



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

(21) BR 10 2014 007334-5 A2



\* B R 1 0 2 0 1 4 0 0 7 3 3 4 A 2 \*

(22) Data de Depósito: 27/03/2014

(43) Data da Publicação: 14/07/2015  
(RPI 2323)

(54) Título: PROCESSOS CONTÍNUOS DE PRODUÇÃO DE LÁTEX

(51) Int.CI.: G03G9/08; C08J3/02

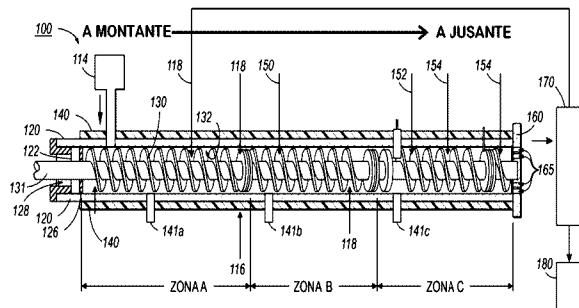
(52) CPC: G03G9/0802; C08J3/02

(30) Prioridade Unionista: 04/04/2013 US 13/856,568

(73) Titular(es): XEROX CORPORATION

(72) Inventor(es): Chieh-Min Cheng, Joo T. Chung

(57) Resumo: PROCESSOS CONTÍNUOS DE PRODUÇÃO DE LÁTEX Processos para continuamente produzir emulsões de látex são divulgados. Uma extrusora de múltiplas roscas é usada para a produção da emulsão. Uma resina é alimentada na extrusora, aquecida, opcionalmente dissolvida em um solvente, misturada com uma base para neutralizar as resinas e formar partículas, em seguida, misturada com um surfactante e água para formar uma emulsão de fase invertida (PIE). A PIE pode ser enviada para uma coluna de destilação para separar o solvente, e a emulsão de látex resultante é então enviada para um tanque de recepção. Estes processos são úteis para fazer os precursores para as composições de toner.



## PROCESSOS CONTÍNUOS DE PRODUÇÃO DE LÁTEX

- [001] A presente divulgação se relaciona a processos contínuos para a preparação de emulsões de látex. Esses processos são úteis para a produção de ingredientes que são usados em composições de toner e podem ser considerados 5 processos "verdes", devido ao seu consumo de energia reduzido.
- [002] Composições de toner são usadas com dispositivos de impressão ou cópia eletrostatográficos, eletrofotográficos ou xerográficos. Em tais dispositivos, um membro de capturação de imagem ou placa compreendendo uma camada isolante fotocondutora em uma camada condutora é fotografado carregando 10 uniformemente primeiro eletrostaticamente a superfície da camada de isolamento fotocondutora. A placa é então exposta a um padrão de ativação de radiação eletromagnética, por exemplo, a luz, que dissipar seletivamente a carga nas áreas iluminadas da camada isolante fotocondutora, enquanto deixa para trás uma imagem latente eletrostática nas áreas não iluminadas. Esta imagem latente 15 eletrostática pode ser então desenvolvida para formar uma imagem visível por meio do depósito de partículas elétroscópicas de toner finamente divididas, por exemplo, de uma composição do revelador, na superfície da camada de isolamento fotocondutora. A imagem de toner visível resultante pode ser transferida para um substrato de recebimento adequado, tal como o papel.
- 20 [003] Processos de formação de composições de toner são conhecidos. Por exemplo, processos de emulsão/agregação (E/A) envolvem preparar uma emulsão de ingredientes de toner, tais como um surfactante, um monômero, uma resina semente na água. O monômero é polimerizado para formar uma emulsão de látex. A emulsão é então agregada e coalescida para se obter uma pasta fluída 25 de partículas de toner. Isso permite que o tamanho de partícula, forma da partícula e a distribuição de tamanho sejam controlados. Lavagem do produto resultante e então isolamento das partículas de toner completam o processo.
- [004] Processos em lote para produção da emulsão látex começam com uma 30 polimerização de policondensação a granel em um reator de lote em uma temperatura elevada. O tempo requerido para a reação de policondensação é longo, devido à transferência de calor do material a granel, alta viscosidade e limitações na transferência de massa. A resina resultante é então resfriada, esmagada e moída antes de ser dissolvida em um solvente. A resina dissolvida é

então submetida a um processo de inversão de fase onde a resina é dispersa em uma fase aquosa para preparar o látex. O solvente é então removido da fase aquosa por meio de um método de destilação.

[005] Processos descontínuos geralmente exigem um tempo de ciclo longo (≥25 horas) entre lotes. Lotes são feitos em volumes de milhares de galões de cada vez. Mau funcionamento do sistema de controle durante um processo em lote pode resultar em todo o lote não satisfazer a especificação e, ser considerado assim como resíduo. Além disso, processos em lote são geralmente de trabalho intensivo e requerem uma grande quantidade de espaço de armazenamento, inventário e equipamento devido ao seu tempo de ciclo longo. O uso de solventes também pode causar preocupações ambientais.

[006] Seria desejável prover processos que permitam a preparação das emulsões de látex, em uma maneira que é mais eficiente, leva menos tempo, resulta em um produto de toner consistente e reduz os volumes de resíduos.

[007] A presente divulgação se relaciona a processos contínuos para produção de emulsão látex usando uma extrusora de múltiplas roscas. Geralmente, a resina é alimentada na extrusora, em seguida, misturada com solvente, uma solução básica, água e um surfactante em intervalos apropriados na extrusora. A emulsão resultante pode então ser enviada para uma coluna de destilação para remover o solvente e obter a emulsão de látex.

[008] É divulgado em várias modalidades um processo contínuo para preparar uma emulsão de látex, compreendendo: alimentação de uma resina em uma primeira zona de uma extrusora de múltiplas roscas; mistura da resina com um solvente na primeira zona para dissolver a resina no solvente e formar uma solução de resina; adição de uma solução básica à solução de resina em uma segunda zona da extrusora para formar partículas coloidais em uma lama; adição de água e de um surfactante à pasta fluída em uma terceira zona da extrusora para obter uma emulsão de fase invertida; bombeamento da emulsão de uma porta de saída da extrusora de múltiplas roscas em uma coluna de destilação; e destilação do solvente de emulsão para obter a emulsão de látex.

[009] A resina pode ser uma resina de poliéster. O solvente pode compreender uma mistura de metil-etyl-cetona e isopropanol.

- [010] A solução básica pode compreender uma base selecionada do grupo consistindo de hidróxido de amônio, hidróxido de potássio, hidróxido de sódio, carbonato de sódio, bicarbonato de sódio, hidróxido de lítio, carbonato de potássio, trietilamina, trietanolamina, piridina e seus derivados, difenilamina e
- 5 seus derivados, poli(etilenoamina) e seus derivados e as suas combinações.
- [011] O surfactante pode ser um surfactante aniónico.
- [012] A solução de resina pode ter um pH de cerca de 3.0 a cerca de 4, 8 na primeira zona. A pasta fluída pode ter um pH de cerca de 8 a cerca de 12 na segunda zona. A solução de resina pode ter um pH de cerca de 8 a cerca de 12
- 10 na terceira zona.
- [013] O tempo de permanência local na primeira zona pode ser de cerca de 0, 15 minutos a cerca de 1 minuto. O tempo de permanência local na segunda zona pode ser de cerca de 0, 5 minutos a cerca de 1 minuto. O tempo de permanência local na terceira zona pode ser de cerca de 0, 5 minutos a cerca de
- 15 3 minutos.
- [014] A temperatura na primeira zona pode ser de cerca de 50 °C a cerca de 110 °C. A temperatura na segunda zona pode ser de cerca de 40 °C a cerca de 50 °C. A dispersão de cera sai da terceira zona em uma temperatura de cerca de 30 °C a cerca de 50 °C.
- 20 [015] As rosca na extrusora podem girar a uma velocidade de cerca de 50 rpm a cerca de 1000 rpm. A extrusora de múltiplas rosca pode ser uma extrusora de rosca dupla.
- [016] A FIG. 1 é um diagrama esquemático mostrando uma extrusora de
- 25 múltiplas rosca adequada para o uso nos processos contínuos da presente divulgação.
- [017] A FIG. 2 provê vistas axial e de perfil, ilustrando as diferenças entre as rosca de lobo único, dois lobos ou três lobos.
- [018] A FIG. 3 é um diagrama esquemático mostrando outra extrusora de
- 30 múltiplas rosca usada em um processo isento de solventes para comparação com os processos contínuos da presente divulgação.
- [019] Uma compreensão mais completa dos componentes, processos e aparelhos aqui divulgados pode ser obtida por referência nas figuras que acompanham. Estas figuras são representações meramente esquemáticas com

base na conveniência e a facilidade de se demonstrar a presente divulgação e, portanto, não se destinam a indicar o tamanho relativo e dimensões dos dispositivos ou os seus componentes e/ou definir ou limitar o âmbito das modalidades exemplares.

