



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

**(11) BR 112014023551-1 B1**



**(22) Data do Depósito: 14/03/2013**

**(45) Data de Concessão: 23/08/2022**

---

**(54) Título:** MÉTODO PARA PRODUZIR PARTÍCULAS, TONER, REVELADOR, E APARELHO DE FORMAÇÃO DE IMAGEM

**(51) Int.Cl.:** G03G 9/087; B01J 2/02; C08J 3/12.

**(30) Prioridade Unionista:** 26/03/2012 JP 2012-069361.

**(73) Titular(es):** RICOH COMPANY, LTD..

**(72) Inventor(es):** CHIAKI TANAKA; KEIKO OSAKA.

**(86) Pedido PCT:** PCT JP2013058198 de 14/03/2013

**(87) Publicação PCT:** WO 2013/146558 de 03/10/2013

**(85) Data do Início da Fase Nacional:** 23/09/2014

**(57) Resumo:** MÉTODO PARA PRODUZIR PARTÍCULAS, TONER, REVELADOR, E APARELHO DE FORMAÇÃO DE IMAGEM. Para fornecer um método para produzir partículas, que contém: colocar um primeiro fluido compressivo e matérias primas contendo um material plástico de pressão em contato entre si para fundir o material plástico de pressão; e jatear um material fundido obtido por fundir o material plástico de pressão, com o fornecimento de um segundo fluido compressivo contendo nitrogênio ao material fundido, para desse modo formar partículas.

Relatório Descritivo da Patente de Invenção para: **"MÉTODO PARA PRODUZIR PARTÍCULAS, TONER, REVELADOR, E APARELHO DE FORMAÇÃO DE IMAGEM"**.

CAMPO TÉCNICO

[0001] A presente invenção se refere a um método para produzir partículas, um toner e um aparelho de formação de imagem.

ANTECEDENTES DA TÉCNICA

[0002] Convencionalmente, vários produtos no formato de partículas são produzidos por processar resinas dependendo das propriedades das mesmas. Por exemplo, é revelado um método para produzir um toner como um exemplo de partículas, no qual uma composição incluindo uma resina e aditivo é fundida e amassada, seguido por resfriamento, solidificação, pulverização e classificação (vide PTL 1). No caso onde um toner é produzido pelo método acima mencionado, entretanto, pó fino gerado por pulverização é misturado no toner, e, portanto propriedades básicas do toner, como propriedades de carga, capacidade de fixação e estabilidade de armazenagem resistente a calor, são prejudicadas.

[0003] Com relação a um método para produzir um toner sem pulverizar uma resina ou similar, é revelado um método para emulsificar e dispersar uma solução de resina corante (vide PTL 2). De acordo com esse método, uma solução de resina corante contendo uma resina baseada em poliéster, uma

substância corante e um solvente orgânico insolúvel em água é emulsificada e dispersa em água para formar uma emulsão O/W, seguido por remoção do solvente orgânico para partículas de resina de cor, que são então agregadas para produzir partículas de toner. No caso onde um toner é produzido nesse método, entretanto, há um problema em que uma carga grande é aplicada ao ambiente quando o solvente orgânico é utilizado.

[0004] Com relação a um método para produzir um toner sem utilizar um solvente orgânico, é revelado um método utilizando dióxido de carbono líquido (vide PTL 3). De acordo com esse método, um material fundido de resina de poliéster e dióxido de carbono líquido são misturados por um misturador estático, e a mistura obtida é descarregada a partir bocal fornecido em uma borda do misturador estático na atmosfera tendo a temperatura de 20°C sob a pressão atmosférica para expandir a mistura devido à redução na pressão, para desse modo produzir um toner.

Lista de citação

Literatura de patente

[0005] PTL 1: patente japonesa (JP-B) no. 2677685

[0006] PTL 2: pedido de patente japonesa em aberto (JP-A) no. 10-20552

[0007] PTL 3: JP-B no. 4113452

Sumário da invenção

Problema técnico

[0008] No caso onde um material fundido, que é uma mistura obtida por misturar o material fundido de resina e o dióxido de carbono líquido, é jateado a partir de um bocal, o material fundido descarregado é rapidamente resfriado. Como resultado, o material fundido é solidificado no estado fibroso ou coesivo antes de se formar em partículas, e, portanto um rendimento de partículas é baixo devido à formação de produtos fibrosos ou similares.

[0009] A presente invenção tem como objetivo resolver os vários problemas acima mencionados na técnica e obter o objetivo a seguir. Um objetivo da presente invenção é fornecer um método para produzir partículas, que evita que o material fundido seja solidificado no estado antes de ser formado em partículas e melhora rendimento de partículas.

#### Solução para o problema

[00010] Os meios para resolver os problemas acima mencionados são como a seguir:

[00011] Um método para produzir partículas, contendo:

[00012] Colocar um primeiro fluido compressivo e matérias-primas contendo um material plástico de pressão em contato entre si para fundir o material plástico de pressão;  
e

[00013] Jatear de um material fundido obtido por fundir o material plástico de pressão, com fornecimento de um

segundo fluido compressivo contendo nitrogênio para o material fundido, para desse modo formar partículas.

#### Efeitos vantajosos da invenção

[00014] Como explicado acima, no método para produzir partículas da presente invenção, o material fundido é jateado com o fornecimento do segundo fluido compressivo contendo nitrogênio. Uma vez que o segundo fluido compressivo contendo nitrogênio, diminuição em temperatura devido ao efeito Joule-Thomson, que é causado juntamente com a alteração na pressão à medida que o material fundido é jateado, é suprimida. Como resultado, solidificação do material fundido jateado antes da formação em partículas pode ser inibida, e, portanto um rendimento de partículas pode ser aperfeiçoado.

[00015] A presente invenção pode resolver os vários problemas acima mencionados na técnica e pode fornecer um método para produzir partículas, que evita que o material fundido seja solidificado no estado antes de ser formado em partículas e melhora um rendimento de partículas.

#### Breve descrição dos desenhos

[00016] A figura 1 é um gráfico ilustrando uma relação entre temperatura de transição vítrea (eixo vertical) de um material plástico de pressão e pressão (eixo horizontal).

[00017] A figura 2 é um diagrama de fase geral mostrando o estado de uma variação de substância dependendo das condições de temperatura e pressão.

[00018] A figura 3 é um diagrama de fase que define um fluido compressivo.

[00019] A figura 4 é um diagrama esquemático ilustrando um exemplo de um aparelho para produzir partículas.

[00020] A figura 5 é um diagrama esquemático ilustrando um exemplo do aparelho de formação de imagem da presente invenção.

[00021] A figura 6 é um diagrama esquemático ilustrando um exemplo de um aparelho para produzir partículas.

Descrição das modalidades

Método para produzir partículas

[00022] O método para produzir partículas da presente invenção contém uma etapa de fusão e uma etapa de formação de partículas e pode conter ainda outras etapas, se necessário.

Etapa de fusão

[00023] A etapa de fusão é colocar um primeiro fluido compressivo e matérias-primas contendo um material plástico de pressão em contato entre si para fundir o material plástico de pressão.

[00024] Na etapa de fusão, o material plástico de pressão, que foi plastificado antecipadamente por aquecimento, é preferivelmente colocado em contato com o primeiro fluido compressivo.

#### Etapa de formação de partícula

[00025] A etapa de formação de partícula é jatear um material fundido obtido por fundir o material plástico de pressão com fornecimento de um segundo fluido compressivo contendo nitrogênio ao material fundido.

[00026] Na etapa de fusão, o primeiro fluido compressivo e o material plástico de pressão são preferivelmente continuamente colocados em contato entre si sem utilizar um misturador estático.

[00027] Além disso, uma modalidade preferível do método para produzir partículas é que o primeiro fluido compressivo e o material plástico de pressão são continuamente colocados em contato entre si na etapa de fusão, e o material fundido é continuamente jateado para formar continuamente partículas na etapa de formação de partícula.

[00028] Observe que, no presente relatório descritivo, o "fundido" ou "fusão" significa um estado de matérias-primas, como um material plástico de pressão, que as matérias-primas são plastificadas, e liquefeitas com intumescimento por colocar as matérias-primas em contato com o fluido compressivo.

#### Matérias-primas

[00029] Primeiramente, matérias-primas, como um material plástico de pressão, para uso no método para

produzir partículas da presente invenção será explicado. As matérias-primas são matérias das quais partículas são produzidas, e significam matérias que serão componentes constitucionais de partículas.

[00030] As matérias-primas contêm pelo menos um material plástico de pressão, e podem conter ainda outras matérias-primas.

#### Material plástico de pressão

[00031] O material plástico de pressão é explicado a seguir, com referência à figura 1. A figura 1 é um gráfico representando a relação entre a temperatura de transição vítrea (eixo vertical) do material plástico de pressão e pressão (eixo horizontal). No presente relatório descritivo, o material plástico de pressão é um material tendo uma característica que a temperatura de transição vítrea ( $T_g$ ) do mesmo reduz à medida que a pressão é aplicada. Especificamente, o material plástico de pressão é um material que é plastificado após aplicação de pressão sem aplicação de calor. Por exemplo, o material plástico de pressão é plastificado em temperatura mais baixa do que a temperatura de transição vítrea do material plástico de pressão como medido por pressão atmosférica, após a pressão ser aplicada ao material plástico de pressão por colocar o material plástico de pressão em contato com um fluido compressivo.

[00032] A figura 1 representa a relação entre temperatura de transição vítrea (eixo vertical) de poliestireno, como exemplo do material plástico de pressão e pressão (eixo horizontal) na presença de dióxido de carbono. Como ilustrado na figura 1, há uma correlação entre a temperatura de transição vítrea do poliestireno e pressão e o gráfico mostra gradiente negativo. O material cujo gradiente da alteração na temperatura de transição vítrea em relação à pressão aplicada é negativo, como o caso de poliestireno, é um material plástico de pressão.

[00033] O gradiente varia dependendo do tipo, composição e peso molecular do material plástico de pressão. Por exemplo, quando o material plástico de pressão é poliestireno, o gradiente é  $-9^{\circ}\text{C}/\text{Mpa}$ ; quando o material plástico de pressão é uma resina de acril-estireno, o gradiente é  $-9^{\circ}\text{C}/\text{Mpa}$ ; quando o material plástico de pressão é uma resina de poliéster não cristalina, o gradiente é  $-8^{\circ}\text{C}/\text{Mpa}$ ; quando o material plástico de pressão é poliéster cristalino, o gradiente  $-2^{\circ}\text{C}/\text{Mpa}$ ; quando o material plástico de pressão é uma resina de poliol, o gradiente é  $-8^{\circ}\text{C}/\text{Mpa}$ ; quando o material plástico de pressão é uma resina de uretano, o gradiente é  $-7^{\circ}\text{C}/\text{Mpa}$ ; quando o material plástico de pressão é uma resina de poliarilato, o gradiente é  $-11^{\circ}\text{C}/\text{Mpa}$ ; e quando a resina de plástico de pressão é uma resina de policarbonato, o gradiente é  $-10^{\circ}\text{C}/\text{Mpa}$ .

[00034] Observe que, o gradiente pode ser determinado com base no seguinte modo. Especificamente, a temperatura de transição vítrea do material plástico de pressão é medida por meio de calorímetro de pressão elevada C-80, fabricado por SETARAM Instrumentation com pressão variável aplicada e o gradiente é determinado com base nos resultados a partir da medição. Na medição acima, uma amostra é ajustada em uma célula de medição de pressão elevada, a célula é então purgada com dióxido de carbono, seguido por aplicação de pressão para fornecer a pressão predeterminada para medir temperatura de transição vítrea da amostra. Além disso, o gradiente pode ser determinado com base na variação da temperatura de transição vítrea quando a pressão é mudada de pressão atmosférica (0.1 Mpa) para 10 Mpa.

[00035] O gradiente da alteração na temperatura de transição vítrea do material plástico de pressão em relação à pressão aplicada ao material plástico de pressão é apropriadamente selecionado dependendo da finalidade pretendida sem nenhuma limitação, porém é preferivelmente  $-1^{\circ}\text{C}/\text{MPa}$  ou menos, mais preferivelmente  $-5^{\circ}\text{C}/\text{Mpa}$  ou menos e ainda mais preferivelmente  $-10^{\circ}\text{C}/\text{Mpa}$  ou menos. Observe que não há limite inferior para o gradiente. Quando o gradiente é maior que  $-1^{\circ}\text{C}/\text{Mpa}$ , plastificação é suficiente com aplicação de pressão sem aplicar calor, que não pode tornar o material fundido viscoso baixo e, portanto pode ser difícil formar

partículas. Além disso, a viscosidade do material plástico de pressão na pressão de 30 Mpa ou mais baixa é preferivelmente 500 mPa.s ou mais baixa, mais preferivelmente 20 mPa.s ou mais baixa. Observe que a viscosidade do material plástico de pressão pode ser ajustada para 500 mPa.s ou mais baixa na pressão de 30 Mpa ou mais baixa, por aplicar o calor tendo temperatura igual ou mais baixa do que o ponto de fusão ao material plástico de pressão sob a pressão atmosférica.

[00036] O material plástico de pressão é apropriadamente selecionado dependendo da finalidade pretendida sem nenhuma limitação e exemplos do mesmo incluem uma resina de poliéster, uma resina de vinil, uma resina de uretano, uma resina de polioliol, uma resina de poliamida, uma resina de epóxi, breu, breu modificado, uma resina de terpeno, uma resina de fenol, uma resina de hidrocarboneto alifático ou alicíclico, uma resina de petróleo aromático, parafina clorada, cera de parafina, polietileno e polipropileno. Entre eles, a resina de poliéster é preferivelmente em vista de que quando as partículas são partículas de toner, é útil como uma resina aglutinante do toner. Esses podem ser utilizados individualmente ou em combinação.

[00037] A resina de poliéster é apropriadamente selecionada dependendo da finalidade pretendida sem nenhuma limitação e exemplos da mesma incluem poliéster modificado,

poliéster não modificado, poliéster não cristalino e poliéster cristalino.

[00038] Com relação à resina de poliol, uma resina de poliol poliéter tendo um esqueleto de epóxi é utilizada, e é preferida uma resina de poliol obtida através de uma reação de (i) uma resina de epóxi, (ii) um aducto de óxido de alquilenos de fenol bivalente, ou éter de glicidil do mesmo, e (iii) um composto tendo um hidrogênio ativo reativo com um grupo de epóxi.

[00039] A resina de vinil é apropriadamente selecionada dependendo da finalidade pretendida sem nenhuma limitação. Os exemplos da mesma incluem: estireno e um polímero de um produto substituído do mesmo, como poliestireno, poli(p-cloroestireno) e polivinil tolueno; um copolímero baseado em estireno, como um copolímero de estireno-p-cloroestireno, um copolímero de estireno-propileno, um copolímero de estireno-vinil tolueno, um copolímero de estireno-vinil naftaleno, um copolímero de estireno-acrilato de metila, um copolímero de acrilato de etila-estireno, um copolímero de acrilato de butila-estireno, um copolímero de acrilato de octila-estireno, um copolímero de metacrilato de metila-estireno, um copolímero de metacrilato de etila-estireno, um copolímero de metacrilato de butila-estireno, um copolímero de metacrilato de clorometil- $\alpha$ -estireno, um copolímero de estireno-

acrilonitrila, um copolímero de estireno-vinil metil cetona, um copolímero de estireno-butadieno, um copolímero de estireno-isopreno, um copolímero de estireno-acrilonitrila-indeno, um copolímero de estireno-ácido maleico, e um copolímero de éster de ácido maleico-estireno; e um polímero de um monômero (por exemplo, metacrilato de polimetil, metacrilato de polibutil, cloreto de polivinil, acetato de polivinil, propionato de vinil (met)acrilamida, vinil metil éter, vinil etil éter, vinil isobutil éter, vinil metil cetona, N-vinil pirrolidona, N-vinil piridina, e butadieno), um copolímero incluindo dois ou mais desses monômeros ou uma mistura dos mesmos.

#### Outras matérias-primas

[00040] No método da presente invenção, diferente do material plástico de pressão acima mencionado, outras matérias-primas podem ser utilizadas em combinação dependendo das propriedades desejadas ou capacidade de processamento de partículas a serem produzidas.

[00041] No caso onde as partículas a serem produzidas pelo método da presente invenção são um toner, matérias-primas para toner (podem ser mencionados como "matérias-primas de toner" a seguir) são utilizados como as matérias-primas. Nesse caso, outras matérias-primas incluem, por exemplo, uma substância corante, um tensoativo, um

dispersante, um agente de liberação, um agente de controle de carga e poliéster cristalino.

#### Substância corante

[00042] A substância corante não é particularmente limitada e pode ser apropriadamente selecionada de corantes e pigmentos conhecidos dependendo da finalidade pretendida. Uma quantidade da substância corante é apropriadamente selecionada dependendo do grau de coloração pretendido, porém é preferivelmente 1 parte em massa a 50 partes em massa, em relação a 100 partes em massa do material plástico de pressão. A substância corante pode ser utilizada individualmente ou em combinação.

