



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 103384563 B

(45) 授权公告日 2015. 04. 22

(21) 申请号 201280009889. 9

(22) 申请日 2012. 01. 31

(30) 优先权数据

2011-034251 2011. 02. 21 JP

(85) PCT国际申请进入国家阶段日

2013. 08. 21

(86) PCT国际申请的申请数据

PCT/JP2012/052578 2012. 01. 31

(87) PCT国际申请的公布数据

W02012/114854 EN 2012. 08. 30

(73) 专利权人 佳能株式会社

地址 日本东京都大田区下丸子 3 丁目 30 番
2 号

(72) 发明人 皆川浩范 沟尾祐一 大津刚

萩原纯一 田村康

(74) 专利代理机构 北京魏启学律师事务所

11398

代理人 魏启学

(51) Int. Cl.

B01J 19/00(2006. 01)

B01J 2/00(2006. 01)

G03G 9/087(2006. 01)

(56) 对比文件

CN 1443599 A, 2003. 09. 24, 全文.

CN 101554570 A, 2009. 10. 14, 全文.

CN 101727028 A, 2010. 06. 09, 全文.

CN 1755530 A, 2006. 04. 05, 全文.

US 2005164115 A1, 2005. 07. 28, 全文.

JP 2010117611 A, 2010. 05. 27, 全文.

JP 2008129522 A, 2008. 06. 05, 全文.

审查员 杨鹏远

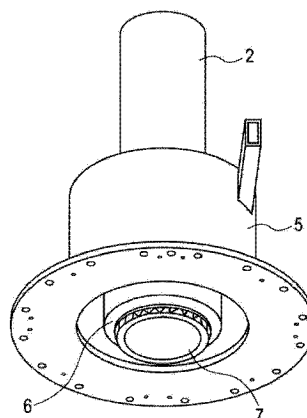
权利要求书1页 说明书20页 附图8页

(54) 发明名称

热处理设备及制造调色剂的方法

(57) 摘要

本发明的目的是当热处理粉末颗粒时,抑制由于粉末颗粒的熔合而引起的粗大颗粒增多并且减少过度球化的颗粒的比率。一种热处理设备,包括:原材料供给单元;热风供给单元,其用于热处理原材料;以及排出部,其用于排出热处理后的粉末颗粒,并且将热风供向从原材料供给单元供给的原材料,其中,热风供给单元具有第一喷嘴和第二喷嘴,第一喷嘴和第二喷嘴从热风供给方向的上游侧向下游侧在径向上扩展,第二喷嘴被配置在第一喷嘴的内侧,热风经过第一喷嘴和第二喷嘴之间的空间,用于使被供给的热风沿着所述设备的内壁面螺旋状地旋转的气流调整单元部被设置于热风供给单元的出口部。



1. 一种热处理设备,其用于热处理包含热塑性粘合剂树脂的粉末颗粒,其包括:
原材料供给单元,其用于将所述粉末颗粒供给到所述设备;
热风供给单元,其用于热处理被供给的所述粉末颗粒;以及
排出部,其用于排出热处理后的所述粉末颗粒,所述排出部位于所述原材料供给单元和所述热风供给单元的下游侧,

其特征在于:所述原材料供给单元在沿水平方向邻接所述热风供给单元的外周面的位置处或沿水平方向与该外周面间隔开的位置处被环绕地设置成包围所述热风供给单元,

热风从所述热风供给单元的出口被供向从所述原材料供给单元供给的所述粉末颗粒,
所述热风供给单元具有第一喷嘴和第二喷嘴,所述第一喷嘴和所述第二喷嘴从热风供给方向的上游侧向下游侧在径向上扩展,

所述第二喷嘴被配置在所述第一喷嘴的内侧,以及

所述热风经过所述第一喷嘴的内侧和所述第二喷嘴的外侧之间的空间,

所述热处理设备还包括用于使被供给的所述热风沿着所述设备的内壁面螺旋状地旋转的气流调整单元,所述气流调整单元被设置于所述热风供给单元的出口部。

2. 根据权利要求1所述的热处理设备,其中,使所述热风在径向上扩展的返回部被设置于所述第二喷嘴的下部。

3. 根据权利要求1所述的热处理设备,其中,在所述原材料供给单元的出口部设置调整单元,所述调整单元用于使被供给的所述粉末颗粒的流沿与所述热风的旋转方向相同的方向旋转。

4. 根据权利要求1所述的热处理设备,其中,在所述热风供给单元和所述原材料供给单元的下游侧并且在所述排出部的上游侧设置一个或多个冷风供给单元。

5. 根据权利要求4所述的热处理设备,其中,所述冷风供给单元从所述设备的外周部沿着所述设备中的内周面并且沿与所述热风的旋转方向相同的方向供给冷风。

6. 根据权利要求1所述的热处理设备,其中,所述排出部从所述设备的内壁的外周部沿水平方向设置以保持热处理后的所述粉末颗粒的旋转流。

7. 一种制造调色剂的方法,其包括:

通过使包含热塑性粘合剂树脂和着色剂的粉末颗粒经受热处理操作而得到所述调色剂,其特征在于,

所述调色剂的重均粒径为 $4\mu\text{m}$ 以上 $12\mu\text{m}$ 以下,并且

在所述热处理操作中,使用根据权利要求1至6中任一项所述的热处理设备。

热处理设备及制造调色剂的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及粉末颗粒用的热处理设备及制造调色剂(toner)的方法。

背景技术

[0002] 为了增强调色剂的显影性能等,通过热处理改良调色剂颗粒的表面。专利文献 1 说明了一种利用压缩空气将粉末颗粒喷射并分散到热风中,从而改良表面并使颗粒球化的方法。专利文献 2 说明了一种将诸如二氧化硅等的添加剂添加到粉末颗粒,然后使粉末颗粒经受热处理以将添加剂固定到粉末颗粒上,并由此移除游离的添加剂的方法。

[0003] 然而,在通过使用热来改良表面的方法中,当对调色剂施加了超出需求的热时,调色剂彼此熔合并且有时候会产生粗大颗粒。为了有效地、稳定地制造调色剂用的表面改良的颗粒(否则颗粒会含有粗大颗粒、含有较少的细粉末并且具有陡的粒度分布),在用于制造调色剂的设备和方法方面还有可以提高的余地。

[0004] 此外,为了使调色剂获得足够的显影性能等,调色剂可以具有 0.960 以上的平均圆形度。

[0005] 然而,当调色剂的平均圆形度高时,调色剂中的过度球化的调色剂颗粒通常会增多,由此,容易降低可清洁性。这是因为过度球化的调色剂颗粒容易通过清洁刮板。防止调色剂颗粒通过清洁刮板的技术包括增大清洁刮板的接触压力,但是该技术因为导致诸如鼓的转矩的增大和清洁刮板的磨损等有害效果而有局限。顺便提及,近来的研究证明,当圆形度为 0.990 以上的颗粒在调色剂的圆形度分布中的频率超过 20% 时,容易发生清洁故障。

[0006] 专利文献 1 提出一种使所谓的粉碎化(pulverized)调色剂经受热处理,并由此充分地球化该调色剂的方法。然而,当通过使用专利文献 1 中说明的技术热处理调色剂颗粒时,调色剂颗粒被不均匀地热处理,因此,导致被热处理的调色剂颗粒和未处理的调色剂颗粒被混合。另一方面,当所有的颗粒被长时间地热处理从而被均匀地热处理时,调色剂中的过度球化的调色剂颗粒的比率增大,并且调色剂的可清洁性降低。

[0007] 专利文献 3 说明了一种在使得设备中的气流均匀到一定程度的状态下热处理调色剂颗粒的、作为均匀地热处理调色剂颗粒的技术的方法。

[0008] 然而,在专利文献 3 说明的方法中,充入调色剂的部分被设置在热风的充入部中,因此调色剂在窄范围内被瞬时热处理。在该情况下,调色剂没有被充分地分散,并且担心由于调色剂的熔合而引起粗大颗粒的增加。此外,当处理量增加时,因为调色剂相对于热风的浓度增大,所以调色剂的热处理效率迅速降低。因此,导致被热处理的调色剂和未处理的调色剂被混合。

[0009] 专利文献 4 说明了热风的充入位置和调色剂的充入位置与专利文献 3 中说明的结构相比是相反的结构。然而,在专利文献 4 说明的结构中,朝向热风并且还朝向设备的中心部注入调色剂,因此担心被热处理的调色剂在变硬之前彼此碰撞并且聚结的颗粒增多。

[0010] 引用列表

[0011] 专利文献

- [0012] 专利文献 1 :日本特开 2004-276016 号公报
[0013] 专利文献 2 :日本特开平 07-271090 号公报
[0014] 专利文献 3 :日本特公平 03-52858 号公报
[0015] 专利文献 4 :日本特开 2004-191569 号公报

