

Delegatura de Propiedad Industrial
División de Nuevas Creaciones

SOLICITUD

PATENTE DE INVENCION
PCT- FASE NACIONAL

21. EXPEDIENTE No. _____

54. TITULO

**PROCESO PARA PREPARAR UN TÓNER QUE
INCLUYE UN AGENTE DE ACOPLAMIENTO DE
BÓRAX**

51. CLASIFICACION
INTERNACIONAL

71. SOLICITANTE : **LEXMARK INTERNATIONAL, INC.**

DOMICILIO:

**LEXINGTON, KY 40550, ESTADOS UNIDOS DE
AMERICA**

74. APODERADO:

JAIME EDUARDO DELGADO VILLEGAS



No. 14-134581- -00000-0000

Fecha: 2014-06-20 16:12:58 Dep. 2020 DIR.NUEVASCR
Tra. 11 PATENTEIYII Eve: 378 FASENACIONALI
Act. 411 PRESENTACION Folios: 65

DIRECCIÓN DE NUEVAS CREACIONES
SOLICITUD FASE NACIONAL -PCT

1	TIPO DE SOLICITUD	☒ Patente de invención ☒ Capítulo I	☐ Patente de Modelo de Utilidad ☐ Capítulo II
2	DATOS SOLICITUD INTERNACIONAL PCT (86)		
Solicitud Internacional No.		PCT/US2012/071926	Fecha 28/12/2012
Publicación Internacional No.		WO/2013/101991 A1	Fecha 04/07/2013
3	TÍTULO DE LA INVENCION (200 caracteres o espacios máximos)		
PROCESO PARA PREPARAR UN TÓNER QUE INCLUYE UN AGENTE DE ACOPLAMIENTO DE BÓRAX			
4	CLASIFICACIÓN INTERNACIONAL (CIP)		
5	SOLICITANTE (S) ☐ Esta persona también es inventor. Para datos adicionales utilizar hoja de información complementaria		
APELLIDOS O RAZÓN SOCIAL		NOMBRE	IDENTIFICACIÓN TIPO
LEXMARK INTERNATIONAL, INC.			[1]
6	DATOS DEL SOLICITANTE		
DIRECCIÓN		IP Law Department, Bldg. 82-1 740 West New Circle Road	No. TELÉFONO
CIUDAD		LEXINGTON	CORREO ELECTRÓNICO
DEPARTAMENTO/ESTADO		KY 40550	NACIONALIDAD O LUGAR DE CONSTITUCIÓN
PAÍS DE RESIDENCIA		ESTADOS UNIDOS DE AMERICA	US
7	INVENTOR (ES) Para datos adicionales utilizar hoja de información complementaria		
APELLIDOS		NOMBRES	NACIONALIDAD
1. SUN,	Jin X.	US	
2. DIGGS,	Kofi, Opore	US	
DIRECCIÓN DE CORREO ELECTRÓNICO:			
8	DATOS INVENTOR (ES)		
PAÍS RESIDENCIA		DEPARTAMENTO/ESTADO	CIUDAD DIRECCIÓN
ESTADOS UNIDOS DE AMERICA	KY 40513	LEXINGTON	2304 Barnwell Lane
ESTADOS UNIDOS DE AMERICA	KY 40517	LEXINGTON	3395 Spangler Drive, Apt. 130,
OTRO(S) SOLICITANTE(S) Y/O (OTRO(S)) INVENTOR(ES)			
☐ Los demás solicitantes y/o (demás) inventores se indican en una hoja a continuación.			
9	☐ REPRESENTANTE LEGAL ☒ APODERADO		
APELLIDOS		NOMBRES	IDENTIFICACIÓN
DELGADO VILLEGAS	JAIME EDUARDO	C.C. 19.270.955 T.P. 43.308 C.S.J.	
DIRECCIÓN		Avda. Carrera 24 No. 37 - 31 Of. 202	No. TELÉFONO 2444096
CIUDAD		BOGOTA D.C.	CORREO ELECTRÓNICO mde@mdelaw.com
PAÍS		COLOMBIA	No. RADICACIÓN DE PROTOCOLO DE PODER GENERAL
10	DECLARACIONES DE PRIORIDAD ☒ SI ☐ NO		
(33) PAÍS DE ORIGEN		CÓDIGO PAÍS	(31) NÚMERO (32) FECHA (AAAA/MM/DD)
1. ESTADOS UNIDOS DE AMERICA	US	13/339,565	29/12/2011
2. ESTADOS UNIDOS DE AMERICA	US	13/339,705	29/12/2011

11	DECLARACIÓN SOBRE USO DE RECURSOS GENÉTICOS O BIOLÓGICOS											
Declaro que el objeto de la presente solicitud de patente fue obtenido a partir de recursos genéticos o biológicos de los que cualquiera de los países miembros de la Comunidad Andina es país de origen.												
☐ SI ☒ NO												
Nota: En caso afirmativo deberá anexar copia del contrato de acceso de recursos genéticos o productos derivados, o certificado o número de registro, expedido por la Autoridad competente.												
12	DECLARACIÓN SOBRE USO DE CONOCIMIENTOS TRADICIONALES											
Declaro que el objeto de la presente solicitud de patente fue obtenido a partir de conocimientos tradicionales de comunidades indígenas, afroamericanas o locales de países miembros de la Comunidad Andina.												
☐ SI ☒ NO												
Nota: En caso afirmativo deberá anexar la licencia o autorización de uso de conocimiento tradicional, o certificado, o número de registro expedido por la Autoridad competente.												
13	REDUCCIÓN DE TASAS											
Declaro que carezco de medios económicos para presentar la solicitud de patente.												
☐ SI ☒ NO												
Nota: En caso de ser persona natural y carecer de medios económicos, y por lo tanto, aplique la reducción de tasas a que se refiere la resolución vigente en tarifas, debe firmar la presente solicitud bajo la gravedad de juramento.												
Micro, pequeñas y medianas empresas ☐												
Universidades públicas o privadas ☐												
Entidades sin ánimo de lucro ☐												
Debe aportar los documentos que se indican en el numeral 17 de anexos												
14	AUTORIZACIÓN DE NOTIFICACIÓN EN LÍNEA ☐ SI ☒ NO											
Manifiesto que he leído y entendido perfectamente los términos y condiciones de uso de medios electrónicos para las notificaciones en línea a través de Internet de los actos administrativos proferidos por la Superintendencia de Industria y Comercio que deben ser notificados personalmente y, en consecuencia, autorizo el servicio de notificación a través de internet.												
15	COMPROBANTE DE PAGO O PAGO ELECTRÓNICO					N°			Fecha			
16	FIRMA DEL SOLICITANTE, DEL APODERADO O DEL REPRESENTANTE LEGAL											
Junto a cada firma, indicar el nombre del firmante y su calidad (si tal calidad no es obvia al leer el petitorio)												
JAIME EDUARDO DELGADO VILLEGAS APODERADO												
17	ANEXOS											
Documentación Técnica						Documentación Jurídica						
Solicitud Internacional en castellano												
1. ☒ Descripción N° de folios: 53						9. ☐ Poderes, si fuera el caso.						
2. ☒ Reivindicaciones N° Reivindicaciones: 20						10. ☐ Documento que legalmente pruebe la cesión del inventor al solicitante o a su causante.						
3. ☒ Dibujos y/o figuras N° folios: 2						11. ☐ Copia del contrato de acceso de recursos genéticos o productos derivados, certificado o número de registro, si fuera el caso.						
4. ☒ Resumen.						12. ☐ Copia de la licencia o autorización de Conocimientos Tradicionales, certificado o número de registro, si fuera el caso.						
5. ☐ Certificado de depósito de material biológico si fuera el caso.						13. Reducción de tasas						
6. ☐ Listado de secuencias de nucleótidos y/o aminoácidos en forma digital si fuera el caso.						Micro, pequeñas o medianas empresas						
7. ☒ Arte final 12 x 12.						☐ Copia simple de la declaración de renta del año inmediatamente anterior, o en su defecto prueba documental idónea.						
8. ☐ Anexo formato digital.						☐ Documento de constancia de cumplimiento con lo establecido en la ley 905 de 2004.						
						Universidades públicas o privadas						
						☐ Copia acto de reconocimiento institucional emitido por el Ministerio de Educación						
						Entidades sin ánimo de lucro						
						☐ Copia de registro vigente en Cámara de comercio.						
						☐ Hoja de información complementaria.						
						☐ Otros, especificar						
						14. ☒ Comprobante de pago de la tasa de presentación de la solicitud.						
						15. ☐ Comprobante de pago por reivindicación de prioridad.						
						16. ☐ Comprobante de pago de la tasa por concepto de excedente de palabras en la publicación.						
						17. ☒ Comprobante de pago por reivindicación adicional a 10.						

CO - Colombia

IP Portal
01 November 2012
Our Ref: 121029.CO.01
Client Ref: 2008035100-US-1-PCT

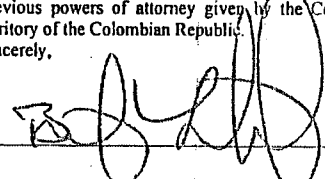
COLOMBIA

The Undersigned D. Brent Lambert citizen, adult and living in the United States in my position of legal representative of the company LEXMARK INTERNATIONAL, INC., with headquarters in IP Law Department, Bldg. 082-1, 740 West New Circle Road, Lexington, KY 40550, US, which was initially incorporated at United States of America, grant ample and sufficient power of attorney to: JAIME EDUARDO DELGADO VILLEGAS and/or CLEMENCIA DELGADO VILLEGAS, attorneys, adults, residing in Bogotá (Colombia), so that on our behalf and representation, carry out in Colombia and in any other Countries all types of errands and especial procedures for the registration and renewal of all kinds of Product and Service trademarks, deposits of name and commercial logotype, industrial models and drawings, invention patents, utility models, Integrated circuits, name of domain, Copyrights, plant varieties, agricultural, veterinary and sanitary registries, capacity certificates, renewal, modification, transfer, assignment and expansions and to be responsible as general attorneys, for the supervision of all matters related to industrial and Intellectual property, being empowered to present and withdraw objections, to present appeals, to request testimonies, to receive documents, to pay legal fees, to approve exploitations, to agree on transactions on trademark agreements with third parties of legal entities, to abandon action, to substitute and to carry out all the necessary actions before any administrative authority of the aforementioned purposes in the event that such procedures shall be transferred unto a judicial field, the legal representatives are authorized to act as plaintiff or defendant before the competent authorities, having an ample power to settle, to submit to arbitration, to waive, to present appeals and all other necessary special faculties.

For that purpose, I kindly request to grant ample powers to our attorneys, who shall be able to exercise the functions independently or collectively.

The present power of attorney revokes and cancels any other previous powers of attorney given by the Company in the territory of the Colombian Republic.

Sincerely,

X 
ID Card No. _____ issued in _____

Atentamente se dirige a usted D. Brent Lambert mayor de edad y residente en los Estados Unidos para manifestarle que en mi condición de representante legal de la firma LEXMARK INTERNATIONAL, INC., domiciliada en IP Law Department, Bldg. 082-1, 740 West New Circle Road, Lexington, KY 40550, US, y constituida inicialmente en United States of America, confiero poder general, amplio y suficiente a los Dres. JAIME EDUARDO DELGADO VILLEGAS, Abogados, mayores y vecinos de Bogotá, D.C. (Colombia), para que en nuestro nombre y representación adelanten en Colombia y en otros países toda clase de diligencias y procedimientos especiales para el Registro y Renovación en su Despacho, de toda clase de Marcas de Producto y Servicio, Depósitos de Nombre y Enseña Comercial, Diseños Industriales y Patentes de Invención, Patentes modelo de Utilidad, Esquemas de Circuitos integrados, Nombres de dominio, Derechos de Autor, Variedades vegetales, registros agrícolas, veterinarios y sanitarios, certificados de capacidad, renovación, modificación, traspaso y ampliación de los mismos y atiendan como Apoderados generales todo asunto referente a la Propiedad Industrial e intelectual, quedando facultados para presentar y retirar Oposiciones, interponer recursos, solicitar testimonios, recibir documentos, cancelar costos legales, probar explotaciones, aceptar transacciones, llegar a acuerdos marcarios con terceras personas o entidades jurídicas, desistir, sustituir y hacer cuanto fuere necesario ante cualquier autoridad administrativa para los fines arriba indicados; y en caso de que el procedimiento debiera pasar a conocimiento judicial, quedan facultados para actuar como demandantes o demandados ante los Jueces que sean competentes, con poder amplio, pudiendo transar, someter a árbitros, desistir, interponer recursos y con todas las demás facultades especiales que fueren necesarias.

Con éste objeto, ruego le confieran personería suficiente a nuestros Apoderados quienes podrán obrar en forma conjunta o independiente e incluso sustituir el presente poder.

Atentamente,

DNI _____ expedido en _____

El suscrito D. Brent Lambert, Ciudadano, adulto y residente en Estados Unidos de América, en mi cargo de Representante Legal de la sociedad **LEXMARK INTERNATIONAL, INC**, con domicilio en IP Law Department, Bldg. 082-1, 740 West New Circle Road, Lexington, KY 40550, Estados Unidos de América, constituida inicialmente en Estados Unidos de América, confiero poder general, amplio y suficiente a los Dres. **JAIME EDUARDO DELGADO VILLEGAS**, y/o **CLEMENCIA DELGADO VILLEGAS**, Abogados, mayores y vecinos de Bogotá, D.C. (Colombia), para que en nuestro nombre y representación adelanten en Colombia toda clase de diligencias y procedimientos especiales para el Registro y Renovación en su Despacho, de toda clase de Marcas de Producto y Servicio, Depósitos de Nombre y Enseña Comercial, Diseños Industriales y Patentes de Invención, Patentes modelo de Utilidad, Esquemas de Circuitos integrados, Nombres de dominio, Derechos de Autor, Variedades vegetales, registros agrícolas, veterinarios y sanitarios, certificados de capacidad, renovación, modificación, traspaso y ampliación de los mismos y atiendan como Apoderados generales todo asunto referente a la Propiedad Industrial e intelectual, quedando facultados para presentar y retirar Oposiciones, interponer recursos, solicitar testimonios, recibir documentos, cancelar costos legales, probar explotaciones, aceptar transacciones, llegar a acuerdos marcarios con terceras personas o entidades jurídicas, desistir, sustituir y hacer cuanto fuere necesario ante cualquier autoridad administrativa para los fines arriba indicados; y en caso de que el procedimiento debiera pasar a conocimiento judicial, quedan facultados para actuar como demandantes o demandados ante los Jueces que sean competentes, con poder amplio, pudiendo transar, someter a árbitros, desistir, interponer recursos y con todas las demás facultades especiales que fueren necesarias.

Con éste objeto, ruego le confieran personería suficiente a nuestros Apoderados quienes podrán obrar en forma conjunta o independiente e incluso sustituir el presente poder.