- 5 [020] Apesar de termos específicos serem usados na descrição a seguir, para maior clareza, estes termos destinam-se a se referir apenas à estrutura particular das modalidades selecionadas para ilustração, nos desenhos e não se destinam a definir ou limitar o âmbito da divulgação. Nas figuras e na seguinte descrição abaixo, devem ser entendidos que designações numéricas iguais referem-se aos 10 componentes de função semelhante.

[021] As formas no singular "um" "uma", e "os(as)" incluem referentes no plural, a menos que o contexto expresse claramente o contrário.

[022] Valores numéricos na especificação e reivindicações desta aplicação deverão ser compreendidos de incluir valores numéricos que são os mesmos

- 15 quando reduzidos ao mesmo número de figuras e valores numéricos significativos que diferem do valor declarado por menos do que o erro experimental da técnica de medição convencional do tipo descrito na presente aplicação para determinar o valor.

[023] Todas as variações aqui divulgadas são inclusas do ponto de

- 20 extremidade recitado e independentemente podem ser combinadas (por exemplo, a variação "de 2 g a 10 gramas" é inclusiva dos pontos de extremidade, 2 gramas e 10 gramas e todos os valores intermediários). Os pontos de extremidade das variações e quaisquer valores aqui divulgados não estão limitados a precisa variação ou valor; eles são suficientemente imprecisos para incluir valores que se 25 aproximam destas variações e/ou valores.

[024] Um valor modificado por um termo ou termos, tais como "cerca de" e "substancialmente", pode não ser limitado ao preciso valor especificado. A linguagem de aproximação pode corresponder à precisão de um instrumento para medir o valor. O modificador "cerca de" também deve ser considerado ao divulgar

- 30 a variação definida por valores absolutos das duas extremidades. Por exemplo, a expressão "de cerca de 2 a cerca de 4" também divulga a variação "de 2 a 4."

[025] Os processos contínuos aqui divulgados são usados para produzir emulsões de látex usando uma extrusora de múltiplas roscas. Os processos

podem usar solvente, ou podem ser isentos de solventes. O processo contínuo, usando uma extrusora de múltiplas roscas é mais simples do que produzir tais emulsões usando processos em lotes. Muitas etapas do processo podem ser eliminadas. Uma vez que o processo contínuo é mais simples, os custos de produção são mais baixos. Uma vez que quantidades menores de material são processadas em um momento, o controle de qualidade é mais fácil. Se o processo controlar o mau funcionamento durante o processo contínuo, é produzida uma quantidade menor de material de não especificação que deve ser descartado. A oscilação de lote para lote pode ser reduzida também devido ao controle de temperatura e outros parâmetros do processo em segmentos pequenos ao longo do comprimento da extrusora. Em contraste, muitos controles de processo para um vaso de reação usado em um processo de lote podem somente ser providos ao longo da superfície do vaso de reação. Isso faz com que grandes heterogeneidades significativas entre o material próximo dos lados do vaso de reação e o material no centro do vaso de reação, tais como o gradiente de temperatura, gradiente de taxa de cisalhamento, o perfil de velocidade, capacidade de bombeamento e diferenças de viscosidade. Como resultado, um longo período de tempo é necessário para o material no vaso reator ser homogeneizado.

20 [026] Os ingredientes do processo

[027] Os processos da presente divulgação usam uma extrusora de múltiplas roscas, tal como uma extrusora de rosca dupla. Durante o processo, muitos ingredientes são alimentados em uma extrusora. Os ingredientes incluem uma resina (ou seja, látex), um agente neutralizante (ou seja, base), um agente emulsificante (ou seja, surfactante) e, opcionalmente, um solvente. Nesta seção, estes ingredientes são descritos. Em uma seção posterior, os processos são descritos ainda com referência a extrusora.

[028] A resina látex é formada a partir de um polímero. O polímero também pode ser tanto alimentado na extrusora, como pode ser formado *in situ* na extrusora. Qualquer monômero adequado para a preparação de um látex pode ser usado nas presentes partículas. Os monômeros adequados úteis na formação do látex e, portanto, as partículas de látex resultantes na emulsão de látex incluem, mas não estão limitados a, estirenos, acrilatos, metacrilatos, butadienos,

isoprenos, ácidos acrílicos, ácidos metacrílicos, acrilonitrilas, as misturas dos mesmos e semelhantes. Qualquer monômero empregado pode ser selecionado, dependendo do polímero de látex a ser utilizado em particular. Uma resina de semente, que inclui a resina do látex a ser produzido, pode ser introduzida com 5 monômeros adicionais para formar a resina de látex desejada durante a policondensação.

[029] Em algumas modalidades, o látex pode incluir pelo menos um polímero, incluindo de cerca de 1 a cerca de 20 polímeros diferentes, ou de cerca de 3 a cerca de 10 polímeros diferentes. O polímero utilizado para formar o látex pode 10 ser uma resina de poliéster, incluindo as resinas descritas na Pat. Nos. US6.593.049 e US6.756.176, as divulgações de cada uma das quais estão incorporadas, por meio deste, para referência em sua totalidade. O látex também pode incluir uma mistura de uma resina de poliéster amorfa e uma resina de poliéster cristalina, conforme descrito na Pat. No. US6.830.860, cuja divulgação 15 está incorporada, por meio deste, para referência em sua totalidade.

[030] Em algumas modalidades, conforme descrito acima, a resina pode ser uma resina de poliéster formada pelo processo de policondensação da reação de um diol com um diácido na presença de um catalisador opcional. Para formar um poliéster cristalino, os dióis orgânicos adequados incluem dióis alifáticos com 20 cerca de 2 a cerca de 36 átomos de carbono, tais como 1, 2-etanodiol, 1, 3-propanodiol, 1, 4-butanodiol, 1, 5 pentanodiol, 1, 6-hexanodiol, 1, 7-heptanodiol, 1, 8-octanodiol, 1, 9-nonanodiol, 1, 10-decanodiol, 1, 12-dodecanodiol e similares; dióis de álcali sulfo-alifáticos, tais como sódio 2-sulfo-1, 2-etanodiol, lítio 2-sulfo-1, 2-etanodiol, potássio 2-sulfo-1, 2-etanodiol, sódio 2-sulfo-1, 3-propanodiol, lítio 2-sulfo-1, 3-propanodiol, potássio 2-sulfo-1, 3-propanodiol, as misturas destes e semelhantes. O diol alifático pode ser, por exemplo, selecionado em uma quantidade de cerca de 40 a cerca de 60 por cento de mols da resina, e o diol sulfo-alifático de álcali pode ser selecionado em uma quantidade de cerca de 1 a cerca de 10 por cento de mols da resina.