[00043] Os exemplos do pigmento incluem negros de fumo, corantes de nigrosine, negro de ferro, Naftol Amarelo S, Hansa Amarelo (10G, 5G, G), amarelo de cádmio, óxido de ferro amarelo, ocre amarelo, amarelo cromo, Titan Amarelo, Polyazo Amarelo, Oil Amarelo, Hansa Amarelo (GR, A, RN, R), Pigmento Amarelo L, Benzidina Amarelo (G, GR), Permanent Amarelo (NCG), Vulcan Fast Amarelo (5G, R), Tartrazina Lake, Quinolina Amarelo Lake, antraceno amarelo BGL, isoindolinona amarelo, colcothar, óxido de chumbo vermelho, vermelho chumbo, vermelho cádmio, vermelho mercúrio de cádmio, vermelho antimônio, Permanent vermelho 4R, Para Vermelho, Fiser Vermelho, paracloroortonitroanilina Vermelho, Lithol Fast Scarlet G, Brilliant Fast Scarlet, Brilliant Carmine BS,

Permanent vermelho (F2R, F4R, FRL, FRL, F4RH), Fast Scarlet VD, Vulcan Fast Rubine B, Brilliant Scarlet G, Lithol Rubine GX, Permanent vermelho F5R, Brilliant Carmine 6B, Pigmento Scarlet 3B, Bordeaux 5B, Toluidina Maroon, Permanent Bordeaux F2K, Helio bordeaux BL, bordeaux 10B, BON maroon claro, BON maroon médio, eosina lake, rodamina lake B, rodamina lake Y, alizarina lake, tioindigo vermelho B, thioindigo maroon, Vermelho óleo, quinacridona Vermelho, pirazolona Vermelho, polyazo Vermelho, chrome vermilion, benzidina laranja, perinone laranja, oil laranja, cobalt azul, cerulean azul, alkali azul lake, peacock azul lake, victoria azul lake, azul de ftalocianina isento de metal, azul de ftalocianina, fast sky azul, indantreno azul (RS, BC), indigo, azul ultramarino, azul de fero, antraquinona azul, fast violet B, metil violet lake, roxo cobalto, violeta manganês, dioxane violeta, antraquinona violeta, verde cromo, verde zinco, óxido de cromo, viridian verde, verde esmeralda, verde de pigmento B, naftol verde B, verde gold, acid verde lake, malachite verde lake, verde de ftalocianina, antraquinona verde, óxido de titânio, zinc flower, lithopone, e similares. Esses podem ser utilizados individualmente ou em combinação.

[00044] Os exemplos do corante incluem C.I. SOLVENTE AMARELO (6, 9, 17, 31, 35, 100, 102, 103, 105), C.I. SOLVENTE LARANJA (2, 7, 13, 14, 66), C.I. SOLVENTE vermelho (5, 16, 17, 18, 19, 22, 23, 143, 145, 146, 149, 150, 151, 157, 158),

C.I. SOLVENTE VIOLETA (31, 32, 33, 37), C.I. SOLVENTE AZUL (22, 63, 78, 83 a 86, 191, 194, 195, 104), C.I. SOLVENTE VERDE (24, 25), e C. I. SOLVENTE MARROM (3, 9). Além disso, exemplos de um produto comercial do corante incluem: corantes Aizen SOT como Amarelo-1, 3, 4, Laranja-1, 2, 3, Scarlet-1, Vermelho-1, 2, 3, Marrom-2, Azul-1,2, Violeta-1, Verde-1, 2, 3, e Preto-1, 4, 6, 8 (fabricado por Hodogaya Chemical Co., Ltd.); corantes Sudan como Amarelo-146, 150, Laranja-220, Vermelho-290, 380, 460, e Azul-670 (fabricado por BASF); Diaresin Amarelo-3G, F, H2G, HG, HC, HL, Diaresin Laranja-HS, G, Diaresin Red-GG, S, HS, A, K, H5B, Diaresin Violet-D, Diaresin Azul-J, G, N, K, P, H3G, 4G, Diaresin Verde-C, e Diaresin Brown-A (fabricado por Mitsubishi Chemical Industries. Ltd.); Oil Color Amarelo-3G, GG-S, #105, Oil Color Laranja-PS, PR, #201, Oil Color Scarlet-#308, Oil Color Red-5B, Oil Color Brown-GR, #416, Oil Color Verde-BG, #502, Oil Color Azul-BOS, IIN, e Oil Color Black-HBB, #803, EB, EX (fabricado por Orient Chemical Industries, Ltd.); Sumiplast Azul-GP, OR, Sumiplast Red-FB, 3B, e Sumiplast Amarelo FL7G, GC (fabricado por Sumitomo Chemical Co., Ltd.); e Kayaron Polyester Black EX-SF300, Kayaset Red-B, e Kayaset Azul-A-2R (fabricado por Nippon Kayaku Co., Ltd).

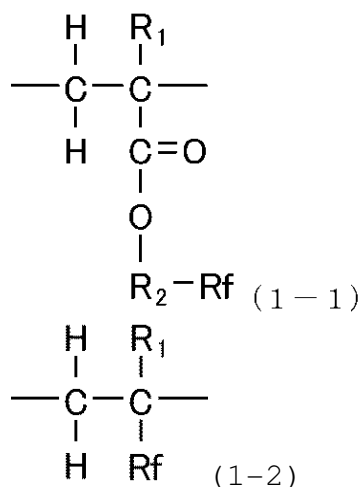
Tensoativo

[00045] No caso onde as partículas produzidas pelo método da presente invenção são um toner, as matérias-primas

contêm preferivelmente um tensoativo. O tensoativo é apropriadamente selecionado dependendo da finalidade pretendida sem nenhuma limitação, com a condição de que contenha, em um molecular do mesmo, um sítio tendo afinidade ao fluido compressivo, e um sítio tendo afinidade ao toner.

[00046] No caso onde o primeiro fluido compressivo é dióxido de carbono, o tensoativo é preferivelmente um fluorotensoativo, um tensoativo de silicone, ou um composto incluindo um grupo tendo uma afinidade a dióxido de carbono, como um composto tendo um grupo funcional volumoso (por exemplo, um grupo de carbonila, um grupo de hidrocarboneto de cadeia curta e um grupo de oxido de propileno). Entre eles, são preferidos um fluorotensoativo, um tensoativo de silicone, um composto contendo grupo de carbonila e um composto contendo grupo de polietileno glicol (PEG). Esses tensoativos podem ser oligômeros ou polímeros.

[00047] Com relação a fluorotensoativo, um composto tendo um grupo de perfluoroalquila C1-C30 é preferivelmente utilizado. Entre eles, um fluorotensoativo com peso molecular elevado é preferível, visto que tem excelentes propriedades de ativação superficial e excelente capacidade de carga e durabilidade como contido em um toner. Aqui, exemplos de unidades estruturais do fluorotensoativo são representados com as seguintes fórmulas (1-1) e (1-2).



[00048] Nas fórmulas (1-1) e (1-2), R é um átomo de hidrogênio ou um grupo de alquila inferior C1-C4 (por exemplo, um grupo de metila, um grupo de etila, um grupo de propila, um grupo de isopropila, um grupo de n-butila, um grupo de sec-butila e um grupo de terc-butila).

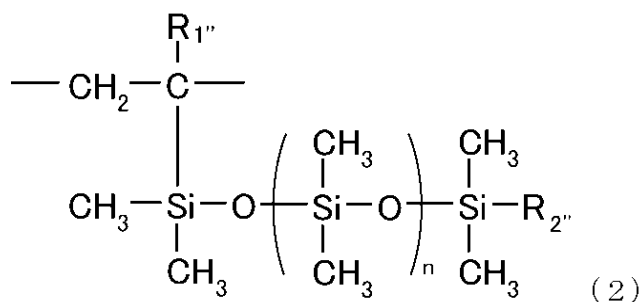
[00049] Na fórmula (1-1), R<sub>2</sub> é um grupo de alquilenos (por exemplo, um grupo de metileno, um grupo de etileno, um grupo de propileno, um grupo de isopreno, um grupo de 2-hidroxi propileno, um grupo de butileno e um grupo de 2-hidroxi butileno).

[00050] Nas fórmulas (1-1) e (1-2), R<sub>f</sub> é um grupo de perfluoroalquila C1-C30 ou grupo de perfluoroalquenila.

[00051] Entre eles, a modalidade preferível é um fluorotensioativo onde R<sub>1</sub> é um átomo de hidrogênio ou um grupo de metila, R<sub>2</sub> é um grupo de metileno ou um grupo de etileno, e R<sub>f</sub> é um grupo de perfluoroalquila C7-C10. Observe que, uma pluralidade de cada unidade estrutural das fórmulas (1-1) e (1-2) são ligadas entre si para formar um oligômero ou

polímero. Em vista de uma afinidade com as partículas (um toner), um homopolímero, um copolímero de bloco ou um copolímero aleatório pode ser formado. Cada terminal dos oligômeros ou polímero é apropriadamente selecionado dependendo da finalidade pretendida sem nenhuma limitação, porém é preferivelmente um átomo de hidrogênio.

[00052] O tensoativo de silicone não é particularmente limitado, desde que seja um composto tendo uma ligação de siloxano, e pode ser um composto de peso molecular baixo ou um composto de peso molecular elevado. Entre eles, é preferido um composto tendo um grupo de polidimetil siloxano (PDMS) representado pela seguinte fórmula estrutural (2). Observe que o tensoativo de silicone pode ser um homopolímero, um copolímero de bloco, ou um copolímero aleatório, em vista de uma afinidade com um toner.



[00053] Na fórmula (2), R<sub>1''</sub> é um átomo de hidrogênio, ou um grupo de alquila inferior C1-C4; n representa um número para repetição; e R<sub>2''</sub> é um átomo de hidrogênio, um grupo de hidroxila ou um grupo de alquila C1-C10.

[00054] O composto contendo grupo de carbonila é apropriadamente selecionado dependendo da finalidade

pretendida sem nenhuma limitação, e exemplos do mesmo incluem poliéster alifático, poliacrilato e uma resina de ácido acrílico.

[00055] O composto contendo grupo de polietileno glicol (PEG) é apropriadamente selecionado dependendo da finalidade pretendida sem nenhuma limitação e exemplos do mesmo incluem poliacrilato contendo grupo PEG e uma resina de polietileno glicol.

[00056] Esses tensoativos podem ser obtidos através da polimerização de um monômero de vinil (por exemplo, um monômero de vinil contendo grupo Rf, um monômero de vinil contendo grupo PDMS, um monômero de vinil contendo grupo PEG) ou através da copolimerização de quaisquer desses monômeros de vinil com outro monômero de vinil. Os exemplos do monômero de vinil incluem um monômero de estireno, um monômero de acrilato e um monômero de metacrilato. Esses monômeros de vinil são comercialmente prontamente disponíveis e o monômero de vinil é apropriadamente selecionado a partir desses produtos comerciais dependendo da finalidade pretendida. Além disso, como o tensoativo, um composto no qual um grupo Rf, grupo PDMS, ou grupo PEG forma uma cadeia principal de um oligômero ou polímero, e um grupo COOH, grupo OH, grupo amina, ou esqueleto de pirrolidona é introduzido em uma cadeia lateral do mesmo pode ser utilizado.

[00057] O tensoativo contendo grupo de flúor é sintetizado por polimerizar um monômero de vinil baseado em flúor em um solvente baseado em flúor, como HCFC225. Além disso, para reduzir uma carga ambiental, o tensoativo contendo grupo de flúor pode ser sintetizado por polimerizar um monômero de vinil baseado em flúor utilizando dióxido de carbono supercrítico como um solvente, em vez de HCFC225. Observe que várias matérias-primas tendo uma estrutura similar a um composto tendo um grupo de perfluoroalquila são comercialmente disponíveis (vide um catálogo de AZmax Corporation) e vários tensoativos podem ser obtidos utilizando esses produtos comerciais. Especificamente, um método descrito em "Handbook of fluororesin" (editado por Takaomi Satokawa, publicado por Nikkan Kogyo Shimbun Ltd.) páginas 730 a 732, pode ser utilizado.

[00058] Além disso, o tensoativo de silicone pode ser obtido através de um monômero polimerizável de vinil, que é uma matéria-prima do tensoativo. Nesse caso, um fluido supercrítico (preferivelmente, dióxido de carbono supercrítico) pode ser utilizado como solvente. Além disso, vários compostos tendo, cada, a estrutura similar a polidimetil siloxano são comercialmente disponíveis (por exemplo, vide um catálogo de AZmax Corporation), e o tensoativo de silicone pode ser obtido utilizando quaisquer desses produtos comerciais. Especialmente, um composto

contendo silício (nome do produto: MONASIL-PCA, fabricado por Croda Japan K.K.) apresenta excelentes propriedades para formar partículas.

[00059] Uma quantidade do tensoativo nas matérias-primas de toner é preferivelmente 0,01% em massa a 30% em massa, mais preferivelmente 0,1% em massa a 20% em massa.

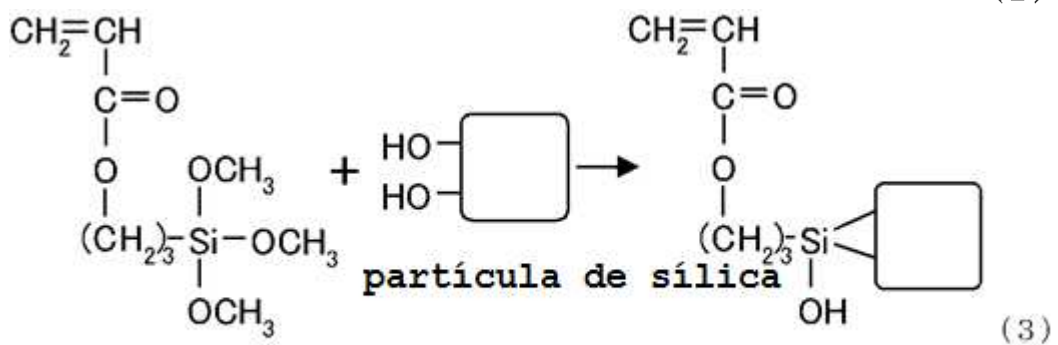
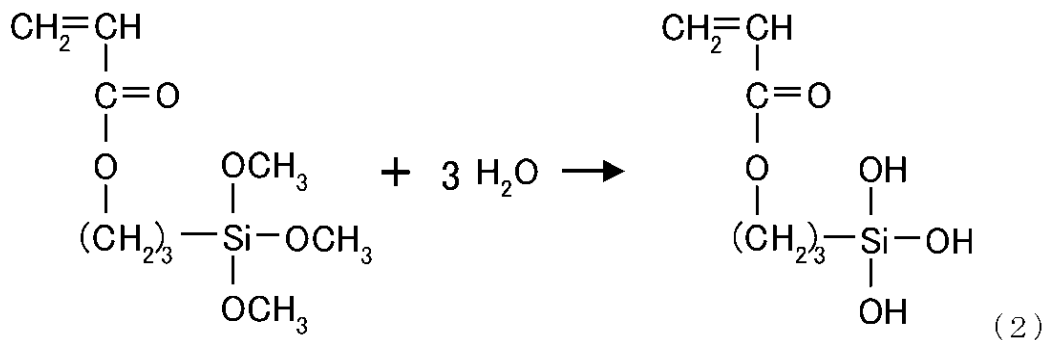
#### Dispersante

[00060] O dispersante é apropriadamente selecionado dependendo da finalidade pretendida sem nenhuma limitação e exemplos do mesmo incluem partículas orgânicas e partículas inorgânicas. Entre eles, são preferidos partículas inorgânicas modificadas por acrílica, partículas inorgânicas modificadas por silicone, partículas inorgânicas modificadas por flúor, partículas orgânicas contendo flúor, e partículas orgânicas de silicone. São particularmente preferidas partículas inorgânicas modificadas por acrílica. Esses dispersantes são preferivelmente selecionados de dispersantes que podem ser dissolvidos no fluido compressivo.

[00061] Os exemplos das partículas orgânicas incluem um produto modificado por silicone de partículas acrílicas que são insolúveis em um fluido supercrítico, e um produto modificado por flúor de partículas acrílicas que são insolúveis em um fluido supercrítico. Os exemplos das partículas inorgânicas incluem: fosfato de metal polivalente, como fosfato de cálcio, fosfato de magnésio, fosfato de

alumínio, e fosfato de zinco; carbonato, como carbonato de cálcio, e carbonato de magnésio; sal inorgânico como metassilicato de cálcio, sulfato de cálcio, sulfato de bário; e óxido inorgânico como hidróxido de cálcio, hidróxido de magnésio, hidróxido de alumínio, sílica, óxido de titânio, bentonita, e alumina. Entre eles, sílica é preferível.

[00062] Os exemplos das partículas inorgânicas modificadas por acrílica incluem partículas inorgânicas nas quais um grupo OH residual presente em uma superfície de cada partícula inorgânica é modificada com um agente de acoplamento de silano contendo um átomo de flúor. A fórmula de reação abaixo ilustra um exemplo de sílica que é submetida à modificação de superfície utilizando 3-(trimetoxisil)metacrilato de propila.



[00063] A sílica modificada por acrílica obtida pelo método acima descrito tem uma afinidade elevada a dióxido de carbono supercrítico com sua porção Si, e uma afinidade elevada a um toner com sua porção de acrilato. Observe que, sílica pode ser submetida a uma modificação de superfície em outros métodos, sem utilizar a fórmula de reação acima, com a condição de que a finalidade seja igual. Exemplos específicos do agente de acoplamento de silano contendo um átomo de flúor são listados abaixo:

- (4-1)  $\text{CF}_3(\text{CH}_2)_2\text{SiCl}_3$
- (4-2)  $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_5\text{SiCl}_3$
- (4-3)  $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_5(\text{CH}_2)_2\text{SiCl}_3$
- (4-4)  $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_7(\text{CH}_2)_2\text{SiCl}_3$
- (4-5)  $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_7\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$
- (4-6)  $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_7(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{CH}_3)\text{Cl}_2$
- (4-7)  $\text{CF}_3(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$
- (4-8)  $\text{CF}_3(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{CH}_3)(\text{OCH}_3)_2$
- (4-9)  $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_3(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$
- (4-10)  $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_5\text{CONH}(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$
- (4-11)  $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_4\text{COO}(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$
- (4-12)  $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_7(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$
- (4-13)  $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_7(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{CH}_3)(\text{OCH}_3)_2$
- (4-14)  $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_7\text{SO}_2\text{NH}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$
- (4-15)  $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_8(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$

[00064] Uma quantidade do dispersante nas matérias-primas de toner é preferivelmente 0,1% em massa a 30% em massa, mais preferivelmente 0,2% em massa a 20% em massa. O dispersante é preferivelmente utilizado individualmente, porém o dispersante pode ser utilizado em combinação com outro tensoativo para fins de controlar diâmetros de partícula de um toner, ou apropriadamente ajustar propriedades de carga de um toner.