Atentamente,

(Firmado)

Número de identificación ----- Expedido en -----

PROCESO PARA PREPARAR UN TÓNER QUE INCLUYE UN AGENTE DE
ACOPLAMIENTO DE BÓRAX

REFERENCIAS CRUZADAS A LAS SOLICITUDES RELACIONADAS

- 5 Esta solicitud de patente está relacionada con la Solicitud de Patente de Estados Unidos con N° de Serie XX/XXX.XXX (N° de Expediente de Mandatario P7-US2), presentada el ____ de diciembre de 2011, titulada "Chemically Prepared Toner Formulation including a Borax Coupling Agent" y cedida al cesionario de la presente solicitud.

10 ANTECEDENTES

1. Campo de la divulgación

- La presente invención se refiere, en general, a procesos para preparar químicamente tóner para su uso en electrofotografía y, más particularmente, a un proceso para preparar químicamente tóner que incluye un agente de
15 acoplamiento de bórax.

2. Descripción de la técnica relacionada

- Los tóneres para su uso en impresoras electrofotográficas incluyen dos tipos principales, los tóneres molidos mecánicamente y los tóneres preparados químicamente (CPT). Los tóneres preparados químicamente tienen ventajas
20 significativas sobre los tóneres molidos mecánicamente incluyendo mejor calidad de impresión, mayor eficiencia de transferencia de tóner y menores propiedades de par de torsión para diversos componentes de la impresora electrofotográfica tales como el rodillo de revelado, una cinta del condensador y un rodillo de carga. La distribución del tamaño de partícula de los CPT
25 normalmente es más estrecha que la distribución del tamaño de partícula de

los tóneres molidos mecánicamente. El tamaño y forma de los CPT también es más fácil de controlar que el de los tóneres molidos mecánicamente.

Hay varios tipos conocidos de CPT incluyendo tóner de polimerización en suspensión (SPT), tóner de agregación en emulsión (EAT)/tóner de agregación de látex (LAT), tóner fabricado a partir de una dispersión de polímero preformado en disolvente (DPPT) y tóner "molido químicamente". Aunque un tóner de agregación en emulsión requiere un proceso más complejo que otros CPT, el tóner resultante tiene una distribución del tamaño relativamente más estrecha. Los tóneres de agregación en emulsión pueden fabricarse también con un tamaño de partícula menor, permitiendo una resolución de impresión mejorada. El proceso de agregación en emulsión permite también un mejor control de la forma y la estructura de las partículas de tóner, lo que permite que se adapten para ajustarse a las propiedades de limpieza, electrodeposición y transferencia deseadas. La forma de las partículas de tóner puede optimizarse para asegurar una limpieza apropiada y eficaz del tóner a partir de los diversos componentes de la impresora electrofotográfica, tal como el rodillo de revelado, el rodillo de carga y las paletas de electrodeposición, para evitar la formación de película o depósitos no deseados de tóner sobre estos componentes.

En un proceso típico para preparar EAT, la agregación en emulsión se realiza en un sistema acuoso dando como resultado un buen control tanto del tamaño como de la forma de las partículas de tóner. Los componentes del tóner normalmente incluyen un aglutinante polimérico, uno o más colorantes y un agente de liberación. Un aglutinante polimérico del copolímero estireno-acrílico a menudo se usa como el aglutinante del látex en el proceso de agregación en emulsión. Sin embargo, el uso de un aglutinante de látex de

- copolímero estireno-acrílico requiere compensación entre las propiedades de fusión del tóner y sus propiedades de transporte y almacenamiento. Una de las propiedades de fusión del tóner incluye su intervalo de fusión. El intervalo de fusión es el intervalo de temperaturas a las cuales la fusión se realiza satisfactoriamente sin fusión incompleta y sin transferencia de tóner al elemento calefactor, que puede ser un rodillo, una cinta u otro miembro en contacto con el tóner durante la fusión. De esta manera, por debajo del extremo inferior del intervalo de fusión, el tóner se funde incompletamente y por encima del extremo superior del intervalo de fusión el tóner fluye sobre el miembro de fijación, donde estropea las hojas que se fijan posteriormente. Se prefiere que el extremo inferior del intervalo de fusión sea tan bajo como sea posible para reducir la temperatura requerida del condensador en la impresora electrofotográfica para mejorar la seguridad de la impresora y conservar la energía. Sin embargo, el tóner debe ser capaz también de sobrevivir a la temperatura y humedad extremas asociadas con el almacenamiento y transporte sin aglutinarse o bloquearse, lo que podría dar como resultado defectos de impresión. Como resultado, el extremo inferior del intervalo de fusión no puede ser tan bajo que el tóner pudiera fundirse durante el almacenamiento o transporte de un cartucho de tóner que contiene el tóner.
- Los tóneres formados a partir de resinas aglutinantes de poliéster normalmente poseen mejores propiedades mecánicas que los tóneres formados a partir de un aglutinante de copolímero de estireno-acrílico con características de viscosidad en estado fundido similares. Esto los hace más duraderos y resistentes a la formación de película sobre los componentes de la impresora. Los tóneres de poliéster también tienen mejor compatibilidad con los

pigmentos colorantes, dando como resultado una gama de color más amplia. Hasta hace poco, las resinas de aglutinante de poliéster se usaban frecuentemente en la preparación de tóneres molidos mecánicamente pero rara vez en tóneres preparados químicamente. Las resinas de aglutinante de poliéster se preparan usando polimerización por fusión. Este método consume tiempo debido a la implicación de ciclos de polimerización largos y, por lo tanto, limita el uso de resinas de aglutinante de poliéster para polímeros de poliéster que tienen pesos moleculares de bajos a moderados, lo que limita las propiedades de fusión del tóner. Además, las resinas aglutinantes de poliéster son más difíciles de dispersar en un sistema acuoso debido a su naturaleza polar, sensibilidad al pH y contenido de gel, limitando de esta manera su aplicabilidad en procesos de agregación en emulsión.

Sin embargo, con el avance en la tecnología de fabricación de tóner, ha sido posible obtener emulsiones estables formadas usando resinas de aglutinante de poliéster disolviéndolas en primer lugar en un disolvente orgánico, tal como metil etil cetona (MEK), cloruro de metileno, acetato de etilo o tetrahidrofurano (THF), y después realizando un proceso de inversión de fases donde se añade agua lentamente al disolvente orgánico. El disolvente orgánico después se evapora para permitir que las resinas de aglutinante de poliéster formen emulsiones estables. La Patente de Estados Unidos N° 7.939.236 titulada "Chemically Prepared Toner and Process Therefor", cedida al cesionario de la presente solicitud, que se incorpora por referencia en este documento en su totalidad, enseña un proceso similar para obtener una emulsión estable usando un disolvente orgánico. Estos avances han permitido el uso de resinas de aglutinante de poliéster para formar un tóner de

agregación en emulsión. Por ejemplo, la Patente de Estados Unidos N° 7.923.191 titulada "Polyester Resin Produced by Emulsion Aggregation" y la Solicitud de Patente de Estados Unidos con N° de Serie 12/206.402 titulada "Emulsión Aggregation Tóner Formulation", cedidas al cesionario de la presente
5 solicitud incorporadas por referencia en este documento en su totalidad, divulgan procesos para preparar un tóner de agregación en emulsión usando resinas de aglutinante de poliéster.

Estas técnicas proporcionan la capacidad de producir un tóner de agregación en emulsión que posee excelente capacidad de fusión; sin
10 embargo, persisten las cuestiones relacionadas con la migración superficial de las resinas de menor peso molecular, ceras y colorantes. La migración de estos ingredientes a la superficie de la partícula de tóner debilita las propiedades de fusión y transporte o almacenamiento del tóner y aumenta la aparición de formación de película sobre los componentes de la impresora. Por
15 consiguiente, se apreciará que se desea una formulación de tóner de agregación por emulsión y un proceso que reduce la migración de las resinas de menor peso molecular, ceras y colorantes a la superficie de la partícula de tóner. Se desea también minimizar el número total de partículas de tóner finas que contribuyen a la formación de película sobre los componentes de la
20 impresora.

SUMARIO

Un método para producir tóner de acuerdo con una primera realización de ejemplo incluye combinar y aglomerar una primera emulsión polimérica con una dispersión de colorante y una dispersión de agente de liberación para formar
25 núcleos de tóner. Se añade un agente de acoplamiento de bórax a los núcleos

de tóner. Se combina una segunda emulsión polimérica y se aglomera con los núcleos de tóner que tienen el agente de acoplamiento de bórax para formar las cortezas de tóner alrededor de los núcleos de tóner. Los núcleos de tóner agregados y cortezas de tóner se condensan para formar partículas de tóner.

- 5 Un método para producir tóner de acuerdo con una segunda realización de ejemplo incluye combinar una primera emulsión polimérica con una dispersión de colorante y una dispersión de agente de liberación para formar núcleos de tóner. El pH de la combinación de la primera emulsión polimérica, la dispersión de colorante y la dispersión de agente de liberación se ajusta para
- 10 promover la aglomeración de los núcleos de tóner. Una vez que los núcleos de tóner alcanzan un tamaño predeterminado, se añade un agente de acoplamiento de bórax a los núcleos de tóner. Se combina una segunda emulsión polimérica con los núcleos de tóner que tienen el agente de acoplamiento de bórax formando cortezas de tóner alrededor de los núcleos de
- 15 tóner. Una vez que se alcance el tamaño de partícula de tóner deseado, el pH de la mezcla de núcleos de tóner agregados y cortezas de tóner se ajusta para evitar el crecimiento adicional de las partículas. Los núcleos de tóner agregados y las partículas de tóner se fusionan para formar partículas de tóner.

BREVE DESCRIPCIÓN DE LOS DIBUJOS

- 20 Las características y ventajas mencionadas anteriormente y otras de las diversas realizaciones, y la manera de conseguirlas, resultarán evidentes y se entenderán mejor por referencia a los dibujos adjuntos.

La Figura 1 es una imagen de una partícula de tóner de agregación en emulsión convencional tomada usando un microscopio electrónico de barrido.

- 25 La Figura 2 es una imagen de una partícula de tóner de agregación en

emulsión que incluye un agente de acoplamiento de bórax entre las capas de núcleo y corteza del tóner de acuerdo con una realización de ejemplo.

La Figura 3 es un gráfico que representa los intervalos de ajuste de pH para un tóner de agregación en emulsión que incluye un agente de acoplamiento de bórax entre las capas de núcleo y corteza del tóner de acuerdo con una realización de ejemplo en comparación con un tóner de agregación en emulsión convencional, un tóner que incluye un agente de acoplamiento de sulfato de cinc y un tóner que incluye un agente de acoplamiento de sulfato de aluminio.

10 DESCRIPCIÓN DETALLADA

La siguiente descripción y dibujos ilustran realizaciones para posibilitar suficientemente a los expertos en la materia la realización práctica de la presente invención. Debe entenderse que la divulgación no está limitada a los detalles de construcción y la disposición de componentes expuesta en la siguiente descripción o ilustrada en los dibujos. La invención es capaz de otras realizaciones y de realizarse de forma práctica o de realizarse de diversas maneras. Por ejemplo, otras realizaciones pueden incorporar procesos estructurales, cronológicos y otros cambios. Los ejemplos simplemente tipifican posibles variaciones. Los componentes y funciones individuales son opcionales a menos que se requiera explícitamente, y la secuencia de operaciones puede variar. Las porciones y elementos de algunas realizaciones pueden incluirse en o sustituirse por aquellas de otras. El alcance de la solicitud abarca las reivindicaciones adjuntas y todos los equivalentes disponibles. Por lo tanto, la siguiente descripción no debe considerarse en un sentido limitado y el alcance de la presente invención se define por las reivindicaciones adjuntas. Asimismo,

debe entenderse que la fraseología y terminología usadas en este documento es con el fin de descripción y no debería considerarse limitante. El uso de "que incluye", "que comprende" o "que tiene" y variaciones de los mismos en este documento pretende abarcar los artículos indicados detrás de los mismos y
5 equivalentes de los mismos así como artículos adicionales.

La presente divulgación se refiere a un tóner preparado químicamente que contiene un agente de acoplamiento de bórax entre las capas de núcleo y corteza del tóner y a un método de preparación de agregación en emulsión asociado. El tóner puede utilizarse en una impresora electrofotográfica tal como
10 una impresora, copiadora, dispositivo multifunción o en un dispositivo todo en uno. El tóner puede proporcionarse en un cartucho que suministra tóner a la impresora electrofotográfica. Los métodos de ejemplo de formación de tóner usando técnicas de agregación en emulsión convencionales pueden encontrarse en las Patente de Estados Unidos N° 6.531.254 y 6.531.256, que
15 se incorporan por referencia en este documento en su totalidad.

En el presente proceso de agregación en emulsión, las partículas de tóner se proporcionan por métodos químicos opuestos a los métodos físicos tales como pulverización. En general, el tóner incluye uno o más aglutinantes poliméricos, un agente de liberación, un colorante, un agente de acoplamiento
20 de bórax y uno o más aditivos opcionales, tales como un agente de control de carga (CCA). Una emulsión de un aglutinante polimérico se forma en agua, opcionalmente con un disolvente orgánico, con una base inorgánica tal como hidróxido sódico, hidróxido potásico, hidróxido de amonio o un compuesto de amina orgánico. Puede incluirse también un agente de estabilización que tiene
25 un grupo funcional aniónico (A-), por ejemplo un tensioactivo aniónico o un

dispersante polimérico aniónico. Se apreciará que puede sustituirse un grupo funcional catiónico (C+), por ejemplo un tensioactivo catiónico o un dispersante polimérico catiónico, según se desee. El látex polimérico se usa en dos puntos durante el proceso de formación del tóner. Se usa una primera porción del látex polimérico para formar el núcleo de la partícula de tóner resultante y se usa una segunda porción del látex polimérico para formar una corteza alrededor del núcleo del tóner. La primera y segunda porciones del látex polimérico pueden formarse por separado o juntas. Cuando las porciones del látex polimérico que forman el núcleo de tóner y la corteza del tóner se forman por separado, pueden usarse aglutinantes poliméricos iguales o diferentes. La proporción de la cantidad de aglutinante polimérico en el núcleo del tóner a la cantidad de tóner en la corteza es de entre aproximadamente 20:80 (en peso) y aproximadamente 80:20 (en peso) incluyendo todos los valores e incrementos entre medias, tal como entre aproximadamente 50:50 (en peso) y aproximadamente 80:20 (en peso), dependiendo de la resina o resinas particulares usadas.