30 [031] Exemplos de diácidos orgânicos ou diésteres selecionados para a preparação das resinas cristalinas incluem o ácido oxálico, ácido succínico, ácido glutárico, ácido adípico, ácido subérico, ácido azeláico, ácido sebácico, ácido ftálico, ácido isoftálico, ácido tereftálico, ácido naftaleno-2, 6-dicarboxílico, ácido

- naftaleno-2, 7-dicarboxílico, ácido ciclohexano dicarboxílico, ácido malônico e ácido mesacônico, um diéster ou anidrido destes; e um diácido de álcali sulfo-orgânico, como o sal de sódio, lítio ou potássio de dimetil-5-sulfo-isoftalato, anidrido dialquil-5-sulfo-isoftalato-4-sulfo-1, 8-naftálico, ácido 4-sulfo-ftálico,
- 5 dimetil-4-sulfo-ftalato,      dialquil-4-sulfo-ftalato,      4-sulfofenil-3,      5-dicarbometoxibenzeno, 6-sulfo-2-naftil-3, 5-dicarbometoxibenzeno, ácido sulfo-tereftálico, dimetil-sulfo-tereftalato, ácido 5-sulfo-isoftálico, dialquil-sulfotereftalato, sulfoetanodiol, 2-sulfopropanodiol, 2-sulfobutanodiol, 3-sulfopentanodiol, 2-sulfohexanodiol, 3-sulfo-2-metilpentanodiol, 2-sulfo-3, 3-dimetilpentanodiol, ácido
- 10 sulfo-p-hidroxibenzóico, etano sulfonato de N, N-bis(2-hidroxietil)-2-amino, ou as misturas destes. O diácido orgânico pode ser selecionado em uma quantidade, por exemplo, de cerca de 40 a cerca de 60 por cento de mols da resina, e o diácido de álcali sulfo-alifático pode ser selecionado em uma quantidade de cerca de 1 a cerca de 10 por cento de mols da resina.
- 15 [032] Exemplos de resinas cristalinas incluem poliésteres, poliamidas, poli-imidas, poliolefinas, polietileno, polibutileno, poli-isobutirato, copolímeros de etileno-propileno, copolímeros de acetato de etileno-vinil, polipropileno, as misturas destes e semelhantes. As resinas cristalinas específicas podem ser baseadas em poliéster, tais como poli(etileno-adipato), poli(propileno-adipato),
- 20 poli(butileno-adipato), poli(pentileno-adipato), poli(hexileno-adipato), poli(octileno-adipato), poli(etileno-succinato), poli(propileno-succinato), poli(butileno-succinato), poli(pentileno-succinato),      poli(hexileno-succinato),      poli(octileno-succinato), poli(etileno-sebacato),      poli(propileno-sebacato),      poli(butileno-sebacato), poli(pentileno-sebacato), poli(hexileno-sebacato), poli(octileno-sebacato), álcali de
- 25 copoli(5-sulfoisoftaloil)-copoli(etileno-adipato), álcali de copoli(5-sulfoisoftaloil)-copoli(propileno-adipato), álcali de copoli(5-sulfoisoftaloil)-copoli(butileno-adipato), álcali de copoli(5-sulfoisoftaloil)-copoli(pentileno-adipato), álcali de copoli(5-sulfoisoftaloil)-copoli(hexileno-adipato), álcali de copoli(5-sulfo-isoftaloil)-copoli(octileno-adipato), álcali de copoli(5-sulfo-isoftaloil)-copoli(etileno-adipato),
- 30 álcali de copoli(5-sulfo-isoftaloil)-copoli(propileno-adipato), álcali de copoli(5-sulfo-isoftaloil)-copoli(butileno-adipato), álcali de copoli(5-sulfo-isoftaloil)-copoli(butileno-adipato), álcali de copoli(5-sulfo-isoftaloil)-copoli(pentileno-adipato), álcali de copoli(5-sulfo-isoftaloil)-copoli(hexileno-adipato), álcali de copoli(5-sulfo-isoftaloil)-

copolí(octileno-adipato), álcali de copoli(5-sulfoisofaltoil)-copolí(etileno-succinato), álcali de copoli(5-sulfoisofaltoil)-copolí(propileno-succinato), álcali de copoli(5-sulfoisofaltoil)-copolí(butileno-succinato), álcali de copoli(5-sulfoisofaltoil)-copolí(pentileno-succinato), álcali de copoli(5-sulfoisofaltoil)-copolí(hexileno-succinato),  
5 álcali de copoli(5-sulfoisofaltoil)-copolí(octileno-succinato), álcali de copoli(5-sulfo-isofaltoil)-copolí(etileno-sebacato), álcali de copoli(5-sulfo-isofaltoil)-copolí(propileno-sebacato), álcali de copoli(5-sulfo-isofaltoil)-copolí(butileno-sebacato), álcali de copoli(5-sulfo-isofaltoil)-copolí(pentileno-sebacato), álcali de copoli(5-sulfo-isofaltoil)-copolí(hexileno-sebacato),  
10 álcali de copoli(5-sulfo-isofaltoil)-copolí(octileno-sebacato), álcali de copoli(5-sulfo-isofaltoil)-copolí(etileno-adipato), álcali de copoli(5-sulfo-isofaltoil)-copolí(propileno-adipato), álcali de copoli(5-sulfo-isofaltoil)-copolí(butirno-adipato), álcali de copoli(5-sulfo-isofaltoil)-copolí(pentileno-adipato),  
15 álcali de copoli(5-sulfo-isofaltoil)-copolí(hexileno-adipato), álcali de copoli(5-sulfo-isofaltoil)-copolí(octileno-adipato), em que o álcali é um metal como sódio, lítio ou potássio. Exemplos de poliamidas incluem polí(etileno-adipamida), polí(propileno-adipamida), polí(butileno-adipamida), polí(pentileno-adipamida), polí(hexileno-adipamida), polí(octileno-adipamida), polí(etileno-succinamida) e polí(propileno-sebacamida). Exemplos de poliamidas incluem polí(etileno-adipamida), polí(propileno-adipamida),  
20 polí(butileno-adipamida), polí(pentileno-adipamida), polí(hexileno-adipamida), polí(octileno-adipamida), polí(etileno-succinamida) e polí(propileno-sebacamida).

[033] A resina cristalina pode estar presente, por exemplo, em uma quantidade de cerca de 5 a cerca de 30 por cento em peso dos componentes do toner (isto é, a pasta fluida menos o solvente), incluindo de cerca 15 a cerca de 25 por cento em peso. A resina cristalina pode possuir diversos pontos de derretimento, por exemplo, de cerca de 30°C a cerca de 120°C, em modalidades, de cerca de 50 °C a cerca de 90 °C. A resina cristalina pode ter um número de peso molecular médio ( $M_n$ ), conforme medido pela cromatografia de permeação em gel (GPC), por exemplo, de cerca de 1.000 a cerca de 50.000, em modalidades, de cerca de 2.000 a cerca de 25.000, e um peso molecular ponderal médio ( $M_w$ ), por exemplo, de cerca de 2.000 a cerca de 100.000, em modalidades, de cerca de 3.000 a cerca de 80.000, conforme determinado pela Cromatografia de Permeação em Gel usando padrões de poliestireno. A

distribuição do peso molecular ( $M_w/M_n$ ) da resina cristalina pode ser, por exemplo, de cerca de 2 a cerca de 6, em modalidades, de cerca de 3 a cerca de 4.

[034] Alternativamente, a resina de poliéster pode ser um poliéster amorfó.

Exemplos de diácido ou diésteres selecionados para a preparação de poliésteres

5 amorfos incluem ácidos dicarboxílicos ou diésteres, tais como ácido tereftálico, ácido ftálico, ácido isoftálico, ácido furnárico, ácido maleico, ácido succínico, ácido itacônico, ácido succínico, anidrido succínico, ácido dodecilsuccínico, anidrido dodecilsuccínico, ácido glutárico, anidrido glutárico, ácido adípico, ácido pimélico, ácido subérico, ácido azelaíco, dodecano diácido, tereftalato de dimetil, tereftalato 10 de dietil, isoftalato de dimetil, isoftalato de dietil, ftalato de dimetil, anidrido ftálico, ftalato de dietila, succinato de dimetil, fumarato de dimetil, maleato de dimetil, glutarato de dimetil, adipato de dimetil, dodecilsuccinato de dimetil e suas combinações. O diácido orgânico ou diéster pode ser selecionado, por exemplo, de cerca de 40 a cerca de 60 por cento de mols da resina.

15 [035] Exemplos de dióis utilizados na geração do poliéster amorfó incluem 1, 2-propanodiol, 1, 3-propanodiol, 1, 2-butanodiol, 1, 3-butanodiol, 1, 4-butanodiol, pentanodiol, hexanodiol, 2, 2-dimetilpropanodiol, 2, 2, 3-trimetilhexanodiol, heptanodiol, dodecanodiol, bis(hidroxietil)-bisfenol A, bis(2-hidroxipropil)-bisfenol A, 1, 4-ciclohexanodimetanol, 1, 3-ciclohexanodimetanol, xilenodimetanol, 20 ciclohexanodiol, dietíleno glicol, óxido de bis(2-hidroxietil), dipropileno glicol, dibutileno e suas combinações. A quantidade de diol orgânico selecionado pode variar e pode ser, por exemplo, de cerca de 40 a cerca de 60 por cento de mols da resina.