#### Agente de liberação

[00065] O agente de liberação é apropriadamente selecionado dependendo da finalidade pretendida sem nenhuma limitação e exemplos do mesmo incluem cera. Os exemplos da cera incluem cera de poliolefina com baixo peso molecular, cera de hidrocarboneto sintetizada, cera natural, cera de petróleo, ácido graxo mais elevado e sal de metal do mesmo, amida de ácido graxo mais elevado e várias ceras modificadas do mesmo. Essas podem ser utilizadas individualmente ou em combinação.

[00066] Os exemplos da cera de poliolefina com baixo peso molecular incluem cera de polietileno com baixo peso molecular e cera de polipropileno com baixo peso molecular. Os exemplos da cera de hidrocarboneto sintetizado incluem cera Fischer-Tropsh. Os exemplos da cera natural incluem cera de abelha, cera de carnaúba, cera de candelila, cera de arroz e ceras montan. Os exemplos da cera de petróleo incluem cera de

parafina e ceras microcristalinas. Os exemplos do ácido graxo elevado e sal de metal do mesmo incluem ácido esteárico, ácido palmítico, ácido mirístico, estearato de zinco, e estearato de cálcio.

[00067] Um ponto de fusão do agente de liberação é apropriadamente selecionado dependendo da finalidade pretendida sem nenhuma limitação, porém é preferivelmente 40°C a 160°C, mais preferivelmente 50°C a 120°C, e ainda mais preferivelmente 60°C a 90°C. quando o ponto de fusão do agente de liberação é mais baixo do que 40°C, a cera pode afetar adversamente estabilidade de armazenagem resistente a calor de um toner. Quando o ponto de fusão do agente de liberação é mais elevado do que 160°C, é provável que offset frio possa ocorrer durante um processo de fixação de temperatura baixa, e uma folha de papel pode enrolar-se em torno do dispositivo de fixação. Observe que o offset frio é um fenômeno que parte de uma imagem de toner é removida por força eletrostática em um sistema de fixação térmica, visto que o toner não está suficientemente fundido em uma interface com uma folha. Também é chamado como offset de temperatura baixa.

[00068] Uma quantidade do agente de liberação é apropriadamente selecionado dependendo da finalidade pretendida sem nenhuma limitação, porém é preferivelmente 1 parte em massa a 20 partes em massa, mais preferivelmente 3

partes em massa a 15 partes em massa, em relação a 100 partes em massa do material plástico de pressão. Quando a quantidade do agente de liberação é menor que 1 parte em massa, um efeito do agente de liberação pode não ser exibido suficientemente. Quando a quantidade do mesmo é maior que 20 partes em massa, estabilidade de armazenagem resistente a calor de um toner pode ser prejudicada.

#### Agente de controle de carga

[00069] O agente de controle de carga é apropriadamente selecionado dependendo da finalidade pretendida sem nenhuma limitação, porém é preferivelmente um material incolor ou um material tendo uma cor próxima a branco, porque um material colorido pode afetar adversamente o tom de cor pretendido de um toner. Os exemplos do agente de controle de carga incluem corante nigrosine, corante de trifenil metano, corante de complexo de metal contendo cromo, pigmento de quelato de ácido molibdico, corante de rodamina, alcoxi amina, sal de amônio quaternário (incluindo sal de amônio quaternário modificado por fluoreto), alquil amida, fósforo ou composto do mesmo, tungstênio ou composto do mesmo, tensoativo contendo flúor, sal de metal de ácido salicílico, e sal de metal de um derivado de ácido salicílico. Entre eles, são preferidos sal de metal de ácido salicílico e sal de metal de um derivado de ácido salicílico. Esses podem ser utilizados individualmente ou em combinação.

O metal utilizado para o sal de metal é apropriadamente selecionado dependendo da finalidade pretendida sem nenhuma limitação e exemplos dos mesmos incluem alumínio, zinco, titânio, estrôncio, boro, silício, níquel, ferro, cromo e zircônio.

[00070] Os exemplos de um produto comercial do agente de controle de carga incluem: sal de amônio quaternário BONTRON P-51, complexo de metal de ácido oxinaftoico E-82, complexo de metal salicílico E-84, condensado fenólico E-89 (fabricado por Orient Chemical Industries Ltd.); complexo de molibdênio de sal de amônio quaternário TP-302 e TP-415, e complexo de metal de ácido salicílico TN-105 (fabricado por Hodogaya Chemical Co., Ltd.); carga de cópia de sal de amônio quaternário PSY VP2038, cópia de derivados de trifenil metano azul PR, carga de cópia de sal de amônio quaternário NEG VP2036, carga de cópia NX VP434 (fabricado por Hoechst); LRA-901, complexo de boro LR-147 (fabricado por Japan Carlit Co., Ltd.); quinacridona; pigmento azo; e um composto com elevado peso molecular tendo grupo de ácido sulfônico, grupo carboxila, ou grupo de sal de amônio quaternário.

[00071] Uma quantidade do agente de controle de carga é apropriadamente selecionada dependendo da finalidade pretendida sem nenhuma limitação, porém é preferivelmente 0,5 partes em massa a 5 partes em massa, mais preferivelmente 1 parte em massa a 3 partes em massa, em relação a 100 partes

em massa do material plástico de pressão. Quando a quantidade do mesmo é menor do que 0,5 partes em massa, as propriedades de carga de um toner podem ser prejudicadas. Quando a quantidade da mesma é maior do que 5 partes em massa, a carga de um toner se torna excessivamente aumentada, diminuindo o efeito do agente de controle de carga utilizado primariamente. Desse modo, uma força eletrostática entre o toner e um cilindro de revelação aumenta, o que pode causar baixa capacidade de fluxo de um revelador, ou densidade de imagem baixa.

#### Poliéster cristalino

[00072] O poliéster cristalino é apropriadamente selecionado dependendo da finalidade pretendida sem nenhuma limitação, porém é preferivelmente poliéster cristalino tendo um peso molecular acentuado e um peso molecular baixo em vista de excelente capacidade de fixação em baixa temperatura de um toner resultante. É mais preferido o poliéster cristalino tendo um pico na faixa de 3,5 a 4,0 em uma curva de distribuição de peso molecular M de um componente solúvel de o-diclorobenzeno como medido por GPC, onde uma largura de pico é 1,5 ou menos, e um eixo horizontal é  $\log(M)$  e um eixo vertical é % em massa, tendo um peso molecular ponderal ( $M_w$ ) de 1.000 a 30.000, um peso molecular médio numérico ( $M_n$ ) de 500 a 6.000 e  $M_w/M_n$  de 2 a 8.

[00073] Um ponto de fusão e temperatura F1/2 do poliéster cristalino são preferivelmente baixos, desde que a estabilidade de armazenagem resistente a calor não seja prejudicada, mais preferivelmente a temperatura de pico endotérmico DSC seja 50°C a 150°C. a temperatura F1/2 é medida como a seguir. Uma amostra com um volume de 1 cm<sup>2</sup> é fundida e deixada fluir utilizando um testador de fluxo elevado CFT-500 (fabricado por Shimadzu Corporation) sob as seguintes condições: diâmetro de matriz: 1 mm: pressão aplicada: 10 kg/cm<sup>2</sup>; e taxa de aquecimento: 3°C/min. A seguir, a temperatura, na qual metade da quantidade da amostra que fluiu a partir do tempo de partida de fluxo até o tempo de término de fluxo é considerado como tendo fluído, é definido como a temperatura F1/2 da amostra. Quando a temperatura de fusão e a temperatura F1/2 são mais baixas do que 50°C, a estabilidade de armazenagem resistente a calor pode ser degradada, e bloqueio pode facilmente ocorrer mesmo em temperatura interna do dispositivo de revelação. Quando a temperatura de fusão e a temperatura F1/2 são mais elevadas do que 150°C, capacidade de fixação de temperatura baixa suficiente pode não ser obtida porque a temperatura de fixação mínima se torna elevada.

[00074] Um valor de ácido do poliéster cristalino é preferivelmente 5 mgKOH/g ou maior em vista de uma afinidade entre papel e a resina, e capacidade de fixação de

temperatura baixa de um toner resultante, e mais preferivelmente 10 mgKOH/g ou maior. Além disso, um valor de ácido do poliéster cristalino é preferivelmente 45 mgKOH/g ou menos em vista de resistência a offset quente de um toner. Um valor de hidroxila do poliéster cristalino é apropriadamente selecionado dependendo da finalidade pretendida sem nenhuma limitação, porém é preferivelmente 0 mgKOH/g a 50 mgKOH/g em vista de capacidade de fixação de temperatura baixa e propriedades de carga de um toner resultante, e mais preferivelmente 5 mgKOH/g a 50 mgKOH/g.

[00075] Uma quantidade do poliéster cristalino é apropriadamente selecionada dependendo da finalidade pretendida sem nenhuma limitação porém é preferivelmente 0 partes em massa a 900 partes em massa, mais preferivelmente 0,5 partes em massa a 500 partes em massa, e ainda mais preferivelmente 1 parte em massa a 100 partes em massa, em relação a 100 partes em massa do material plástico de pressão. Quando a quantidade do mesmo é menor do que 1 parte em massa, capacidade de fixação de temperatura baixa de um toner pode não ser obtida. Quando a quantidade do mesmo é maior que 900 partes em massa, a resistência de offset quente de um toner pode ser prejudicada.

Outros componentes

[00076] Os exemplos de outros componentes utilizados em combinação com o material plástico de pressão, como a

matéria-prima de toner, incluem, diferente do acima, um agente de melhora de fluxo e um agente de melhora de limpeza. O agente de melhora de fluxo é um agente que melhora propriedades hidrofóbicas de um toner através de um tratamento de superfície com o agente, e é capaz de evitar degradação de capacidade de fluxo ou propriedades de carga do toner mesmo em ambientes de umidade elevada. Os exemplos do agente de melhora de fluxo incluem um agente de acoplamento de silano, um agente de sililação, um agente de acoplamento de silano tendo um grupo de alquila fluorado, um agente de acoplamento de organotitanato, um agente de acoplamento baseado em alumínio, óleo de silicone, e óleo de silicone modificado.

[00077] O agente de melhora de limpeza é um agente adicionado às matérias-primas de toner para remover o revelador que permaneceu em um fotocondutor ou meio de transferência primária após transferência. Os exemplos do agente de melhora de limpeza incluem: sal de metal de ácido graxo (por exemplo, ácido esteárico), como estearato de zinco, e estearato de cálcio; e partículas de polímero preparadas por polimerização de emulsão isentas de sabão, como partículas de metacrilato de polimetila, e partículas de poliestireno. Como partículas de polímero, são preferida partículas de polímero tendo uma distribuição de tamanho de partícula relativamente estreita, e são mais preferidos

partículas de polímero tendo o diâmetro de partícula média de volume de 0,01  $\mu\text{m}$  a 1  $\mu\text{m}$ .

Fluido compressivo:

[00078] A seguir, o fluido compressivo para uso no método para produzir partículas da presente invenção será explicado com referência às figuras 2 e 3. A figura 2 é um diagrama de fase que ilustra um estado de uma substância dependendo da temperatura e pressão. A figura 3 é um diagrama de fase que define um fluido compressivo. O fluido compressivo tem características em que é rápido em transferência de massa e transferência de calor, é baixo em viscosidade e pode continuamente mudar muito a densidade, constante dielétrica, parâmetro de solubilidade, volume livre e similar por alterar a temperatura e pressão. Uma vez que o fluido compressivo tem uma tensão superficial extremamente pequena em comparação com aqueles de solventes orgânicos, o fluido compressivo pode seguir uma ondulação mínima (superfície) para umedecer a superfície com o fluido compressivo. Além disso, o fluido compressivo pode ser facilmente separado de um produto, como um toner, por retornar a pressão a pressão normal, e portanto o fluido compressivo pode ser reciclado. Por conseguinte, o método para produzir partículas da presente invenção pode reduzir carga ambiental devido à produção, em comparação com a produção utilizando água ou um solvente orgânico.

[00079] No presente relatório descritivo, o “fluido compressivo” se refere a uma substância presente em qualquer uma das regiões (1), (2) e (3) da figura 3 no diagrama de fase da figura 2. Em tais regiões, a substância é conhecida por ter densidade extremamente elevada e mostra comportamentos diferentes daqueles mostrados em temperatura normal e pressão normal. Notavelmente, a substância presente na região (1) é um fluido supercrítico. O fluido supercrítico é um fluido que existe como um fluido de alta densidade não condensável em uma temperatura e pressão excedendo os pontos críticos correspondentes, que são pontos limitadores nos quais um gás e um líquido podem coexistir. Também, o fluido supercrítico não condensa mesmo quando comprimido, e existe em temperatura crítica ou mais elevada e pressão crítica ou mais elevada. Além disso, a substância presente na região (2) é um líquido, porém na presente invenção é um gás liquefeito obtido por comprimir uma substância existindo como um gás em temperatura normal (25°C) e pressão normal (1 atm). Além disso, a substância presente na região (3) é um gás, porém na presente invenção, é um gás de pressão elevada cuja pressão é  $\frac{1}{2} P_c$  ou mais elevada.

[00080] Uma substância utilizável como o fluido compressivo é apropriadamente selecionada dependendo da finalidade pretendida sem nenhuma limitação e exemplos da mesma incluem monóxido de carbono, dióxido de carbono,

monóxido de nitrogênio, nitrogênio, ar, argônio, hélio, neon, cripton, metano, etano, propano, 2,3-dimetil butano, etileno, amônia, n-butano, isobutano, n-pentano, isopentano e clorotrifluorometano. Esses podem ser utilizados individualmente ou em combinação.

[00081] No método da presente invenção, o primeiro fluido compressivo não é particularmente limitado, desde que possa fundir o material plástico de pressão, porém é preferivelmente dióxido de carbono visto que pode facilmente formar um estado supercrítico, é não inflamável e tem segurança elevada, e contribui para produzir um toner tendo uma superfície hidrofóbica na produção do toner.

[00082] No método da presente invenção, o segundo fluido compressivo é uma substância tendo a temperatura de inversão máxima de 800 K ou mais baixa. Com relação ao segundo fluido compressivo, um fluido compressivo contendo nitrogênio é adequadamente utilizado. Observe que o "contendo nitrogênio" significa conter uma molécula de nitrogênio, e portanto pode ser dito que o ar também está "contendo nitrogênio". O nitrogênio tem a temperatura de inversão máxima de 620 K e tem a temperatura de inversão máxima baixa em comparação com aquela de uma substância, como dióxido de carbono (temperatura de inversão máxima: 1.500 K). portanto, a redução em temperatura devido ao efeito Joule-Thomson quando a pressão de nitrogênio é reduzida é pequena em

comparação com o caso onde a pressão do dióxido de carbono é reduzida. Quando a temperatura de inversão máxima do segundo fluido compressivo é excessivamente elevada, como no caso do dióxido de carbono, resfriamento devido ao efeito Joule-Thomson se torna excessivo quando o material fundido é jateado. portanto, o material fundido é solidificado antes do material fundido ser formado em partículas. Como resultado, produtos de coesão ou fibrosos podem ser incluídos em um produto final. Quando o resfriamento é excessivo, além disso, o material fundido pode ser solidificado dentro de um bocal, que é utilizado para lançar em jato o material fundido e portanto pode não ser capaz de produzir partículas tendo diâmetro pequeno de partícula com uma distribuição de tamanho de partícula estreita durante um período longo.

[00083] Na presente invenção, além disso, o fluido compressivo pode ser também utilizado juntamente com um meio de retenção (co-solvente). Os exemplos do meio de retenção incluem: álcool, como metanol, etanol, e propanol; cetona, como acetona e metil etil cetona; e um solvente orgânico como tolueno, acetato de etila e tetraidrofurano.

[00084] Além disso, no caso onde partículas produzidas pelo método para produzir partículas da presente invenção são um toner, outro fluido pode ser utilizado em combinação com o fluido compressivo. Com relação ao outro fluido, são preferidos fluidos que podem facilmente controlar

solubilidade de uma composição de toner. Exemplos específicos dos mesmos incluem metano, etano, propano, butano e etileno.

Primeira modalidade

Aparelho para produzir partículas

[00085] Um aparelho para produzir partículas adequadamente utilizado no método para produzir partículas da presente modalidade será explicado com referência à figura 4. A figura 4 é um diagrama esquemático que ilustra um exemplo de um aparelho para produzir partículas. O aparelho para produzir partículas 1 contém uma bomba 11, bomba 12a, válvula 13a, célula de pressão elevada 14, bomba 12b, e válvula 13b, que são conectados com tubos de pressão super elevada (30a, 30b, 30c, 30d, 30e, 30f) para constituir um primeiro percurso. Além disso, o aparelho para produzir partículas 1 contém uma bomba 21, uma bomba 22, e uma válvula 23, que são conectadas com tubos de pressão super elevada (30g, 30h, 30i) para constituir um segundo percurso, e um aquecedor 26 configurado para aquecer o interior do tubo de pressão super elevada 30i. o aparelho para produzir partículas 1 contém ainda um dispositivo de mistura 31 uma extremidade do qual é conectada a uma borda de um primeiro tubo de percurso 30f e uma borda de um segundo tubo de percurso 30i, e um bocal 32 que é conectado à outra extremidade do dispositivo de mistura 31.