发明内容

[0016] 发明要解决的问题

[0017] 本发明的目的是解决上述问题并且提供一种热处理设备,该设备即使在粉末颗粒的处理量增加时也能抑制颗粒的粗大化并且能够提供包含较少细粉末并且具有窄的粒度分布的颗粒;本发明还提供一种制造调色剂的方法,该方法也能够达到相同的效果。本发明的另一目的是提供一种热处理设备,该设备使得获得的颗粒具有窄的分布(小的标准偏差)的圆形度,并且能够抑制被过度球化的颗粒的比率;本发明的另一目的还提供一种制造调色剂的方法,该方法也能够达到相同的效果。

[0018] 用于解决问题的方案

[0019] 本发明涉及一种热处理设备,其用于热处理包含热塑性粘合剂树脂的粉末颗粒,其中,所述热处理设备包括:原材料供给单元,其用于将所述粉末颗粒供给到所述设备;热风供给单元,其用于热处理被供给的所述粉末颗粒;以及排出部,其用于排出热处理后的所述粉末颗粒,所述排出部位于所述原材料供给单元和所述热风供给单元的下游侧,其中:所述原材料供给单元在沿水平方向邻接所述热风供给单元的外周面的位置处或沿水平方向与该外周面间隔开的位置处被环绕地设置成包围所述热风供给单元,热风从所述热风供给单元的出口被供向从所述原材料供给单元供给的所述粉末颗粒,所述热风供给单元具有第一喷嘴和第二喷嘴,所述第一喷嘴和所述第二喷嘴从热风供给方向的上游侧向下游侧在径向上扩展,所述第二喷嘴被配置在所述第一喷嘴的内侧,所述热风经过所述第一喷嘴的内侧和所述第二喷嘴的外侧之间的空间,用于使被供给的所述热风沿着所述设备的内壁面螺旋状地旋转的气流调整单元被设置于所述热风供给单元的出口部。

[0020] 发明的效果

[0021] 本发明能够提供一种热处理设备,该设备即使在粉末颗粒的处理量增多时也能抑制颗粒的粗大化并且能够提供具有较少细粉末和窄的粒度分布的颗粒;本发明还提供一种制造调色剂的方法,该方法能够达到相同的效果。本发明还能够提供一种热处理设备,该设备使得获得的颗粒的圆形度具有窄的分布(小的标准偏差),并且能够抑制被过度球化的颗粒的比率;本发明还提供一种制造调色剂的方法,该方法能够达到相同的效果。

[0022] 从下面参照附图对示例性实施方式的说明,本发明的其它特征将变得明显。

附图说明

[0023] 图 1 的 A、图 1 的 B 和图 1 的 C 是示例性实施方式 1 中使用的热处理设备的示意图。

[0024] 图 2 是示例性实施方式 2 中使用的热处理设备的示意图。

[0025] 图 3 是示例性实施方式 3 中使用的热处理设备的喷嘴的示意图。

[0026] 图 4 是示例性实施方式 4 中使用的热处理设备的示意图。

- [0027] 图 5 是示出由于热处理而引起的圆形度分布的变化的图。
- [0028] 图 6 是示出平均圆形度与圆形度为 0.990 以上的颗粒的频率之间的关系的图。
- [0029] 图 7 是比较例 1 中使用的热处理设备的局部剖视图。
- [0030] 图 8A 和图 8B 是比较例 2 中使用的热处理设备的局部剖视图。
- [0031] 图 9 是比较例 3 中使用的热处理设备的局部剖视图。

具体实施方式

[0032] 下面将参照附图说明根据本发明的热处理设备的概况。图 1 的 A 至图 1 的 C 是示出根据本发明的热处理设备的一个示例的图。顺便提及,在本说明书中,粗大颗粒是指具有大约两倍以上调色剂重均粒径(weight average particle diameter)(D4)的颗粒团,微细颗粒是指具有大约一半以下的调色剂重均粒径(D4)的颗粒团,并且尺寸为 $2.0\mu\text{m}$ 以下的颗粒是指通过流动型颗粒图像分析仪“FPIA-3000 型”(由希森美康株式会社制造)测量的粒径为 $2.0\mu\text{m}$ 以下的颗粒团。

[0033] 根据本发明的热处理设备是用于热处理包含热塑性粘合剂树脂的粉末颗粒的设备。粉末颗粒的示例包括具有粘合剂树脂和着色剂的调色剂颗粒。顺便提及,在本说明书中,将要被供给到热处理设备的、作为粉末颗粒的调色剂颗粒还被称为待处理的调色剂颗粒。

[0034] 已经被供给到原材料供给单元(5)的粉末颗粒被从压缩气体供给单元(未示出)供给的压缩气体加速,经过设置于原材料供给单元(5)的出口部的调整部,并且被注入该设备。该调整部具有天窗结构(louver structure),并且被构造成在粉末颗粒经过该设备时使得粉末颗粒沿着该设备的内壁面螺旋状地旋转。热风供给单元(2)设置于该设备的轴心部,并且原材料供给单元(5)在沿水平方向邻接热风供给单元(2)的外周面或与该外周面间隔开的位置处被环绕地设置成包围热风供给单元(2)。热风经过由第一喷嘴(6)和配置在第一喷嘴内侧的第二喷嘴(7)形成的空间,并且被朝向该设备中的径向外周位置的原材料注入,其中第一喷嘴和第二喷嘴从热风供给方向的上游侧向下游侧沿径向扩展。在热风供给单元的出口部,气流调整单元(2A)设置在第一喷嘴(6)的内侧和第二喷嘴(7)的外侧之间。由此,气流调整单元(2A)被构造成使得热风一边沿着该设备的内壁面螺旋状地旋转一边流动。气流调整单元(2A)的结构可以从天窗结构、缝隙结构或具有设置于第二喷嘴的肋(7B)的结构中适当地选出,并且只要气流调整单元具有使热风沿着该设备的内壁面螺旋状地旋转的功能,则气流调整单元没有特别的限制。气流调整单元(2A)被构造成使得热风的旋转方向与原材料流的旋转方向相同。而且,返回部(7A)设置在第二喷嘴的下端,并且被构造成使得热风更容易地在周向上扩展。

[0035] 在根据本发明的热处理设备中,热风在从热风供给单元的出口部被注入该设备时,通过流经第一喷嘴(6)的内侧和第二喷嘴(7)的外侧之间的空间而在周向上扩展。由此,粉末颗粒能够以更加几乎均一的状态被更有效地热处理。

[0036] 该设备能够设置有一个或多个冷风供给单元,以控制该设备内的温度并且控制粉末颗粒的表面状态。图 1 的 A 至图 1 的 C 示出的热处理设备在热风供给单元(2)和原材料供给单元(5)的下游侧设置有助于冷却热处理后的粉末颗粒并且防止粉末颗粒由于设备中的温度升高而熔合和热熔粘接(melt-adhesion)的冷风供给单元(3 和 4)。冷风供给单元

(3 和 4) 从该设备的外周部沿着该设备的内周面沿大致水平方向供给冷风。

[0037] 而且, 冷却夹套设置在原材料供给单元(5)的内周部、该设备的外周部、热风供给单元(2)的外周部和排出部(8)的外周部, 从而防止粉末颗粒由于热处理而热熔粘接到该设备的内部。此外, 可以将冷却剂(可以是诸如乙二醇等的防冻剂)引入冷却夹套。

[0038] 在热风供给单元(2)的出口部, 要被供给到该设备的热风可以具有在 $100 \leq C \leq 450$ 的范围内的温度 $C (^{\circ}\text{C})$ 。如果温度 C 在上述范围内, 则粉末颗粒能够被几乎均一地热处理, 并且能够抑制粉末颗粒的熔合。

[0039] 还可以使用诸如定量供给机 FS 型(由 FUNKEN POWTECHS, INC. 制造)和 Fine Tron FT (由细川密克朗公司制造)等的定量供给装置以将粉末颗粒定量地供给到原材料供给单元(5)中。

[0040] 冷却后的粉末颗粒经由排出部(8)被排出, 然后被收集。

[0041] 鼓风机(未示出)设置在排出部(8)的下游侧, 并且通过该鼓风机吸取和传输调色剂颗粒。

[0042] 在该设备的内壁的外周部, 排出部设置在该设备的最下部的至少一个位置, 并且能够被构造成大致水平。排出部的连接方向可以被设定为如下方向: 使得从该设备的上游部到达排出部的粉末颗粒流的旋转被维持。