[036] Exemplos de outras resinas amorfas, que podem ser utilizadas, incluem 25 as resinas de poli(estireno-acrilato) reticuladas, por exemplo, de cerca de 25 por cento a cerca de 70 por cento, resinas de poli(estireno-acrilato), resinas de poli(estireno-metacrilato), resinas de poli(estireno-metacrilato) reticuladas, resinas de poli(estireno-butadieno), resinas de poli(estireno-butadieno) reticuladas, resinas de álcali de poliéster sulfonado, resinas de álcali de poliéster sulfonado 30 ramificado, resinas de álcali de poli-imida sulfonada, resinas de álcali de poli-imida sulfonada ramificada, resinas de álcali de poli(estireno-acrilato) sulfonado, resinas de álcali de poli(estireno-acrilato) sulfonado reticuladas, resinas de poli(estireno-metacrilato), resinas de álcali de poli(estireno-metacrilato) sulfonado reticuladas,

resinas de álcali de poli(estireno-butadieno) sulfonado, e resinas de álcali de poli(estireno-butadieno) sulfonado reticuladas. As resinas de álcali de poliéster sulfonado podem ser úteis nas modalidades, tais como os sais de metal ou de álcali

do copoli(etileno-tereftalato)-copolímero(etileno-5-sulfo-isoftalato),

5 copoli(propileno-tereftalato)-copolímero(propileno-5-sulfo-isoftalato), copoli(dietileno-tereftalato)-copolímero(dietileno-5-sulfo-isoftalato), copoli(propileno-dietileno-tereftalato)-copolímero(propileno-dietileno-5-sulfoisoftalato), copoli(propileno-butileno-tereftalato)-copolímero(propileno-butileno-5-sulfo-isoftalato), copoli(bisfenol-A-fumarato propoxilado)-copolímero(bisfenol A-5-sulfo-isoftalato propoxilado), copoli(bisfenol-A-10 fumarato etoxilado)-copolímero(bisfenol-A-5-sulfo-isoftalato etoxilado) e copoli(bisfenol-A-maleato etoxilado)-copolímero(bisfenol-A-5-sulfo-isoftalato etoxilado), e em que o metal alcalino é, por exemplo, um íon de sódio, lítio ou potássio.

[037] Outros exemplos de resinas de látex adequadas ou polímeros que podem ser produzidos incluem, mas não estão limitados a, poli(estireno-

15 butadieno), poli(metilestireno-butadieno), poli(metilmacrilato-butadieno), poli(etilmacrilato-butadieno), poli(propilmacrilato-butadieno), poli(butilmacrilato-butadieno), poli(metilacrilato-butadieno), poli(ethylacrilato-butadieno), poli(propylacrilato-butadieno), poli(butylacrilato-butadieno), poli(estireno-isopreno), poli(metilestireno-isopreno), poli(metilmacrilato-20 isopreno), poli(etilmacrilato-isopreno), poli(propilmacrilato-isopreno), poli(butilmacrilato-isopreno), poli(metilacrilato-isopreno), poli(ethylacrilato-isopreno), poli(propylacrilato-isopreno), poli(butylacrilato-isopreno); poli(estireno-propilacrilato), poli(estireno-butilacrilato), poli(ácido estireno-butadieno-acrílico), poli(ácido 25 estireno-butadieno-metacrílico), poli(ácido estireno-butadieno-acrilonitrila-acrílico), poli(ácido estireno-butilacrilato-metacrílico), poli(estireno-butilacrilato-acrilonitrila), e poli(ácido estireno-butilacrilato-acrilonitrila-acrílico) e suas combinações. Os polímeros podem ser copolímeros em bloco, aleatórios, ou alternados.

[038] Além disso, as resinas de poliéster obtidas a partir da reação do

30 bisfenol A e do óxido de propileno ou carbonato de propileno, e, em particular, incluindo esses poliésteres seguidos pela reação do produto resultante com ácido fumárico (conforme divulgado na Pat. No. US5.227.460, cuja divulgação está incorporada em sua totalidade, por meio deste, para referência), e as resinas de

poliéster ramificadas resultantes da reação do tereftalato de dimetil com 1, 3-butanodiol, 1, 2-propanodiol e pentaeritritol também podem ser usadas.

[039] O peso molecular do látex se correlaciona com a viscosidade de derretimento ou valor de acidez do material. O peso molecular ponderal médio

5 (Mw) e a distribuição do peso molecular (MWD) do látex podem ser medidos por Cromatografia de Permeação em Gel (GPC). O peso molecular pode ser de cerca de 3.000 g/mol a cerca de 150.000 g/mol, incluindo de cerca de 8.000 g/mol a cerca de 100.000 g/mol, e em modalidades particulares, de cerca de 10.000 g/mol a cerca de 90.000 g/mol.

10 [040] O látex de poliéster resultante pode ter grupos ácidos no terminal da resina. Os grupos ácidos que podem estar presentes incluem os ácidos carboxílicos, anidridos carboxílicos, sais de ácido carboxílico, suas combinações e semelhantes. O número de grupos carboxila pode ser controlado, ajustando as matérias-primas e as condições de reação para se obter uma resina que possua 15 excelentes características de emulsão e um toner resultante que seja ambientalmente durável.

20 [041] Esses grupos ácidos podem ser parcialmente neutralizados pela introdução de um agente neutralizante, em modalidades uma solução de base, durante a neutralização (que ocorre antes da emulsificação). As bases adequadas que podem ser utilizadas para esta neutralização incluem, mas não estão limitadas a, hidróxido de amônio, hidróxido de potássio, hidróxido de sódio, carbonato de sódio, bicarbonato de sódio, hidróxido de lítio, carbonato de potássio, amina de trietyl, trietanolamina, piridina e seus derivados, difenilamina e seus derivados, poli(etilenoamina) e seus derivados, as combinações destes e 25 semelhantes. Após a neutralização, a hidrofilicidade e, portanto, a capacidade de emulsionar da resina, pode ser melhorada quando comparada com uma resina que não passe por esse processo de neutralização. A resina do derretimento parcialmente neutralizada resultante pode estar em um pH de cerca de 8 a cerca de 13, em modalidades, de cerca de 11 a cerca de 12.

30 [042] O agente emulsificante pode incluir qualquer surfactante adequado para o uso na formação de uma resina de látex. Os surfactantes, que podem ser utilizados durante o estágio de emulsificação na preparação de látex com os processos da presente divulgação, incluem surfactantes aniônicos, catiônicos

e/ou não iônicos. Os surfactantes aniônicos que podem ser utilizados incluem sulfatos e sulfonatos, dodecilsulfato de sódio (SDS), sulfonato de dodecilbenzeno de sódio, sulfato de dodecilaftaleno de sódio, sulfatos e sulfonatos de benzenoalquil de dialquil, ácidos, tais como ácido abítico, suas combinações e 5 semelhantes. Outros surfactantes aniônicos adequados incluem, nas modalidades, DOWFAX® 2A1, um dissulfonato de alquildifenilóxido da The Dow Chemical Company, e/ou TAYCA POWER BN2060 da Tayca Corporation (Japão), que são sulfonatos de benzeno de dodecil de sódio ramificados. As 10 combinações desses surfactantes e qualquer um dos surfactantes aniônicos anteriores podem ser usados.

[043] Exemplos de surfactantes não iônicos incluem, mas não estão limitados aos álcoois, ácidos e éteres, por exemplo, álcool polivinílico, ácido poliacrílico, metalose, metilcelulose, etilcelulose, propilcelulose, hidroxiletilelcelulose, carboximetilelcelulose, cetil éter de polioxietileno, lauril éter de polioxietileno, octil 15 éter de polioxietileno, octilfenil éter de polioxietileno, oleil éter de polioxietileno, monolaurato de sorbitano de polioxietileno, estearyl éter de polioxietileno, nonilfenil éter de polioxietileno, dialquilfenóxi poli(etileno-óxi) etanol, suas misturas e semelhantes.

