (ver Tabela 1). Como notado a partir da data de Tabela 1, todos os daqueles valores de linha de base foram excedidos em muito. O conteúdo de aditivo foi selecionado para minimizar compressibilidade usando um reômetro Freeman FT4 (ver Tabela 2). O brilho do toner do experimento foi em um nível

aceitável, ver Tabela 3. PAC e quantidades de cera foram variadas para otimizar MFI para fusão e AAFD.

Tabela 1. Comparação de AAFD de controle toner preto do experimento

<b>Força de adesão aditiva do aditivo de toner</b>			
<b>Toner</b>	<b>3KJ</b>	<b>6KJ</b>	<b>12KJ</b>
<b>Controle de Preto</b>	78,7	72,9	53,9
<b>Preto do experimento</b>	89,1	83	70,7

Tabela 2. Comparação de compressibilidade de controle e toner preto do experimento

5

<b>Compressibilidade do Toner</b>		
<b>Toner</b>	<b>%</b>	<b>SD</b>
<b>Controle de Preto</b>	7,7	0,02
<b>Preto do experimento</b>	7,21	0,03

Tabela 3. Comparação de brilho de controle de preto e toner preto do experimento

<b>Brilho do toner (72 Graus)</b>	
<b>Toner</b>	<b>ggu</b>
<b>Controle de Preto</b>	20
<b>Preto do experimento</b>	25

Por isso, final tamanho de partícula, formato de partícula final e MFI foram maximizados usando resinas de tamanho, quantidade e Tg de interesse, ceras de ponto de fusão baixo de parafina em quantidades de interesse, juntamente com quantidades e tipos de sílica e lubrificantes de interesse como aditivos de superfície, aplicados como ensinado aqui.

10

## REIVINDICAÇÕES

1. Toner preto **caracterizado** pelo fato de que compreende uma resina de estireno/acrilato, um surfactante opcional, uma cera, um invólucro, um corante preto, um corante ciano, e sobre a superfície de dito toner uma sílica de em torno de 10 nm a em torno de 18 nm em tamanho, com uma distribuição de força adesiva de pelo menos em torno de 68% mantendo-se a 3000 joules, e um lubrificante.  
5
2. Toner, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pelo fato de que dito corante preto esta em uma quantidade de a partir de em torno de 4% a em torno de 8% em peso de toner.  
10
3. Toner, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pelo fato de que dito corante ciano esta em uma quantidade de a partir de em torno de 0,5% a em torno de 3% em peso de toner.
4. Toner, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pelo fato de que dita cera compreende um ponto de fusão de a partir de em torno de 60° C a em torno de 90° C  
15
5. Toner, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pelo fato de que dita cera esta em uma quantidade a partir de em torno de 2% a em torno de 12% em peso de toner.
6. Toner, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pelo fato de que dito lubrificante esta em uma quantidade a partir de em torno de 0,05% a em torno de 0,5% em peso de toner.  
20
7. Toner, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pelo fato de que dita sílica esta em uma quantidade a partir de em torno de 0,9% a em torno de 2,5% em peso de toner.  
25
8. Toner, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pelo fato de que compreende um índice de fluidez de pelo menos em torno de 15g/10min.
9. Toner, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pelo fato de que compreende uma compressibilidade de a partir de em torno de 5% a em torno de 11% a 10 kPa.  
30
10. Toner, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pelo fato de que compreende uma distribuição de força de adesão aditiva de pelo menos em torno de 58% mantendo-se a 6000 joules, pelo menos em torno de 13% mantendo-se a 12000 joules ou ambos.

RESUMO  
**TONER PRETO**

A presente divulgação descreve um toner de componente preto único com desejável desempenho de fusão.