[0043] 在本设备中, 压缩气体、被供给到设备中的热风 and 冷风的流量的总量 Q_{IN} 以及被鼓风机吸取的风的风量 Q_{OUT} 之间的关系能够被控制为满足关系 $Q_{IN} \leq Q_{OUT}$ 。如果 Q_{IN} 和 Q_{OUT} 满足上述关系, 则设备中的压力变为负压, 这防止粉末颗粒停留在设备中, 并且抑制颗粒的熔合和颗粒热熔粘接到设备的内部。

[0044] 还可以在该设备的轴心部设置圆筒状的杆(未示出)。当设置了上述杆时, 能够将夹套设置在该杆上以防止热处理后的原材料热熔粘接到该杆。

[0045] 下面将说明在本发明的热处理设备中球化粉末颗粒的处理。

[0046] 从热风供给单元(2)供给的热风一边沿着设备的内壁面螺旋状地旋转一边通过热风供给单元的出口部的气流调整单元(2A)被供给到设备中。已经从原材料供给单元(5)供给的粉末颗粒骑乘在已经从热风供给单元(2)供给的热风上, 因此减轻了粉末颗粒之间的碰撞的比率, 并且抑制了粉末颗粒的熔合。此外, 粉末颗粒骑乘在从热风供给单元(2)供给的热风上, 因此具有大粒径的粉末颗粒经过粉末颗粒流的外周侧中的具有大旋转半径的流路。另一方面, 致使具有小粒径的粉末颗粒经过粉末颗粒流的内周侧中的具有小旋转半径的流路。因此, 致使具有大粒径的粉末颗粒被长时间加热, 相反, 致使具有小粒径的粉末颗粒被短时间加热。因此, 可以根据粉末颗粒的粒径将适当的热量施加到粉末颗粒。

[0047] 此外, 下面将说明当热处理设备还具有设置在原材料供给单元(5)的出口部的调整单元(5A)、利用原材料供给单元(5)中的压缩气体传输粉末颗粒并且粉末颗粒流和热风的旋转方向被控制为相同的方向时球化粉末颗粒的处理。

[0048] 因为被供给到原材料供给单元(5)中的粉末颗粒由压缩气体传输, 所以粉末颗粒在某种程度上具有快的流速。由于原材料供给单元(5)的出口部中的调整单元(5A), 粉末颗粒在具有连续的动量的状态下, 在以沿着壁面螺旋状地旋转的方式被分散到设备中的同时被充入。从热风供给单元(2)供给的热风在由于热风供给单元(2)的出口部中的气流调整单元(2A)而螺旋状地旋转的状态下被供给到设备中。因为粉末颗粒流和热风的旋转方

向是相同的方向,所以抑制了设备中的湍流。粉末颗粒在该状态下骑乘在从热风供给单元(2)供给的热风上,因此减轻了粉末颗粒之间的碰撞的比率,并且抑制了粉末颗粒的熔合。此外,当粉末颗粒通过原材料供给单元被注入设备中时,粉末颗粒根据粒径差以如下方式被分级:使得大颗粒在粉末颗粒流的外周侧流动,并且小颗粒在粉末颗粒流的内周侧流动。粉末颗粒在该状态下骑乘在从热风供给单元(2)供给的热风上,因此致使具有大粒径的粉末颗粒经过粉末颗粒流的外周侧中的具有大旋转半径的流路,并且致使具有小粒径的粉末颗粒经过粉末颗粒流的内周侧中的具有小旋转半径的流路。因此,致使具有大粒径的粉末颗粒被长时间加热,相反,致使具有小粒径的粉末颗粒被短时间加热,由此能够根据粒径将适当的热量施加到粉末颗粒。

[0049] 传统上提出的热处理设备具有下述结构:其中,粉末颗粒的注入口被设置在热风中,并且粉末颗粒通过压缩空气被分散在热风中。然而,在该结构中,不能对粉末颗粒添加根据粉末颗粒的粒径的适当的热量,并且圆形度容易根据粉末颗粒的粒径而变化。该事实意味着混合在热处理后的粉末颗粒中的未处理的粉末颗粒的比率增加。另一方面,如果更多的热量被施加到粉末颗粒以便降低混合的未处理的粉末颗粒的比率,则过度球化的粉末颗粒的比率增加,和/或发生粉末颗粒的熔合。

[0050] 图5示出在使用传统的热处理设备的情况下和在使用根据本发明的热处理设备的情况下所得到的粉末颗粒的圆形度的分布。在图5中,实线示出在根据本发明的热处理设备中被热处理的粉末颗粒的圆形度的分布,并且虚线示出在传统的热处理设备中被热处理的粉末颗粒的圆形度的分布。此外,实线还示出被热处理之前的粉末颗粒(原材料)的圆形度的分布。当通过使用传统的热处理设备热处理粉末颗粒以使得热处理之后的粉末颗粒获得0.970的平均圆形度时,圆形度为0.990以上的颗粒的存在频率变得极高,并且平均圆形度的值与示出圆形度的分布的峰点的圆形度大不相同。

[0051] 另一方面,当通过使用根据本发明的热处理设备热处理粉末颗粒以使得被热处理之后的粉末颗粒获得0.970的平均圆形度时,圆形度为0.990以上的颗粒的存在频率变得相对低,并且在圆形度的分布的峰点处的圆形度距离平均圆形度的值不远。此外,甚至当已经被热处理之后的粉末颗粒的平均圆形度被控制为0.955时,具有低的圆形度的粉末颗粒(换言之,未处理的粉末颗粒)在圆形度的分布中的比率小,并且粉末颗粒以几乎均一的状态被热处理。

[0052] 图6示出圆形度为0.990以上的颗粒在圆形度分布中的频率如何相对于平均圆形度变化。

[0053] 当颗粒在根据本发明的设备中被热处理时,与颗粒在传统设备中被热处理的情况相比,圆形度为0.990以上的颗粒的频率在任何平均圆形度中都低。此外,当调色剂的平均圆形度增大时,圆形度为0.990以上的颗粒的频率的增加比率还是小。

[0054] 下面将说明制造调色剂的过程的一个示例。首先,通过如下操作得到粉末颗粒:原材料混合操作,混合作为调色剂材料的粘合剂树脂、着色剂和蜡以及任意材料;熔融和捏合操作,熔融和捏合调色剂材料以得到有色树脂合成物;冷却操作,冷却有色树脂合成物;以及粉碎操作,粉碎有色树脂合成物。然后,利用上述热处理设备通过处理粉末颗粒的热处理操作、在热处理之后将粉末颗粒分级的分级操作以及根据需要将外部添加剂与调色剂颗粒进行外部混合的外部添加操作来得到调色剂。

[0055] 下面将具体说明各个操作。在原材料混合操作中,预定量的粘合剂树脂、着色剂以及蜡等被称重作为调色剂材料,并且被混合。混合装置包括作为一个示例的双锥混合机、V型混合机、滚筒型混合机、高速混合机、亨舍尔混合机(Henschel mixer)和诺塔混合机(Nauta mixer)。

[0056] 然后,通过熔融和捏合上述调色剂材料的操作,使树脂熔融,并且使着色剂等分散在树脂中。在熔融和捏合操作中,例如,能够使用诸如加压捏合机和密炼机(Banbury mixer)等的分批型捏合机以及连续型捏合机。近年来,因为单螺杆或双螺杆挤出机具有能够连续地生产混合物的优点,所以单螺杆或双螺杆挤出机成为了主流;并且通常使用的双螺杆挤出机包括例如由神户制钢所制造的 KTK 型双螺杆挤出机、由东芝机械株式会社制造的 TEM 型双螺杆挤出机、由 KCK 有限公司制造的双螺杆挤出机以及由 Buss 公司制造的混炼挤出机(co-kneader)。而且,通过熔融和捏合调色剂材料得到的有色树脂合成物在熔融和捏合操作之后由两个辊等滚压,并且经由利用水冷技术等冷却合成物的冷却操作被冷却。

[0057] 随后,有色树脂合成物的冷却物被粉碎成期望的粒径。在粉碎操作中,首先,冷却物通过压碎机、锤式粉碎机、削磨机(feather mill)等被粗粉碎,并且通过川崎重工业株式会社制造的 Krypton 系统、日清工程株式会社制造的超高速转子等精细地粉碎。利用上述热处理设备热处理由此得到的粉末颗粒。

[0058] 之后,根据需要,利用诸如惯性分级型的 Elbow-Jet (由日铁矿业株式会社制造)和离心力分级型的 Turboplex (由细川密克朗公司制造)等的分级机通过分级被热处理后的粉末颗粒而得到分级品(调色剂颗粒)。

[0059] 而且,还可以将外部添加剂添加到调色剂颗粒。用于从外部将外部添加剂添加到调色剂颗粒的方法包括:将预定量的已知外部添加剂与调色剂颗粒混杂,并且利用对粉末施加剪切力的诸如亨舍尔混合机和超高速混合机等高速搅拌机将混杂后的材料搅拌/混合。