[044] Exemplos de surfactantes catiônicos incluem, mas não estão limitados 20 a, amônios, por exemplo, cloreto de alquilbenzildimetilamônio, cloreto de dialquilbenzenoalquilamônio, cloreto de lauriltrimetilamônio, cloreto de alquilbenzilmetylâmônio, brometo de alquilbenzildimetilamônio, cloreto de benzalcônio, e brometos de trimetilamônio de C12, C15, C17, suas misturas e similares. Outros Surfactantes catiônicos incluem brometo de cetil piridínio, sais 25 de haletos de polioxetilalquilaminas quaternizadas, cloreto de dodecibilziltretiamônio e similares, e as misturas destes. A escolha de surfactantes particulares ou suas combinações, bem como das quantidades de cada um a ser usada estão dentro da competência daqueles versados na técnica.

[045] Se desejado, um solvente pode ser adicionado para a extrusora e 30 misturado com a resina de polímero para dissolver/amolecer a resina e quebrar macromoléculas em moléculas para a emulsificação. A resina amolecida pode ser suficientemente viscosa a fim de não ser de fluxo livre à temperatura ambiente, mas suficientemente maleável para ser mixada pela extrusora. A complexa

viscosidade da resina amolecida, por vezes referida como uma mistura de pré-mescla, pode ser de cerca de 10 Pa-sec a cerca de 1.000 Pa-sec à cerca de 130 °C, incluindo de cerca de 50 Pa-sec a cerca de 500 Pa-sec. A complexa viscosidade da mistura de pré-mescla de resina pode ser medida usando um

5 reômetro.

[046] O solvente pode ser um solvente orgânico, incluindo, por exemplo, álcoois, cetonas, amidas, nitrilas, éteres, sulfonas, sulfóxidos, aminas, combinações dos mesmos e semelhantes. O solvente pode estar presente em uma quantidade de cerca de 5% em peso a cerca de 100% em peso da resina,

10 incluindo de cerca de 10% em peso a cerca de 50% em peso da resina.

[047] Solventes orgânicos exemplares incluem álcoois, tais como metanol, etanol, isopropanol, butanol, bem como maiores homólogos e polióis, tais como etileno-glicol, glicerol, sorbitol e semelhantes; cetonas, tais como acetona, 2-butanona, 2-pantanona, 3-pantanona, metiletilcetona, etil isopropil cetona, metil 15 isobutil cetona, isobutil cetona e semelhantes; amidas, tais como a dimetilformamida, dimetilacetamida, N-metil, 1, 2-dimetil-2-imidazolidinon e semelhantes; nitrilas, tais como acetonitrila, Propanonitrila, Butironitrila, isobutironitrila, valeronitrila, benzonitrila e semelhantes; éteres, como éter ditertbutila, dimetoxietano, éter 2-metoxietílico, 1, 4-dioxano, tetrahidrohirano, 20 morfolina e semelhantes; sulfonas, tais como metilsulfonilmetano Sulfolano e semelhantes; sulfóxidos, tais como dimetilsulfóxido; fosforamidas, como hexametilfosforamida; benzeno e derivados de benzeno; bem como ésteres, aminas e combinações dos mesmos.

[048] Em modalidades particulares, os solventes podem ser selecionados do 25 grupo consistindo de metil etil cetona (MEK), isopropanol (IPA), metanol, etanol, 1-butanol, 2-butanol, isobutanol, *tert*-butanol e misturas dos mesmos. Em modalidades mais específicas, o solvente é uma combinação de metil etil cetona (MEK) e isopropanol (IPA). A relação do volume de MEK em relação ao IPA pode ser de cerca de 3:1 a cerca de 5:1 (v/v), ou mais especificamente 4.285:1.

30 [049] Em outras modalidades, o solvente orgânico pode ser miscível com água. O solvente orgânico pode ter um ponto de ebulição de cerca de 30 °C a cerca de 100 °C. Qualquer solvente orgânico adequado observado acima também pode ser usado como um agente de inversão de fase de base solvente e pode ser

usado em uma quantidade de cerca de 1% em peso a cerca de 25% em peso da resina, em modalidades de cerca de 5% em peso a cerca de 20% em peso da resina.

[050] Processo Contínuo de Emulsificação

5 [051] Duas modalidades exemplares dos processos contínuos da presente divulgação são aqui descritas. Em uma modalidade exemplar, os processos incluem a adição de solvente. Na outra modalidade exemplar, o processo é isento de solventes.

10 [052] Os processos contínuos ocorrem dentro de uma extrusora de múltiplas roscas. Uma extrusora de múltiplas roscas inclui um barril segmentado e pelo menos dois elementos de rosca estendendo-se longitudinalmente através do barril. Cada segmento do barril pode ser aquecido e controlado em uma temperatura definida independentemente dos outros segmentos do barril e funciona como um reator contínuo. Os elementos de rosca em cada segmento 15 também podem variar para a aplicação em particular. O tempo de permanência local em cada segmento pode ser alongado ou encurtado, a intensidade de mistura pode ser ajustada, e a tensão de cisalhamento e os perfis da taxa de cisalhamento podem ser otimizados através do modelo da rosca. A pressão local e o volume também podem ser alterados dentro de cada segmento do barril 20 através do modelo da rosca. A velocidade de rotação e da taxa de alimentação da pasta fluída de partículas pode ser controlada durante o processo contínuo. Tal extrusora permite muitas aplicações diferentes, tais como mistura de derretimento, mistura distributiva, mistura dispersiva, MISTURA dissipativa e mistura caótica.

25 [053] Referindo-se agora à FIG. 1, a extrusora de múltiplas roscas 100 da primeira modalidade exemplar (usando um solvente) inclui uma extrusora barril 120, pelo menos duas roscas 130, um canal da extrusora de rosca 132, um aquecedor 140, termopar 141, um alimentador de resina 114, uma porta de fornecimento de solvente 118 uma porta de fornecimento de agente neutralizante 30 150, uma porta de fornecimento de surfactante 152, uma porta de fornecimento de água 154. Cada rosca 130 é impulsionada por um eixo 131, que é conectado a um motor de acionamento (não mostrado) de uma maneira convencional que permite a rotação da rosca 130 em velocidades de cerca de 50 rotações por

minuto ("rpm") a cerca de 1000 rpm, ou em modalidades mais específicas, de cerca de 250 rpm a cerca de 750 rpm. Cada eixo 131 passa através do alojamento líquido de vedação 128, anel de bolha 122, e bloco de vedação 126, que veda a extremidade a montante do barril 120.

- 5 [054] A extrusora de rosca 100 é dividida em três zonas; nomeadamente Zona A (zona primeira) onde a resina e o solvente são alimentados em uma extrusora e misturados, Zona B (segunda zona) onde as partículas coloidais são formadas e a Zona C (terceira zona) onde as partículas coloidais são dispersas e uma emulsão de fase invertida (PIE) é formada. A Zona A está a montante da  
10 Zona B, que está a montante da Zona C. Conforme mencionado anteriormente, o barril é separado em segmentos; cada zona inclui pelo menos um segmento e pode incluir uma pluralidade de segmentos. Cada zona inclui um termopar 141a, 141b, 141c para monitorar e controlar a temperatura da zona. O material se move da extremidade a montante da extrusora 100 na direção a jusante  
15 sequencialmente através das Zonas A, B e C, eventualmente saindo da extrusora 100 através das aberturas 165 do cabeçote 160. O alimentador de resina 114 e a porta de fornecimento de solvente 118 estão localizados na Zona A. A porta de fornecimento de agente neutralizante 150 está localizado na Zona B. A porta de fornecimento de surfactante 152 e a porta de fornecimento de água 154 estão  
20 localizadas na zona C.

- [055] Cada rosca 130 pode ser modular na construção, na forma de peças de elementos de transporte, permitindo que a rosca seja configurada com diferentes elementos de transporte e elementos de amassar tendo comprimentos, ângulos de inclinação apropriados, e semelhantes, de forma a prover condições ideais de  
25 transporte, mistura, dispersão, desvolatilização, descarregamento e bombeamento. Por exemplo, cada elemento de transporte pode ter um comprimento de cerca de 1350 mm a cerca de 3000 mm, e um ângulo de inclinação de cerca de 0° a cerca de 90°. Em modalidades mais particulares, cada elemento de transporte tem um comprimento de cerca de 1500 mm a cerca de  
30 2500 mm, e um ângulo de inclinação de cerca de 20° a cerca de 75°. Os elementos de amassamento podem ser afixados na rosca, ou os elementos de amassamento podem ser integrais ao mesmo e se projetarem a partir do mesmo. Os elementos de amassamento podem ter qualquer forma, tamanho e

configuração adequada, incluindo os elementos de amassamento destros e canhotos e os elementos de amassamento neutros com o ângulo de hélice dos elementos de amassamento sendo de cerca de 45° a cerca de 90°, suas combinações e semelhantes. Os elementos de amassamento podem ser 5 elementos de amassamento para frente, neutros e/ou reversos. Colocando de outra forma, eles podem empurrar a resina através da extrusora em direção à porta de saída (para frente), através da extrusora em direção à porta de entrada (reverso) para alongarem o tempo de permanência e mistura, ou eles podem amassar a resina sem ativamente mover para frente ou reverter os componentes 10 através da extrusora (neutros).