[00086] A bomba 11 fornecida no primeiro percurso é um recipiente resistente à pressão para armazenar e fornecer um primeiro fluido compressivo. A bomba 11 pode armazenar gás ou um sólido que será um fluido compressivo após aplicação de calor ou pressão durante o processo que é fornecido à célula de pressão elevada 14, ou compreendida na célula de pressão elevada 14. Nesse caso, o gás ou sólido armazenado na bomba 11 é transformado no estado de (1), (2) ou (3) do diagrama de fase da figura 3 na célula de pressão elevada 14 por aplicar calor ou pressão. A bomba 12a é um dispositivo para enviar o fluido compressivo armazenado na bomba 11 para a célula de pressão elevada 14 fornecida no primeiro percurso. A válvula 13a é um dispositivo configurado para abrir ou fechar um percurso entre a bomba 12a e a célula de pressão elevada 14 para ajustar a taxa de fluxo do fluido compressivo, ou fechar o fluxo da mesma.

[00087] A célula de pressão elevada 14 é equipada com um termorregulador, e é um dispositivo configurado para colocar o fluido compressivo, que foi fornecido através da válvula 13a, e um material plástico de pressão, que foi carregado na célula de pressão elevada 14 antecipadamente, em contato em temperatura predeterminada ou mais baixa para fundir o material plástico de pressão. Uma válvula de contrapressão 14a é fornecida para a célula de pressão elevada 14, e a pressão interna da célula de pressão elevada

14 pode ser controlada por abrir ou fechar a válvula de contrapressão 14a. além disso, um agitador é fornecido para a célula de pressão elevada 14 e o fluido compressivo e o material plástico de pressão podem ser misturados por agitar utilizando o agitador.

[00088] A bomba 12b é um dispositivo para enviar o material fundido na célula de pressão elevada 14 para o dispositivo de mistura 31. A válvula 13b é um dispositivo configurado para abrir ou fechar o percurso entre a bomba 12b e o dispositivo de mistura 31 para ajustar a taxa de fluxo do material fundido obtido por fundir o material plástico de pressão ou para fechar o fluxo do mesmo. Na presente modalidade, o aparelho para produzir partículas 1 não jateia diretamente o material fundido na célula de pressão elevada 14, porém jateia o material fundido a partir do bocal 32 após passar o material fundido através dos tubos de pressão super elevada (30d, 30e, 30f). Como resultado, o fluido compressivo misturado com o material plástico de pressão na célula de pressão elevada 14 é suficientemente difundido no material plástico de pressão, e portanto a capacidade de processamento é melhorada.

[00089] A bomba 21 do aparelho para produzir partículas 1 é um recipiente resistente à pressão para armazenar e fornecer um segundo fluido compressivo contendo nitrogênio. A bomba 21 pode armazenar na mesma gás ou um

sólido que será transformado em um fluido compressivo por aplicar calor ou pressão no curso de fornecer o gás ou sólido ao dispositivo de mistura 31. Nesse caso, o gás ou sólido armazenado na bomba 31 é transformado em um estado de (1), (2) ou (3) do diagrama de fase da figura 3 no dispositivo de mistura 31.

[00090] A bomba 21 é um dispositivo para enviar o segundo fluido compressivo armazenado na bomba 21 para o dispositivo de mistura 31. A válvula 21 é um dispositivo configurado para abrir ou fechar o percurso entre a bomba 22 e o dispositivo de mistura 31 para ajustar a taxa de fluxo do segundo fluido compressivo ou fechar o fluxo do mesmo.

[00091] O aquecedor 26 é um dispositivo para aquecer o fluido compressivo que passa através do tubo de pressão super elevada 30i. Observe que o fluido compressivo aquecido pelo aquecedor 26 será resfriado em uma saída do aquecedor 26 devido ao efeito Joule-Thomson e portanto o fluido compressivo é preferivelmente suficientemente aquecido para estar em um estado supercrítico (1) do diagrama de fase da figura 3.

[00092] O dispositivo de mistura 31 do aparelho para produzir partículas 1 é um dispositivo para misturar o material fundido fornecido a partir do primeiro percurso e segundo fluido compressivo fornecido a partir do segundo percurso. Além disso, a outra extremidade do dispositivo de

mistura 31 é conectada com o bocal 32. Na presente modalidade, o dispositivo de mistura 31 tem um sistema de mistura turbulento para homogeneamente misturar o fluido compressivo e o material plástico de pressão. Exemplos específicos do dispositivo de mistura 31 incluem um acoplamento no formato de T convencional, um misturador em redemoinho que utiliza ativamente um fluxo de redemoinho e um misturador de colisão central no qual dois fluidos são colocados em colisão em uma parte de mistura.

[00093] No caso onde fluidos tendo, cada, viscosidade diferente, como um material fundido de resina e um fluido compressivo, são misturados por meio de um misturador estático como aquele revelado em PTL 3 (JP-B no. 4113452), é frequentemente difícil misturar homogeneamente os dois fluidos juntos. O misturador estático tem um elemento de mistura (elemento) em um alojamento tubular. Esse elemento não tem uma parte móvel, porém tem uma pluralidade de placas defletoras dispostas em torno de um eixo de tubo na direção axial. No caso onde o misturador estático é utilizado, o elemento no tubo fornece ações de dividir, virar, e inverter para o fluido para misturar, no processo que o fluido passa através do alojamento tubular. Além disso, como outro tipo de um misturador estático, é conhecido um misturador estático no qual um número grande elementos, cada um dos quais é formado de uma placa no formato de favo de mel contendo células

poligonais, são dispostos juntos. Em tal misturador estático, um fluido é misturado por receber ações de dividir, virar, e inverter, à medida que o fluido move sequencialmente através de células em uma parte central do tubo até células em uma parte externa do tubo, e através das células na parte externa do tubo até as células na parte central do tubo.

[00094] Quando um fluido viscoso elevado, como uma resina e um fluido viscoso baixo, como um fluido compressivo, passa através de quaisquer dos misturadores estáticos acima mencionados, o fluido viscoso baixo passa através de um espaço entre o elemento no interior do tubo e o alojamento de tubo sem receber uma ação de mistura a partir do elemento e portanto esses fluidos não podem ser homogeneamente misturados. Como contramedida para tal falha de mistura, um método para projetar uma estrutura de elemento mais complicado, ou um método para aumentar um comprimento de um misturador é considerado. Essas contramedidas não são, entretanto, uma medida eficaz para evitar passagem de um fluido viscoso baixo, e causam problemas, como um aumento em perda de pressão durante mistura, aumento em um tamanho de um dispositivo, e aumento em mão-de-obra para lavagem.

[00095] O bocal 32 é um dispositivo para jatear do material fundido. Uma extremidade do bocal 32 é conectada ao dispositivo de mistura 31. Como resultado, o material fundido pode ser jateado a partir do bocal 32 para a atmosfera devido

à diferença de pressão, enquanto fornece o segundo fluido compressivo ao material fundido. À medida que o segundo fluido compressivo é fornecido ao material fundido, a perda de pressão no bocal 32 pode ser evitada. Portanto, a diminuição na temperatura devido ao efeito Joule-Thomson é suprimido, o que melhora a capacidade de processamento. Como resultado, é possível produzir partículas mesmo embora uma quantidade de um componente de cera adicionado à matéria-prima seja pequena e um peso molecular do material plástico de pressão seja elevado.

[00096] Um tipo do bocal 32 não é particularmente limitado, porém um bocal de jato direto é preferivelmente utilizado como o bocal 32. Um diâmetro do bocal 32 não é particularmente limitado, desde que o bocal possa manter a pressão constante durante jateamento. Quando o diâmetro do mesmo é excessivamente grande, entretanto, a pressão no momento de jateamento diminui excessivamente, e a viscosidade do material fundido é aumentada, possivelmente causando dificuldade em produzir partículas. Em alguns casos, é necessário aumentar o tamanho da bomba 22 ou similar para manter a pressão dentro do bocal 32. Por outro lado, quando o diâmetro do bocal é excessivamente pequeno, o bocal 32 fica facilmente obstruído com o material fundido, possivelmente causando dificuldade em obter partículas desejadas. Por conseguinte, não há limite superior do diâmetro de bocal e o

limite inferior do mesmo é preferivelmente 5  $\mu\text{m}$  ou mais, mais preferivelmente 20  $\mu\text{m}$  ou mais, e mesmo mais preferivelmente 50  $\mu\text{m}$  ou mais.

Cada etapa na produção de partículas

[00097] Cada etapa para produzir um toner, como exemplo das partículas, utilizando o aparelho para produzir partículas 1 da figura 4 será explicada. O método para produzir partículas da presente modalidade contém colocar um primeiro fluido compressivo e um material plástico de pressão em contato entre si para fundir o material plástico de pressão (etapa de fusão), e jatear um material fundido obtido por fundir o material plástico de pressão com o fornecimento de um segundo fluido compressivo contendo nitrogênio para o material fundido, para formar partículas (etapa de formação de partícula).

Etapa de fusão

[00098] Em primeiro lugar, a etapa de fusão do método para produzir partículas da presente modalidade será explicada. Como descrito acima, na presente modalidade, o "fundido" ou "fusão" significa um estado das matérias-primas como o material plástico de pressão, que as matérias-primas são plastificadas, e liquifeitas com intumescimento. Com relação a um método para precipitar um material em um fluido supercrítico sob a pressão reduzida, um processo de expansão rápida foi conhecido na técnica. Entre os processos de

expansão rápida, um alvo a ser jateado utilizado em um método conhecido como o processo de Rápida expansão de Soluções supercríticas (RESS) é formado por dissolver um material como um soluto em um fluido compressivo, e o fluido é uniformemente compatível com o material. Por outro lado, na presente modalidade, o processo de Partícula de Soluções saturadas de gás (PGSS) é utilizado entre os processos de expansão rápida. O material fundido, que é um alvo a ser jateado no processo PGSS, é obtido, como descrito acima, por colocar o fluido compressivo em contato com o material plástico de pressão, seguido por umedecimento, de modo a diminuir a viscosidade do material plástico de pressão. Desse modo, há uma interface entre o fluido compressivo e o material fundido do material plástico de pressão. A saber, o alvo a ser jateado no processo RESS está no estado de equilíbrio de fase sólida-fluido compressivo. O alvo no processo PGSS está, por outro lado, no estado de equilíbrio de fase líquida-gás. Por conseguinte, mesmo nos processos de expansão rápida, o estado de fase do alvo a ser jateado antes de expansão é diferente.

[00099] Na etapa de fusão, primeiramente uma célula de pressão elevada 14 é carregada com matérias-primas, como um material plástico de pressão e uma substância corante. No caso onde as matérias-primas incluem uma pluralidade de materiais, esses materiais podem ser misturados por um

misturador ou similar antecipadamente, e então amassados por fusão por um moinho de rolo ou similar antes da célula de pressão elevada 14 ser carregada com as matérias-primas. A seguir, a célula de pressão elevada 14 é selada, e as matérias-primas são agitadas por um agitador da célula de pressão elevada 14. Subsequentemente, a bomba 12a é operada para comprimir o primeiro fluido compressivo armazenado na bomba 11 e a válvula 13a é aberta para desse modo fornecer o primeiro fluido compressivo para dentro da célula de pressão elevada 14. Na presente modalidade, uma bomba de gás de ácido carbônico (dióxido de carbono) é utilizada como a bomba 11. A temperatura dentro da célula de pressão elevada 14 é ajustada à temperatura na qual o dióxido de carbono fornecido é transformado em um fluido compressivo por um termorregulador. Observe que o limite superior da temperatura no interior da célula de pressão elevada 14 é apropriadamente selecionado dependendo da finalidade pretendida sem nenhuma limitação, porém é preferivelmente igual a ou mais baixa do que a temperatura de decomposição térmica do material plástico de pressão sob a pressão atmosférica, mais preferivelmente igual ou mais baixo do que o ponto de fusão do material plástico de pressão. Na presente modalidade, a temperatura de decomposição térmica significa temperatura de início para perda de peso de uma amostra devido à decomposição térmica da mesma, como medido por um analisador de termo gravimetria

(TGA). Quando a temperatura dentro da célula de pressão elevada 14 é mais elevada do que a temperatura de decomposição térmica, o material plástico de pressão pode ser oxidado, ou pode ser deteriorado devido à cisão de cadeias moleculares do mesmo, o que pode levar a baixa durabilidade do material plástico de pressão. Além disso, um toner resultante, como um produto final, pode ter tom de cor indesejável, transparência, propriedade de fixação, estabilidade de armazenagem resistente a calor, e propriedade de carga. Além disso consumo de energia do processo de aquecimento aumenta.

[000100] A pressão na célula de pressão elevada 14 pode ser ajustada à pressão predeterminada por ajustar a bomba 12a e a válvula de contrapressão 14a. na etapa de fusão do método para produzir partículas da presente modalidade, a pressão aplicada às matérias-primas, como o material plástico de pressão na célula de pressão elevada 14 é apropriadamente selecionada dependendo da finalidade pretendida sem nenhuma limitação, porém é preferivelmente 1 Mpa ou maior, mais preferivelmente 10 Mpa a 200 Mpa, e ainda mais preferivelmente 31 Mpa a 100 Mpa. Quando a pressão dentro da célula de pressão elevada 14 é menor do que 1 Mpa, pode não ser capaz de obter um efeito plastificante o bastante para formar o material plástico de pressão em partículas. Não é problema, entretanto, a pressão dentro da célula de pressão

elevada 14 estar elevada, porém a pressão mais elevada da mesma requer um dispositivo durável, que aumenta custo de equipamento.

[000101] Na célula de pressão elevada 14, o material plástico de pressão é fundido por colocar o fluido compressivo e as matérias-primas contendo o material plástico de pressão em contato. O material fundido obtido por fundir o material plástico de pressão é agitado pelo agitador até que a viscosidade do material fundido se torne constante. A viscosidade do material fundido não é particularmente limitada desde que seja a viscosidade na qual o material fundido pode ser jateado a partir do bocal 32. Quanto mais baixa a viscosidade da mesma, mais preferível porque o material fundido pode ser jateado com um diâmetro pequeno de bocal, e o material fundido pode ser facilmente formado em partículas finas. Por conseguinte, a viscosidade do material fundido é preferivelmente 500 mPa.s ou mais baixa, mais preferivelmente 300 mPa.s ou mais baixa e ainda mais preferivelmente 100 mPa.s ou mais baixa. Para obter um toner capaz de formar imagens de qualidade elevada, a viscosidade do material fundido é preferivelmente 20 mPa.s ou mais baixa. Quando a viscosidade do material fundido é maior do que 500 mPa.s, pode ser difícil formar partículas ou partículas grossas, produtos fibrosos, espuma ou coesão de partículas podem ser formadas. Observe que, o material plástico de

pressão é utilizado na presente modalidade, e portanto, a viscosidade do material plástico de pressão pode ser reduzida pela pressão do fluido compressivo. Como resultado, o material plástico de pressão e o fluido compressivo são homogeneamente misturados para fornecer um material fundido tendo uma viscosidade baixa.

#### Etapa de formação de partícula

[000102] Subsequentemente, a etapa de formação de partícula do método para produzir partículas da presente modalidade é explicada. Em primeiro lugar, a bomba 22 é operada e a válvula 23 é aberta de modo que o segundo fluido compressivo armazenado na bomba 21 seja fornecido ao dispositivo de mistura 31. Na presente modalidade, uma bomba de nitrogênio é utilizada como a bomba 21. A pressão do segundo fluido compressivo fornecido é apropriadamente selecionada dependendo da finalidade pretendida sem qualquer limitação, porém é preferivelmente 1 Mpa ou maior, mais preferivelmente 10 Mpa a 200 Mpa e ainda mais preferivelmente 31 Mpa a 100 Mpa. Quando a pressão aplicada ao segundo fluido compressivo é menor do que 1 Mpa, pode não ser capaz de obter um efeito plastificante o bastante para formar o material plástico de pressão em partículas. Não é problema, entretanto que a pressão seja elevada, porém a pressão mais elevada do mesmo requer um dispositivo durável, que aumenta custo de equipamento. O segundo fluido compressivo a ser fornecido é

aquecido por um aquecedor 26 no tubo de pressão super elevado 30i. a temperatura ajustada do aquecedor 26 não é particularmente limitada desde que seja temperatura na qual o nitrogênio fornecido é transformado em um fluido compressivo.

[000103] A seguir, a bomba 12b é operada e a válvula 13b é aberta de modo que o material fundido do material plástico de pressão na célula de pressão elevada 14 para o dispositivo de mistura 31. Durante esse processo, a bomba 12a, válvula de contrapressão 14a, termorregulador e similares são controlados para manter a temperatura e pressão dentro da célula de pressão elevada 14 constante. A pressão dentro da célula de pressão elevada 14 não é particularmente limitada, porém pode ser a pressão idêntica à pressão do fluido compressivo fornecido a partir do segundo percurso. O material fundido fornecido a partir da célula de pressão elevada 14 e o segundo fluido compressivo fornecido a partir da bomba 21 são homogeneamente misturados pelo dispositivo de mistura 31. Como resultado disso, o material fundido pode ser jateado a partir do bocal 32 devido à diferença de pressão, enquanto fornece o segundo fluido compressivo ao material fundido.

[000104] Nesse caso, o teor sólido do material fundido jateado é reduzido pelo segundo fluido compressivo fornecido, e, portanto, a viscosidade do material fundido é reduzida adicionalmente. Como resultado, a velocidade de jato

(velocidade linear de saída) aumenta e força de cisalhamento para o material fundido aumenta devido ao aumento na velocidade linear de saída, bem como controlar a temperatura do material fundido jateado constante. Uma vez que nitrogênio é utilizado como o segundo fluido compressivo, além disso, uma diminuição em temperatura devido ao efeito Joule-Thomson, que é causado ao longo da alteração na pressão adjacente ao bocal 32, é inibida, o que evita obstrução do bocal 32. O material fundido jateado a partir do bocal 32 é formado em partículas, seguido por solidificação. Durante esse processo, partículas finas uniformes sem coesão podem ser obtidas durante um longo período devido a um efeito sinérgico da baixa viscosidade e baixo teor de sólido do material fundido. Além disso, formatos de partículas produzidas podem ser também uniformemente estabilizadas.