[0060] 供参考的是,在对粉末颗粒进行了分级操作和外部添加操作之后,还可以利用根据本发明的热处理设备进行热处理操作。

[0061] 通过根据本发明的调色剂制造方法得到的调色剂的重均粒径(D_4)为 $4\mu\text{m}$ 以上 $12\mu\text{m}$ 以下。当意欲得到重均粒径(D_4)小于 $4\mu\text{m}$ 的调色剂或重均粒径(D_4)大于 $12\mu\text{m}$ 的调色剂时,有时难以平衡处理量和该设备的操作条件。

[0062] 调色剂中含有的蜡的量相对于 100 质量份的粘合剂树脂可以是 1 质量份以上 10 质量份以下。如果调色剂中含有的蜡的量在上述范围内,则在与传统的热处理设备比较时,可以显著地表现出根据本发明的热处理设备的效果(抑制调色剂的粗大化、调色剂热熔粘接到设备的内部等)。

[0063] 下面将说明测量上述粉末颗粒或调色剂颗粒的各种物理性质的方法。

[0064] <测量重均粒径(D_4)和数均粒径(number average particle diameter) (D_1)的方法>

[0065] 在使用设置有 $100\mu\text{m}$ 的口管并且利用微孔电阻方法的精密粒度分布测量设备“Coulter Counter Multisizer3”(贝克曼库尔特有限公司制造的产品)的注册商标以及用于设定测量条件并分析测量数据的附带专用软件“Beckman Coulter Multisizer3Version3.51”(贝克曼库尔特有限公司制作)的情况下,利用有效测量通道数

为 25000 的通道测量调色剂的重均粒径(D4)和数均粒径(D1),并且分析测量数据。

[0066] 测量用的电解水溶液可以通过将特级试剂(special grade reagent)的氯化钠溶解到离子交换水中使得浓度变成大约 1 质量 % 而制备的溶液,并且该电解水溶液是例如“ISOTON II”(由贝克曼库尔特有限公司制造)。

[0067] 此外,在测量和分析之前,如下地设定专用软件。

[0068] 在专用软件的“变换标准测量方法(SOM)的画面”中,将控制模式的总计数设定为 50000 个颗粒,将测量次数设定为一次,并且将 Kd 值设定为通过使用“10.0 μm 的标准颗粒”(由贝克曼库尔特有限公司制造)而得到的值。通过按压阈值 / 噪声水平测量按钮,自动设定阈值 / 噪声水平。此外,将电流设定为 1600 μA ,将增益设定为 2,将电解溶液设定为 ISOTON II,并且将选中标记置于“测量之后对口管进行冲洗”。

[0069] 在专用软件的“从脉冲到粒径的设定转换用的画面”中,将元件(bin)之间的空间设定为对数粒径,将粒径元件(particle diameter bin)设定为 256 个粒径元件,并且将粒径范围设定在 2 μm 至 60 μm 的范围。

[0070] 具体测量方法如下。

[0071] (1) 将大约 200ml 的上述电解水溶液注入专用于 Multisizer3 的 250ml 的圆底玻璃烧杯中,将该烧杯放置于样品台,并且利用搅拌棒以每秒 24 转逆时针搅拌电解水溶液。口管中的污垢和气泡通过分析软件的“口冲洗”功能被事先清除。

[0072] (2) 将大约 30ml 的上述电解水溶液注入 100ml 的平底玻璃烧杯,并且将大约 0.3ml 的分散剂的稀释液添加到电解水溶液中,该稀释液已经通过利用离子交换水将“Contaminon N”(由和光纯药工业株式会社制造,水溶液包含用于清洗精密测量仪器的 10 质量 % 的 pH7 的中性洗涤剂,该中性洗涤剂由非离子表面活性剂、阴离子表面活性剂和有机助洗剂形成)稀释至 3 质量倍而制备。

[0073] (3) 将预定量的离子交换水注入超声波分散设备“Ultrasonic Dispersion System Tetora150”(由 Nikkaki Bios Co., Ltd. 制造)的水箱,该超声波分散设备具有两个振荡频率为 50Hz 的、内置成相位彼此偏移 180 度的状态的振荡器,并且具有 120W 的电输出;将大约 2ml 的上述 Contaminon N 添加到该水箱中。

[0074] (4) 上面的(2)中说明的烧杯被放置在上述超声波分散设备的烧杯固定孔中,并且操作该超声波分散设备。调整烧杯的高度位置使得烧杯中的电解水溶液的液面的共振状态变得最大。

[0075] (5) 在利用超声波照射上面的(4)中说明的烧杯中的电解水溶液的状态下,将大约 10mg 的调色剂少量地添加并分散到上述电解水溶液中。然后,将超声波分散处理再持续 60 秒。供参考的是,在超声波分散处理中,水箱中的水温大约被调整到 10 $^{\circ}\text{C}$ 以上 40 $^{\circ}\text{C}$ 以下。

[0076] (6) 通过使用吸液管,将上面的(5)中说明的在其中已经分散有调色剂的电解水溶液逐滴添加到上面的(1)中说明的被设置于样品台的圆底烧杯中,并且上述电解水溶液被调整成使得测得的浓度变成大约 5%。由此,进行测量直到测得的颗粒数量达到 50000 个颗粒。

[0077] (7) 利用设备附带的上述专用软件分析测量数据,并计算重均粒径(D4)和数均粒径(D1)。供参考的是,重均粒径(D4)是当在专用软件中设定图形 / 体积 % 时出现的分析 / 体积统计值(算术平均)画面中的“平均半径”,并且数均粒径(D1)是当在专用软件中设定图

形 / 个数 % 时出现的分析 / 个数统计值 (算术平均) 画面中的 “平均半径”。

[0078] < 计算细粉末量的方法 >

[0079] 如下地计算调色剂中的基于个数的细粉末的量 (个数 %)。

[0080] 调色剂中的 $4.0\ \mu\text{m}$ 以下的颗粒的个数 % 由下述步骤确定 : (1) 在利用上述的 Multisizer3 测得直径之后, 将显示设定在专用软件中的图形 / 个数 % 处, 并且将测量图表设定在个数 % 的示数处 ; (2) 在格式 / 粒径 / 粒径统计画面中将标记 “<” 放置在粒径设定部, 并且在粒径设定部下方的粒径输入部分输入 “4”; (3) 使分析 / 个数统计值 (算术平均) 画面显示 “<4 μm ” 显示部分中的数值, 该数值是调色剂中 $4.0\ \mu\text{m}$ 以下的颗粒的个数 %。

[0081] < 计算粗粉末量的方法 >

[0082] 如下地计算调色剂中的基于体积的粗粉末的量 (体积 %)。

[0083] 调色剂中的例如粒径为 $10.0\ \mu\text{m}$ 以上的颗粒的体积 % 由下述步骤确定 : (1) 利用上述的 Multisizer3 测得直径之后, 将显示设定在专用软件中的图形 / 体积 % 处, 并且将测量图表设定在体积 % 的示数处 ; (2) 在格式 / 粒径 / 粒径统计画面中将标记 “>” 放置在粒径设定部, 并且在粒径设定部下方的粒径输入部分输入 “10”; (3) 使分析 / 体积统计值 (算术平均) 画面显示 “>10 μm ” 显示部分中的数值, 该数值是调色剂中粒径为 $10.0\ \mu\text{m}$ 以上的颗粒的体积 %。

[0084] < 调色剂颗粒的平均圆形度的测量 >

[0085] 基于校准操作中的测量 / 分析条件利用流动型颗粒图像分析仪 “FPIA-3000 型” (由希森美康株式会社制造) 测量调色剂颗粒的平均圆形度。

[0086] 具体的测量方法包括 : 将适量的表面活性剂添加到 20ml 的离子交换水中, 其中该表面活性剂是分散剂并且可以是烷基苯磺酸盐 ; 然后将 0.02g 的测量样品添加到生成的溶液中 ; 通过使用具有 50kHz 振荡频率和 150W 电输出的桌上型超声波清洗机分散设备 (例如, “VS-150” (由 VELVO-CLEAR 制造) 等) 使生成的液体经受 2 分钟的分散处理 ; 并且将生成的液体用作测量用分散液。此时, 适当冷却分散液使得分散液的温度在 10°C 以上 40°C 以下的范围内。

[0087] 装载有标准物镜 (10 倍) 的上述流动型颗粒图像分析仪被用于测量, 并且颗粒鞘 “PSE-900A” (由希森美康株式会社制造) 被用作鞘液。已经根据上述过程被调整的分散液被导入上述流动型颗粒图像分析仪中, 并且在 HPF 测量模式下以总计数模式测量了 3000 个调色剂颗粒。在分析颗粒时, 将二值化阈值设定在 85%, 分析粒径限制为 $2.00\ \mu\text{m}$ 以上 $200.00\ \mu\text{m}$ 以下的圆当量直径, 并且确定调色剂颗粒的平均圆形度。