[056] A FIG. 2 provê uma vista axial (à esquerda) e uma vista de perfil (à direita) para três tipos diferentes de elementos de transporte/amassamento que podem ser usados numa extrusora de múltiplas roscas. São ilustrados aqui uma rosca de lobo único 210, uma rosca de dois lobos 220 e uma rosca de três lobos 15 230. Conforme o número de lobos aumenta, o elemento gera um maior cisalhamento e tensão de cisalhamento, bem como aumenta o tempo de permanência do material no sistema por uma determinada velocidade de rotação e o conjunto de condições do processo. Uma rosca de três lobos gera um calor de dissipaçāo viscosa mais alta devido à alta tensão de cisalhamento e taxa de 20 cisalhamento, e é mais eficaz para uma mistura de derretimento dissipativa no segmento no qual é usada. Uma rosca de três lobos tem menos volume livre e resulta num rendimento menor, que por sua vez, reduz a produtividade em comparação com uma rosca de dois lobos. Assim, uma rosca de dois lobos tem 25 um maior volume livre e aumenta a produtividade. Uma rosca de dois lobos também pode ser usado efetivamente como um equivalente para a rosca de três lobos, alterando as condições do processo sem comprometer a produtividade.

[057] O tempo de permanência local em cada uma das Zonas A, B e C pode ser controlado pelo modelo da rosca, velocidade da rosca, taxas de alimentação, temperatura e pressão. O tempo de permanência local adequado para os 30 processos contínuos irá variar dependendo de uma série de fatores, incluindo, por exemplo, o látex específico empregado, a temperatura dentro da zona, o comprimento da zona, etc. A extrusora de rosca deve ser modelada para prover os tempos de permanência local de cerca de 0, 5 minutos a cerca de 1 minuto na

Zona A; de cerca de 0, 5 minutos a cerca de 1 minuto na Zona B; e de cerca de 0, 5 minutos a cerca de 1 minuto na Zona C. Em modalidades, o tempo de permanência total da pasta fluida dentro da extrusora de múltiplas roscas é de cerca de 0, 5 minutos a cerca de 2 minutos.

- 5 [058] Inicialmente, a resina é alimentada no barril da extrusora 120 na primeira zona (Zona A) através do alimentador de resina. A resina pode ser alimentada no barril em uma taxa volumétrica controlada de 1 a 20 kg/hora, ou em uma pressão de cerca de 5 psi a cerca de 100 psi. Pelo menos um solvente também é introduzido na primeira zona através da porta de fornecimento de 10 solvente 118. Como detalhado aqui, duas portas de fornecimento de solvente 118 são providas.

[059] Na Zona A, a resina é misturada em derretimento com o solvente para dissolver a resina no solvente e formar uma solução de resina. A temperatura deve ser de pelo menos cerca de 20°C mais alta do que o ponto de derretimento 15 da resina. Nas mais estreitas incorporações, a escala de temperatura é de cerca de 50°C a cerca de 90°C ou de cerca de 90°C a cerca de 110°C. A resina sofre mistura dissipativas sob alto cisalhamento e estresse (ou seja, derreter-mistura). A relação do peso da resina em relação ao solvente é de cerca de 1:1 a cerca de 3:1, ou mais particularmente cerca de 2.22:1.

20 [060] Quando sendo alimentado na Zona A, a resina é geralmente provida como partículas sólidas. A solução de resina tem um pH de cerca de 3.0 a cerca de 4, 8. Uma vez que a resina é completamente dissolvida, à solução de resina move-se à Zona B.

[061] Na zona B, uma solução cáustica (ou seja, básica) é adicionada à 25 solução de resina através da porta de fornecimento do agente neutralizar 150 para elevar o pH a uma variação de cerca de 8 a 12. A temperatura na Zona B é reduzida a uma variação de cerca de 40°C a cerca de 50°C. Como resultado da mistura na Zona B, no pH elevado, o sistema de resina-solvente é neutralizado 30 para formar uma pasta fluida de partículas coloidais estáveis. A pasta fluida é processada para se obter uma pasta fluida coloidal de partículas tendo uma distribuição de tamanho de partícula desejada, como medido usando o desvio de padrão geométrico (GSD) e o grau desejado de circularidade. Aqui, as roscas da extrusora podem ser configurados para ter elementos de amassamento destros e

neutros. Um elemento de amassamento canhoto pode ser colocado na extremidade a jusante da Zona B para aumentar o tempo de permanência local.

[062] A pasta fluida coloidal sai da zona B e flui para Zona C. Na zona C, água e um surfactante são adicionados à pasta para se obter uma emulsão de 5 fase invertida. A fase de dispersão inclui as gotas da resina, e a fase contínua inclui a água, solvente e surfactante. Abastecimento de água e portas de fornecimento de surfactante são aqui detalhados No entanto, deve observar-se que o surfactante pode ser dissolvido em água e ambos os ingredientes fornecidos através de uma porta comum também. Como alternativa, múltiplas 10 portas de abastecimento são espaçadas ao longo do comprimento da Zona C, com ambos os ingredientes sendo abastecidos por essas portas também. Zona C pode ser mantida na mesma variação de pH como Zona B. A temperatura na Zona C, pode estar na variação de cerca de 30 °C a cerca de 50 °C dependendo da resina. A emulsão pode ter um teor de sólidos de cerca de 5% em peso a 15 cerca de 50% em peso. A quantidade desejada de tempo para emulsificação pode ser obtida, através da modificação da taxa de velocidade da rosca, da temperatura do tambor e da taxa de alimentação da resina na extrusora de rosca.

[063] A emulsão de fase invertida (PIE) é então bombeada da Zona C da extrusora de rosca e sai da extrusora através de aberturas **165** no cabeçote **160** 20 da extrusora. Uma bomba de deslocamento positivo, tal como uma bomba de engrenagem, pode ser usada com este propósito de controlar a taxa da bomba e regular o pressão de retorno.

[064] A emulsão de fase invertida é bombeada da extrusora de rosca **100** à coluna de destilação. **170** A taxa de bombeamento para a coluna de destilação 25 pode ser limitada e constante devido à taxa de alimentação de resina (na Zona A). Na coluna de destilação, a maioria do solvente (como medido por volume) é removida da emulsão. MEK e IPA cada um forma um azeotropo com água e podem ser separados em temperaturas abaixo de 50 °C, que está abaixo da temperatura de transição vítreia de uma resina de poliéster (ou seja, as partículas 30 coloidais). Estes solventes podem ser ainda separados da água usando outras técnicas. O solvente recuperado pode ser reciclado de volta a extrusora (linha 172). A emulsão de látex é enviada para um receptor tanque 180.