#### Segunda modalidade

[000105] A segunda modalidade da presente invenção será explicada a seguir. Na explicação abaixo, pontos diferentes a partir da primeira modalidade são explicados, e os pontos idênticos não são explicados.

#### Aparelho para produzir partículas

[000106] Em primeiro lugar, o aparelho para produzir partículas para uso no método para produzir partículas da presente modalidade é explicado com referência à figura 6. A figura 6 é um diagrama esquemático ilustrando um exemplo do

aparelho para produzir partículas. Na figura 6, as unidades, sistemas e dispositivos, idênticos àqueles do aparelho para produzir partículas 1 da figura 4 são identificados com os mesmo números de referência.

[000107] O aparelho para produzir partículas 2 é diferente a partir do aparelho para produzir partículas 1 da primeira modalidade em que o aparelho para produzir partículas contém uma bomba 11, uma bomba 12a, uma válvula 13a, uma célula 24, uma bomba 12b, uma válvula 13b, uma válvula 13c, um dispositivo de mistura 17 e um aquecedor 16, que são conectados com tubos de pressão super elevada (30a, 30b, 30c, 30d, 30e 30f, 30j, 30k) no modo como ilustrado na figura 6.

[000108] A bomba 11 é um recipiente resistente à pressão para armazenar e fornecer um primeiro fluido compressivo. A bomba 11 pode armazenar na mesma gás ou um sólido, que será transformado no fluido compressivo por aplicar calor ou pressão durante o processo para fornecer o mesmo à célula 24, ou dentro da célula 24. Nesse caso, o gás ou sólido armazenado na bomba 11 é transformado no estado de (1), (2) ou (3) do diagrama de fase da figura 3 na célula 24 por aplicar calor ou pressão. A bomba 12a é um dispositivo configurado para enviar o fluido compressivo armazenado na bomba 11 para o dispositivo de mistura 17. A válvula 13a é um dispositivo configurado para abrir ou fechar o percurso entre

a bomba 12a e o dispositivo de mistura 17 para ajustar a taxa de fluxo do fluido compressivo, ou fechar o fluxo do mesmo. O aquecedor 16 é configurado para aquecer o fluido compressivo que passa através do tubo de pressão super elevada 30c.

[000109] A célula 24 é equipada com um termorregulador e é um dispositivo configurado para colocar um material plástico de pressão, que foi carregado na célula 24 antecipadamente, e o fluido compressivo em contato entre si na temperatura predeterminada ou mais baixa para aquecer o material plástico de pressão. A célula 24 é adicionalmente equipada com um agitador e o fluido compressivo e o material plástico de pressão podem ser agitados pelo agitador para uniformemente aquecer o material plástico de pressão.

[000110] A bomba 12b é um dispositivo para enviar o material plástico de pressão na célula 24 para o dispositivo de mistura 17. A válvula 13b é um dispositivo configurado para abrir ou fechar o percurso entre a bomba 12b e o dispositivo de mistura 17 para ajustar a taxa de fluxo de um material fundido obtido por fundir o material plástico de pressão ou fechar o fluxo do mesmo.

[000111] O dispositivo de mistura 17 é um dispositivo para misturar o material plástico de pressão fornecido a partir da célula de pressão elevada e o primeiro fluido compressivo fornecido a partir da bomba 11. Exemplos específicos do dispositivo de mistura 17 incluem um

acoplamento no formato de T convencional, um misturador em redemoinho que utiliza ativamente um fluxo em redemoinho, e um misturador de colisão central no qual dois fluidos são colocados em colisão em uma parte de mistura. A válvula 13c é um dispositivo configurado para abrir ou fechar o percurso entre o dispositivo de mistura 17 e o dispositivo de mistura 31 para ajustar a taxa de fluxo do material fundido ou fechar o fluxo do mesmo.

Cada etapa na formação de partículas

[000112] Cada etapa para produzir um toner, como um exemplo das partículas, utilizando o aparelho para produzir partículas 2 da figura 6 será explicado. O método para produzir partículas da segunda modalidade contém: colocar um material plástico de pressão que foi aquecido antecipadamente, e um primeiro fluido compressivo em contato entre si para obter um material fundido (etapa de fusão) e jatear o material fundido com fornecimento de um segundo fluido compressivo para o material fundido, para desse modo formar partículas (etapa de formação de partículas).

Etapa de fusão

[000113] Primeiramente, a etapa de fusão do método para produzir partículas da presente modalidade será explicada. Na etapa de fusão, primeiramente, uma célula 24 é carregada com matérias-primas, como um material plástico de pressão, e uma substância corante. No caso onde as matérias-primas incluem

uma pluralidade de materiais, esses materiais podem ser misturados por um misturador ou similar antecipadamente, e então amassados por fusão por um moinho de rolo ou similar antes da célula 24 ser carregada com as matérias-primas. A seguir, a célula 24 é selada e as matérias-primas são aquecidas enquanto são agitadas por um agitador da célula 24. Aqui, a temperatura dentro da célula 24 não é particularmente limitada desde que seja temperatura na qual o material plástico de pressão é plastificado. Como resultado desse processo, o material plástico de pressão é plastificado.

[000114] Subsequentemente, a bomba 12a é operada para comprimir dióxido de carbono como o primeiro fluido compressivo armazenado na bomba 11 e a válvula 13a é aberta para fornecer o primeiro fluido compressivo ao dispositivo de mistura 17. Na presente modalidade, uma bomba de gás de ácido carbônico (dióxido de carbono) é utilizada como a bomba 11. A pressão aplicada ao fluido compressivo pela bomba 12a pode ser ajustada para aproximadamente a pressão idêntica à pressão aplicada ao segundo fluido compressivo pela bomba 22. O primeiro fluido compressivo a ser fornecido é aquecido pelo aquecedor 16 dentro do tubo de pressão super elevada 30c. a temperatura ajustada do aquecedor 16 não é particularmente limitada desde que seja temperatura na qual o dióxido de carbono fornecido é transformado em um fluido compressivo.

[000115] Subsequentemente, a bomba 12b é operada e a válvula 13b é aberta de modo que o material plástico de pressão fornecido a partir da célula 24 e o primeiro fluido compressivo a partir da bomba 11 sejam continuamente colocados em contato entre si no dispositivo de mistura 17 e sejam homogeneamente misturados. Como resultado, o material plástico de pressão é fundido. A viscosidade do material fundido obtido por fundir o material plástico de pressão não é particularmente limitada desde que seja a viscosidade na qual o material fundido obtido por fundir o material plástico de pressão possa ser jateado a partir do bocal 32. A viscosidade do material fundido é, entretanto, preferivelmente 20 mPa.s ou mais baixa, porque quanto mais baixa a viscosidade, mais fácil de formar partículas finas durante jateamento. Quando a viscosidade do material fundido é maior do que 20 mPa.s, pode ser difícil formar partículas, ou partículas grossas, produtos fibrosos, espuma ou coesão de partículas podem ser formadas. No caso onde um produto final é um toner, além disso, pode ser difícil formar partículas finas uniformes tendo um tamanho exigido de 4  $\mu\text{m}$  a 8  $\mu\text{m}$ .

#### Etapa de formação de partículas

[000116] Subsequentemente, a etapa de formação de partículas do método para produzir partículas da presente modalidade é explicada. Em primeiro lugar, a bomba 22 é operada e a válvula 23 é aberta de modo que o segundo fluido

compressivo armazenado na bomba 21 seja fornecido ao dispositivo de mistura 31. Na presente modalidade, uma bomba de nitrogênio é utilizada como a bomba 21. A pressão do segundo fluido compressivo fornecido não é particularmente limitada, e pode ser ajustada aproximadamente na mesma pressão daquela na primeira modalidade. O segundo fluido compressivo a ser fornecido é aquecido pelo aquecedor 26 dentro do tubo de pressão super elevada 30i. a temperatura ajustada do aquecedor 26 não é particularmente limitada, desde que seja temperatura na qual o nitrogênio fornecido é transformado em um fluido compressivo.

[000117] A seguir, a válvula 13c é aberta de modo que o material fundido obtido pela fusão do material plástico de pressão no dispositivo de mistura 17 seja fornecido ao dispositivo de mistura 31. O material fundido a partir da célula 24 e o segundo fluido compressivo fornecido a partir da bomba 21 são homogeneamente misturados no dispositivo de mistura 31. O material fundido misturado no dispositivo de mistura 31 é continuamente jateado a partir do bocal 32 para a atmosfera devido à diferença de pressão. No modo como descrito, o material de fundido pode ser jateado a partir do bocal 32 enquanto fornece o segundo fluido compressivo ao material fundido. O material fundido jateado a partir do bocal 32 é formado em partículas, seguido por solidificação. Uma vez que partículas podem ser produzidas sem utilizar uma

célula de pressão elevada de acordo com o método para produzir partículas da segunda modalidade, o peso do aparelho pode ser reduzido.

#### Suplemento para modalidades

[000118] Nas primeira e segunda modalidades, os casos onde os aparelhos para uso no método para produzir partículas são os aparelhos para produzir partículas (1,2) representadas nas figuras 4 e 6 são explicados, porém o aparelho não é limitado a esses aparelhos. Em vez do aparelho para produzir partículas (1, 2), um dispositivo dotado de um dispositivo de jato convencional para uso no processo PGSS, várias unidades do segundo percurso, e a unidade de mistura 31 podem ser utilizados.

[000119] Nas modalidades acima, os casos onde o material fundido contendo o material plástico de pressão e o fluido compressivo é jateado na atmosfera não é limitado a esses casos. Por exemplo, o material fundido pode ser jateado na atmosfera, cuja pressão é mais elevada do que a pressão atmosférica, porém mais baixa do que a pressão dentro do bocal 32. Nesse caso, controle sobre o diâmetro de partícula ou distribuição de tamanho de partícula pode ser aperfeiçoado por controlar a velocidade de jato (velocidade linear de saída). Além disso, um efeito de resfriamento para o material fundido jateado a partir do bocal 32 devido ao efeito Joule-Thomson pode ser suprimido, e portanto, aquecimento pelo

aquecedor 26 pode ser evitado, o que leva a economia de energia e economia em custo.

#### Partículas

[000120] No presente relatório descritivo, um exemplo de produzir um toner como as partículas foi explicado, porém as partículas a serem produzidas são apropriadamente selecionadas dependendo da finalidade pretendida sem nenhuma limitação. Os exemplos das partículas incluem partículas de produtos de uso diário, produtos médicos e produtos cosméticos. O formato, tamanho e material das partículas produzidas pelo método da presente invenção são apropriadamente selecionados dependendo do produto final pretendido sem nenhuma limitação. O método para produzir partículas da presente invenção pode produzir partícula sem utilizar um solvente orgânico, visto que um fluido compressivo é utilizado. Portanto, partículas, que não contêm substancialmente um solvente orgânico, podem ser obtidas. Observe que as partículas, que não contêm substancialmente um solvente orgânico, significam que uma quantidade do solvente orgânico nas partículas como medido pelo método a seguir é igual ou menor do que o limite de detecção.

#### Método de medição de solvente residual

[000121] A quantidade do solvente residual das partículas é medida no seguinte método de medição. A 1 parte por massa de partículas a serem medidas, 2 partes por massa

de 2-propanol são adicionados, e dispersos por onda ultrassônica por 30 minutos e então a mistura é armazenada em um refrigerador (5°C) por 1 dia ou mais tempo, para desse modo extrair um solvente nas partículas. Um líquido sobrenadante é analisado por cromatografia de gás (GC-14A, fabricado por Shimadzu Corporation), para determinar a quantidade do solvente e um monômero residual nas partículas. Desse modo, a concentração do solvente é medida. As condições de medição para tal análise são como a seguir.

[000122] Dispositivo: Shimadzu GC-14A

[000123] Coluna: CBP20-M 50-0.25

[000124] Detector: FID

[000125] Volume de injeção: 1  $\mu\text{L}$  a 5  $\mu\text{L}$

[000126] Gás portador: He 2,5 kg/cm<sup>2</sup>

[000127] Taxa de fluxo de hidrogênio: 0,6 kg/cm<sup>2</sup>

[000128] Taxa de fluxo de ar: 0,5 kg/cm<sup>2</sup>

[000129] Velocidade de gráfico: 5 mm/min

[000130] Sensibilidade: faixa 101 x Atten 20

[000131] Temperatura de coluna: 40°C

[000132] Temperatura de injeção: 150°C

[000133] Toner

[000134] As partículas produzidas pelo método para produzir partículas da presente invenção são preferivelmente um toner.

[000135] O toner da presente invenção é o toner produzido pelo método para produzir partículas e contém pelo menos um material plástico de pressão e não contém substancialmente solvente orgânico. O toner pode conter ainda outras matérias-primas, se necessário.

[000136] O toner produzido pelo método para produzir partículas da presente invenção não é particularmente limitado em termos das propriedades do mesmo, como formato e tamanho. Entretanto, o toner tem preferivelmente densidade de imagem, circularidade média, diâmetro de partícula médio de massa e uma razão (diâmetro de partícula médio de massa/diâmetro de partícula médio de número) do diâmetro de partícula médio de massa para o diâmetro de partícula médio de número, como descrito abaixo.

[000137] A densidade média do toner é aproximadamente selecionada dependendo da finalidade pretendida sem nenhuma limitação, porém o nível cinza do mesmo como medido por um espectrômetro (938 espectrodensitômetro, fabricado por X-Rite) é preferivelmente 1,90 ou maior, mais preferivelmente 2,00 ou maior, e ainda mais preferivelmente 2,10 ou maior. Quando a densidade de imagem é menor do que 1,90, a densidade de imagem de uma imagem é baixa, e portanto, uma imagem de qualidade elevada pode não ser obtida. Aqui, a densidade de imagem pode ser medida, por exemplo, no seguinte modo. Por meio de imagio Neo 450 (fabricado por Ricoh Company Limited),

uma imagem sólida é formada em uma folha de fotocópia (TYPE6000<70W>, fabricado por Ricoh Company Limited) para fornecer uma quantidade de deposição de revelador de  $1,00 \pm 0,05$  mg/cm<sup>2</sup> com um rolo de fixação tendo temperatura superficial de  $160^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ . A densidade de imagem da imagem sólida obtida é medida em 6 pontos aleatoriamente selecionados por meio do espectrômetro acima mencionado. O valor médio é calculado a partir dos valores medidos e determinado como a densidade de imagem.

[000138] A circularidade média do toner é apropriadamente selecionada dependendo da finalidade pretendida sem nenhuma limitação, porém é um valor obtido por dividir um comprimento circunferencial de um círculo equivalente tendo a mesma área de projeção para aquela do toner por um comprimento circunferencial de uma partícula efetiva. A circularidade média do toner é preferivelmente 0,900 a 0,980, mais preferivelmente 0,950 a 0,75. Além disso, uma proporção das partículas tendo a circularidade média menor do que 0,94 é preferivelmente 15% em massa ou menos. Quando a circularidade média é menor do que 0,900, pode não ser capaz de obter propriedade de transferência desejável ou produzir uma imagem de qualidade elevada sem pós. Quando a circularidade média é maior do que 0,980, em um sistema de formação de imagem utilizando técnica de limpeza de lâmina, defeitos de limpeza ocorrem em um fotocondutor ou uma correia

de transferência, mancha de imagem, por exemplo, em um caso de formação de uma imagem tendo uma razão de área de imagem elevada como imagem fotográfica, um toner formando uma imagem não transferida devido a um defeito de alimentação de papel ou similar acumula no fotocondutor permanece toner não transferido no mesmo, ou o toner não transferido pode causar mancha de segundo plano em imagens, ou um rolo de carga etc. que contata cargas o fotocondutor é contaminado com o toner não transferido, desse modo o toner pode não exercer sua capacidade de carga intrínseca.

[000139] A circularidade média pode ser medida por meio de um analisador de imagem de partícula de fluxo, por exemplo, um analisador de imagem de partícula de fluxo FPIA-2000, fabricado por Sysmex Corporation. Na medição, pó fino é removido da água utilizando um filtro, de tal modo que o número de partículas dentro de uma área medida (Por exemplo,  $0,60 \mu\text{m}$  ou maior porém menor do que  $159,21 \mu\text{m}$  em diâmetro equivalente de círculo) em  $10^{-3} \text{ cm}^3$  da água é 20 ou menos, então algumas gotas de um tensoativo não iônico (preferivelmente CONTAMINON N, fabricado por Wako Pure Chemical Industries, Ltd.) são adicionadas em 10 mL da água. A seguir, 5 mg de uma amostra de medição são adicionalmente acrescentados na água, dispersão é realizada por 1 minuto sob condições de 20 kHz e 50 W /  $10 \text{ cm}^3$  utilizando o aparelho de dispersão ultrassônica UH-50 (fabricado por SMT Co., Ltd.),

dispersão é adicionalmente realizada para um total de 5 minutos, e a distribuição de tamanho de partícula das partículas que são 0,60  $\mu\text{m}$  ou maiores porém menores do que 159,21  $\mu\text{m}$  em diâmetro equivalente de círculo é medida utilizando um líquido de dispersão de amostra no qual a amostra de medição tem uma concentração de partículas de 4.000 partículas/ $10^{-3}$   $\text{cm}^3$  a 8.000 partículas/ $10^{-3}$   $\text{cm}^3$  (quando partículas que pertencem à faixa de diâmetro equivalente de círculo de medição são o alvo).