El colorante, el agente de liberación y el CCA opcional se dispersan por separado en sus propios entornos acuosos o en una mezcla acuosa, según se desee, en presencia de un agente de estabilización que tiene una funcionalidad similar (y carga iónica) que el agente de estabilización empleado en el látex polimérico. El látex polimérico que forma el núcleo del tóner, la dispersión de agente de liberación, la dispersión de colorante y la dispersión de CCA opcional se mezclan después y se agitan para asegurar una composición homogénea. Como se usa en este documento, el término dispersión se refiere a un sistema en el que las partículas se dispersan en una fase continua de una composición

diferente (o estado) y pueden incluir una emulsión. El ácido se añade después para reducir el pH y provocar floculación. La floculación se refiere al proceso mediante el cual las partículas desestabilizadas se aglomeran (debido por ejemplo a la presencia de contraiones disponibles) en agregados relativamente más grandes. En este caso, la floculación incluye la formación de un gel donde la resina, el colorante, el agente de liberación y el CCA forman una mezcla de agregado, normalmente a partir de partículas de 1-2 micrómetros (μm) de tamaño. A menos que se indique de otra manera, la referencia a tamaño de partícula en este documento se refiere a la dimensión en la sección transversal más larga de la partícula. Las partículas de tóner agregadas pueden calentarse después hasta una temperatura que es menor de o aproximadamente (por ejemplo $\pm 5^\circ\text{C}$) la temperatura de transición vítrea (T_g) de látex polimérico para inducir el crecimiento de agrupaciones de partículas agregadas. Una vez que las partículas agregadas alcanzan el tamaño deseado del núcleo del tóner, el agente de acoplamiento de bórax se añade de manera que se forma sobre la superficie del núcleo del tóner. Después de la adición del agente de acoplamiento de bórax, se añade el látex polimérico que forma la corteza del tóner. Este látex polimérico se agrega alrededor del núcleo del tóner para formar la corteza del tóner. Una vez que las partículas agregadas alcanzan el tamaño de tóner deseado, puede añadirse una base para aumentar el pH e ionizar el agente de estabilización aniónico para evitar el crecimiento adicional de las partículas o pueden añadirse agentes de estabilización aniónicos adicionales. La temperatura se sube después por encima de la temperatura de transición vítrea del látex polimérico para condensar las partículas entre sí dentro de cada aglomeración. Esta temperatura se mantiene hasta que las

partículas alcanzan la circularidad deseada. Las partículas de tóner después se lavan y se secan.

Las partículas de tóner producidas pueden tener un tamaño de partícula promedio de entre aproximadamente 3 μm y aproximadamente 20 μm (tamaño de partícula promedio en volumen) incluyendo todos los valores e incrementos entre medias, tal como entre aproximadamente 4 μm y aproximadamente 15 μm o, más particularmente, entre aproximadamente 5 μm y aproximadamente 7 μm . Las partículas de tóner producidas pueden tener un grado medio de circularidad entre aproximadamente 0,90 y aproximadamente 1,00, incluyendo todos los valores e incrementos entre medias, tal como de aproximadamente 0,93 a aproximadamente 0,98. El grado medio de circularidad y el tamaño de partícula promedio pueden determinarse mediante un Analizador de Imágenes de Partícula de Flujo Sysmex (por ejemplo FPIA-3000) disponible en Malvern Instruments.

Se describirán a continuación los diversos componentes para el método de agregación en emulsión para preparar el tóner referenciado anteriormente. Debe observarse que las diversas características de los componentes indicados pueden ajustarse todas ellas para facilitar la etapa de agregación y formación de partículas de tóner del tamaño y geometría deseados. Por lo tanto, puede apreciarse que controlando las características indicadas, pueden formarse en primer lugar dispersiones relativamente estables, en las que la agregación puede transcurrir junto con un control fácil del tamaño de partícula de tóner final para el uso en una impresora electrofotográfica o en un cartucho de impresora.

25 Aglutinante polimérico

Como se ha mencionado anteriormente, los tóneres en este documento incluyen uno o más aglutinantes poliméricos. Los términos resina y polímero se usan de forma intercambiable en este documento puesto que no hay una diferencia técnica entre los dos. En una realización, el aglutinante o aglutinantes poliméricos incluyen poliésteres. El aglutinante o aglutinantes de poliéster pueden incluir un aglutinante de poliéster semicristalino, un aglutinante de poliéster cristalino o un aglutinante de poliéster amorfo. Como alternativa, el aglutinante o aglutinantes de poliéster pueden incluir una resina aglutinante de copolímero de poliéster. Por ejemplo, el aglutinante o aglutinantes de poliéster pueden incluir un copolímero de injerto de estireno/acrílico-poliéster. El aglutinante o aglutinantes de poliéster pueden formarse usando monómeros ácidos tales como ácido tereftálico, anhídrido trimelítico, anhídrido dodecilsuccínico y ácido fumárico. Adicionalmente, el aglutinante o aglutinantes de poliéster pueden formarse usando monómeros de alcohol tales como bisfenol A etoxilado y propoxilado. Las resinas de poliéster de ejemplo incluyen, aunque sin limitación, las resinas de poliéster T100, TF-104, NE-1582, NE-701, NE-2141, NE-1569, Binder C, FPESL-2, W-85N, TL-17, TPESL-10, TPESL-11 de Kao Corporation, Bunka Sumida-ku, Tokio, Japón o mezclas de las mismas.

En otras realizaciones, el aglutinante o aglutinantes poliméricos incluyen un polímero de tipo termoplástico, tal como un estireno y/o un polímero de estireno sustituido tal como un homopolímero (por ejemplo, poliestireno) y/o un copolímero (por ejemplo, copolímero de estireno-butadieno y/o copolímero de estireno-acrílico, un copolímero de estireno-metacrilato de butilo y/o polímeros fabricados a partir de estireno-acrilato de butilo y otros monómeros acrílicos

tales como hidroxí acrilatos o hidroxil metacrilatos); acetato de polivinilo, polialquenos, poli(cloruro de vinilo), poliuretanos, poliamidas, siliconas, resinas epoxi o resinas fenólicas.

Como se ha analizado anteriormente, en algunas realizaciones, el núcleo de tóner puede formarse a partir de un aglutinante polimérico (o mezcla) y la corteza de tóner se forma a partir de otro. Adicionalmente, la proporción de la cantidad de aglutinante polimérico en el núcleo de tóner a la cantidad de tóner en la corteza de tóner puede estar entre aproximadamente 20:80 (en peso) y aproximadamente 80:20 (en peso) o, más específicamente, entre aproximadamente 50:50 (en peso) y aproximadamente 80:20 (en peso) incluyendo los valores e incrementos entre medias. El aglutinante polimérico total puede proporcionarse en el intervalo de aproximadamente el 70 % a aproximadamente el 95 % del peso de la formulación de tóner final incluyendo todos los valores e incrementos entre medias.

15 Agente de acoplamiento de bórax

El agente de acoplamiento usado en este documento es bórax (conocido también como borato sódico, tetraborato sódico o tetraborato disódico). Como se usa en este documento, el término agente de acoplamiento se refiere a un compuesto químico que tiene la capacidad de reticulación para unir dos o más componentes entre sí. Normalmente, los agentes de acoplamiento tienen una capacidad de enlace multivalente. El bórax difiere de los agentes de acoplamiento permanente usados habitualmente, tal como iones metálicos multivalentes (por ejemplo aluminio y cinc), en que su enlace es reversible. En el proceso electrofotográfico, se prefiere que el tóner tenga una baja temperatura de fusión para ahorrar energía y una baja viscosidad en estado

fundido ("blandura") para permitir una alta velocidad de impresión a bajas temperaturas de fusión. Sin embargo, para mantener la estabilidad del tóner durante el transporte y almacenamiento y para evitar la formación de película de los componentes de la impresora, se prefiere que el tóner sea "más duro" a 5 temperaturas por debajo de la temperatura de fusión. El bórax proporciona reticulación a través de enlaces de hidrógeno entre sus grupos hidroxilo y los grupos funcionales de las moléculas a las que está unido. El enlace de hidrógeno es sensible a la temperatura y la presión, y no es un enlace estable y permanente. Por ejemplo, cuando la temperatura se aumenta a un cierto grado 10 o se aplica tensión al polímero, el enlace se romperá parcial o completamente provocando que el polímero "fluya" o se desgarre. La reversibilidad de los enlaces formados por el agente de acoplamiento de bórax es particularmente útil en el tóner porque permite un tóner "más blando" a la temperatura de fusión pero un tóner "más duro" a la temperatura de almacenamiento.

15 Se ha observado también, sorprendentemente, que el bórax provoca que las partículas más finas se recojan sobre las partículas más grandes. Como resultado, el bórax es particularmente adecuado como un agente de acoplamiento entre las capas de núcleo y corteza del tóner porque recoge los componentes del núcleo de tóner en la partícula de núcleo antes de que se 20 añada la corteza, reduciendo de esta manera las partículas finas residuales en el tóner. De esta manera, a su vez, reduce la cantidad de ácido necesario en la etapa de aglomeración y estrecha la distribución del tamaño de partícula del tóner.

El bórax sirve también como un buen tampón en la reacción de formación 25 de tóner como resultado del equilibrio formado por su ácido bórico y la base

conjugada. La presencia de bórax hace que la reacción sea más resistente a los cambios de pH y amplía el intervalo de ajuste de pH de la reacción en comparación con un proceso de agregación en emulsión convencional. El intervalo de ajuste de pH es crucial en el aumento a escala industrial del proceso para controlar el tamaño de partícula. Con un intervalo más ancho, el proceso es más fácil de controlar a escala industrial.

La cantidad de agente de acoplamiento de bórax usado en este documento puede variarse. El agente de acoplamiento de bórax puede proporcionarse entre aproximadamente el 0,1 % y aproximadamente el 5,0 % en peso del aglutinante polimérico total en el tóner incluyendo todos los valores e incrementos entre medias, tal como entre aproximadamente el 0,1 % y aproximadamente el 1,0 % o entre aproximadamente el 0,1 % y aproximadamente el 0,5 %. Si se usa demasiado agente de acoplamiento, su enlace no puede romperse completamente a una temperatura de fusión alta. Por otro lado, si se usa demasiado poco agente de acoplamiento, puede fallar a la hora de proporcionar los efectos de enlace y tamponamiento deseados.

Colorante

Los colorantes son composiciones que confieren color u otros efectos visuales al tóner y pueden incluir negro de humo, tintes (que pueden ser solubles en un medio dado y susceptibles de precipitación), pigmentos (que pueden ser insolubles en un medio dado) o una combinación de los dos. Una dispersión del colorante puede prepararse mezclando el pigmento en agua con un dispersante. Como alternativa, puede usarse un colorante de autodispersión permitiendo de esta manera la omisión del dispersante. El colorante puede estar presente en la dispersión a un nivel de aproximadamente el 5 % a

aproximadamente el 20 % en peso, incluyendo todos los valores e incrementos entre medias. Por ejemplo, el colorante puede estar presente en la dispersión a un nivel de aproximadamente el 10 % a aproximadamente el 15 % en peso. La dispersión de colorante puede contener partículas a un tamaño de aproximadamente 50 nanómetros (nm) a aproximadamente 500 nm incluyendo todos los valores e incrementos entre medias. Adicionalmente, la dispersión de colorante puede tener un porcentaje en peso de pigmento dividido por el porcentaje en peso de dispersante (proporción P/D) de aproximadamente 1:1 a aproximadamente 8:1 incluyendo todos los valores e incrementos entre medias, tal como de aproximadamente 2:1 a aproximadamente 5:1. El colorante puede estar presente a menos de o igual a aproximadamente el 15 % en peso de la formulación de tóner final incluyendo todos los valores e incrementos entre medias.

Agente de liberación

El agente de liberación puede incluir cualquier compuesto que facilite la liberación de tóner desde un componente en una impresora electrofotográfica (por ejemplo, liberación desde la superficie de un rodillo). Por ejemplo, el agente de liberación puede incluir una cera de poliolefina, cera de éster, cera de poliéster, cera de polietileno, sales metálicas de ácidos grasos, ésteres de ácido graso, ésteres de ácido graso parcialmente saponificado, ésteres de ácido graso superior, alcoholes superiores, cera de parafina, cera de carnauba, ceras de amida y ésteres de alcohol polihídrico.

Por lo tanto, el agente de liberación puede incluir un polímero basado en hidrocarburo de bajo peso molecular (por ejemplo $M_n < 10.000$) que tiene un punto de fusión de menos de aproximadamente 140 °C incluyendo todos los

valores e incrementos entre aproximadamente 50 °C y aproximadamente 140 °C. Por ejemplo, el agente de liberación puede tener un punto de fusión de aproximadamente 60 °C a aproximadamente 135 °C o de aproximadamente 65 °C a aproximadamente 100 °C etc. El agente de liberación puede estar

5 presente en la dispersión en una cantidad de aproximadamente el 5 % a aproximadamente el 35 % en peso incluyendo todos los valores e incrementos entre medias. Por ejemplo, el agente de liberación puede estar presente en la dispersión en una cantidad de aproximadamente el 10 % a aproximadamente el 18 % en peso. La dispersión del agente de liberación puede contener también

10 partículas a un tamaño de aproximadamente 50 nm a aproximadamente 1 μ m incluyendo todos los valores e incrementos entre medias. Además, la dispersión de agente de liberación puede estar caracterizada adicionalmente por tener un porcentaje en peso de agente de liberación dividido por un porcentaje en peso de dispersante (proporción RA/D) de aproximadamente 1:1

15 a aproximadamente 30:1. Por ejemplo, la proporción RA/D puede ser de aproximadamente 3:1 a aproximadamente 8:1. El agente de liberación puede proporcionarse en el intervalo de aproximadamente el 2 % a aproximadamente el 20 % en peso de la formulación de tóner final incluyen todos los valores e incrementos entre medias.

20 Tensioactivo/dispersante

Puede usarse un tensioactivo, un dispersante polimérico o una combinación de los mismos. El dispersante polimérico generalmente puede incluir tres componentes, en concreto un componente hidrófilo, un componente hidrófobo y un componente coloide protector. La referencia a hidrófobo se

25 refiere a una estructura química de tipo relativamente no polar que tiende a

autoasociarse en presencia de agua. El componente hidrófobo del dispersante polimérico puede incluir grupos funcionales ricos en electrones o hidrocarburos de cadena larga. Se sabe que tales grupos funcionales presentan fuertes propiedades de interacción y/o adsorción con respecto a las superficies de la

5 partícula tal como el colorante y la resina de aglutinante de poliéster de la emulsión de resina de poliéster. La funcionalidad hidrófila se refiere a una funcionalidad relativamente polar (por ejemplo, un grupo aniónico) que puede tender después a asociarse con moléculas de agua. El componente de coloide protector incluye un grupo soluble en agua con una función no iónica. El

10 componente coloide protector del dispersante polimérico proporciona estabilidad extra además del componente hidrófilo en un sistema acuoso. El uso del componente coloide protector reduce sustancialmente la cantidad de segmento de monómero iónico o el componente hidrófilo en el dispersante polimérico. Adicionalmente, el componente de coloide protector estabiliza el

15 dispersante polimérico en un medio ácido inferior. El componente de coloide protector generalmente incluye grupos polietilenglicol (PEG). El dispersante empleado en este documento puede incluir los dispersantes desvelados en la Patente de Estados Unidos Nº 6.991.884 y en la Patente de Estados Unidos Nº 5.714.538, que se incorpora por referencia en este documento en su totalidad.