- [065] A emulsão de látex resultante contém partículas coloidais na água. A pasta fluida de partículas coloidais de látex pode ter um GSDv e/ou um GSDn de cerca de 1, 1 a cerca de 1, 2. O GSDv refere-se ao desvio padrão geométrico superior (GSDv) por volume (nível de aspereza) para ( $D_{84}/D_{50}$ ). O GSDn refere-se ao desvio padrão geométrico (GSDn) por número (nível de finura) para ( $D_{50}/D_{16}$ ). Os diâmetros da partícula nos quais um percentual cumulativo de 50% das partículas totais do toner é atingido são definidos como volume D50, e os diâmetros da partícula nos quais um percentual cumulativo de 84% é atingido são definidos como volume D84. Esses índices GSDv de distribuição de tamanho médio da partícula em volume mencionados acima podem ser expressos, usando D50 e D84 na distribuição cumulativa, em que o índice GSDv de distribuição do tamanho médio da partícula em volume é expresso como (volume D84/volume D50). Esses índices GSDn de distribuição do tamanho médio da partícula em números podem ser expressos, usando D50 e D16 na distribuição cumulativa, em que o índice GSDn de distribuição do tamanho médio da partícula em número é expresso como (número D50/ número D16). Quanto mais próximo de 1, 0 o valor de GSD está, menor é a dispersão de tamanho entre as partículas. Desejavelmente, as partículas têm um D50 de menos de 100 nanômetros, por exemplo, um D50 de cerca de 40 nanômetros até 100 nanômetros.
- [066] O instrumento Microtrac Nanotrac pode ser usado para determinar a distribuição de tamanho de partícula das partículas em suspensão. A medição de distribuição de tamanho é realizada usando uma técnica de espalhamento de luz laser, que permite a medição da luz de *Doppler-shifted* gerada a partir de cada partícula em movimento (Movimento Browniano). Os sinais gerados por estes deslocamentos são proporcionais ao tamanho da partícula. Estes sinais são então capturados e matematicamente convertidos para obter a distribuição de tamanho de partícula.
- [067] As partículas de látex podem ter uma circularidade de cerca de 0, 93 a cerca de 0, 95. A circularidade é uma medida da proximidade das partículas à perfeitamente esféricas. Uma circularidade de 1, 0 identifica uma partícula tendo a forma de uma esfera circular perfeita. A circularidade média em volume pode ser medida, através de Análise de Imagem do Fluxo de Partícula (FPIA) provida, por

exemplo, pelo Sysmex® Flow Particle Image Analyzer, comercialmente disponível pela Sysmex Corporation.

[068] A emulsão de látex final contém de cerca de 30% em peso a cerca de 50% em peso de sólidos e contém de cerca de 50% em peso a cerca de 70% em peso de água. A emulsão de látex tem um pH final de cerca de 6, 2 a cerca de 7,2.

[069] Uma vantagem de usar solventes para dissolver a resina é que uma baixa potência específica é necessária para a mistura e emulsificação. Por exemplo, uma emulsificação de isenta de solventes pode usar uma potência específica de 0, 16 kW/lb, enquanto o uso de solvente diminui essa potência específica para um valor de 0, 1 kW/lb. No entanto, a potência específica necessária também pode ser ajustada por outras condições de processo e o modelo da rosca.

[070] A FIG. 3 ilustra uma extrusora que é útil para um processo isento de solventes e é provida para propósitos de comparação. Esta extrusora de múltiplas roscas 300 é similar à modalidade mostrada na FIG. 1, mas não inclui uma porta de fornecimento de solvente 118 na Zona A. Além disso, nenhuma coluna de destilação está presente. Em vez disso, a emulsão de fase invertida (PIE) é bombeada da zona C da extrusora de rosca para o tanque de recebimento 180.

[071] Aqui, a resina é misturada em derretimento na Zona A juntamente com uma base. Na Zona B, o surfactante é adicionado à resina como um agente neutralizante (apesar de neutralização não ocorrer ainda). Na zona C, a água é adicionada à solução de resina de mistura em derretimento. Aqui, o sistema de resina-solvente é neutralizado para formar uma pasta fluida de partículas coloidais estáveis. Devido à falta de solvente (ou seja, MEK ou IPA) aqui, nenhuma coluna de destilação é necessária.

[072] A emulsão de fase invertida (PIE) é então bombeada da Zona C da extrusora de rosca e sai da extrusora através de aberturas 165 no cabeçote 160 da extrusora. Uma bomba de deslocamento positivo, tal como uma bomba de engrenagem, pode ser usada com este propósito de controlar a taxa da bomba e regular o pressão de retorno. A PIE é bombeada para o receptor tanque 180. Os processos contínuos de produção de emulsão de látex da presente divulgação minimizam a vulnerabilidade do processo para controlar o mau funcionamento do

sistema e reduzir desperdício. Se ocorrer um mau funcionamento, apenas uma pequena quantidade da pasta fluida/emulsão deve ser descartada, ao invés de milhares de galões, como nos processos em lote. Apenas a pasta fluida/emulsão de não especificação precisa de ser purgada. A extrusora pode ser facilmente 5 limpa, e o resto do sistema pode continuar. Isso resulta em tempo de ciclo diminuído, aumento de produtividade e custo reduzido. A consistência entre os lotes de produção também é aumentada. O processo é menos trabalhoso e usa menos equipamentos. A emulsão de látex pode ser produzida em uma maneira *just-in-time*, que minimiza inventário e também o espaço de armazenamento.

10 Além disso, os processos contínuos aqui divulgados são volumetricamente mais eficientes do que um processo de lote, requerendo uma menor área operacional para uma taxa operacional equivalente.

### **EXEMPLO**

[073] Um processo contínuo de produção de látex usando uma extrusora de 15 rosca dupla e incluindo um solvente foi executado. Os ingredientes e suas quantidades finais estão listadas abaixo na Tabela 1.

Tabela 1.

Componente	Descrição	Quantidade (%)	Taxa de alimentação (g/min)
FXC56	Resina de poliéster	30.81	121.21
MEK	Solvente	11, 27	44, 33
IPA	Solvente	2, 63	10.35
NaOH	Base	019	0.74
Surfactante Dowfax ®	Surfactante	0, 29	1.15
Água deionizada	Água	54.56	213.51

## REIVINDICAÇÕES

1. Processo contínuo para preparar uma emulsão de látex, **caracterizado** pelo fato de que compreende:

alimentação de uma resina na primeira zona de uma extrusora de  
5 múltiplas roscas;

mistura da resina com um solvente na primeira zona para dissolver a resina no solvente e formar uma solução de resina;

adição de uma solução básica à solução de resina em uma segunda zona da extrusora para formar partículas coloidais em uma pasta fluida;

10 adição de água e surfactante à pasta fluída em uma terceira zona da extrusora para se obter uma emulsão de fase invertida;

bombeamento da emulsão de uma porta de saída da extrusora de múltiplas roscas em uma coluna de destilação; e

destilação do solvente da emulsão para se obter a emulsão de látex.

15 2. Processo de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pelo fato de que a resina é uma resina de poliéster.

3. Processo de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pelo fato de que o solvente compreende uma mistura de metil-etyl-cetona e isopropanol.

20 4. Processo de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pelo fato de que a solução básica compreende uma base selecionada do grupo consistindo de hidróxido de amônio, hidróxido de potássio, hidróxido de sódio, carbonato de sódio, bicarbonato de sódio, hidróxido de lítio, carbonato de potássio, trietilamina, trietanolamina, piridina e seus derivados, difenilamina e seus derivados, poli(etilenoamina) e seus derivados e as suas combinações.

25 5. Processo de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pelo fato de que o surfactante é um surfactante aniónico.

6. Processo de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pelo fato de que a solução de resina tem um pH de cerca de 3,0 a cerca de 4,8 na primeira zona.

7. Processo de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pelo  
5 fato de que a pasta fluída tem pH de cerca de 8 a cerca de 12 na segunda zona.

8. Processo de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pelo fato de que a pasta fluída tem um pH de cerca de 8 a cerca de 12 na terceira zona.