[000140] O líquido de dispersão de amostra passa através de um percurso de fluxo (que aumenta com relação à direção de fluxo) de uma célula de fluxo transparente, plana (aproximadamente 200  $\mu\text{m}$  em espessura). Para formar um percurso óptico que avança intersectando a espessura da célula de fluxo, um estroboscópio e uma câmera CCD são fornecidos de modo a serem posicionados opostamente entre si com relação à célula de fluxo. Uma luz estroboscópica é emitida em intervalos de 1/30 segundos para obter imagens de partículas fluindo na célula de fluxo; como resultado, as partículas são fotografadas como imagens bidimensionais tendo certas áreas que são paralelas à célula de fluxo. Com base nas áreas das imagens bidimensionais das partículas, os diâmetros de círculos tendo as mesmas áreas são calculados como diâmetros equivalente de círculo.

[000141] Os diâmetros equivalentes de círculo de 1.200 ou mais partículas podem ser medidos aproximadamente em 1 minuto e o número de partículas com base na distribuição dos diâmetros equivalentes de círculo e a proporção (% de número) de partículas tendo um diâmetro equivalente de círculo prescrito pode ser medida. Os resultados (% frequente e % cumulativa) podem ser obtidos dividindo a faixa de 0,06  $\mu\text{m}$  a 400  $\mu\text{m}$  em 226 canais (uma oitava é dividida em 30 canais). A medição prática de partículas é realizada em relação a partículas que são 0,60  $\mu\text{m}$  ou maiores, porém, menores do que 159,21  $\mu\text{m}$  em diâmetro equivalente de círculo.

[000142] O diâmetro de partícula médio de massa do toner é apropriadamente selecionado dependendo da finalidade pretendida sem nenhuma limitação, porém é preferivelmente 3  $\mu\text{m}$  a 10  $\mu\text{m}$ , mais preferivelmente 3  $\mu\text{m}$  a 8  $\mu\text{m}$ . quando o diâmetro de partícula média de massa do mesmo é menor do que 3  $\mu\text{m}$ , o toner de um revelador de dois componentes pode ser fundido sobre uma superfície de uma partícula portadora após ser agitado durante um período longo em um dispositivo de revelação, diminuindo a capacidade de carga do portador. No caso onde o toner é um revelador de um componente, o toner pode causar formação de filme em um cilindro de revelação, ou pode ser fundido sobre um elemento para adelgaçar uma camada de toner, como uma lâmina. Quando o diâmetro de partícula médio de massa é maior do que 10  $\mu\text{m}$ , é difícil produzir uma

imagem tendo resolução elevada e qualidade elevada, e uma variação no tamanho de partícula do toner pode ser grande quando o toner é fornecido ao revelador para compensar o toner consumido.

[000143] Uma razão (diâmetro de partícula médio de massa/diâmetro de partícula médio de número) do diâmetro de partícula médio de massa para o diâmetro de partícula médio de número é aproximadamente selecionado dependendo da finalidade pretendida sem nenhuma limitação, porém é preferivelmente 1,00 para 1,25, mais preferivelmente 1,00 para 1,10. Quando a razão (diâmetro de partícula médio de massa/diâmetro de partícula médio de número) do diâmetro de partícula médio de massa para o diâmetro de partícula de número é maior do que 1,25, no caso de um revelador de dois componentes, um toner é fundido sobre uma superfície de portador devido à agitação realizada durante um período em um dispositivo de revelação, o que pode reduzir a capacidade de carga do portador. Quando a razão (diâmetro de partícula médio de massa/diâmetro de partícula médio de número) do diâmetro de partícula médio de massa para o diâmetro de partícula médio de número é maior do que 1,25, no caso de um revelador de um componente, o toner pode causar formação de filme em um cilindro de revelação, ou pode ser fundido sobre um elemento para adelgaçar uma camada de toner, como uma lâmina. Além disso, é difícil produzir uma imagem tendo

resolução elevada e alta qualidade, e uma variação no tamanho de partícula do toner pode ser grande quando o toner é fornecido ao revelador para compensar o toner consumido.

[000144] O diâmetro de partícula médio de massa, e a razão (diâmetro de partícula médio de massa/diâmetro de partícula médio de número) do diâmetro de partícula médio de massa para o diâmetro de partícula médio de número pode ser medido, por exemplo, por meio de um analisador de tamanho de partícula, Coulter Counter TAI, fabricado por Beckman Coulter, Inc.

#### Revelador

[000145] O revelador da presente invenção será explicado a seguir. O revelador da presente invenção é apropriadamente selecionado dependendo da finalidade pretendida sem nenhuma limitação, com a condição de que contenha o toner produzido pelo método acima mencionado. Exemplos específicos do revelador contém um revelador de um componente contendo o toner produzido pelo método acima mencionado, e um revelador de dois componentes contendo o toner produzido pelo método acima mencionado e um portador magnético. Os exemplos do toner incluem um toner colorido (por exemplo, amarelo, ciano, magenta e preto) e um toner puro.

#### Portador magnético

[000146] O portador magnético é apropriadamente selecionado dependendo da finalidade pretendida sem nenhuma limitação, com a condição de que contenha um material magnético. Exemplos específicos do portador magnético incluem hematita, pó de ferro, magnetita e ferrita. Uma quantidade do portador magnético é preferivelmente 5% em massa a 50% em massa, mais preferivelmente 10% em massa a 30% em massa, em relação a 100% em massa do toner.

#### Aparelho de formação de imagem

[000147] O aparelho de formação de imagem da presente invenção contém pelo menos: um elemento que contém imagem eletrostática latente; uma unidade de formação de imagem eletrostática latente configurada para formar uma imagem eletrostática latente no elemento que contém imagem eletrostática latente; uma unidade de revelação configurada para revelar a imagem eletrostática latente formada com um toner para formar uma imagem visível; uma unidade de transferência configurada para transferir a imagem visível revelada para um meio de gravação; e uma unidade de fixação configurada para fixar a imagem visível transferida no meio de gravação. O aparelho de formação de imagem da presente invenção pode conter ainda outras unidades, se necessário.

[000148] O toner acima mencionado é o toner da presente invenção.

[000149] O aparelho de formação de imagem da presente invenção será explicado com referência à figura 5 a seguir. A figura 5 é um diagrama esquemático ilustrando um exemplo do aparelho de formação de imagem da presente invenção. O aparelho de formação de imagem 200 revela uma imagem eletrostática latente com o toner produzido pelo método para produzir partículas descritas acima para formar uma imagem visível, transfere a imagem visível para uma folha, que é um exemplo de um meio de gravação, e fixa a imagem visível na folha para formar uma imagem. No presente relatório descritivo, um exemplo onde o aparelho de formação de imagem 200 é uma impressora eletrofotográfica é explicado, porém o aparelho de formação de imagem não é limitado à impressora eletrofotográfica e pode ser uma fotocopiadora ou um fax.

[000150] Como ilustrado na figura 5, o aparelho de formação de imagem 200 é equipado com um elemento de alimentação de papel 210, um elemento de transporte 220, um elemento de formação de imagem 230, um elemento de transferência 240 e um elemento de fixação 250.

[000151] Como ilustrado na figura 5, o elemento de alimentação de papel 210 é equipado com um cassete de alimentação de papel 211 no qual folhas a serem alimentadas são armazenadas, e um rolo de alimentação 212 configurado para alimentar folhas armazenadas no cassete de alimentação de papel 211 uma a uma.

[000152] O elemento de transporte 220 é equipado com um rolo 221 configurado para transportar a folha alimentada pelo rolo de alimentação 212 para o lado do elemento de transferência 240, um par de rolos de timing 222 configurados para enviar a folha transportada pelo rolo 221 para o elemento de transferência 240 com o timing predeterminado, e um rolo de ejeção de papel 223 configurado para ejetar a folha na qual o toner foi fixado pelo elemento de fixação 250 para uma bandeja de ejeção de papel 224.

[000153] O elemento de formação de imagem 230 é equipado com uma unidade de formação de imagem Y, que é configurada para formar uma imagem utilizando um revelador contendo um toner amarelo (toner Y), uma unidade de formação de imagem C que é configurada para formar uma imagem utilizando um revelador contendo um toner ciano (toner C), uma unidade de formação de imagem M, que é configurada para formar uma imagem utilizando um revelador contendo um toner magenta (toner M), uma unidade de formação de imagem K, que é configurada para formar uma imagem utilizando um revelador contendo um toner preto (toner K) e uma exposição 233, onde a unidade de formação de imagem Y, a unidade de formação de imagem C, a unidade de formação de imagem M e a unidade de formação de imagem K são alinhadas a partir da esquerda para a direita na figura 5 com certo intervalo. Observe que os

toners (Y, C, M, K) são, cada, o toner produzido pelo método acima mencionado para produzir partículas.

[000154] Na figura 5, as quatro unidades de formação de imagem têm substancialmente as mesmas estruturas mecânicas, com a condição de que um revelador para uso é diferente. Cada unidade de formação de imagem contém: um tambor fotocondutor (231Y, 231C, 231M, 231K) que é fornecido giratoriamente no sentido horário (figura 5) e é configurado para conter uma imagem eletrostática latente e uma imagem de toner; um carregador (232Y, 232C, 232M, 232K) configurado para carregar uniformemente uma superfície do tambor fotocondutor (231Y, 231C, 231M, 231K); um cartucho de toner (237Y, 237C, 237M, 237K) configurado para fornecer um toner de cor respectiva (Y, C, M, K); um dispositivo de revelação (234Y, 234C, 234M, 234K) configurado para revelar uma imagem eletrostática latente formada no tambor fotocondutor (231Y, 231C, 231M, 231K) por um dispositivo de exposição 233 com o toner fornecido a partir do cartucho de toner (237Y, 237C, 237M, 237K) para formar uma imagem de toner; um dispositivo de deseletrificação (235Y, 235C, 235M, 235K) configurado para deseletrificar a superfície do tambor fotocondutor (231Y, 231C, 231M, 231K) após a imagem de toner ser transferida primariamente para um meio de transferência; e um meio de limpeza (236Y, 236C, 236M, 236K) configurado para remover o toner residual que resta na superfície do tambor fotocondutor

(231Y, 231C, 231M, 231K) após deseletrificado pelo dispositivo de deseletrificação (235Y, 235C, 235M, 235K).

[000155] O dispositivo de exposição 233 é um dispositivo no qual luz laser L emitida a partir de uma fonte de luz 233a baseada na informação de imagem é refletida com um espelho polígono (233bY, 233bC, 233bM, 233bK), que é acionado giratoriamente por um motor para irradiar o tambor fotocondutor (231Y, 231C, 231M, 231K). Uma imagem eletrostática latente baseada na informação de imagem é formada no tambor fotocondutor 231 por meio do dispositivo de exposição 233.

[000156] O elemento de transferência 240 contém: um rolo de acionamento 241 e um rolo acionado 242; uma correia de transferência intermediária 243, que é sustentada por esses rolos, e está servindo como um elemento de transferência capaz de girar no sentido anti-horário na figura 5 ao longo da rotação do rolo de acionamento 241; um rolo de transferência primário (244Y, 244C, 244M, 244K) fornecido para estar voltado para o tambor fotocondutor 231 através da correia de transferência intermediária 243; e um rolo de transferência secundária 246 fornecido para estar voltado para um rolo contador secundário 245 através da correia de transferência intermediária 243 na posição de transferência da imagem de toner para uma folha.

[000157] No elemento de transferência 240, propensão de transferência primária é aplicada ao rolo de transferência primária 244 para transferir (transferência primária) cada imagem de toner formada na superfície do tambor fotocondutor 231 para sobre a correia de transferência intermediária 243. Além disso, propensão de transferência secundária é aplicada ao rolo de transferência secundária 246 para transferir (transferência secundária) a imagem de toner na correia de transferência intermediária 243 para uma folha transportada que é retida entre o rolo de transferência secundária 246 e o rolo contador secundário 245.

[000158] O elemento de fixação 250 contém: um rolo de calor 251 que contém um aquecedor no mesmo e é configurado para aquecer uma folha à temperatura mais elevada do que a temperatura de fixação mínima do toner; e um rolo de pressão 252, que é pressionado giratoriamente contra o rolo de calor 251 para formar uma superfície de contato (passe). No presente relatório descritivo, a temperatura de fixação mínima é o limite mais baixo da temperatura na qual o toner pode ser fixado.

[000159] O aparelho de formação de imagem da presente invenção utiliza um toner produzido pelo método da presente invenção, que tem uma distribuição de tamanho de partícula acentuada e excelentes propriedades de toner (por exemplo, propriedade de carga, propriedade ambiental e estabilidade de

armazenagem) e portanto, o aparelho de formação de imagem pode formar uma imagem de qualidade elevada.

#### Exemplos

[000160] A presente invenção será mais especificamente explicada através dos Exemplos e Exemplos comparativos a seguir, porém Exemplos não devem ser interpretados como limitando o escopo da presente invenção. Observe que nas descrições em Exemplos, "parte(s)" indica(m) "parte(s) em massa" e "%" indica "% em massa" a menos que de outro modo mencionado.

[000161] Síntese de resina de poliéster 1 (material plástico de pressão)

[000162] Um recipiente de reação equipado com um tubo de resfriamento, um agitador e um tubo de entrada de nitrogênio foi carregado com 229 partes de um aducto de óxido de etileno bisfenol A (2 mol), 529 partes de um aducto de óxido de propileno bisfenol A (3 mol), 208 partes de ácido tereftálico 46 partes de ácido adípico e 2 partes de óxido de dibutil estanho e a mistura foi deixada reagir por 8 horas a 230°C sob pressão atmosférica. O resultante foi adicionalmente deixado reagir por 5 horas sob a pressão reduzida de 10 mmHg a 15 mmHg. Posteriormente, 44 partes de anidrido trimelítico foram adicionados ao recipiente de reação e a mistura resultante foi deixada reagir por 2 horas a 180°C sob a pressão atmosférica para desse modo fornecer

Resina de poliéster 1. Resina de poliéster 1 tinha o peso molecular médio numérico de 2.500, peso molecular médio ponderal de 6.700, temperatura de transição vítrea  $T_g$  de 43°C e valor ácido de 25. Além disso, o gradiente no gráfico representando a relação entre a pressão e a temperatura de transição vítrea foi -10°C/Mpa.

[000163] Observe que com relação às medições da temperatura de transição vítrea e gradiente, um calorímetro de pressão elevada C-80 (fabricado por SETARAM Instrumentation) foi utilizado. Uma amostra foi ajustada em uma célula de medição de pressão elevada, e a célula foi purgada com dióxido de carbono, seguido por aplicar pressão para fornecer a pressão predeterminada. A taxa de aquecimento foi ajustada em 0,5°C/min e a temperatura de transição vítrea foi medida por aquecimento da amostra até 200°C.

[000164] Síntese de resina de poliéster 2 (resina de plástico de pressão)

[000165] Um frasco com quatro gargalos de 5 L equipado com um tubo de entrada de nitrogênio, um condensador, um agitador e um termopar foi carregado com 25 mol de 1,4-butanodiol, 23,75 mol de ácido fumárico, 1,65 mol de anidrido trimelítico e 5,3 g de hidroquinona e a mistura resultante foi deixada reagir por 5 horas a 160°C, seguido por aquecimento a 200°C e reagido por 1 hora. O resultante foi adicionalmente deixado reagir por 1 hora a 8.3 kPa, para

desse modo obter resina de poliéster 2. Resina de poliéster 2 tinha o ponto de fusão de 119°C, peso molecular médio numérico Mn de 710, peso molecular médio ponderal Mw de 2.100, valor de ácido de 24 e valor de hidroxila de 28. O gradiente da alteração na temperatura de transição vítrea do poliéster 2 em relação à pressão foi medido no método acima mencionado, e era -5°C/Mpa.

[000166] Síntese de resina de poliéster 2 (resina de plástico de pressão).

[000167] Um recipiente de reação equipado com um tubo de resfriamento, um agitador, e um tubo de entrada de nitrogênio foi carregado com 343 partes de um aducto de óxido de etileno bisfenol A (2 mol), 166 partes de ácido isoftálico e 2 partes de óxido de dibutil estanho e a mistura foi deixada reagir por 8 horas a 230°C sob a pressão atmosférica. O resultante foi adicionalmente deixado reagir por 5 horas sob a pressão reduzida de 10 mmHg a 15 mmHg, seguido por resfriamento do resultante a 110°C. a esse, 17 partes de diisocianato de isoforona em tolueno foram adicionados, e a mistura foi deixada reagir por 5 horas a 110°C, seguido por remover o solvente, para desse modo obter Resina de poliéster modificada por uretano 3-1. Resina de poliéster modificada por uretano 3-1 tinha o peso molecular médio ponderal de 72.000 e teor de isocianato de 0,7%.

[000168] Enquanto isso, do mesmo modo que acima, 570 partes de um aducto de óxido de etileno bisfenol (2 mol) e 217 partes de ácido tereftálico foram deixados reagir por 6 horas a 230°C sob a pressão atmosférica, para desse modo obter Resina de poliéster 3-2, que não tinha sido modificada. Resina de poliéster 3-2 tinha o peso molecular médio numérico de 2.400, valor de hidróxi de 51 e o valor de ácido de 5. Em 2.000 partes de acetato de etila, 200 partes de Resina de poliéster modificada por uretano 3-1, e 800 partes de Resina de poliéster 3-2 foram dissolvidas e/ou misturadas para desse modo obter uma solução de resina. Parte da solução de resina foi seca sob a pressão reduzida para isolar um componente de resina, para desse modo obter Resina de poliéster 3. O gradiente da alteração na temperatura de transição vítrea de Poliéster 3 em relação à pressão foi medida no método acima mencionado e era -3°C/Mpa.

#### Exemplo 1

[000169] No Exemplo 1, um toner foi produzido utilizando o aparelho para produzir partículas 1 ilustradas na figura 4. No exemplo 1, uma bomba de gás de ácido carbônico (dióxido de carbono) foi utilizada como a bomba 11. Além disso, uma bomba de nitrogênio foi utilizada como a bomba 21.