20 El tensioactivo, como se usa en este documento, puede ser un tensioactivo convencional conocido en la técnica por dispersar colorantes que no son de autodispersión y agentes de liberación empleados para preparar formulaciones de tóner para electrofotografía. Pueden usarse tensioactivos comerciales tales como la serie AKYPO de ácidos carboxílicos de AKYPO de

25 Kao Corporation, Bunka Sumida-ku, Tokio, Japón. Por ejemplo, pueden usarse,

respectivamente, alquil éter carboxilatos y alquil éter sulfatos, preferentemente lauril éter carboxilatos y lauril éter sulfatos. Un tensioactivo aniónico adecuado particular es AKYPO RLM-100, disponible en Kao Corporation, Bunka Sumidaku, Tokio, Japón, que es ácido laureth-11 carboxílico, proporcionando de esta
5 manera una funcionalidad carboxilato aniónica. Otros tensioactivos aniónicos contemplados en este documento incluyen fosfatos de alquilo, sulfonatos de alquilo y alquil benceno sulfonatos. Pueden emplearse también polímeros o tensioactivos que contienen ácido sulfónico.

Aditivos opcionales

10 La formulación de tóner de la presente divulgación puede incluir también uno o más agentes de control de carga convencionales, que pueden usarse opcionalmente para preparar la formulación de tóner. Un agente de control de carga puede entenderse como un compuesto que ayuda en la producción y la estabilidad de una tribocarga en el tóner. El agente o agentes de control de
15 carga ayudan también para prevenir el deterioro de las propiedades de carga de la formulación de tóner. El agente o agentes de control de carga pueden prepararse en forma de una dispersión de una manera similar a la de las dispersiones de colorante y agente de liberación analizadas anteriormente.

La formulación de tóner puede incluir uno o más aditivos adicionales, tales
20 como ácidos y/o bases, emulsionantes, absorbedores de UV, aditivos fluorescentes, aditivos opalescentes, plastificantes y combinaciones de los mismos. Puede desearse que estos aditivos potencien las propiedades de una imagen impresa usando la presente formulación de tóner. Por ejemplo, los absorbedores de UV pueden incluirse para aumentar resistencia al desteñido
25 por luz UV evitando el deterioro gradual de la imagen tras exposiciones

posteriores a radiaciones ultravioletas. Los ejemplos adecuados de absorbedores UV incluyen, aunque sin limitación, benzofenona, benzotriazol, acetanilida, triazina y derivados de los mismos. Pueden usarse también los plastificantes comerciales que se conocen en la técnica para ajustar la temperatura de coalescencia de la formulación de tóner.

Se proporcionan los siguientes ejemplos para ilustrar adicionalmente las enseñanzas de la presente divulgación, no para limitar el alcance de la presente divulgación.

EJEMPLOS

10 Ejemplo de dispersión de pigmento magenta

Se combinaron aproximadamente 10 g de polioxietilen(10) lauril éter de ácido carboxílico AKYPO RLM-100 de Kao Corporation, Bunka Sumida-ku, Tokio, Japón con aproximadamente 350 g de agua desionizada y el pH se ajustó a ~7-9 usando hidróxido sódico. Se añadieron aproximadamente 10 g de Solsperse 27000 de Lubrizol Advanced Materials, Cleveland, Ohio, EE.UU. y el dispersante y la mezcla de agua se combinaron con un agitador eléctrico seguido de la adición relativamente lenta de 100 g de pigmento rojo 122. Una vez que el pigmento se hubo humedecido y dispersado completamente, la mezcla se añadió a un molino de soporte horizontal para reducir el tamaño de partícula. La solución se procesó en el molino de soporte hasta que el tamaño de partícula fue de aproximadamente 200 nm. La dispersión de pigmento final se ajustó para que contuviera aproximadamente de un 20 % a aproximadamente un 25 % de sólidos en peso.

Ejemplo de dispersión de pigmento cian

25 Se combinaron aproximadamente 10 g de polioxietilen(10) lauril éter de

ácido carboxílico AKYPO RLM-100 de Kao Corporation, Bunka Sumida-ku, Tokio, Japón con aproximadamente 350 g de agua desionizada y el pH se ajustó a ~7-9 usando hidróxido sódico. Se añadieron aproximadamente 10 g de Solsperse 27000 de Lubrizol Advanced Materials, Cleveland, Ohio, EE.UU. y el

5 dispersante y la mezcla de agua se combinaron con un agitador eléctrico seguido de la adición relativamente lenta de 100 g de pigmento azul 15:3. Una vez que el pigmento se hubo humedecido y dispersado completamente, la mezcla se añadió a un molino de soporte horizontal para reducir el tamaño de partícula. La solución se procesó en el molino de soporte hasta que el tamaño

10 de partícula fue de aproximadamente 200 nm. La dispersión de pigmento final se ajustó para que contuviera aproximadamente del 20 % a aproximadamente el 25 % de sólidos en peso.

Ejemplo de emulsión de cera

Se combinaron aproximadamente 12 g de polioxietilen(10) lauril éter de

15 ácido carboxílico AKYPO RLM-100 de Kao Corporation, Bunka Sumida-ku, Tokio, Japón con aproximadamente 325 g de agua desionizada y el pH se ajustó a ~7-9 usando hidróxido sódico. La mezcla se procesó después a través de un microfluidizador y se calentó a aproximadamente 90 °C. Se añadieron lentamente aproximadamente 60 g de cera de polietileno de Petrolite, Corp.,

20 Westlake, Ohio, EE.UU. mientras la temperatura se mantenía a aproximadamente 90 °C durante aproximadamente 15 minutos. La emulsión se retiró después del microfluidizador cuando el tamaño de partícula estaba por debajo de aproximadamente 300 nm. La solución después se agitó a temperatura ambiente. La emulsión de cera se ajustó para que contuviera

25 aproximadamente del 10 % a aproximadamente el 18 % de sólidos en peso.

Ejemplo de emulsión de resina de poliéster A

Se usó una resina de poliéster mixta que tenía un pico de peso molecular de aproximadamente 9.000, una temperatura de transición vítrea (T_g) de aproximadamente 53 °C a aproximadamente 58 °C, una temperatura de fusión (T_f) de aproximadamente 110 °C y un valor de ácido de aproximadamente 15 a aproximadamente 20. La temperatura de transición vítrea se mide por calorimetría de exploración diferencial (DSC), en la que, en este caso, el comienzo del desplazamiento en la línea base (capacidad calorífica) indica por tanto que la T_g puede ocurrir de aproximadamente 53 °C a aproximadamente 58 °C a una velocidad de calentamiento de aproximadamente 5 por minuto. El valor de ácido puede deberse a la presencia de una o más funcionalidades ácido carboxílico ($-\text{COOH}$) en el poliéster. El valor de ácido se refiere a la masa de hidróxido potásico (KOH) en miligramos que se requiere para neutralizar un gramo del poliéster. Por lo tanto, el valor de ácido es una medida de la cantidad de grupos ácido carboxílico en el poliéster.

Se disolvieron 150 g de resina de poliéster mixta en 450 g de metil etil cetona (MEK) en un matraz de fondo redondo con agitación. La resina disuelta se vertió después en un vaso de precipitados. El vaso de precipitado se puso en un baño de hielo directamente bajo una homogeneizadora. La homogeneizadora se conectó a alta cizalla y se añadieron inmediatamente 10 g de la solución de hidróxido potásico al 10 % (KOH) y 500 g de agua desionizada al vaso de precipitados. La homogeneizadora se hizo funcionar a alta cizalla durante aproximadamente 2-4 minutos, después la solución de resina homogeneizada se puso en un reactor de destilación de vacío. La temperatura del reactor se mantuvo a aproximadamente 43 °C y la presión se

- mantuvo entre aproximadamente 74,5 kPa (22 pulgadas de Hg) y aproximadamente 77,9 kPa (23 pulgadas de Hg). Se añadieron aproximadamente 500 ml de agua desionizada adicionales al reactor y la temperatura se aumentó gradualmente a aproximadamente 70 °C para
- 5 asegurar que sustancialmente toda la MEK se había retirado por destilación. El calor del reactor se desconectó y la mezcla se agitó hasta que alcanzó temperatura ambiente. Una vez que el reactor alcanzó temperatura ambiente, el vacío se desconectó y la solución de resina se retiró y se puso en frascos de almacenamiento.
- 10 El tamaño de partícula de la emulsión de resina estaba entre aproximadamente 185 nm y aproximadamente 235 nm (volumen promedio) según se mide por el Analizador de Tamaño de Partícula NANOTRAC. El pH de la solución de resina era entre aproximadamente 6,5 y aproximadamente 7,0.
- 15 Ejemplo de emulsión de resina de poliéster B
- Se usó una resina de poliéster que tenía un pico de peso molecular de aproximadamente 11.000, una temperatura de transición vítrea de aproximadamente 55 °C a aproximadamente 60 °C, una temperatura de fusión de aproximadamente 110 °C y un valor de ácido de aproximadamente 15 a
- 20 aproximadamente 20 para formar una emulsión usando el procedimiento descrito en el ejemplo de Resina de Poliéster A, excepto que se usaron 8 g de la solución de hidróxido potásico al 10 % (KOH).
- El tamaño de partícula de la emulsión de resina estaba entre aproximadamente 195 nm y aproximadamente 235 nm (volumen promedio)
- 25 según se mide mediante un Analizador de Tamaño de Partícula NANOTRAC.

El pH de la solución de resina estaba entre aproximadamente 6,7 y aproximadamente 7,2.

Ejemplo de emulsión de resina de poliéster C

Se usó una resina de poliéster que tenía un pico de peso molecular de
5 aproximadamente 11.000, una temperatura de transición vítrea de
aproximadamente 55 °C a aproximadamente 58 °C, una temperatura de fusión
de aproximadamente 115 °C y un valor de ácido de aproximadamente 8 a
aproximadamente 13 para formar una emulsión usando el procedimiento
descrito en el ejemplo de Resina de Poliéster A, excepto que se usaron 7 g de
10 la solución de hidróxido potásico al 10 % (KOH).

El tamaño de partícula de la emulsión de resina era entre
aproximadamente 190 nm y aproximadamente 240 nm (volumen promedio)
según se mide mediante un Analizador del Tamaño de Partícula NANOTRAC.
El pH de la solución de resina era entre aproximadamente 7,5 y
15 aproximadamente 8,2.

Ejemplos de formulación de tóner

Ejemplo Comparativo de tóner I

El ejemplo comparativo de tóner I se preparó usando un proceso de
agregación en emulsión convencional y no incluía un agente de acoplamiento
20 de bórax. El CPT de agregación en emulsión usado en este ejemplo era una
aglomeración ácida con una inversión de pH usada para detener el crecimiento
de las partículas de tóner. Los componentes se añadieron a un reactor de 2,5
litros en las siguientes proporciones relativas: 88,2 partes (de poliéster en peso)
del Ejemplo de Emulsión de Resina de Poliéster A, 6,8 partes (de pigmento en
25 peso) del Ejemplo de Dispersión de Pigmento Magenta y 5 partes (de agente

de liberación en peso) del Ejemplo de Emulsión de Cera. Después se añadió agua desionizada de manera que la mezcla contenía aproximadamente un 12,5 % de sólidos en peso.

La mezcla se calentó en el reactor a 30 °C y se inició un bucle de circulación que consistía en una mezcladora de alta cizalla y una bomba de adición de ácido. La mezcla se envió a través del bucle y la mezcladora de alta cizalla se ajustó a 10.000 revoluciones por minuto (rpm). Se añadió ácido lentamente a la mezcladora de alta cizalla para dispersar uniformemente el ácido en la mezcla del tóner, de manera que no quedaran zonas de bajo pH. La adición de ácido tardó aproximadamente 4 minutos usando 306 g de una solución al 1 % de ácido sulfúrico. Después se invirtió el flujo del bucle para devolver la mezcla de tóner al reactor. La temperatura del reactor se aumentó a aproximadamente 50 °C para hacer crecer las partículas. La temperatura se mantuvo a aproximadamente 50 °C hasta que las partículas alcanzaron el tamaño deseado (tamaño numérico medio) de aproximadamente 5 μm a aproximadamente 6 μm y el tamaño promedio en volumen de aproximadamente 6 μm a aproximadamente 7 μm). Una vez que las partículas alcanzaron su tamaño deseado, se añadió NaOH al 4 % para elevar el pH a 6,00 para detener el crecimiento de las partículas. La reacción se mantuvo a aproximadamente 50 °C durante aproximadamente 1 hora y después la temperatura se aumentó a 91 °C para provocar que las partículas coalescieran. Las partículas se mantuvieron a 91 °C hasta que las partículas alcanzaron la circularidad deseada (aproximadamente 0,97). El tóner después se lavó y se secó.

El tóner secado tenía un tamaño de partícula promedio en volumen de 6,0

μm, medido por un analizador COULTER COUNTER Multisizer 3. Están presentes finos (<2 μm) al 4,16 % (en número) y el tóner poseía una circularidad de 0,970, ambos medidos mediante el analizador de caracterización de partículas SYSMEX FPIA-3000, fabricado por Malvern Instruments, Ltd., Malvern, Worcestershire RU. La cantidad de finos en el Ejemplo Comparativo de Tóner I era consistente con otros tóneres de poliéster de agregación en emulsión que no incluían un agente de acoplamiento de bórax, que poseían finos entre el 1 % y el 7 % (en número).

Se prepararon tóneres adicionales usando la formulación y procedimiento del Ejemplo Comparativo de Tóner I, excepto que el pH de neutralización se alteró para ensayar el intervalo de ajuste del pH. Los resultados de estos tóneres se muestran en la Tabla 2 a continuación.

Ejemplo de Tóner A

El Ejemplo de Emulsión de Resina de Poliéster A se dividió en dos lotes, y se repartió al 70:30 en peso para formar el núcleo y la corteza del tóner, respectivamente. El contenido de poliéster total representaba aproximadamente un 87,7 % de los sólidos totales del tóner. Por consiguiente, el primer lote contenía un 61,4 % de los sólidos totales del tóner y el segundo lote contenía un 26,3 % de los sólidos totales del tóner. Los componentes se añadieron a un reactor de 2,5 litros en los siguientes porcentajes: el primer lote del Ejemplo de Emulsión de Resina de Poliéster A que tenía 61,4 partes (de poliéster en peso), 6,8 partes (de pigmento en peso) del Ejemplo de Dispersión de Pigmento Magenta y 5 partes (de agente de liberación en peso) del Ejemplo de Emulsión de Cera. Después se añadió agua desionizada de manera que la mezcla contenía de aproximadamente el 12 % a aproximadamente el 15 % de

sólidos en peso.