[0088] 在开始测量之前, 通过使用标准乳胶颗粒 (例如, 利用离子交换水稀释的 Duke Scientific Corporation 制造的 5200A) 进行自动对焦调整。之后, 可以在测量开始之后每 2 小时进行一次自动对焦调整。

[0089] 在本示例性实施方式中, 通过使用希森美康株式会社校准过并且由希森美康株式会社发布证书的流动型颗粒图像分析仪, 除了分析粒径被限制为 $2.00\ \mu\text{m}$ 以上 $200.00\ \mu\text{m}$ 以下的圆当量直径以外, 基于发布该证书时的测量和分析条件, 来测量平均圆形度。

[0090] < 通过 GPC 测量分子量 (主峰) >

[0091] 在下述条件下测量基于由于凝胶渗透色谱法 (GPC) 引起的色谱的分子量。

[0092] 通过使柱在 40°C 的热室中稳定, 使作为溶剂的四氢呋喃 (THF) 以 1ml/min 的流量

在 40℃ 的柱中流过, 并且将 100 μm 的、样品浓度已经被调整为 0.5 质量 % 的树脂 THF 样品溶液注入柱中而测量分子量。RI (折射率) 检测器被用作检测器。为了准确地测量 10^3 至 2×10^6 区间的分子量, 可以接受的是将多个市售聚苯乙烯凝胶柱彼此组合作为柱。例如可以在沃特世公司制造的 μ -styragel500、103、104 和 105 之间进行组合, 并且可以在昭和电工株式会社制造的 shodex KA-801、802、803、804、805、806 和 807 之间进行组合。

[0093] 通过根据若干类型的单分散聚苯乙烯标准样品产生的校准曲线中的对数值与计数之间的关系计算样品的分子量的分布而测量样品的分子量。用于制备校准曲线的标准聚苯乙烯样品包括例如由 Pressure Chemical Company 或 TOSOH Co., Ltd. 制造的分子量为 6×10^2 , 2.1×10^3 , 4×10^3 , 1.75×10^4 , 5.1×10^4 , 1.1×10^5 , 3.9×10^5 , 8.6×10^5 , 2×10^6 和 4.48×10^6 的样品。使用至少大约 10 个标准聚苯乙烯样品是恰当的。

[0094] 示例

[0095] 下面将参照示例性实施方式和比较例更具体地说明本发明, 但是本发明不限于这些示例性实施方式。

[0096] [聚酯树脂 1 的制造]

[0097] 下述材料在设置有冷却管、搅拌器和氮引入管的反应罐中称重。

[0098] - 对苯二甲酸 17.5 质量份

[0099] - 聚氧乙烯 (2.2)-2, 2- 双(4- 羟基苯基) 丙烷 76.3 质量份

[0100] - 二羟基双(三乙醇胺化) 钛(Titanium dihydroxy bis (triethanol aminate))

[0101] 0.2 质量份

[0102] 之后, 在材料以 220℃ 被加热、将氮引入到材料中并且从反应物去除产生的水的状态下使材料反应 8 小时。之后, 通过将 1.5 质量份的偏苯三甲酸酐添加到反应物中, 将混合物在 180℃ 加热, 并且使反应物与偏苯三甲酸酐反应 4 小时而合成聚酯树脂 1。

[0103] 至于通过 GPC 得到的聚酯树脂 1 的分子量, 重均分子量(Mw)为 82000, 数均分子量(Mn)为 3400, 并且峰分子量(Mp)为 8200。此外, 玻璃转换温度(Tg)为 63℃ 并且软化温度(1/2 技术)为 110℃。

[0104] (粉末颗粒的制造)

[0105]

- 聚酯树脂 1 100 质量份

- 石蜡 (最大吸热峰处的峰温度 78℃) 5 质量份

- 3,5-二-叔丁基水杨酸的铝化合物 1.0 质量份

- C.I. 颜料蓝 15: 3 5 质量份

[0106] 利用亨舍尔混合机(FM-75 型, 由三井三池化学工程制作所制造)混合上述指定材料, 然后利用双轴捏合机(PCM-30 型, 由 Ikegai Corp 制造)捏合, 其中双轴捏合机的温度被设定在 120℃。冷却得到的捏合后材料, 并且通过锤式粉碎机粗粉碎成 1mm 以下。由此, 得到了粗粉碎物质。利用机械粉碎机(T-250, 由 Turbo Kogyo Co., Ltd. 制造)粉碎所得到的粗粉碎树脂, 并且得到粉末颗粒。

[0107] 利用使用康达效应(Coanda effect)的多级分级机进一步将所得到的粉末颗粒

分级。此时,调整分级机的条件使得在已经被分级之后的粉末颗粒中,重均粒径(D4)变为 $6.2\mu\text{m}$ 以上 $6.8\mu\text{m}$ 以下,粒径为 $4.0\mu\text{m}$ 以下的粉末颗粒变为20个数%以上35个数%以下,并且粒径为 $10.0\mu\text{m}$ 以上的粉末颗粒变为1.0体积%以下。

[0108] 至于得到的粉末颗粒,重均粒径(D4)为 $6.2\mu\text{m}$,粒径为 $4.0\mu\text{m}$ 以下的粉末颗粒为26.7个数%,并且粒径为 $10.0\mu\text{m}$ 以上的粉末颗粒为0.2体积%。而且,作为利用FPIA3000测量圆形度的结果,平均圆形度为0.940。这些粉末颗粒在下文中被称为粉末颗粒A。

[0109] 示例1

[0110] 使用图1的A至图1的C所示的热处理设备热处理粉末颗粒。

[0111] 在本示例性实施方式使用的设备中,热风供给单元和第一喷嘴形成为一体。天窗设置于在热风供给单元的出口部中的第一喷嘴和第二喷嘴之间,从而使得热风一边沿着设备的内壁面螺旋状地旋转一边流动。而且,在设备的截面中,由第一喷嘴的脊线形成的角度(从设备的上游侧朝向下游侧扩展的角度)被设定为40度,由第二喷嘴的脊线形成的角度被设定为60度,并且返回部被设置在第二喷嘴的下端。由返回部的脊线形成的角度被设定为140度。

[0112] 通过使用具有上述结构的设备,将粉末颗粒A热处理成使得热处理之后的粉末颗粒A的平均圆形度变为0.970。

[0113] 至于此时的操作条件,进给量(F)=15kg/hr,热风的温度(T1)=160℃,热风的量(Q1)= $10.0\text{m}^3/\text{min}$,冷风1的总量(Q2)= $4.0\text{m}^3/\text{min}$,冷风2的总量(Q3)= $4.0\text{m}^3/\text{min}$,压缩气体的量(IJ)= $1.4\text{m}^3/\text{min}$,鼓风机的风量(Q4)= $21.0\text{m}^3/\text{min}$,并且操作时长被设定为1小时。

[0114] 将这些操作条件总结在表1中。

[0115] 至于此时得到的热处理后的粉末颗粒,重均粒径为 $6.3\mu\text{m}$,粒径为 $4.0\mu\text{m}$ 以下的粉末颗粒在粒度分布中的比率为26.1个数%,并且粒径为 $10.0\mu\text{m}$ 以上的粉末颗粒的比率为1.9体积%。而且,圆形度为0.990以上的颗粒在圆形度分布中的频率为14.2%。

[0116] 接着,将进给量(F)改变到40kg/hr,并且在不改变其他操作条件的情况下热处理粉末颗粒A。至于此时得到的热处理后的粉末颗粒,重均粒径为 $6.4\mu\text{m}$,粒径为 $4.0\mu\text{m}$ 以下的粉末颗粒在粒度分布中的比率为25.8个数%,并且粒径为 $10.0\mu\text{m}$ 以上的粉末颗粒的比率为4.2体积%。此外,平均圆形度为0.964。

[0117] 接着,通过使用具有上述结构的设备,将粉末颗粒A热处理成使得热处理之后的粉末颗粒A的平均圆形度变为0.955。

[0118] 至于此时的操作条件,进给量(F)=15kg/hr,热风的温度(T1)=155℃,热风的量(Q1)= $7.0\text{m}^3/\text{min}$,冷风1的总量(Q2)= $4.0\text{m}^3/\text{min}$,冷风2的总量(Q3)= $4.0\text{m}^3/\text{min}$,压缩气体的量(IJ)= $1.4\text{m}^3/\text{min}$,鼓风机的风量(Q4)= $18.0\text{m}^3/\text{min}$,并且操作时长被设定为1小时。