[000170] Uma célula de pressão elevada 14 do aparelho para produzir partículas 1 da figura 4 foi carregada com

Resina de poliéster 1 e dióxido de carbono como o primeiro fluido compressão foi introduzido a 160°C, 2 Mpa, seguido por agitação por 1 hora. O material fundido desse modo obtido tinha a viscosidade de 450 mPa.s. Com relação à medição da viscosidade do material de fundido, um viscosímetro (VISCOLab PVT, fabricado por Cambridge Viscosity, Inc.) foi utilizado. A medição foi realizada no seguinte modo. Uma amostra foi ajustada em uma unidade de medição e temperatura e pressão foram controladas. A temperatura e pressão nas quais a viscosidade se tornou constante foram determinadas, e tal viscosidade foi determinada como a viscosidade em tal temperatura e tal pressão. A seguir, a válvula 23 foi aberta, e a bomba 22 e aquecedor 26 foram operados, de modo que nitrogênio supercrítico como o segundo fluido compressivo foi jateado a partir do bocal 32 enquanto mantém a pressão e temperatura a 2 Mpa, 160°C. nesse estado, a válvula 13b foi aberta, e a bomba 12b foi operada de modo que o material fundido foi jateado com o fornecimento do segundo fluido compressivo ao material fundido. Durante esse processo, a temperatura e pressão dentro da célula de pressão elevada 14 foram mantidas constantemente a 180°C e 2 Mpa, respectivamente, por ajustar a bomba 12a e a válvula de contrapressão 14a. o material fundido jateado foi formado em partículas, seguido por solidificação, para desse modo obter Partículas de resina 1. Partículas de resina 1 obtidas logo

após o jateamento inicial tinham o diâmetro de partícula médio de volume ( $D_v$ ) de 65,3  $\mu\text{m}$ , o diâmetro de partícula médio numérico ( $D_n$ ) de 8,9  $\mu\text{m}$ , e a razão  $D_v/D_n$  de 7,33. Partículas de resina 1 obtidas após uma hora a partir do jateamento inicial tinham o diâmetro de partícula médio de volume ( $D_v$ ) de 68,5  $\mu\text{m}$ , o diâmetro de partícula médio numérico ( $D_n$ ) de 8,8  $\mu\text{m}$ , e a razão  $D_v/D_n$  de 7,78. Além disso, o rendimento de partículas, que era a massa de partículas de resina 1 como coletadas em relação à massa das matérias-primas como carregado, foi de 80%. Observe que o diâmetro de partícula médio de volume e a razão (diâmetro de partícula médio de volume/diâmetro de partícula médio numérico) do diâmetro de partícula médio de volume para o diâmetro de partícula médio numérico foram medidos por meio de um analisador de tamanho de partícula, Coulter Counter TALL, fabricado por Beckman Coulter, Inc.

#### Exemplos 2 a 4

[000171] Partículas de resina 2 a 4 foram individualmente produzidas do mesmo modo que no exemplo 1, com a condição de que a temperatura de processamento, pressão de processamento e o diâmetro de bocal foram alterados como representado na tabela 1. Partículas de resina 2 a 4 foram individualmente submetidas às medições da viscosidade do material fundido, diâmetro de partícula médio de volume ( $D_v$ ), diâmetro de partícula médio numérico ( $D_n$ ), razão  $D_v/D_n$ , e

rendimento do mesmo modo como no exemplo 1. Os resultados são apresentados nas tabelas 1 e 2.

#### Exemplo 5

[000172] Partículas de resina 5 foram obtidas do mesmo modo que no exemplo 1, com a condição de que Resina de poliéster 1 foi substituída com Resina de poliéster 2, e a temperatura de processamento, pressão de processamento e diâmetro de bocal foram alterados para os valores como representado na tabela 1. Partículas de resina 5 foram submetidas às medições da viscosidade do material fundido, diâmetro de partícula médio de volume (Dv), diâmetro de partícula médio numérico (Dn), razão Dv/Dn, e rendimento do mesmo modo que no exemplo 1. Os resultados são apresentados nas tabelas 1 e 2.

#### Exemplo 6

[000173] No exemplo 6, um toner foi produzido por meio de um aparelho para produzir partícula 2 da figura 6. No exemplo 6, uma bomba de gás de ácido carbônico (dióxido de carbono) foi utilizada como uma bomba 11. Além disso, uma bomba de nitrogênio foi utilizada como a bomba 21.

#### Matérias-primas

Resina de poliéster 1 95 partes

[000174] Substância corante [ftalocianina azul de cobre (C.I. Pigmento Azul 15:3 fabricado por Dainichiseika Color & Chemicals Mfg. Co., Ltd.)] 5 partes

[000175] Cera de parafina (ponto de fusão: 79°C) 5 partes

[000176] As matérias-primas do toner listado acima foram misturadas por um misturador, e a mistura foi amassada por fusão por um moinho de dois rolos. O produto amassado foi enrolado e resfriado. O produto amassado resultante foi ajustado em uma célula 24 do aparelho para produzir partículas 2 representadas na figura 6, seguido por aquecimento a 160°C para plastificar o produto amassado. A bomba 12a foi operada e a válvula 13a foi aberta de modo que o dióxido de carbono foi fornecido como um primeiro fluido compressivo a 150°C e 40 Mpa. Além disso, a bomba 12b foi operada e a válvula 13b foi aberta de modo que a mistura amassada plastificada e o primeiro fluido compressivo foram continuamente colocados em contato entre si e foram misturados no dispositivo de mistura 17. A seguir, a válvula 23 foi aberta e a bomba 22 e o aquecedor 26 foram utilizados de modo que nitrogênio supercrítico foi jateado a partir do bocal 32 como o segundo fluido compressivo mantendo a pressão e a temperatura a 40 Mpa, 150°C. nesse estado, a válvula 13c foi aberta para jatear continuamente o material fundido, que tinha sido obtido por colocar a mistura amassada e o primeiro fluido compressivo em contato entre si a partir do bocal 32, enquanto fornece o segundo fluido compressivo ao material fundido. A temperatura e pressão do material fundido passando

através do dispositivo de mistura 17 foram mantidas constantemente a 150°C e 40 Mpa, respectivamente, por ajustar a bomba 12a e a bomba 12b. O material fundido jateado formou partículas e as partículas foram solidificadas para desse modo obter o toner 6. O toner 6 foi submetido às medições da viscosidade do material fundido, diâmetro de partícula médio de volume (Dv), diâmetro de partícula médio de número (Dn), razão Dv/Dn, e rendimento do mesmo modo que no exemplo 1. Os resultados são apresentados nas tabelas 1 e 2.

#### Exemplo 7

[000177] O toner 7 foi obtido do mesmo modo que no exemplo 6, com a condição de que a temperatura de processamento e pressão de processamento foram alteradas para os valores como representado na tabela 1. O toner 7 foi submetido às medições da viscosidade do material fundido, diâmetro de partícula médio de volume (Dv), diâmetro de partícula médio de número (Dn), razão Dv/Dn, e rendimento do mesmo modo que no exemplo 1. Os resultados são apresentados nas tabelas 1 e 2.

#### Exemplo 8

[000178] O toner 8 foi obtido do mesmo modo que no exemplo 7, com a condição de que a bomba de nitrogênio foi substituída com uma bomba de ar como a bomba 21. O toner 8 foi submetido às medições da viscosidade do material fundido, diâmetro de partícula médio de volume (Dv), diâmetro de

partícula médio de número ( $D_n$ ), razão  $D_v/D_n$ , e rendimento do mesmo modo que no exemplo 1. Os resultados são apresentados nas tabelas 1 e 2.

Exemplo comparativo 1

Matérias-primas de toner

Resina de poliéster 3 50 g

[000179] Substância corante [ftalocianina azul de cobre (C.I. Pigmento azul 15:3 fabricado por Dainichiseika Color & Chemicals Mfg. Co. Ltd.)] 2,5 partes

[000180] Trimetilol propano tribeenato (ponto de fusão: 58°C) 12,5 partes

[000181] Um meio de dissolução de resina de 500 mL que foi equipado com um agitador, e um sensor de temperatura e foi capaz de ajustar sua pressão interna até 30 Mpa, e ajustando sua temperatura interna até 290°C, foi aquecido a 150°C. a seguir, o meio de dissolução de resina foi carregado com as matérias-primas de toner para fundir as matérias-primas. A seguir, a resina fundida e dióxido de carbono líquido (10 g) foram introduzidos em um misturador estático que foi composto de 30 elementos, e tinha um diâmetro interno de 5 mm, utilizando uma bomba de reforço. Durante esse procedimento, a pressão interna do misturador estático foi ajustada em 8 Mpa. A operação para jatear a mistura do dióxido de carbono e a resina a partir de um bocal, que foi fornecido em uma borda do misturador estático, e tinha um

diâmetro de abertura de 50  $\mu\text{m}$ , foi realizada, porém partículas não puderam ser formadas porque a plastificação do material fundido de toner era insuficiente.

#### Exemplo comparativo 2

[000182] Os processos idênticos àqueles do exemplo 6 foram realizados, com a condição de que a pressão de processamento e o diâmetro de bocal foram alterados para os valores como representado na tabela 1, porém partículas não puderam ser formadas porque a plastificação do material fundido de toner era insuficiente.

#### Exemplo comparativo 3

[000183] O toner comparativo 3 foi obtido do mesmo modo que no exemplo 7, com a condição de que a bomba de nitrogênio foi substituída com uma bomba de dióxido de carbono como a bomba 21. O toner comparativo 3 foi submetido às medições da viscosidade do material fundido, diâmetro de partícula médio de volume ( $D_v$ ), diâmetro de partícula médio de número ( $D_n$ ), razão  $D_v/D_n$ , e rendimento do mesmo modo que no exemplo 1. Os resultados são apresentados nas tabelas 1 e 2.

Tabela 1-1

	Partícula No.	Gradiente de material plástico de pressão ( $^{\circ}\text{C}/\text{MPa}$ )	Temperatura de processamento ( $^{\circ}\text{C}$ )	Pressão de processamento (MPa)
Ex. 1	Partículas de resina 1	-10	160	2
Ex. 2	Partículas de resina 2	-10	150	4
Ex. 3	Partículas de resina 3	-10	100	10
Ex. 4	Partículas de resina 4	-10	120	7
Ex. 5	Partículas	-5	120	2

	de resina 5			
Ex. 6	Toner 6	-10	150	40
Ex. 7	Toner 7	-10	130	65
Ex. 8	Toner 8	-10	130	65
Comp. Ex. 1	Toner Comparativo 1	-3	150	8
Comp. Ex. 2	Toner Comparativo 2	-10	150	0.1
Comp. Ex. 3	Toner Comparativo 3	-10	130	65

[000184] Tabela 1-2

	Viscosidade de material fundido (mPa·s)	Diâmetro de bocal ( $\mu\text{m}$ )	Dv (logo após jateamento inicial) ( $\mu\text{m}$ )	Dn (logo após jateamento inicial) ( $\mu\text{m}$ )	Dv/Dn
Ex. 1	450	400	65.3	8.9	7.33
Ex. 2	300	300	34.4	8.0	4.30
Ex. 3	160	200	22.9	6.8	3.37
Ex. 4	80	200	16.5	6.2	2.66
Ex. 5	68	200	14.0	6.1	2.30
Ex. 6	18	100	7.0	5.5	1.27
Ex. 7	3	100	5.1	4.5	1.13
Ex. 8	3	100	5.1	4.5	1.13
Ex. Comp. 1	700	50	Nenhuma partícula foi formada	Nenhuma partícula foi formada	-
Ex. Comp. 2	5,800	400	Nenhuma partícula foi formada	Nenhuma partícula foi formada	-
Ex. Comp. 3	3	100	5.0	4.4	1.14

[000185] Tabela 2

	Dv (uma hora após formação de jato inicial) ( $\mu\text{m}$ )	Dn (uma hora após formação de jato inicial) ( $\mu\text{m}$ )	Dv/Dn	Rendimento de partículas
Ex. 1	68.5	8.8	7.78	80
Ex. 2	36.1	7.8	4.63	83
Ex. 3	24.0	6.9	3.47	85
Ex. 4	17.3	6.3	2.75	88
Ex. 5	14.7	6.2	2.37	87
Ex. 6	7.4	5.7	1.29	90
Ex. 7	5.4	4.7	1.15	92
Ex. 8	5.5	4.7	1.17	90
Ex. Comp. 1	Nenhuma partícula foi formada	Nenhuma partícula foi formada	-	-
Ex. Comp. 2	Nenhuma partícula foi formada	Nenhuma partícula foi formada	-	-
Ex. Comp. 3	5.8	4.8	1.21	50

3				
---	--	--	--	--

[000186] Em cada um dos toners 6 a 8 e Toner comparativo 3 (100 partes), 0,7 partes em massa de sílica hidrofóbica e 0,3 partes em massa de óxido de titânio hidrofóbico foram adicionados e a mistura foi misturada por 5 minutos por meio de HENSCHTEL MIXER em uma velocidade de aro de 8m/s. O resultante foi passado através de uma malha tendo um tamanho de abertura de 100  $\mu\text{m}$ , para remover partículas grossas. A seguir, 5% em massa do toner resultante, que tinham sido submetidos ao tratamento de aditivo externo no modo acima mencionado e 95% em massa de um portador de ferrita de zinco-cobre, que tinham sido revestidos com uma resina de silicone e tinham o diâmetro de partícula médio de 40  $\mu\text{m}$ , foram homogeneamente misturados e carregados por meio de um misturador tubular no qual um recipiente foi rolado para agitação, para desse modo preparar um revelador de dois componentes, Reveladores 6 a 8 e Revelador comparativo 3, respectivamente. Observe que os toners utilizados para os Reveladores 6 a 8 e Revelador comparativo 3 são respectivamente os toners 6 a 8 e toner comparativo 3. Observe que reveladores de dois componentes dos Toners comparativos 1 a 3 não foram preparados.

[000187] Além disso, em 100 partes de toners 6 a 8 e toner comparativo 3, 0,7 partes em massa de sílica hidrofóbica, e 0,3 partes de oxido de titânio hidrofóbico foram adicionados e a mistura foi misturada por 5 minutos por

meio de HENSCHEL MIXER em um velocidade de aro de 8 m/s, para desse modo preparar um revelador de um componente, Reveladores 16 a 18 e Revelador comparativo 13, respectivamente. Observe que os toners utilizados para os Reveladores 16 a 18 e Revelador comparativo 13 são respectivamente os Toners 6 a 8 e Toner comparativo 3. Observe que reveladores de um componente dos Toners comparativos 1 a 2 não foram preparados.

[000188] Cada do revelador obtido foi ajustado em um aparelho de formação de imagem (IPSIO Color 8100 fabricado por Ricoh Company Limited para a avaliação de um revelador de dois componentes e imagio Neo C200 fabricado por Ricoh Company Limited para a avaliação para um revelador de um componente) e uma imagem foi transmitida para avaliação do seguinte modo. Os resultados são apresentados na tabela 3.

#### Densidade de imagem

[000189] Uma imagem sólida foi transmitida em papel simples, que era uma folha de transferência (tipo 6200, fabricado por Ricoh Company Limited), com a quantidade de deposição de toner baixa de  $0,3 \text{ mg/cm}^2 \pm 0,1 \text{ mg/cm}^2$ . A seguir, a densidade de imagem da imagem foi medida por um densitômetro X-Rite (fabricado por X-Rite). Os resultados foram avaliados com base nos seguintes critérios.

#### Critérios de avaliação

[000190] A: densidade de imagem era 1,4 ou mais.

[000191] B: densidade de imagem era 1,35 ou mais, porém menos que 1,4.

[000192] C: densidade de imagem era 1,3 ou mais, porém menos que 1,35.

[000193] D: densidade de imagem era menor do que 1,3.

[000194] Espalhamento de toner

[000195] Após 100.000 folhas de um gráfico tendo uma área de imagem de 5% serem continuamente transmitidas utilizando cada do revelador em um aparelho de formação de imagem (IPSiO Color 8100 fabricado por Ricoh Company Limited), que tinha sido convertido para sistema de fixação sem óleo e sintonizado para avaliação em uma temperatura de 40°C e 90% de RH, o nível de contaminação de toner no aparelho de formação de imagem foi visualmente observado e avaliado com base nos seguintes critérios de avaliação.

#### Critérios de avaliação

[000196] A: nenhuma contaminação de toner foi observada no aparelho de formação de imagem, e um excelente estado foi mantido.

[000197] B: leve contaminação de toner foi observada no aparelho de formação de imagem, e um estado satisfatório foi mantido.

[000198] C: contaminação de toner foi observada no aparelho de formação de imagem.

[000199] D: contaminação de toner severa foi observada no aparelho de formação de imagem, e estava fora de um nível aceitável.

#### Propriedade de transferência

[000200] Após um gráfico tendo uma área de imagem de 20% ser transferido a partir do fotocondutor para o papel, um toner residual no fotocondutor foi transferido para sobre papel branco utilizando SCOTCH TAPE (fabricado por Sumitomo 3M Ltd.) pouco antes da limpeza. A densidade do papel branco no qual o toner residual tinha sido transferido foi então medida utilizando Densitômetro de reflexo Macbeth RD514. Os resultados foram avaliados com base nos critérios a seguir.

#### Critérios de avaliação

[000201] A: a diferença com papel branco de modelo foi menor do que 0,005.

[000202] B: a diferença com papel branco de modelo foi de 0,005 a 0,010.

[000203] C: a diferença com papel branco de modelo foi de 0,011 a 0,02.

[000204] D: a diferença com papel branco de modelo foi maior do que 0,02.