La mezcla se calentó en el reactor a 30 °C y se inició el bucle de circulación que consistía en una mezcladora de alta cizalla y una bomba de adición de ácido. La mezcla se envió a través del bucle y la mezcladora de alta cizalla se ajustó a 10.000 rpm. Se añadió lentamente ácido a la mezcladora de alta cizalla para dispersar uniformemente el ácido en la mezcla de tóner de manera que no hubiera zonas de bajo pH. La adición de ácido tardó aproximadamente 4 minutos con 200 g de solución de ácido sulfúrico al 1 %. Después se invirtió el flujo del bucle para devolver la mezcla de tóner al reactor y la temperatura del reactor se aumentó a aproximadamente 40-45 °C. Una vez que el tamaño de partícula alcanzó 4,0 μm (numérico medio), se añadió solución de bórax al 5 % (en peso) (30 g de la solución que tenía 1,5 g de bórax). El contenido de bórax representaba aproximadamente el 0,5 % en peso de los sólidos totales del tóner. Después de la adición de bórax, se añadió el segundo lote del Ejemplo de Emulsión de Resina de Poliéster A, que contenía 26,3 partes (de poliéster en peso). La mezcla se agitó durante aproximadamente 5 minutos y el pH se supervisó. Una vez alcanzado el tamaño de partícula de 5,5 μm (numérico medio), se añadió NaOH al 4 % para elevar el pH a aproximadamente 5,95 para detener el crecimiento de las partículas. La temperatura de reacción se mantuvo durante una hora. El tamaño de partícula se supervisó durante este periodo de tiempo. Una vez que el crecimiento de partícula se detuvo, la temperatura se aumentó a 88 °C para provocar que las partículas coalescieran. Esta temperatura se mantuvo hasta que las partículas alcanzaron su circularidad deseada (aproximadamente 0,97). El tóner después se lavó y se secó.

El tóner secado tenía un tamaño de partícula promedio en volumen de 6,65 μm y un tamaño de partícula numérico medio de 5,49 μm . Estaban presentes finos ($<2 \mu\text{m}$) al 0,11 % (en número). El tóner poseía una circularidad de 0,978.

- 5 Se prepararon tóneres adicionales usando la formulación y el procedimiento del Ejemplo de Tóner A, excepto que el pH de neutralización se alteró para ensayar el intervalo de ajuste del pH. Los resultados de estos tóneres se muestran en la Tabla 2 a continuación.

Ejemplo de Tóner B

- 10 El Ejemplo de Emulsión de Resina de Poliéster A se dividió en dos lotes, y se repartió al 60:40 en peso para formar el núcleo y la corteza del tóner, respectivamente. El contenido de poliéster total representaba aproximadamente el 87,9 % de los sólidos de tóner totales. Por consiguiente, el primer lote contenía un 52,7 % de los sólidos totales de tóner y el segundo lote
- 15 contenía un 35,2 % de los sólidos totales del tóner. Los componentes se añadieron a un reactor de 2,5 litros en los siguientes porcentajes: el primer lote del Ejemplo de Emulsión de Resina de Poliéster A tenía 52,7 partes (de poliéster en peso), 6,8 partes (de pigmento en peso) del Ejemplo de Dispersión de Pigmento Magenta y 5 partes (de agente de liberación en peso) del Ejemplo
- 20 de Emulsión de Cera. Después se añadió agua desionizada de manera que la mezcla contenía de aproximadamente el 12 % a aproximadamente el 15 % de sólidos en peso.

- 25 La mezcla se calentó en el reactor a 30 °C y se inició un bucle de circulación que consistía en una mezcladora de alta cizalla y una bomba de adición de ácido. La mezcla se envió a través del bucle y la mezcladora de alta

cizalla se ajustó a 10.000 rpm. Se añadió ácido lentamente a la mezcladora de alta cizalla para dispersar uniformemente el ácido en la mezcla de tóner de manera que no hubiera zonas de bajo pH. La adición tardó aproximadamente 4 minutos con 150 g de solución de ácido sulfúrico al 1 %. El flujo del bucle se invirtió después para devolver la mezcla de tóner al reactor y la temperatura del reactor se aumentó a aproximadamente 40-45 °C. Una vez que el tamaño de partícula alcanzó 4,0 μm (numérico medio), se añadió una solución de bórax al 5 % (15 g de solución que tenía 0,75 g de bórax). El contenido de bórax representaba aproximadamente un 0,3 % en peso de los sólidos totales del tóner. Después de la adición del bórax, se añadió el segundo lote del Ejemplo de Emulsión de Poliéster A, que contenía 35,2 partes (de poliéster en peso). La mezcla se agitó durante aproximadamente 5 minutos y el pH se supervisó. Una vez que el tamaño de partícula alcanzó 5,5 μm (numérico medio), se añadió NaOH al 4 % para elevar el pH a aproximadamente 5,95 para detener el crecimiento de las partículas. La temperatura de reacción se mantuvo durante una hora. El tamaño de partícula se supervisó durante este periodo de tiempo. Una vez detenido el crecimiento de las partículas, la temperatura se aumentó a 88 °C para provocar que las partículas coalescieran. Esta temperatura se mantuvo hasta que las partículas alcanzaron su circularidad deseada (aproximadamente 0,97). El tóner después se lavó y se secó.

El tóner secado tenía un tamaño de partícula promedio en volumen de 6,24 μm y un tamaño de partícula numérico medio de 5,48 μm . Estaban presentes finos (<2 μm) al 0,09 % (en número) y el tóner poseía una circularidad de 0,983.

Ejemplo de Tóner C

Se usó una combinación del Ejemplo de Emulsión de Resina de Poliéster A y el Ejemplo de Emulsión de Resina de Poliéster C en una proporción en peso de 70:30 para formar el núcleo y la corteza del tóner, respectivamente. El contenido de poliéster total representaba aproximadamente el 87,9 % de los sólidos totales del tóner. Por consiguiente, el Ejemplo de Emulsión de Resina de Poliéster A contenía 61,5 % de los sólidos totales del tóner y el Ejemplo de Emulsión de Resina de Poliéster C contenía un 26,4 % de los sólidos totales del tóner. Los componentes se añadieron a un reactor de 2,5 litros en los siguientes porcentajes: el Ejemplo de Emulsión de Resina de Poliéster A contenía 61,5 partes (de poliéster en peso), 6,8 partes (de pigmento en peso) del Ejemplo de Dispersión de Pigmento Magenta y 5 partes (de agente de liberación en peso) del Ejemplo de Emulsión de Cera. Después se añadió agua desionizada de manera que la mezcla contuviera de aproximadamente el 12 % a aproximadamente el 15 % de sólidos en peso.

La mezcla se calentó en el reactor a 30 °C y se inició un bucle de circulación que consistía en una mezcladora de alta cizalla y una bomba de adición de ácido. La mezcla se envió a través del bucle y la mezcladora de alta cizalla se ajustó a 10.000 rpm. El ácido se añadió lentamente a la mezcladora de alta cizalla para dispersar uniformemente el ácido en la mezcla de tóner de manera que no hubiera zonas de bajo pH. La adición de ácido tardó aproximadamente 4 minutos con 200 g de solución de ácido sulfúrico al 1 %. El flujo del bucle después se invirtió para devolver la mezcla de tóner al reactor y la temperatura del reactor se aumentó a aproximadamente 37-42 °C. Una vez que el tamaño de partícula alcanzó 4,0 μm (numérico medio), se añadió solución de bórax al 5 % (en peso) (15 g de solución que tenía 0,75 g de

bórax). El contenido de bórax representaba aproximadamente un 0,25 % en peso de los sólidos totales del tóner. Después de la adición de bórax, se añadió el Ejemplo de Emulsión de Resina de Poliéster C, que contenía 26,4 partes (de poliéster en peso). La mezcla se agitó durante aproximadamente 5 minutos y el pH se supervisó. Una vez que el tamaño de partícula alcanzó 5,5 μm (numérico medio), se añadió NaOH al 4 % para elevar el pH hasta aproximadamente 6,60 para detener el crecimiento de las partículas. La temperatura de reacción se mantuvo durante una hora. El tamaño de partícula se supervisó durante este periodo de tiempo. Una vez que el crecimiento de las partículas se hubo detenido, la temperatura aumentó a 88 °C para provocar que las partículas coalescieran. Esta temperatura se mantuvo hasta que las partículas alcanzaron su circularidad deseada (aproximadamente 0,97). El tóner después se lavó y se secó.

El tóner secado tenía un tamaño de partícula promedio en volumen de 6,40 μm y un tamaño de partícula numérico medio de 5,18 μm . Estaban presentes finos (<2 μm) al 0,92 % (en número) y el tóner poseía una circularidad de 0,970.

Ejemplo de Tóner D

Se usó una combinación del Ejemplo de Emulsión de Resina de Poliéster A y una emulsión de Resina de Poliéster ACT-004 disponible en Toyobo Co., Ltd., Kita-ku, Osaka, Japón en una proporción en peso de 70:30 para formar el núcleo y la corteza del tóner, respectivamente. La resina de poliéster ACT-004 tenía un pico de peso molecular de aproximadamente 11.000, una temperatura de transición vítrea de aproximadamente 57 °C a aproximadamente 61 °C, una temperatura de fusión de aproximadamente 104 °C y un valor de ácido de

aproximadamente 16. El tamaño de partícula de emulsión era de aproximadamente 200 nm (promedio en volumen). El contenido de poliéster total representaba aproximadamente un 87,9 % de los sólidos totales del tóner. Por consiguiente, el Ejemplo de Emulsión de Resina de Poliéster A contenía un
5 61,5 % de los sólidos totales del tóner y la emulsión de poliéster ACT-004 contenía un 26,4 % de los sólidos totales del tóner. Los componentes se añadieron a un reactor de 2,5 litros en los siguientes porcentajes: Ejemplo de Emulsión de Resina de Poliéster A que tenía 61,5 partes (de poliéster en peso), 6,8 partes (de pigmento en peso) del Ejemplo de Dispersión de Pigmento
10 Magenta y 5 partes (de agente de liberación en peso) del Ejemplo de Emulsión de Cera. Después se añadió agua desionizada de manera que la mezcla contenía aproximadamente un 12 % a aproximadamente un 15 % de sólidos en peso.

La mezcla se calentó en el reactor a 30 °C y se inició un bucle de
15 circulación que consistía en una mezcladora de alta cizalla y una bomba de adición de ácido. La mezcla se envió a través del bucle y la mezcladora de alta cizalla se ajustó a 10.000 rpm. El ácido se añadió lentamente a la mezcladora de alta cizalla para dispersar uniformemente el ácido en la mezcla de tóner de manera que no hubiera zonas de bajo pH. La adición tardó aproximadamente 4
20 minutos con 200 g de solución de ácido sulfúrico al 1 %. El flujo del bucle después se invirtió para devolver la mezcla de tóner al reactor y la temperatura del reactor se aumentó a aproximadamente 35-40 °C. Una vez que el tamaño de partícula alcanzó 4,0 µm (numérico medio), se añadió solución de bórax al 5 % (en peso) (15 g de solución que tenía 0,75 g de bórax). El contenido de
25 bórax representaba aproximadamente un 0,25 % en peso de los sólidos totales

del tóner. Después de la adición de bórax, se añadió la emulsión de resina de poliéster ACT-004, que contenía 26,4 partes (de poliéster en peso). La mezcla se agitó durante aproximadamente 5 minutos y el pH se supervisó. Una vez que el tamaño de partícula alcanzó 5,5 μm (numérico medio), se añadió NaOH al 4 % para elevar el pH a aproximadamente 6,20 para detener el crecimiento de las partículas. La temperatura de reacción se mantuvo durante una hora. El tamaño de partícula se supervisó durante este periodo de tiempo. Una vez detenido el crecimiento de partículas, la temperatura se aumentó a 88 °C para provocar que las partículas coalescieran. Esta temperatura se mantuvo hasta que las partículas alcanzaron su circularidad deseada (aproximadamente 0,97). El tóner después se lavó y se secó.

El tóner secado tenía un tamaño de partícula promedio en volumen de 6,18 μm y un tamaño de partícula numérico medio de 5,28 μm . Estaban presentes finos (<2 μm) al 0,42 % (en número) y el tóner poseía una circularidad de 0,973.

Ejemplo de Tóner E

El Ejemplo de Emulsión de Resina de Poliéster B se dividió en dos lotes, y se repartió al 70:30 en peso para formar el núcleo y la corteza del tóner, respectivamente. El contenido de poliéster total representaba aproximadamente un 87,9 % de los sólidos totales del tóner. Por consiguiente, el primer lote contenía un 61,5 % de los sólidos totales del tóner y el segundo lote contenía un 26,4 % de los sólidos totales del tóner. Los componentes se añadieron a un reactor de 2,5 litros en los siguientes porcentajes: el primer lote del Ejemplo de Emulsión de Resina de Poliéster B tenía 61,5 partes (de poliéster en peso), 6,8 partes (de pigmento en peso) del Ejemplo de Dispersión

de Pigmento Magenta y 5 partes (de agente de liberación en peso) del Ejemplos de Emulsión de Cera. Después se añadió agua desionizada de manera que la mezcla contenía de aproximadamente el 12 % a aproximadamente el 15 % de sólidos en peso.

- 5 La mezcla se calentó en el reactor a 30 ° C y se inició un bucle de circulación que consistía en una mezcladora de alta cizalla y una bomba de adición de ácido. La mezcla se envió a través del bucle y la mezcladora de alta cizalla se ajustó a 10.000 rpm. El ácido se añadió lentamente a la mezcladora de alta cizalla para dispersar uniformemente el ácido en la mezcla de tóner de
- 10 manera que no hubiera zonas de bajo pH. La adición de ácido tardó aproximadamente 4 minutos con 200 g de solución de ácido sulfúrico al 1 %. El flujo del bucle se invirtió después para devolver la mezcla de tóner al reactor y la temperatura del reactor se aumentó a aproximadamente 40-45 °C. Una vez que el tamaño de partícula alcanzó 5,0 μm (numérico medio), se añadió
- 15 solución de bórax al 5 % (en peso) (15 g de solución que tenía 0,75 g de bórax). El contenido de bórax representaba aproximadamente un 0,25 % en peso de los sólidos totales del tóner. Después de la adición de bórax, se añadió el segundo lote del Ejemplo de Emulsión de Resina de Poliéster B, que contenía 26,4 partes (de poliéster en peso). La mezcla se agitó durante
- 20 aproximadamente 5 minutos y el pH se supervisó. Una vez que el tamaño de partícula alcanzó 5,5 μm (numérico medio), se añadió NaOH al 4 % para elevar el pH a aproximadamente 7,10 para detener el crecimiento de las partículas. La temperatura de reacción se mantuvo durante una hora. El tamaño de partícula se supervisó durante este periodo de tiempo. Una vez detenido el crecimiento
- 25 de las partículas, la temperatura aumentó a 88 °C para provocar que las

partículas coalescieran. Esta temperatura se mantuvo hasta que las partículas alcanzaron su circularidad deseada (aproximadamente 0,97). El tóner se lavó después y se secó.

El tóner secado tenía un tamaño de partícula promedio en volumen de 7,24 μm y un tamaño de partícula numérico medio de 5,86 μm . Estaban presentes finos ($<2 \mu\text{m}$) al 1,76 % (en número) y el tóner poseía una circularidad de 0,974.