[0119] 至于此时得到的热处理后的粉末颗粒,重均粒径为 $6.2\mu\text{m}$,粒径为 $4.0\mu\text{m}$ 以下的粉末颗粒在粒度分布中的比率为26.3个数%,并且粒径为 $10.0\mu\text{m}$ 以上的粉末颗粒的比率为0.4体积%。而且,圆形度为0.940以下的颗粒在圆形度分布中的频率为10.6%。

[0120] 根据下面的基准评价在各种热处理条件下得到的热处理后的粉末颗粒。

[0121] (评价基准1)

[0122] 当进给量被设定为40kg/hr并且平均圆形度被设定为0.970时,评价圆形度为0.990以上的颗粒在热处理后的粉末颗粒的圆形度分布中的频率。

[0123] A:圆形度为 0.990 以上的颗粒在圆形度分布中的频率小于 20%。

[0124] B:圆形度为 0.990 以上的颗粒在圆形度分布中的频率为 20% 以上。

[0125] (评价基准 2)

[0126] 当处理量增大时,根据下述表达式评价粒径为 $10.0\mu\text{m}$ 以上的粉末颗粒的增长率(体积%)。

[0127] “粒径为 $10.0\mu\text{m}$ 以上的粉末颗粒的增长率(体积%)”=“当进给量被设定为 40kg/hr 并且平均圆形度被设定为 0.970 时,粒径为 $10.0\mu\text{m}$ 以上的热处理后的粉末颗粒的比率(体积%)”-“当进给量被设定为 15kg/hr 并且平均圆形度被设定为 0.970 时,粒径为 $10.0\mu\text{m}$ 以上的热处理后的粉末颗粒的比率(体积%)”

[0128] A:粒径为 $10.0\mu\text{m}$ 以上的粉末颗粒的增长率为 0 (体积%)以上但是小于 3.0 (体积%)。

[0129] B:粒径为 $10.0\mu\text{m}$ 以上的粉末颗粒的增长率为 3.0 (体积%)以上但是小于 5.0 (体积%)。

[0130] C:粒径为 $10.0\mu\text{m}$ 以上的粉末颗粒的增长率为 5.0 (体积%)以上但是小于 10.0 (体积%)。

[0131] D:粒径为 $10.0\mu\text{m}$ 以上的粉末颗粒的增长率为 10.0 (体积%)以上但是小于 15.0 (体积%)。

[0132] E:粒径为 $10.0\mu\text{m}$ 以上的粉末颗粒的增长率为 15.0 (体积%)以上。

[0133] (评价基准 3)

[0134] 在当平均圆形度被设定为 0.955 时得到的热处理后的粉末颗粒的圆形度分布中,圆形度为 0.940 以下的颗粒的比率由 H_a 表示,其中粉末颗粒 A 的平均圆形度为 0.940 以下。

[0135] 示例性实施方式 1 的 H_a 被确定、与后面将要说明的比较例 1 至 3 中的 H_a 相比较并且由下面的表达式所表示的 Z 来评价。此外,为比较例 1 至 3 分别确定 Z 的值。

[0136] $Z = \text{示例性实施方式的 } H_a / \text{比较例的 } H_a$

[0137] A: $Z < 1.0$

[0138] B: $Z \geq 1.0$

[0139] (评价基准 4)

[0140] 评价设备中是否存在热熔粘接。

[0141] A:设备中没有发生热熔粘接。

[0142] B:设备中发生了热熔粘接。

[0143] 作为上述评价的结果,在示例性实施方式 1 中,甚至当进给量增加时,也能抑制粒径为 $10.0\mu\text{m}$ 以上的颗粒的增加。另外,甚至当颗粒在平均圆形度被设定为 0.970 的状态下被热处理时,也能抑制 0.990 以上的颗粒的频率。这些结果被总结在表 2 中。

[0144] 示例 2

[0145] 使用图 2 示出的设备热处理粉末颗粒 A。本示例性实施方式中使用的设备具有下述结构:原材料供给单元的调整部从示例性实施方式 1 中使用的设备移除。

[0146] 通过使用具有上述结构的设备,热处理粉末颗粒 A 使得热处理之后的粉末颗粒 A 的平均圆形度变为 0.970。

[0147] 至于此时的操作条件,进给量(F)= 15kg/hr ,热风的温度(T_1)= 160°C ,热风的量

(Q1)=10.0m³/min,冷风 1 的总量(Q2)=4.0m³/min,冷风 2 的总量(Q3)=4.0m³/min,压缩气体的量(IJ)=1.5m³/min,鼓风机的风量(Q4)=21.5m³/min,并且操作时长被设定为 1 小时。

[0148] 这些操作条件被总结在表 1 中。

[0149] 至于此时得到的热处理后的粉末颗粒,重均粒径为 6.3 μm,粒径为 4.0 μm 以下的粉末颗粒在粒度分布中的比率为 26.2 个数%,并且粒径为 10.0 μm 以上的粉末颗粒的比率为 1.8 体积%。而且,圆形度为 0.990 以上的颗粒在圆形度分布中的频率为 15.8%。

[0150] 接着,将进给量(F)改变到 40kg/hr,并且在不改变其他操作条件的情况下热处理粉末颗粒 A。至于此时得到的热处理后的粉末颗粒,重均粒径为 6.4 μm,粒径为 4.0 μm 以下的粉末颗粒在粒度分布中的比率为 25.9 个数%,并且粒径为 10.0 μm 以上的粉末颗粒的比率为 3.9 体积%。此外,平均圆形度为 0.965。

[0151] 接着,通过使用具有上述结构的设备,热处理粉末颗粒 A 使得热处理之后的粉末颗粒 A 的平均圆形度变为 0.955。

[0152] 至于此时的操作条件,进给量(F)=15kg/hr,热风的温度(T1)=155℃,热风的量(Q1)=7.0m³/min,冷风 1 的总量(Q2)=4.0m³/min,冷风 2 的总量(Q3)=4.0m³/min,压缩气体的量(IJ)=1.5m³/min,鼓风机的风量(Q4)=18.0m³/min,并且操作时长被设定为 1 小时。

[0153] 至于此时得到的热处理后的粉末颗粒,重均粒径为 6.2 μm,粒径为 4.0 μm 以下的粉末颗粒在粒度分布中的比率为 26.3 个数%,并且粒径为 10.0 μm 以上的粉末颗粒的比率为 0.5 体积%。而且,圆形度为 0.940 以下的颗粒在圆形度分布中的频率为 11.2%。

[0154] 示例 3

[0155] 本示例性实施方式中使用的设备设置有具有图 3 所示的形状(具有设置在喷嘴的端部的肋并且没有返回部)的第二喷嘴。除了上述这一点,该设备与示例性实施方式 1 中使用的设备具有相同的结构。

[0156] 通过使用具有上述结构的设备,热处理粉末颗粒 A 使得热处理之后的粉末颗粒 A 的平均圆形度变为 0.970。

[0157] 至于此时的操作条件,进给量(F)=15kg/hr,热风的温度(T1)=170℃,热风的量(Q1)=10.0m³/min,冷风 1 的总量(Q2)=4.0m³/min,冷风 2 的总量(Q3)=4.0m³/min,压缩气体的量(IJ)=1.4m³/min,鼓风机的风量(Q4)=21.0m³/min,并且操作时长被设定为 1 小时。

[0158] 这些操作条件被总结在表 1 中。

[0159] 至于此时得到的热处理后的粉末颗粒,重均粒径为 6.3 μm,粒径为 4.0 μm 以下的粉末颗粒在粒度分布中的比率为 26.2 个数%,并且粒径为 10.0 μm 以上的粉末颗粒的比率为 1.6 体积%。而且,圆形度为 0.990 以上的颗粒在圆形度分布中的频率为 16.4%。

[0160] 接着,将进给量(F)改变到 40kg/hr,并且在不改变其他操作条件的情况下热处理粉末颗粒 A。至于此时得到的热处理后的粉末颗粒,重均粒径为 6.5 μm,粒径为 4.0 μm 以下的粉末颗粒在粒度分布中的比率为 25.3 个数%,并且粒径为 10.0 μm 以上的粉末颗粒的比率为 4.8 体积%。此外,平均圆形度为 0.965。

[0161] 接着,通过使用具有上述结构的设备,热处理粉末颗粒 A 使得热处理之后的粉末颗粒 A 的平均圆形度变为 0.955。

[0162] 至于此时的操作条件,进给量(F)=15kg/hr,热风的温度(T1)=155℃,热风的量(Q1)=8.0m³/min,冷风 1 的总量(Q2)=4.0m³/min,冷风 2 的总量(Q3)=4.0m³/min,压缩气体