#### Estabilidade de carga

[000205] Um padrão de imagem de letra tendo uma área de imagem de 12% foi continuamente transmitido em 100.000 folhas utilizando cada dos reveladores. A variação na quantidade de

carga durante o teste de saída foi avaliada. Uma pequena quantidade do revelador foi coletada a partir da luva, e a variação da quantidade de carga foi determinada por um método de soprar. Os resultados são avaliados com base nos seguintes critérios.

Critérios de avaliação

[000206] B: a variação na quantidade de carga foi menor que 5 uc/g.

[000207] C: a variação na quantidade de carga foi 5 uc/g a 10 uc/g.

[000208] D: a variação na quantidade de carga foi maior do que 10 uc/g.

[000209] Formação de filme

[000210] Após 1.000 folhas de gráficos de faixa respectivos tendo áreas de imagem de 100%, 75% e 50% serem transmitidas, a formação de filme sobre um cilindro de revelação e fotocondutor foi visualmente observada e avaliada com base nos seguintes critérios de avaliação.

Critérios de avaliação

[000211] A: não ocorreu formação de filme.

[000212] B: ocorreu levemente formação de filme.

[000213] C: ocorreu formação de filme riscado.

[000214] D: ocorreu formação de filme sobre todo o rolo de revelação e fotocondutor.

[000215] Após transmitir 1.000 folhas de um gráfico tendo uma área de imagem de 95%, a limpeza foi realizada em um fotocondutor. Um toner residual no fotocondutor limpo foi transferido sobre papel branco utilizando SCOTCH TAPE (fabricado por Sumitomo 3M Limited). A densidade do papel branco no qual o toner residual tinha sido transferido foi medida por meio de densitômetro de reflexo Macbeth RD514. Os resultados foram avaliados com base nos seguintes critérios.

#### Critérios de avaliação

[000216] A: a diferença com papel branco de modelo foi menor que 0,005.

[000217] B: a diferença com papel branco de modelo foi 0,005 a 0,010.

[000218] C: a diferença com papel branco de modelo foi 0,011 a 0,02.

[000219] D: a diferença com papel branco de modelo foi maior do que 0,02.

#### Avaliação total

[000220] Os resultados de avaliação dos itens de avaliação foram determinados com os seguintes pontos:

[000221] A: 1 ponto

[000222] B: 0 ponto

[000223] C: -1 ponto

[000224] D: -2 pontos

[000225] A avaliação total foi realizada com base nos pontos totais.

[000226] Critérios de avaliação

[000227] A: os pontos totais foram 4 pontos a 5 pontos.

[000228] B: os pontos totais foram 0 pontos a 3 pontos.

[000229] C: os pontos totais foram -3 pontos a -1 pontos.

[000230] D: os pontos totais foram inferiores a -4.

Tabela 3

	Densidade de imagem	Espalhamento de toner	Propriedade de transferência	Estabilidade de carga	Formação de filme	Propriedade de limpeza	Avaliação total
Revelador 6	B	B	B	B	A	B	B
Revelador 7	A	A	A	B	A	B	A
Revelador 8	A	A	A	B	A	B	A
Revelador 16	B	B	B	B	B	B	B
Revelador 17	A	A	A	B	A	B	A
Revelador 18	A	A	A	B	A	B	A

[000231] As modalidades da presente invenção são, por exemplo, como a seguir:

[000232] Método para produzir partículas, contendo:

[000233] Colocar primeiro fluido compressivo e matérias-primas contendo um material plástico de pressão em contato entre si para fundir o material plástico de pressão; e

[000234] Jatear um material fundido obtido por fundir o material plástico de pressão, com o fornecimento de um

segundo fluido compressivo contendo nitrogênio para o material fundido, para desse modo formar partículas.

[000235] Método de acordo com 1, em que a colocação contém colocar o primeiro fluido compressivo e o material plástico de pressão, que foi plastificado antecipadamente por aquecimento, em contato entre si.

[000236] Método de acordo com qualquer um de 1 ou 2, em que o material fundido tem uma viscosidade de 500 mPa.s ou mais baixa.

[000237] Método de acordo com 3, em que o material fundido tem uma viscosidade de 20 mPa.s ou mais baixa.

[000238] Método, de acordo com qualquer um de 1 a 4, em que um gradiente de uma alteração em temperatura de transição vítrea do material plástico de pressão em relação à pressão aplicada ao material plástico de pressão é  $-5^{\circ}\text{C}/\text{Mpa}$  ou menos.

[000239] Método, de acordo com 5, em que o gradiente de uma alteração em temperatura de transição vítrea do material plástico de pressão em relação à pressão aplicada ao material plástico de pressão é  $-10^{\circ}\text{C}/\text{Mpa}$  ou menos.

[000240] Método, de acordo com qualquer um de 1 a 6, em que a colocação contém continuamente colocar o primeiro fluido compressivo e o material plástico de pressão em contato entre si sem utilizar um misturador estático.

[000241] Método, de acordo com qualquer um de 1 a 7, em que a colocação contém colocar continuamente o primeiro

fluido compressivo e o material plástico de pressão em contato entre si, e o jateamento contém jatear continuamente o material fundido para formar continuamente partículas.

[000242] Método, de acordo com qualquer um de 1 a 8, em que o material plástico de pressão é uma resina de poliéster.

[000243] Método, de acordo com qualquer um de 1 a 9, em que o primeiro fluido compressivo contém dióxido de carbono.

[000244] Método, de acordo com qualquer um de 1 a 10, em que o segundo fluido compressivo é fornecido na pressão de 1 Mpa ou maior.

[000245] Método, de acordo com qualquer um de 1 a 11, em que as partículas a serem produzidas são um toner.

[000246] Toner contendo:

[000247] Um material plástico de pressão; e

[000248] Substancialmente nenhum solvente orgânico,

[000249] Em que o toner é produzido pelo método de acordo com 12.

[000250] Revelador contendo:

[000251] O toner de acordo com 13.

[000252] Aparelho de formação de imagem contendo:

[000253] Um elemento que contém imagem eletrostática latente;

[000254] Uma unidade de formação de imagem eletrostática latente configurada para formar uma imagem

eletrostática latente no elemento que contém imagem eletrostática latente;

[000255] Uma unidade de revelação configurada para revelar a imagem eletrostática latente formada com o toner de acordo com 13, para desse modo formar uma imagem visível;

[000256] Uma unidade de transferência configurada para transferir a imagem visível revelada para um meio de gravação; e

[000257] Uma unidade de fixação configurada para fixar a imagem visível transferida no meio de gravação.

Lista de sinais de referência

1: aparelho para produzir partículas

2: aparelho para produzir partículas

11, 21: bomba

12a, 12b, 22: bomba

14: célula de pressão elevada

16, 26: aquecedor

24: célula

17, 31: dispositivo de mistura

32: bocal

200: aparelho de formação de imagem

210: elemento de alimentação de papel

211: cassete de alimentação de papel

212: rolo de alimentação

220: elemento de transporte

- 221: rolo
- 221: rolo de timing
- 223: rolo de ejeção de papel
- 224: bandeja de ejeção
- 230: elemento de formação de imagem
- 231: tambor fotocondutor (um exemplo do elemento que contém imagem eletrostática latente)
- 232: carregador
- 233: dispositivo de exposição (um exemplo da unidade de formação de imagem eletrostática latente)
- 234: dispositivo de revelação (um exemplo da unidade de revelação)
- 235: dispositivo de deseletrificação
- 236: meio de limpeza
- 237: cartucho de toner
- 240: elemento de transferência (um exemplo da unidade de transferência)
- 241: rolo de acionamento
- 242: rolo acionado
- 243: correia de transferência intermediária
- 244: rolo de transferência primária
- 245: rolo contador secundário
- 246: rolo de transferência secundário
- 250: elemento de fixação (um exemplo da unidade de fixação)

251: rolo de calor

252: rolo de pressão

T: toner

## REIVINDICAÇÕES

1. Método para produzir partículas **caracterizado pelo** fato de que compreende:

colocar um primeiro fluido de compressão e matérias-primas que contêm um material de plástico pressurizado em contato uns com os outros para fundir o material plástico sob pressão; e

jatear uma massa fundida obtida pela fusão do material de plástico pressurizado, com o fornecimento de um segundo fluido de compressão contendo nitrogênio para a massa fundida, a partir de um bocal devido à diferença de pressão, para deste modo formar as partículas,

em que a massa fundida tem uma viscosidade de 500 mPa.s ou inferior conforme medida em uma pressão de 30 Mpa ou inferior,

em que nenhum solvente é usado quando fundindo o material plástico pressurizado,

em que o segundo fluido de compressão é uma substância tendo uma temperatura de inversão máxima de 800 K ou mais baixa, e

em que o material plástico pressurizado é um material tendo uma característica de que a temperatura de transição vítrea  $T_g$  da mesma reduz à medida que pressão é aplicada.

2. Método, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado pelo** fato de que o contato contém contatar o

primeiro fluido de compressão e o material de plástico pressurizado, que foi previamente plastificado por aquecimento, em contato um com o outro.

3. Método, de acordo com a reivindicação 1 ou 2, **caracterizado pelo** fato de que o material fundido tem uma viscosidade de 20 mPa.s ou inferior.

4. Método, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 3, **caracterizado pelo** fato de que um gradiente de uma mudança na temperatura de transição vítrea do material de plástico pressurizado em relação à pressão aplicada ao material de plástico pressurizado é  $-5\text{ }^{\circ}\text{C} / \text{MPa}$  ou menos.

5. Método, de acordo com a reivindicação 4, **caracterizado pelo** fato de que o gradiente de uma mudança na temperatura de transição vítrea do material de plástico pressurizado em relação à pressão aplicada ao material plástico pressurizado é  $-10\text{ }^{\circ}\text{C} / \text{MPa}$  ou menos.

6. Método, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 3, **caracterizado pelo** fato de que a etapa de contato contém continuamente contatar o primeiro fluido de compressão e o material de plástico pressurizado em contato um com o outro sem a utilização de um misturador estático.

7. Método, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 3, **caracterizado pelo** fato de que a

etapa de contato contém continuamente contatar o primeiro fluido de compressão e o material de plástico pressurizado em contato um com o outro, e o a etapa de jateamento contém jatear continuamente a massa fundida para formar partículas de forma contínua.

8. Método, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 3, **caracterizado pelo** fato de que o material de plástico pressurizado é uma resina de poliéster.

9. Método, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 3, **caracterizado pelo** fato de que o primeiro fluido de compressão contém dióxido de carbono.

10. Método, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 3, **caracterizado pelo** fato de que o segundo fluido de compressão é fornecido a uma pressão de 1 MPa ou mais.

11. Método, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 3, **caracterizado pelo** fato de que as partículas a serem produzidas são um toner.

FIG. 1

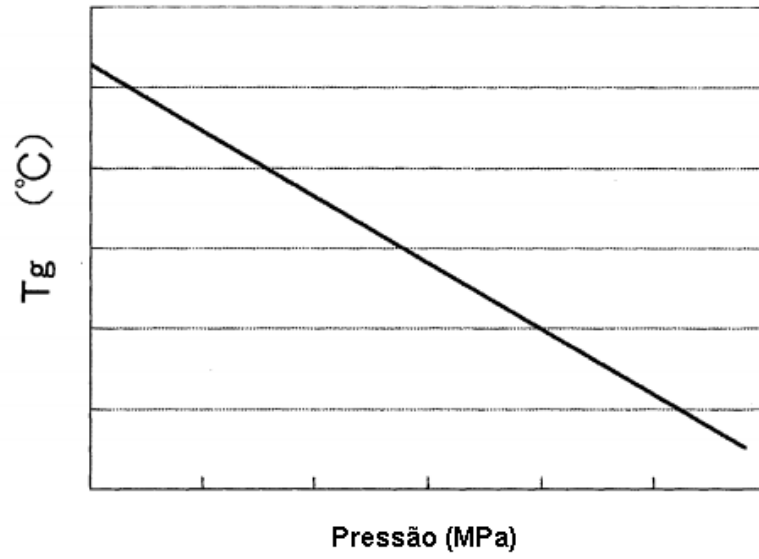


FIG. 2

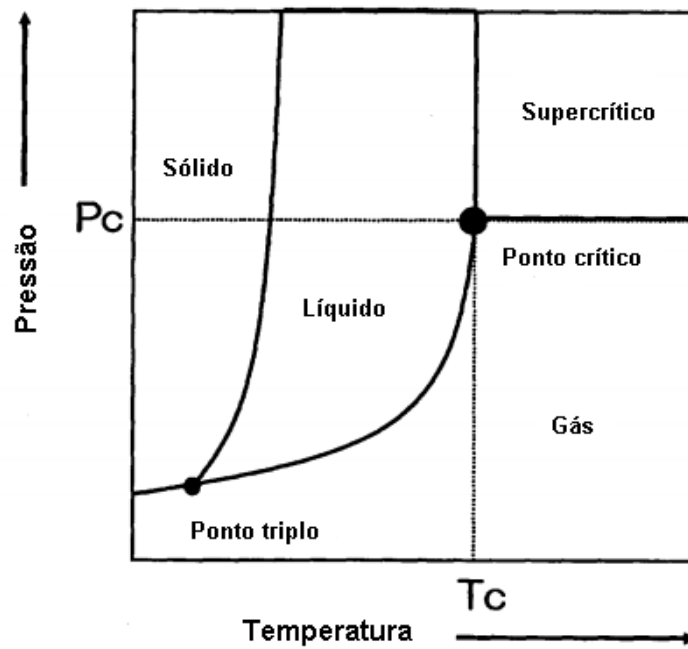


FIG. 3

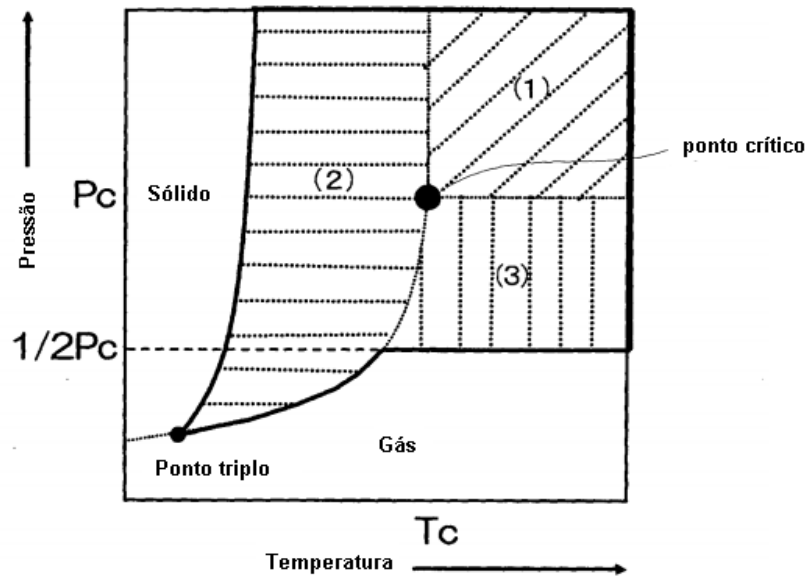


FIG. 4

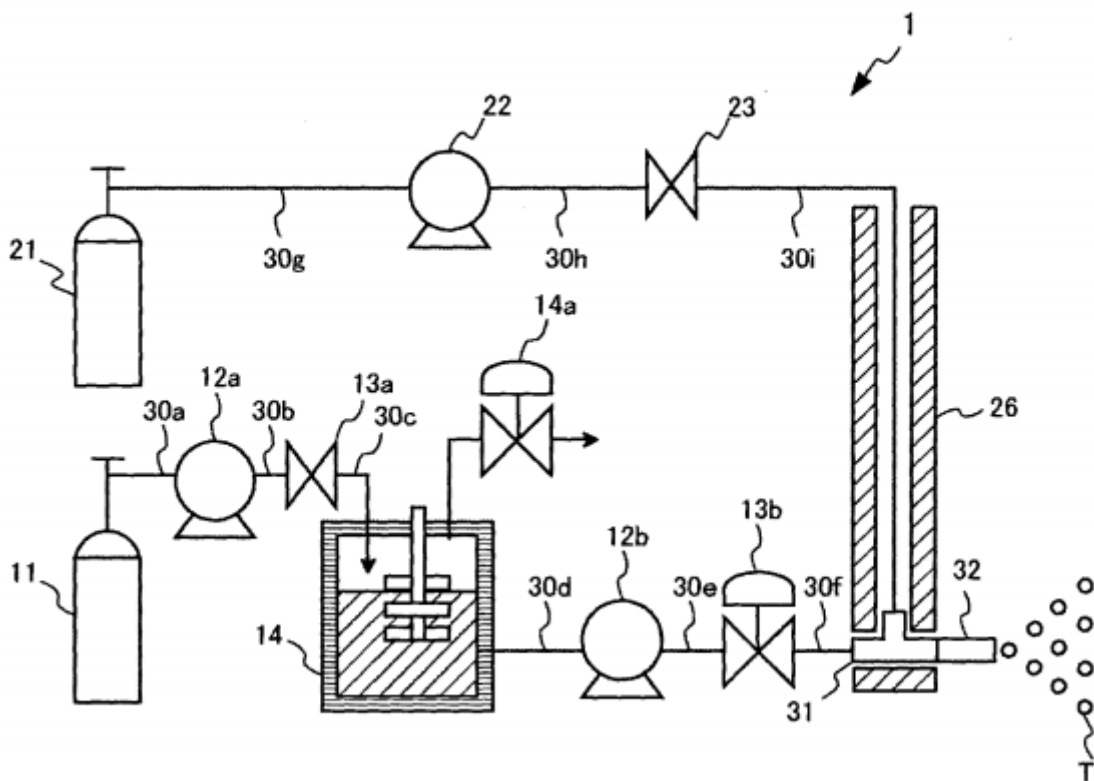


FIG. 5