Por consiguiente, puede verse que el proceso de agregación en emulsión usado para preparar los Ejemplos de Tóner A a E, que incluían un agente de acoplamiento de bórax entre las capas de núcleo y corteza de las partículas de tóner, redujo significativamente el porcentaje de partículas finas en comparación con el proceso de agregación en emulsión convencional usado para preparar el Ejemplo Comparativo de Tóner I. Adicionalmente, los Ejemplos de Tóner A a E presentan cada uno un tamaño de partícula promedio y circularidad comparables respecto al Ejemplo Comparativo de Tóner I, como se desea.

RESULTADOS DEL ENSAYO

Migración superficial

La Figura 1 muestra una imagen de una partícula de tóner de agregación en emulsión convencional preparada de acuerdo con el Ejemplo Comparativo I tomada usando un microscopio electrónico de barrido (SEM). La Figura 2 muestra una imagen de una partícula de tóner de agregación en emulsión 20 preparada de acuerdo con el Ejemplo A que incluye un agente de acoplamiento de bórax entre las capas de núcleo y corteza del tóner. Como se ilustra, la partícula de tóner 20 tiene una superficie más lisa y uniforme que la

partícula de tóner de agregación en emulsión convencional 10. La partícula de tóner con superficie lisa y uniforme 20 reduce la aparición de formación de película sobre el rodillo de revelado y mejora el rendimiento de fusión del tóner a altas temperaturas. En contraste, la partícula de tóner 10 tiene

5 significativamente más colorante, agente de liberación y partículas de resina de bajo peso molecular 12 que han migrado a su superficie. Como se ha analizado anteriormente, el bórax sorprendentemente provoca que estas partículas se recojan sobre el núcleo de tóner antes de que se añada la capa de corteza, lo que evita que migren a la superficie del tóner.

10 Rodillo de revelado y formación de película en paleta de electrodeposición

Se ensayó también la formación de película sobre el rodillo de revelado y la paleta de electrodeposición de los Ejemplos de Tóner A y B y el Ejemplo Comparativo de Tóner I. Se puso cada uno de los tóneres en un cartucho para tóner. Cada cartucho se insertó después en un robot de ensayo y se hizo

15 funcionar a 50 ppm. Periódicamente, cada rodillo de revelado del cartucho y paleta de electrodeposición se examinaron visualmente para evaluar la cantidad de formación de película de tóner sobre los componentes. El nivel de formación de película de tóner se graduó en una escala de 1 a 4 donde el grado más alto (por ejemplo 4) indica mayor formación de película y peor

20 rendimiento. Los resultados del ensayo se muestran a continuación en la Tabla 1.

TABLA 1

	Formación de película sobre el rodillo de revelado			Formación de película sobre la paleta de electrodeposición		
Nº de páginas	Ejemplo Comparativo Tóner I	Tóner A	Tóner B	Ejemplo Comparativo Tóner I	Tóner A	Tóner B
0	0	0	0	0	0	0
500	1	0	1	0	0	0
1.000	2	1	1	0	0	0
1.500	2	1	1	0	0	0
2.000	3	2	1	0	1	1
3.000	3	3	3	1	1	3
4.000	3	4	4	2	2	3
5.000	4	-	-	2	-	-

Como se muestra en la Tabla 1, los Ejemplos de Tóner A y B, que incluían un agente de acoplamiento de bórax, presentaban una resistencia
5 mejorada a la formación de película sobre el rodillo de revelado y una resistencia comparable en la formación de película sobre la paleta de electrodeposición, en comparación con el Ejemplo Comparativo de Tóner I.

Para evaluar adicionalmente el rendimiento del agente de acoplamiento de bórax, se prepararon tóneres de ejemplo comparativo adicionales usando un
10 agente de acoplamiento de sulfato de cinc y de sulfato de aluminio, respectivamente, entre las capas de núcleo y corteza del tóner.

Ejemplo Comparativo de Tóner II

Se preparó el Ejemplo Comparativo de Tóner II usando un agente de acoplamiento de sulfato de cinc en lugar de un agente de acoplamiento de
15 bórax. El Ejemplo de Emulsión de Resina de Poliéster A se dividió en dos lotes,

y se repartió al 70:30 en peso para formar el núcleo y la corteza del tóner, respectivamente. El contenido de poliéster total representaba aproximadamente un 90,3 % de los sólidos totales del tóner. Por consiguiente, el primer lote contenía un 63,2 % de los sólidos totales del tóner y el segundo

5 lote contenía un 27,1 % de los sólidos totales del tóner. Los componentes se añadieron a un reactor de 2,5 litros en los siguientes porcentajes: el primer lote del Ejemplo de Emulsión de Resina de Poliéster A tenía 63,2 partes (de poliéster en peso), 4,4 partes (de pigmento en peso) del Ejemplo de Dispersión de Pigmento Cian y 5 partes (de agente de liberación en peso) del Ejemplo de

10 Emulsión de Cera. Después se añadió agua desionizada de manera que la mezcla contenía de aproximadamente el 12 % a aproximadamente el 15 % de sólidos en peso.

La mezcla se calentó en el reactor a 30 °C y se inició un bucle de circulación que consistía en una mezcladora de alta cizalla y una bomba de

15 adición de ácido. La mezcla se envió a través del bucle y la mezcladora de alta cizalla se ajustó a 10.000 rpm. El ácido se añadió lentamente a la mezcladora de alta cizalla para dispersar uniformemente el ácido en la mezcla de tóner de manera que no hubiera zonas de bajo pH. La adición tardó aproximadamente 4 minutos con 175 g solución de ácido sulfúrico al 1 %. El flujo del bucle se

20 invirtió después para devolver la mezcla de tóner al reactor y la temperatura del reactor se aumentó a aproximadamente 40-45 °C. Una vez que el tamaño de partícula alcanzó los 4,0 μm (numérico medio), se añadió solución de sulfato de cinc al 5 % (en peso) (18 g de solución que tenía 0,9 g de sulfato de cinc). El contenido de sulfato de cinc representaba aproximadamente un 0,3 % en peso

25 de los sólidos totales del tóner. Después de la adición de sulfato de cinc, se

añadió el segundo lote del Ejemplo de Emulsión de Resina de Poliéster A, que contenía 27,1 partes (de poliéster en peso). La mezcla se agitó durante aproximadamente 5 minutos y el pH se supervisó. Una vez que el tamaño de partícula alcanzó 5,5 μm (numérico medio), se añadió NaOH al 4 % para elevar el pH a aproximadamente 6,82 para detener el crecimiento de las partículas. La temperatura de reacción se mantuvo durante una hora. El tamaño de partícula se supervisó durante este periodo de tiempo. Una vez que se detuvo el crecimiento de las partículas, la temperatura se aumentó a 88 °C para provocar que las partículas coalescieran. Esta temperatura se mantuvo hasta que las partículas alcanzaron su circularidad deseada (aproximadamente 0,97). El tóner después se lavó y se secó.

El tóner secado tenía un tamaño de partícula promedio en volumen de 5,87 μm y un tamaño de partícula numérico medio de 4,98 μm . Estaban presentes finos (<2 μm) al 1,12 % (en número) y el tóner poseía una circularidad de 0,972.

Se prepararon tóneres adicionales usando la formulación y el procedimiento del Ejemplo Comparativo de Tóner II excepto que la neutralización del pH se alteró para ensayar el intervalo de ajuste del pH. Los resultados de estos tóneres se muestran en la Tabla 2 a continuación.

20 Ejemplo Comparativo de Tóner III

Se preparó el Ejemplo Comparativo de Tóner III usando un agente de acoplamiento de sulfato de aluminio en lugar de un agente de acoplamiento de bórax. El Ejemplo de Emulsión de Resina de Poliéster A se dividió en dos lotes, se repartió al 70:30 en peso para formar el núcleo y la corteza del tóner, respectivamente. El contenido de poliéster total representaba

aproximadamente un 90,3 % de los sólidos totales del tóner. Por consiguiente, el primer lote contenía un 63,2 % de los sólidos totales del tóner y el segundo lote contenía un 27,1 % de los sólidos totales del tóner. Los componentes se añadieron a un reactor de 2,5 litros en los siguientes porcentajes: el primer lote

5 del Ejemplo de Emulsión de Resina de Poliéster A tenía 63,2 partes (de poliéster en peso), 4,4 partes (de pigmento en peso) del Ejemplo de Dispersión de Pigmento Cian y 5 partes (de agente de liberación en peso) del Ejemplo de Emulsión de Cera. Después se añadió agua desionizada de manera que la mezcla contenía de aproximadamente el 12 % a aproximadamente el 15 % de

10 sólidos en peso.

La mezcla se calentó en el reactor a 30 °C y se inició un bucle de circulación que consistía en una mezcladora de alta cizalla y una bomba de adición de ácido. La mezcla se envió a través del bucle y la mezcladora de alta cizalla se ajustó a 10.000 rpm. El ácido se añadió lentamente a la mezcladora

15 de alta cizalla para dispersar uniformemente el ácido en la mezcla de tóner de manera que no hubiera zonas de bajo pH. La adición de ácido tardó aproximadamente 4 minutos con 175 g solución de ácido sulfúrico al 1 %. El flujo del bucle se invirtió para devolver la mezcla de tóner al reactor y la temperatura del reactor se aumentó a aproximadamente 40-45 °C. Una vez que

20 el tamaño de partícula alcanzó los 4,0 μm (numérico medio), se añadió solución de sulfato de aluminio al 5 % (en peso) (18 g de solución que tenía 0,9 g de sulfato de aluminio). El contenido de sulfato de aluminio representaba aproximadamente un 0,3 % en peso de los sólidos totales del tóner. Después de la adición del sulfato de aluminio, se añadió el segundo lote del Ejemplo de

25 Emulsión de Resina de Poliéster A, que contenía 27,1 partes (de poliéster en

peso). La mezcla se agitó durante aproximadamente 5 minutos y el pH se supervisó. Una vez que el tamaño de partícula alcanzó $5,5\ \mu\text{m}$ (numérico medio), se añadió NaOH al 4 % para elevar el pH a aproximadamente 6,47 para detener el crecimiento de partículas. La temperatura de reacción se mantuvo durante aproximadamente una hora. El tamaño de partícula se supervisó durante este periodo de tiempo. Una vez que se detuvo el crecimiento de partícula, la temperatura se aumentó a $88\ ^\circ\text{C}$ para provocar que las partículas coalescieran. Esta temperatura se mantuvo hasta que las partículas alcanzaron su circularidad deseada (aproximadamente 0,97). El tóner después se lavó y se secó.

El tóner secado tenía un tamaño de partícula promedio en volumen de $6,10\ \mu\text{m}$ y un tamaño de partícula numérico medio de $5,20\ \mu\text{m}$. Estaban presentes finos ($<2\ \mu\text{m}$) al 0,24 % (en número) y el tóner poseía una circularidad de 0,970.

Se prepararon tóneres adicionales usando la formulación y el procedimiento del Ejemplo Comparativo de Tóner III excepto que la neutralización del pH se alteró para ensayar el intervalo de ajuste del pH. Los resultados de estos tóneres se muestran en la Tabla 2 a continuación.

Intervalo de ajuste del pH

Los resultados del ensayo del intervalo de ajuste del pH mencionado anteriormente para el Ejemplo Comparativo de los Tóneres I-III y el Ejemplo de Tóner A se muestran en la Figura 3 y la Tabla 2 a continuación. Específicamente, la Figura 3 muestra un gráfico que resume los datos presentados en la Tabla 2.

TABLA 2

Tóner	Agente de acoplamiento	pH	Tamaño de partícula promedio en volumen (µm)	Finos (%<2 µm)	¿Aceptable?
Ej. Comp. Tóner I	Ninguno	5,97	7,43	0,9	Marginal
Ej. Comp. Tóner I		6,01	6,02	2,04	Sí
Ej. Comp. Tóner I		6,13	6,32	0,67	Sí
Ej. Comp. Tóner I		6,25	6,07	1,1	Sí
Ej. Comp. Tóner I		6,28	6,49	10,26	No
Ej. Comp. Tóner I		6,33	5,51	35,5	No
Ejemplo de Tóner A	Bórax	5,77	7,51	0,28	Marginal
Ejemplo de Tóner A		5,86	6,9	0,53	Sí
Ejemplo de Tóner A		5,97	6,54	0,45	Sí
Ejemplo de Tóner A		6,24	6,17	3,04	Sí
Ejemplo de Tóner A		6,44	5,83	4,2	Sí
Ejemplo de Tóner A		6,53	5,33	7,46	Marginal
Ej. Comp. Tóner II	Sulfato de cinc	6,5	7,67	0,22	Marginal
Ej. Comp. Tóner II		6,59	7,38	0,29	Marginal
Ej. Comp. Tóner II		6,82	5,87	1,1	Sí
Ej. Comp. Tóner II		7,24	5,77	4,38	Sí
Ej. Comp. Tóner II		7,29	5,82	5,21	Marginal

Ej. Comp. Tóner III	Sulfato de aluminio	6,26	8,23	0,26	No
Ej. Comp. Tóner III		6,31	7,16	0,54	Marginal
Ej. Comp. Tóner III		6,47	6,10	0,24	Sí
Ej. Comp. Tóner III		6,61	5,52	4,16	Sí
Ej. Comp. Tóner III		7,03	5,40	3,05	Sí
Ej. Comp. Tóner III		7,23	4,83	36,47	No

Como se ilustra en la Tabla 2 y en la Figura 3, el intervalo de ajuste del pH para los tóneres que tenían un agente de acoplamiento (bórax, sulfato de cinc o sulfato de aluminio) son significativamente más amplios que el intervalo de ajuste del pH para el tóner de agregación en emulsión convencional del Ejemplo Comparativo de Tóner I. Como se ha analizado anteriormente, cuando el intervalo de ajuste de pH es más amplio, el proceso es más fácil de controlar a escala industrial.

10 Intervalo de fusión

Cada composición de tóner se usó para imprimir en papel láser Hammermill del N° 24 (HMLP) usando un robot de fusión a 50 páginas por minuto (ppm) con una cobertura de tóner de 1,1 mg/cm² empleando diversas temperaturas de fusión como se muestra en las Tabla 3 y 4 a continuación. Las temperaturas indicadas en las Tablas 3 y 4 son las temperaturas del elemento de calentamiento/calefactor del robot de fusión. Para cada composición de tóner, se realizaron diversas mediciones del grado de fusión. Esas mediciones del grado de fusión incluyen un ensayo de resistencia al arañado mostrado en

la Tabla 3 y un ensayo de brillo de 60 grados convencional mostrado la Tabla 4. Para cada ensayo de resistencia al arañado, las muestras impresas se evalúan usando un dispositivo TABER ABRADER de TABER Industries, North Tonawanda, Nueva York, EE.UU. Las muestras impresas se evaluaron en una

5 escala TABER ABRADER de 0 a 10 (donde una clasificación de 10 indica la mayor resistencia al arañado). El dispositivo TABER ABRADER araña las muestras impresas múltiples veces con diferentes fuerzas hasta que el tóner se desprende de la muestra. El punto en el cual el tóner se desprende corresponde al número de clasificación entre 0 y 10 en la escala TABER

10 ABRADER. Como se sabe en la técnica, el ensayo de brillo de 60 grados convencional incluye un brillo de una cantidad conocida de luz en la superficie de la lámina impresa a un ángulo de 60 grados y medición de su reflectancia. Un valor de ensayo de brillo mayor indica que se transfirió más energía al sustrato cuando este se movió a través del condensador. El brillo de la

15 impresión también se refiere a la resina y al agente de liberación usados en el tóner.