的量(IJ)=1.4m³/min,鼓风机的风量(Q4)=19.0m³/min,并且操作时长被设定为1小时。

[0163] 至于此时得到的热处理后的粉末颗粒,重均粒径为6.3μm,粒径为4.0μm以下的粉末颗粒在粒度分布中的比率为25.8个数%,并且粒径为10.0μm以上的粉末颗粒的比率为0.6体积%。而且,圆形度为0.940以下的颗粒在圆形度分布中的频率为11.8%。

[0164] 示例4

[0165] 使用图4所示的设备热处理粉末颗粒。在根据本示例性实施方式的设备中,排出部指向设备的下部,并且除了这一点外,该设备与示例性实施方式1中使用的设备具有相同的结构。

[0166] 通过使用具有上述结构的设备,热处理粉末颗粒A使得热处理之后的粉末颗粒A的平均圆形度变为0.970。

[0167] 至于此时的操作条件,进给量(F)=15kg/hr,热风的温度(T1)=170℃,热风的量(Q1)=10.0m³/min,冷风1的总量(Q2)=4.0m³/min,冷风2的总量(Q3)=2.0m³/min,压缩气体的量(IJ)=1.6m³/min,鼓风机的风量(Q4)=22.0m³/min,并且操作时长被设定为1小时。

[0168] 这些操作条件被总结在表1中。

[0169] 至于此时得到的热处理后的粉末颗粒,重均粒径为6.3μm,粒径为4.0μm以下的粉末颗粒在粒度分布中的比率为25.9个数%,并且粒径为10.0μm以上的粉末颗粒的比率为2.2体积%。而且,圆形度为0.990以上的颗粒在圆形度分布中的频率为16.1%。

[0170] 接着,将进给量(F)改变到40kg/hr,并且在不改变其他操作条件的情况下热处理粉末颗粒A。至于此时得到的热处理后的粉末颗粒,重均粒径为6.5μm,粒径为4.0μm以下的粉末颗粒在粒度分布中的比率为25.4个数%,并且粒径为10.0μm以上的粉末颗粒的比率为5.3体积%。此外,平均圆形度为0.963。

[0171] 接着,通过使用具有上述结构的设备,热处理粉末颗粒A使得热处理之后的粉末颗粒A的平均圆形度变为0.955。

[0172] 至于此时的操作条件,进给量(F)=15kg/hr,热风的温度(T1)=155℃,热风的量(Q1)=8.5m³/min,冷风1的总量(Q2)=4.0m³/min,冷风2的总量(Q3)=4.0m³/min,压缩气体的量(IJ)=1.4m³/min,鼓风机的风量(Q4)=20.0m³/min,并且操作时长被设定为1小时。

[0173] 至于此时得到的热处理后的粉末颗粒,重均粒径为6.3μm,粒径为4.0μm以下的粉末颗粒在粒度分布中的比率为26.5个数%,并且粒径为10.0μm以上的粉末颗粒的比率为0.8体积%。而且,圆形度为0.940以下的颗粒在圆形度分布中的频率为12.1%。

[0174] 以与示例性实施方式1中的方式相同的方式评价示例性实施方式2、3和4。评价结果示于表2。

[0175] 比较例1

[0176] 在本比较例中,使用图7所示的设备热处理粉末颗粒。在图7所示的设备中,原材料供给单元(图中的21)被插入热风供给单元(图中的22),并且外部空气引入部(图中的23)被设置在热风供给单元的外周部。分散板(24)被设置在原材料供给单元(21)的出口部,并且通过分散板使从原材料供给单元供给的粉末颗粒分散。图7所示的设备不具有设置于设备中的用于使热风在设备中旋转的气流调整单元。

[0177] 通过使用具有上述结构的设备,热处理粉末颗粒A使得热处理之后的粉末颗粒A的平均圆形度变为0.970。

[0178] 至于此时的操作条件,进给量(F)=15kg/hr,热风的温度=300℃,热风的量=10.0m³/min,冷风的量=10.0m³/min,注入流量=3.0m³/min,并且操作时长被设定为1小时。

[0179] 至于此时得到的热处理后的粉末颗粒,重均粒径为6.4μm,粒径为4.0μm以下的粉末颗粒在粒度分布中的比率为25.2个数%,并且粒径为10.0μm以上的粉末颗粒的比率为2.3体积%。而且,圆形度为0.990以上的颗粒在圆形度分布中的频率为36.3%。

[0180] 接着,将进给量(F)改变到40kg/hr,并且在不改变其他操作条件的情况下热处理粉末颗粒A。至于此时得到的热处理后的粉末颗粒,重均粒径为7.1μm,粒径为4.0μm以下的粉末颗粒在粒度分布中的比率为24.1个数%,并且粒径为10.0μm以上的粉末颗粒的比率为16.2体积%。此外,平均圆形度为0.962。

[0181] 接着,通过使用具有上述结构的设备,热处理粉末颗粒A使得热处理之后的粉末颗粒A的平均圆形度变为0.955。

[0182] 至于此时的操作条件,进给量(F)=15kg/hr,热风的温度=250℃,热风的量=10.0m³/min,冷风的量=10.0m³/min,注入流量=3.0m³/min,并且操作时长被设定为1小时。

[0183] 至于此时得到的热处理后的粉末颗粒,重均粒径为6.3μm,粒径为4.0μm以下的粉末颗粒在粒度分布中的比率为26.3个数%,并且粒径为10.0μm以上的粉末颗粒的比率为1.1体积%。而且,圆形度为0.940以下的颗粒在圆形度分布中的频率为15.6%。

[0184] 而且,当在热处理结束之后观察设备的内部时,在设置于粉末颗粒供给喷嘴的下部的分散板上观察到粉末颗粒的热熔粘接。该结果启示设备在相对短的时间内就需要维护,并且还有生产稳定性方面的顾虑。

[0185] 粒径为10.0μm以上的颗粒增加的原因被认为是如下原因。在图7所示的设备中,原材料供给单元(粉末颗粒供给喷嘴)被插入热风中,并且喷嘴的出口部保持热。因此,粉末颗粒在喷嘴的出口部中熔合,并且粗大颗粒增加。特别地,当包含很多蜡的调色剂被热处理时,蜡的流渗由于热处理而增强,并且调色剂趋于容易发生熔合。

[0186] 此外,当比较本比较例与示例性实施方式时,从制造能量的观点来看本比较例也不是优选的,这是因为被供给的热风的量、冷风的量和注入流量大,并且热风的温度也高。

[0187] 而且,在平均圆形度被设为0.970时得到的热处理后的粉末颗粒的圆形度的分布中,圆形度为0.990以上的颗粒的频率比示例性实施方式中的高。该结果源于热风的温度比具有示例性实施方式的结构的设备的热风的温度高,并且粉末颗粒被球化时的效率低。而且,圆形度为0.940以下的颗粒在平均圆形度被设定为0.955时所得到的热处理后的粉末颗粒的圆形度分布中的频率比示例性实施方式中的频率大。该结果也源于粉末颗粒被球化时的效率低。

[0188] 比较例2

[0189] 在本比较例中,使用图8A和图8B所示的设备热处理粉末颗粒。供参考的是,图8B示出沿着图8A中的线8B-8B截取的截面。在图8A和图8B示出的设备中,热风供给单元(图中的31)被设置在该设备的轴心部,原材料供给单元(图中的32)被设置在热风供给单元的外周部,并且朝向热风注入原材料。作为冷风供给单元的外部空气引入部(图中的33)被设置在热风供给单元的下游侧,并且被构造成使得热处理之后的粉末颗粒沿着设备的壁面螺旋状地旋转。而且,设备中的运输路径和冷却用的冷风供给单元被设置在热风供给单元的下游侧(未示出)。

[0190] 通过使用具有上述结构的设备,热处理粉末颗粒 A 使得热处理之后的粉末颗粒 A 的平均圆形成度变为 0.970。

[0191] 至于此时的操作条件,进给量(F)=15kg/hr,热风的温度=230℃,热风的量=10.0m³/min,上部冷风的量=4.0m³/min,下部冷风的量=8.0m³/min,注入流量=1.8m³/min,并且操作时长被设定为 1 小时。

[0192] 至于此时得到的热处理后的粉末颗粒,重均粒径为 6.5 μm,粒径为 4.0 μm 以下的粉末颗粒在粒度分布中的比率为 24.9 个数%,并且粒径为 10.0 μm 以上的粉末颗粒的比率为 3.2 体积%。而且,圆形成度为 0.990 以上的颗粒在圆形成度分布中的频率为 31.4%。

[0193] 接着,将进给量(F)改变到 40kg/hr,并且在不改变其他操作条件的情况下热处理粉末颗粒 A。至于此时得到的热处理后的粉末颗粒,重均粒径为 7.1 μm,粒径为 4.0 μm 以下的粉末颗粒在粒度分布中的比率为 23.6 个数%,并且粒径为 10.0 μm 以上的粉末颗粒的比率为 19.7 体积%。此外,平均圆形成度为 0.960。