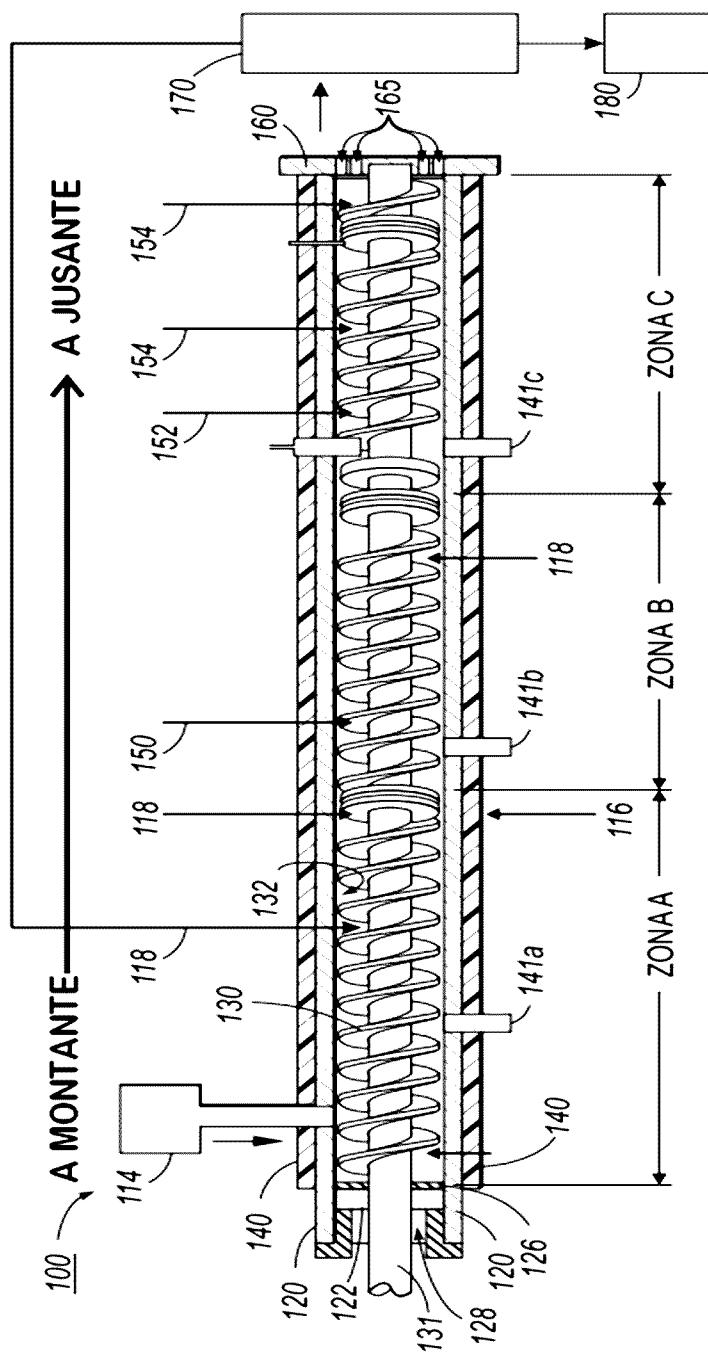
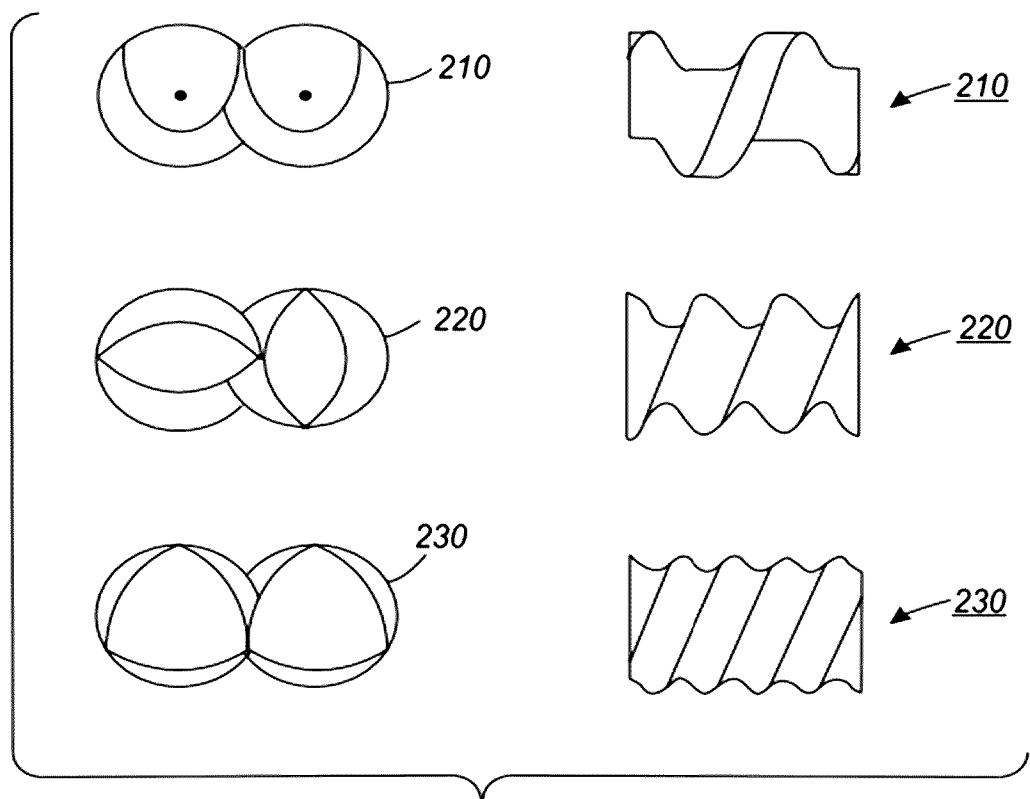


FIG. 1



**FIG. 2**

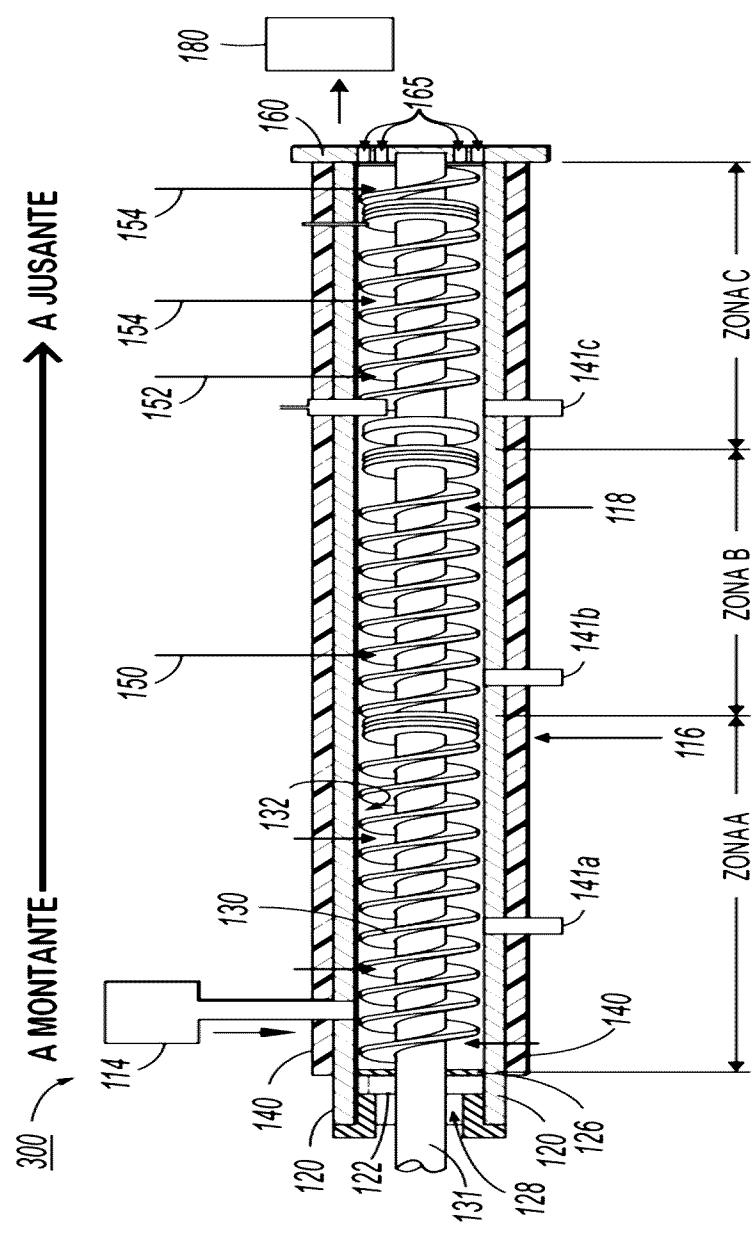


FIG. 3

## RESUMO

### **PROCESSOS CONTÍNUOS DE PRODUÇÃO DE LÁTEX**

Processos para continuamente produzir emulsões de látex são divulgados. Uma extrusora de múltiplas roscas é usada para a produção da emulsão. Uma resina é alimentada na extrusora, aquecida, opcionalmente dissolvida em um solvente, misturada com uma base para neutralizar as resinas e formar partículas, em seguida, misturada com um surfactante e água para formar uma emulsão de fase invertida (PIE). A PIE pode ser enviada para uma coluna de destilação para separar o solvente, e a emulsão de látex resultante é então enviada para um tanque de recepção. Estes processos são úteis para fazer os precursores para as composições de toner.