TABLA 3

Ensayo de Arañado								
Temperatura de fusión (°C)	Tóner I Comp.	Tóner A	Tóner B	Tóner C	Tóner D	Tóner E	Tóner II Comp.	Tóner III Comp.
190	-	CO	CO	CO	CO	-	-	-
195	-	4	6,7	9	3,7	-	-	-
200	CO	5,5	7,7	10	10	CO	-	-
205	CO	8,7	9,7	10	10	4	CO	CO
210	6	10	10	10	10	9,7	2,3	5,3
215	8	10	10	10	10	10	4	9,7

220	8,3	10	10	10	10	10	10	9,7
225	9	10	10	10	10	10	7,3	9,7
230	10	10	10	10	10	10	10	10

TABLA 4

Ensayo de Brillo								
Temperatura de fusión (°C)	Tóner Comp. I	Tóner A	Tóner B	Tóner C	Tóner D	Tóner E	Tóner Comp. II	Tóner III Comp.
190	-	-	-	-	-	-	-	-
195	-	-	5,9	6,5	9,3	-	-	-
200	-	6,4	6,8	9,1	10,4	-	-	-
205	-	7,9	7,8	9,1	10,7	-	-	-
210	8,8	8,3	8,5	10,4	11,5	10,1	-	4,3
215	9,2	9	10,5	13	13,1	12	-	4,9
220	11,2	10,2	11,5	14,1	14,9	13,4	7,7	5
225	10,7	10,9	12,6	14,3	16	14	9,2	6,1
230	12,8	12,1	12,1	16,9	16,8	16,7	10,4	6,3

5 Como se muestra en la Tabla 3, los Ejemplos de Tóner A y B, que incluían un agente de acoplamiento de bórax, se formaron usando la misma resina que los Ejemplos Comparativos de Tóner I-III, y presentaban un rendimiento de fusión superior en comparación con el tóner de agregación en emulsión convencional (Ejemplo Comparativo de Tóner I) y los tóneres que tenían un agente de acoplamiento de sulfato de cinc o de sulfato de aluminio

10 (Ejemplos Comparativos de Tóneres II y III). Los extremos inferiores de los intervalos de fusión para los Ejemplos de Tóner A y B eran menores que los

extremos inferiores de los intervalos de fusión de los Ejemplos Comparativos I-III. Específicamente, los Ejemplos de Tóner A y B proporcionaron una resistencia al arañado aceptable a temperaturas tan bajas como 200 °C y 195 °C, respectivamente. Los Ejemplos Comparativos de los Tóneres I-III eran incapaces de proporcionar una resistencia al arañado aceptable a estas temperaturas y, en lugar de ello, mostraban un desplazamiento en frío ("CO"), que significa que el tóner fallaba a la hora de fundirse en el papel. Por consiguiente, se requería menos energía para conseguir una operación de fusión aceptable para los Ejemplos de Tóner A y B que para los Ejemplos Comparativos de Tóner I-III. Los Ejemplos de Tóner A y B proporcionaban también una resistencia al arañado mejorada a temperaturas elevadas de 210 °C - 230 °C en comparación con los Ejemplos Comparativos de Tóner I-III.

Los núcleos de los Ejemplos de Tóner C y D se formaron usando la misma resina que los Ejemplos de Tóner A y B y Ejemplos Comparativos de Tóner I-III pero se usaron diferentes resinas para formar las cortezas de los Ejemplos de Tóner C y D. No obstante, como se muestra en la Tabla 3, los extremos inferiores de los intervalos de fusión para los Ejemplos de Tóner C y D que incluían un agente de acoplamiento de bórax, eran menores que los extremos inferiores de los intervalos de fusión para los Ejemplos Comparativos I-III. Los Ejemplos de Tóner C y D presentan también una resistencia al arañado mejorada a temperaturas elevadas de 210 °C - 230 °C en comparación con los Ejemplos Comparativos de Tóner I-III.

El Ejemplo de Tóner E se formó usando una resina de mayor peso molecular que tenía una mayor temperatura de transición vítrea que la resina usada para formar los Ejemplos de Tóner A y B y los Ejemplos Comparativos

de Tóner I-III. Un experto en la materia apreciará que el mayor peso molecular y la mayor temperatura de transición vítrea de esta resina se esperaba que comprometieran el extremo inferior del intervalo de fusión. La Tabla 3 muestra que los Ejemplos de Tóner A y B superaban al Ejemplo de Tóner E debido al menor peso molecular y menor temperatura de transición vítrea de la resina usada en los Ejemplos de Tóner A y B. Sin embargo, el rendimiento de fusión del Ejemplo de Tóner E, que incluía un agente de acoplamiento de bórax y un mayor peso molecular y mayor temperatura de transición vítrea en la resina, era comparable al rendimiento de fusión a los Ejemplos Comparativos de Tóner I-III incluso aunque los Ejemplos Comparativos de Tóner I-III incluyeran una resina de bajo peso molecular y menor temperatura de transición vítrea.

Como se muestra en la Tabla 4, los Ejemplos de Tóner A a E presentaban un rendimiento del ensayo de brillo comparable en comparación con el Ejemplo Comparativo de Tóner I. Los Ejemplos Comparativos de Tóner II y III mostraron peores valores de brillo en comparación con los Ejemplos de Tóner A a E y el Ejemplo Comparativo de Tóner I.

La descripción anterior de las diversas realizaciones se ha presentado para fines de ilustración. No se pretende que sea exhaustiva o limite la aplicación a las formas precisas divulgadas y, obviamente, son posibles muchas modificaciones y variaciones a la luz de las enseñanzas anteriores. Se entiende que la invención puede realizarse de forma práctica de maneras distintas de las expuestas específicamente en este documento sin alejarse del alcance de la invención. Se pretende que el alcance de la solicitud esté definido por las reivindicaciones adjuntas a la misma.

Lo que se reivindica es:

REIVINDICACIONES

1. Un método para producir tóner, que comprende:
combinar y aglomerar una primera emulsión polimérica con una
5 dispersión de colorante y una dispersión de agente de liberación para formar
núcleos de tóner;
añadir un agente de acoplamiento de bórax a los núcleos de tóner;
combinar y aglomerar una segunda emulsión polimérica con los núcleos
de tóner que tienen el agente de acoplamiento de bórax para formar cortezas
10 de tóner alrededor de los núcleos de tóner; y
condensar los núcleos de tóner agregados y las cortezas de tóner para
formar partículas de tóner.
2. El método de la reivindicación 1, en el que el agente de acoplamiento de
15 bórax se añade a los núcleos de tóner una vez que los núcleos de tóner han
alcanzado un tamaño predeterminado.
3. El método de la reivindicación 1, en el que el agente de acoplamiento se
añade entre aproximadamente el 0,1 % y aproximadamente el 5,0 % en peso
20 del contenido de aglutinante polimérico total en la primera emulsión polimérica
y en la segunda emulsión polimérica.
4. El método de la reivindicación 3, en el que el agente de acoplamiento se
añade entre aproximadamente el 0,1 % y aproximadamente el 1,0 % en peso
25 del contenido de aglutinante polimérico total en la primera emulsión polimérica

y en la segunda emulsión polimérica.

5. El método de la reivindicación 1, en el que cada una de la primera emulsión polimérica y de la segunda emulsión polimérica incluye una resina de poliéster.

6. El método de la reivindicación 5, en el que la primera emulsión polimérica incluye una primera resina de poliéster o mezcla y la segunda emulsión polimérica incluye una segunda resina de poliéster o mezcla diferente de la primera resina de poliéster o mezcla.

7. El método de la reivindicación 1, en el que cada una de la primera emulsión polimérica y de la segunda emulsión polimérica incluye un polímero de estireno.

8. El método de la reivindicación 7, en el que la primera emulsión polimérica incluye un primer polímero de estireno o mezcla y la segunda emulsión polimérica incluye un segundo polímero de estireno o mezcla diferente del primer polímero de estireno o mezcla.

9. El método de la reivindicación 1, en el que la proporción de aglutinante polimérico presente en la primera emulsión polimérica a aglutinante polimérico presente en la segunda emulsión polimérica es de entre aproximadamente 20:80 (en peso) y aproximadamente 80:20 (en peso).

10. El método de la reivindicación 9, en el que la proporción de aglutinante polimérico presente en la primera emulsión polimérica a aglutinante polimérico presente en la segunda emulsión polimérica es de entre aproximadamente 50:50 en peso y aproximadamente 80:20 (en peso).
- 5
11. El método de la reivindicación 1, en el que la primera emulsión polimérica y la segunda emulsión polimérica incluyen el mismo aglutinante polimérico.
- 10 12. Un tóner preparado mediante el proceso de la reivindicación 1.
13. Un método para producir tóner, que comprende:
- combinar una primera emulsión polimérica con una dispersión de colorante y una dispersión de agente de liberación para formar núcleos de
- 15 tóner;
- ajustar el pH de la combinación de la primera emulsión polimérica, de la dispersión de colorante y de la dispersión de agente de liberación para promover la aglomeración de los núcleos de tóner;
- una vez que los núcleos de tóner alcanzan un tamaño predeterminado,
- 20 añadir un agente de acoplamiento de bórax a los núcleos de tóner;
- combinar una segunda emulsión polimérica con los núcleos de tóner que tienen el agente de acoplamiento de bórax y formar cortezas de tóner alrededor de los núcleos de tóner;
- una vez que se ha alcanzado el tamaño de partícula de tóner deseado,
- 25 ajustar el pH de la mezcla de núcleos de tóner agregados y cortezas de tóner

para evitar el crecimiento adicional de las partículas; y

condensar los núcleos de tóner agregados y las cortezas de tóner para formar partículas de tóner.

- 5 14. El método de la reivindicación 13, en el que el agente de acoplamiento se añade a entre aproximadamente el 0,1 % y aproximadamente el 1,0 % en peso del contenido de aglutinante polimérico total en la primera emulsión polimérica y en la segunda emulsión polimérica.
- 10 15. El método de la reivindicación 13, en el que cada una de la primera emulsión polimérica y de la segunda emulsión polimérica incluye una resina de poliéster.
- 15 16. El método de la reivindicación 13, en el que la primera emulsión polimérica incluye una primera resina de poliéster o mezcla y la segunda emulsión polimérica incluye una segunda resina de poliéster o mezcla diferente de la primera resina de poliéster o mezcla.
- 20 17. El método de la reivindicación 13, en el que cada una de la primera emulsión polimérica y de la segunda emulsión polimérica incluye un polímero de estireno.
- 25 18. El método de la reivindicación 13, en el que la primera emulsión polimérica incluye un primer polímero de estireno o mezcla y la segunda emulsión polimérica incluye un segundo polímero de estireno o mezcla

diferente del primer polímero de estireno o mezcla.

19. El método de la reivindicación 13, en el que la proporción de aglutinante polimérico presente en la primera emulsión polimérica a aglutinante polimérico
5 presente en la segunda emulsión polimérica es de entre aproximadamente 50:50 (en peso) y aproximadamente 80:20 (en peso).

20. El método de la reivindicación 13, en el que la primera emulsión polimérica y la segunda emulsión polimérica incluyen el mismo aglutinante
10 polimérico.

RESUMEN

Un método para producir tóner de acuerdo con una realización de ejemplo que incluye combinar y aglomerar una primera emulsión polimérica con
5 una dispersión de colorante y una dispersión de agente de liberación para formar núcleos de tóner. Se añade un agente de acoplamiento de bórax a los núcleos de tóner. Se combina una segunda emulsión polimérica y se aglomera con los núcleos de tóner que tienen el agente de acoplamiento de bórax para formar cortezas de tóner alrededor de los núcleos de tóner. Los núcleos de
10 tóner agregados y las cortezas de tóner se condensan para formar partículas de tóner.

54

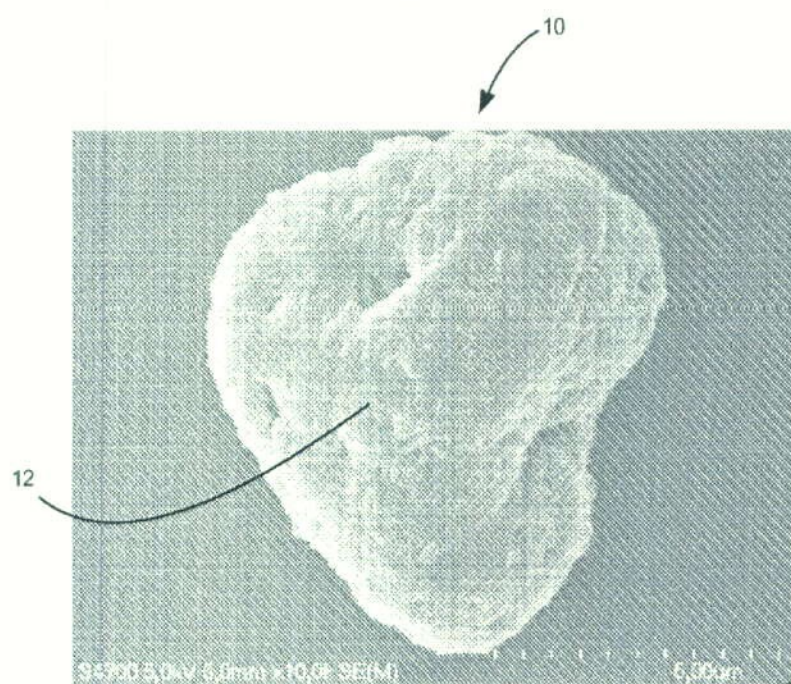


Figura 1
TÉCNICA ANTERIOR

20

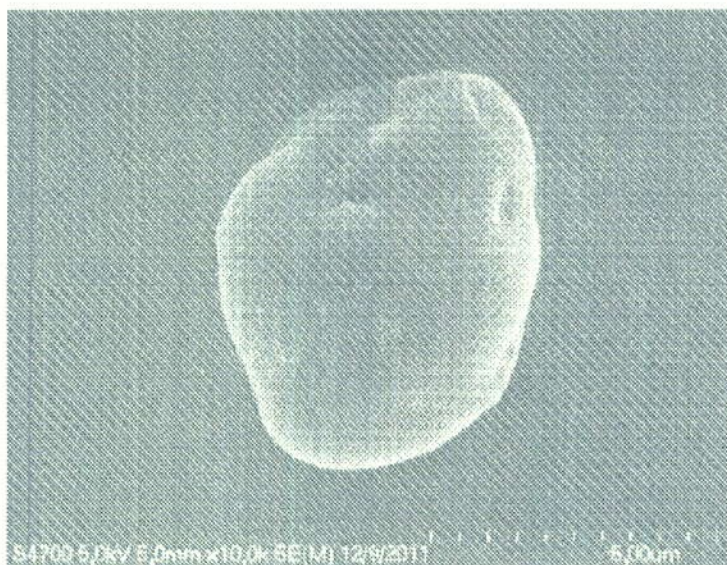


Figura 2

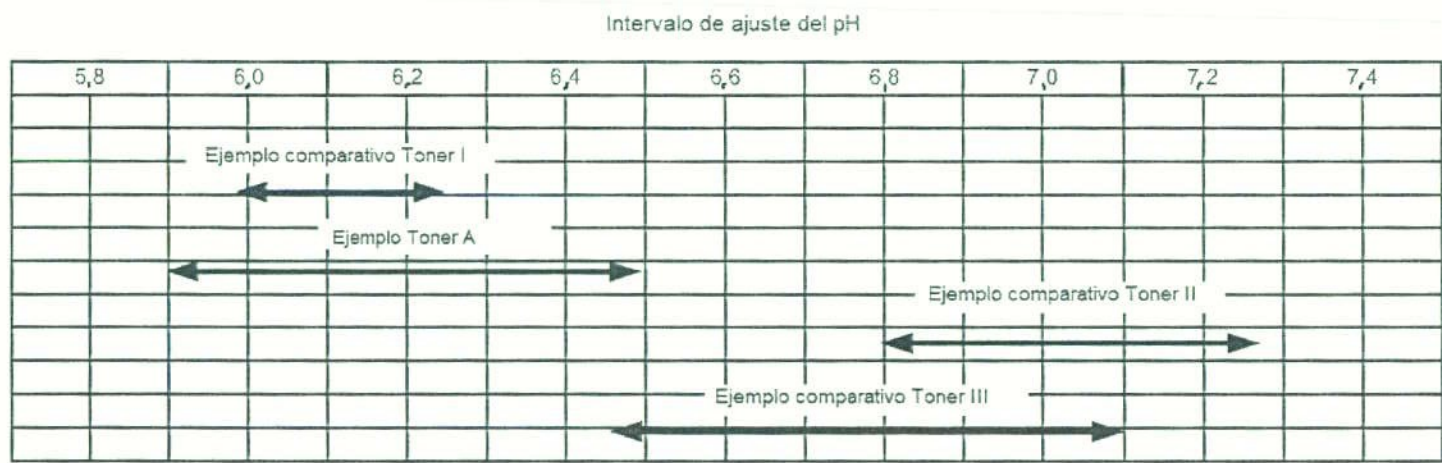


Figura 3

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

NIT : 800.176.089-2

- / -



RECIBO DE CAJA

No. 14 - 0064743

Bogotá D.C., Junio 18 de 2014 - 14:02:37

RECIBIDO DE : MARIO DELGADO ECHEVERRY E HIJOS LTDA

NI 800.020.909

*** Soporte del Pago ***

TIPO PAGO	BANCO	CUENTA	No. PAGO	FECHA PAGO	VR. PAGO
CONSIGNACION	BANCO DE BOGOTA	062754387	648613221	18/06/2014	9.448.000.00

*** Conceptos Pagados ***

CANT.	RENTISTICO	CONCEPTO	Vr. UNDITARIO	Vr. CONCEPTO
1	50005-01-01 SOLICITUDES	1 TRAMITES DE SOL. DE PATENTE DE INVENCIÓN	515.000.00	515.000.00
				\$515.000.00

SON: **QUINIENTOSQUINCE MIL PESOS MONEDA CORRIENTE**

Responsable: _____

Recibo de Caja Aplicado al Expediente No. PC1 / US2012 / 071926

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 14-134581-00000-0000

Fecha: 2014-06-20 16:12:58 Dep. 2020 DIR.NUEVASCR
 Tra. 11 PATENTEIYII Eve: 378 FASENACIONALI
 Act. 411 PRESENTACION Folios: 65

Sede Centro: Carrera 13 No. 27 - 00 Pisos 3,4,5 y 10 Bogotá, D.C.- Colombia

Web: www.sic.gov.co e-mail: info@sic.gov.co Conmutador: (571) 5870000 Fax: (571) 5870284 Línea: 018000-910165 Call Center: (571) 6513240

Junio 18 de 2014 - 14:02:39

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

NIT : 800.176.089-2

-/-



RECIBO DE CAJA

No. 14 - 0065563

Bogotá D.C., Junio 20 de 2014 - 10:55:16

RECIBIDO DE : MARIO DELGADO ECHEVERRY E HIJOS LTDA

NI 800.020.909

RE

*** Soporte del Pago ***

TIPO PAGO	BANCO	CUENTA	No. PAGO	FECHA PAGO	VR. PAGO
RECIBO DE CA	999999999	40186	11/04/2014		31.000.00
RECIBO DE CA	999999999	40198	11/04/2014		93.000.00
RECIBO DE CA	999999999	40199	11/04/2014		93.000.00
RECIBO DE CA	999999999	40200	11/04/2014		93.000.00

*** Conceptos Pagados ***

CANT. RENTISTICO

CONCEPTO

Vr.UNDITARIO Vr.CONCEPTO

10 50005-01-01 SOLICITUDES

1607 REIVINDICACION PATENTE UNITARIA
ADICIONAL A LAS 10 INIC

31.000.00

310.000.00

\$310.000.00

=====

SON: **TRESCIENTOS DIEZ MIL PESOS MONEDA CORRIENTE***

Responsable: _____

Recibo de Caja Aplicado al Expediente No. _____

PC1/652012/071926

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 14-134581- -00000-0000

Fecha: 2014-06-20 16:12:58
Tra: 11 PATENTE I/II
Act. 411 PRESENTACIONDep. 2020 DIR.NUEVASCF
Eve: 378 FASENACIONALI
Folios: 65

Sede Centro: Carrera 13 No. 27 - 00 Pisos 3,4,5 y 10 Bogotá, D.C.- Colombia

Web: www.sic.gov.co e-mail: info@sic.gov.co Conmutador: (571) 5870000 Fax: (571) 5870284 Línea: 018000-910165 Call Center: (571) 6513240

Junio 20 de 2014 - 10:55:17

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO
DIVISION DE NUEVAS CREACIONES
TARJETA ARCHIVO TEMATICO

PATENTE DE INVENCION X PCT X MODELO DE UTILIDAD DISEÑO INDUSTRIAL

(21) N° de solicitud:		(22) Fecha de solicitud:	
(51) Clasificación Internacional:			
(71) Solicitante(s): LEXMARK INTERNATIONAL, INC.			
(72) Inventor(es): SUN, Jin X.; DIGGS, Kofi, Opare			
(74) Apoderado: JAIME EDUARDO DELGADO VILLEGAS			
(30) Prioridad	(31) No. Prioridad	(32) Fecha	(33) País
	13/339,565	29/12/2011	US
	13/339,705	29/12/2011	US
(85) Fecha límite inicio fase nacional: 29/07/2014		(87) Publicación internacional:	
(86) Datos relativos a la presentación de la solíc. PCT		Fecha: 04/07/2013	
Fecha de presentación de la solicitud: 28.12.2012		No. Publicación: WO/2013/101991A1	
No. de solicitud: PCT/US2012/071926			

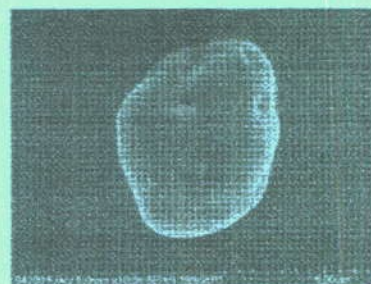


Figura 2

(54) Título: **PROCESO PARA PREPARAR UN TÓNER QUE INCLUYE UN AGENTE DE ACOPLAMIENTO DE BÓRAX**

(57) Resumen: Un método para producir tóner, que comprende: combinar y aglomerar una primera emulsión polimérica con una dispersión de colorante y una dispersión de agente de liberación para formar núcleos de tóner; añadir un agente de acoplamiento de bórax a los núcleos de tóner; combinar y aglomerar una segunda emulsión polimérica con los núcleos de tóner que tienen el agente de acoplamiento de bórax para formar cortezas de tóner alrededor de los núcleos de tóner; y condensar los núcleos de tóner agregados y las cortezas de tóner para formar partículas de tóner.

CONTINUA AL RESPALDO

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO
DIVISION DE NUEVAS CREACIONES
TARJETA ARCHIVO PROPIETARIOS

PATENTE DE INVENCION X PCT X MODELO DE UTILIDAD DISEÑO INDUSTRIAL

(21) N° de solicitud:

(22) Fecha de solicitud:

(51) Clasificación Internacional :

(71) Solicitante (s) **LEXMARK INTERNATIONAL, INC.**

(72) Inventor(es) **SUN, Jin X.; DIGGS, Kofi, Opare**

(74) Apoderado: **JAIME EDUARDO DELGADO VILLEGAS**

(30) Prioridad	(31)	No. Prioridad	(32)	Fecha	(33)	País
		13/339,565		29/12/2011		US
		13/339,705		29/12/2011		US

(85) Fecha inicio fase nacional: **29/07/2014**

(86) Datos relativos a la presentación de la solicitud PCT

Fecha de presentación de la solicitud: **28.12.2012**

No. de solicitud **PCT/US2012/071926**

(87)

Publicación internacional

Fecha: **04/07/2013** Fecha (dd/mm/aa)

N° publicación: **WO/2013/101991 A1**

(54) Título: **PROCESO PARA PREPARAR UN TÓNER QUE INCLUYE UN AGENTE DE ACOPLAMIENTO DE BÓRAX**

 SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO DIVISION DE NUEVAS CREACIONES EXTRACTO PARA PUBLICACIÓN SOLICITUD DE PATENTE DE INVENCION PCT		
(21) N° de solicitud: (22) Fecha de solicitud:		(51) Int Cl: (71) Solicitante(s) LEXMARK INTERNATIONAL, INC. SUN, Jin X. DIGGS, Kofi, Opare
(30) Prioridad (31) No. Prioridad (32) Fecha (33) País	13/339,565 13/339,705 29/12/2011 29/12/2011 US US	(72) Inventor(es) DIGGS, Kofi, Opare (74) Apoderado: JAIME EDUARDO DELGADO VILLEGAS
(85) Fecha limite inicio fase nacional: 29/07/2014 Datos relativos a la presentación de la solicitud PCT Fecha de presentación de la solicitud 28.12.2012 No. de solicitud PCT/US2012/071926		(87) Publicación Internacional Fecha: 04/07/2013 Fecha (dd/mm/aa) N° publicación: WO/2013/101991 A1
(54) Título: PROCESO PARA PREPARAR UN TÓNER QUE INCLUYE UN AGENTE DE ACOPLAMIENTO DE BÓRAX		

Resumen

Un método para producir tóner, que comprende:

combinar y aglomerar una primera emulsión polimérica con una dispersión de colorante y una dispersión de agente de liberación para formar núcleos de tóner;

añadir un agente de acoplamiento de bórax a los núcleos de tóner; combinar y aglomerar una segunda emulsión polimérica con los núcleos de tóner que tienen el agente de acoplamiento de bórax para formar cortezas de tóner alrededor de los núcleos de tóner; y

condensar los núcleos de tóner agregados y las cortezas de tóner para formar partículas de tóner.

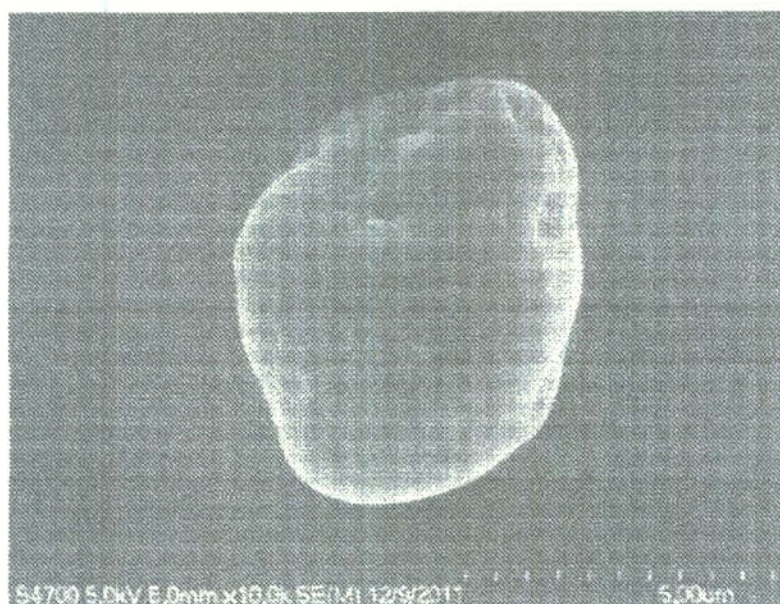


Figura 2

Industria y Comercio
SUPERINTENDENCIA

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 14-134581- -00000-0000

Fecha: 2014-06-20 16:12:58 Dep. 2020 DIR.NUEVASCR
Tra. 11 PATENTEIYII Eve: 378 FASENACIONALI
Act. 411 PRESENTACION Folios: 65

PATENTE DE INVENCION ☐

MODELO DE L

- ☐ Indicación que se solicita una patente.
- ☐ Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta la solicitud
- ☐ Descripción de la invención
- ☐ Dibujos de ser estos pertinentes
- ☐ Comprobante de pago de las tasas establecidas (De ser el caso formato de descuento)
- Completa ☐ Incompleta ☐

PATENTE DE INVENCION PCT ☒ MODELO DE UTILIDAD PCT ☐ Art.33 Decisión 486/00, Circular Única

- ☒ Indicación que se solicita una PCT
- ☒ Copia de la solicitud en español, tal como fue presentada inicialmente (capítulo descriptivo, reivindicatorio, resumen)
- ☒ Dibujos de ser estos pertinentes
- ☒ Comprobante de pago de las tasas establecidas (de ser el caso formato de descuento)
- Completa ☒ Incompleta ☐

DISEÑO INDUSTRIAL ☐

(Art. 119 Decisión 486/00)

- ☐ Indicación que se solicita Diseño industrial
- ☐ Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta la solicitud
- ☐ Representación gráfica y fotográfica del Diseño industrial o muestra del material que incorpora el diseño
- ☐ Comprobante de pago de las tasas establecidas
- Completa ☐ Incompleta ☐

ESQUEMA DE TRAZADO ☐

(Art. 92 Decisión 486/00)

- ☐ Indicación que se solicita un esquema de trazado
- ☐ Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta la solicitud
- ☐ Representación gráfica de un esquema de trazado
- ☐ Comprobante de pago de las tasas establecidas
- Completa ☐ Incompleta ☐