[0194] 接着,通过使用具有上述结构的设备,热处理粉末颗粒 A 使得热处理之后的粉末颗粒 A 的平均圆形成度变为 0.955。

[0195] 至于此时的操作条件,进给量(F)=15kg/hr,热风的温度=200℃,热风的量=9.0m³/min,上部冷风的量=4.0m³/min,下部冷风的量=8.0m³/min,注入流量=1.7m³/min,并且操作时长被设定为 1 小时。

[0196] 至于此时得到的热处理后的粉末颗粒,重均粒径为 6.3 μm,粒径为 4.0 μm 以下的粉末颗粒在粒度分布中的比率为 25.8 个数%,并且粒径为 10.0 μm 以上的粉末颗粒的比率为 1.3 体积%。而且,圆形成度为 0.940 以下的颗粒在圆形成度分布中的频率为 14.5%。

[0197] 粒径为 10.0 μm 以上的颗粒增加的原因被认为是如下原因。在图 8A 和图 8B 所示的设备中,原材料供给单元(粉末颗粒供给喷嘴)朝向热风,因此被注入热风中的粉末颗粒趋于容易彼此碰撞和熔合。特别地,当包含很多蜡的调色剂被热处理时,蜡的流渗由于热处理而增强,并且调色剂趋于容易发生熔合。

[0198] 而且,在平均圆形成度被设为 0.970 时得到的热处理后的粉末颗粒的圆形成度的分布中,圆形成度为 0.990 以上的颗粒的频率比示例性实施方式中的频率高。该结果源于热风的温度比具有示例性实施方式的结构的设备的热风的温度高,并且粉末颗粒被球化时的效率低。此外,致使热处理之后的粉末颗粒骑乘在回旋流上,因此也不能期望热处理中的粉末颗粒的分级效果。

[0199] 而且,圆形成度为 0.940 以下的颗粒在平均圆形成度被设定为 0.955 时所得到的热处理后的粉末颗粒的圆形成度分布中的频率比示例性实施方式中的频率大。该结果也源于粉末颗粒被球化时的效率低。

[0200] 比较例 3

[0201] 在本比较例中,使用图 9 所示的设备热处理粉末颗粒。在图 9 所示的设备中,原材料在其自身在原材料供给单元(图中的 41)中旋转的状态下被充入热风中。此外,气流调整部(图中的 43)被设置于热风供给单元(42)。

[0202] 通过使用具有上述结构的设备,热处理粉末颗粒 A 使得热处理之后的粉末颗粒 A 的平均圆形成度变为 0.970。

[0203] 至于此时的操作条件,进给量(F)=15kg/hr,热风的温度=250℃,热风的量

=10.0m³/min,冷风的量=10.0m³/min,注入流量=2.5m³/min,并且操作时长被设定为1小时。

[0204] 至于此时得到的热处理后的粉末颗粒,重均粒径为6.4μm,粒径为4.0μm以下的粉末颗粒在粒度分布中的比率为25.9个数%,并且粒径为10.0μm以上的粉末颗粒的比率为2.2体积%。而且,圆形度为0.990以上的颗粒在圆形度分布中的频率为29.8%。

[0205] 接着,将进给量(F)改变到40kg/hr,并且在不改变其他操作条件的情况下热处理粉末颗粒A。至于此时得到的热处理后的粉末颗粒,重均粒径为6.9μm,粒径为4.0μm以下的粉末颗粒在粒度分布中的比率为24.6个数%,并且粒径为10.0μm以上的粉末颗粒的比率为9.4体积%。此外,平均圆形度为0.963。

[0206] 接着,通过使用具有上述结构的设备,热处理粉末颗粒A使得热处理之后的粉末颗粒A的平均圆形度变为0.955。

[0207] 至于此时的操作条件,进给量(F)=15kg/hr,热风的温度=220℃,热风的量=10.0m³/min,冷风的量=10.0m³/min,注入流量=2.5m³/min,并且操作时长被设定为1小时。

[0208] 至于此时得到的热处理后的粉末颗粒,重均粒径为6.3μm,粒径为4.0μm以下的粉末颗粒在粒度分布中的比率为26.0个数%,并且粒径为10.0μm以上的粉末颗粒的比率为0.8体积%。而且,圆形度为0.940以下的颗粒在圆形度分布中的频率为13.2%。

[0209] 粒径为10.0μm以上的颗粒增加的原因被认为是如下原因。在图9所示的设备中,原材料供给单元(粉末颗粒供给喷嘴)被插入热风中,并且喷嘴的出口部保持热。因此,粉末颗粒在喷嘴的出口部中熔合,并且粗大颗粒增加。特别地,当包含很多蜡的调色剂被热处理时,蜡的流渗由于热处理而增强,并且调色剂趋于容易发生熔合。

[0210] 而且,包含原材料的流在原材料供给单元中旋转,但是设备中的原材料的分散效果实际上差。因此,如果热风的量和温度不增加,则变得难以使所有的粉末颗粒球化。

[0211] 此外,热风供给单元的出口部的方向朝向轴心部,这导致原材料的扩散的阻塞并且使得旋转半径保持小。因此,通过螺旋状旋转流使粉末颗粒分散的效果也变得小。

[0212] 此外,当比较本比较例与示例性实施方式时,从制造能量的观点来看本比较例也不是优选的,这是因为被供给的热风的量、冷风的量和注入流量大,并且热风的温度也高。

[0213] 而且,在平均圆形度被设为0.970时得到的热处理后的粉末颗粒的圆形度分布中,圆形度为0.990以上的颗粒的频率比示例性实施方式中的频率高。该结果源于热风的温度比具有示例性实施方式的结构的设备的热风的温度高,并且粉末颗粒被球化时的效率低。

[0214] 而且,圆形度为0.940以下的颗粒在平均圆形度被设定为0.955时所得到的热处理后的粉末颗粒的圆形度分布中的频率比示例性实施方式中的频率大。该结果也源于粉末颗粒被球化时的效率低。

[0215] 以与示例性实施方式1中的方式相同的方式评价比较例1、2和3。评价结果示于表2。

[0216] 表1

[0217]

	F (kg/hr)	T1 (°C)	Q1 (m ³ /min)	Q2 (m ³ /min)	Q3 (m ³ /min)	Q4 (m ³ /min)	IJ (m ³ /min)
示例性实施方式1	15	160	10.0	4.0	4.0	21.0	1.4
	40						
	15	155	7.0	4.0	4.0	18.0	1.4
示例性实施方式2	15	160	10.0	4.0	4.0	21.5	1.5
	40						
	15	155	7.0	4.0	4.0	18.0	1.5
示例性实施方式3	15	170	10.0	4.0	4.0	21.0	1.4
	40						
	15	155	8.0	4.0	4.0	19.0	1.4
示例性实施方式4	15	170	10.0	4.0	4.0	22.0	1.6
	40						
	15	155	8.5	4.0	4.0	20.0	1.4

[0218]

表 2

	F (kg/hr)	粒度分布			平均圆 形度	0.990 以上 的频率(%)	0.940 以下 的频率(%)	10.0μm 以上的粉 末颗粒的增长率
		重均直径 (μm)	4.0μm 以下(个数%)	10.0μm 以上(体积%)				
原材料		6.2	26.7	0.2	0.940	1.2	41.5	
示例性 实施方 式1	15	6.3	26.1	1.9	0.970	14.2	-	2.3
	40	6.4	25.8	4.2	0.964	-	-	
	15	6.2	26.3	0.4	0.955	-	10.6	
示例性 实施方 式2	15	6.3	26.2	1.8	0.970	15.8	-	2.1
	40	6.4	25.9	3.9	0.965	-	-	
	15	6.2	26.3	0.5	0.955	-	11.2	
示例性 实施方 式3	15	6.3	26.2	1.6	0.970	16.4	-	3.2
	40	6.5	25.3	4.8	0.965	-	-	
	15	6.3	25.8	0.6	0.955	-	11.8	
示例性 实施方 式4	15	6.3	25.9	2.2	0.970	16.1	-	3.1
	40	6.5	25.4	5.3	0.963	-	-	
	15	6.3	26.5	0.8	0.955	-	12.1	
比较例 1	15	6.4	25.2	2.3	0.970	36.3	-	13.9
	40	7.1	24.1	16.2	0.962	-	-	
	15	6.3	26.3	1.1	0.955	-	15.6	
比较例 2	15	6.5	24.9	3.2	0.970	31.4	-	16.5
	40	7.1	23.6	19.7	0.960	-	-	
	15	6.3	25.8	1.3	0.955	-	14.5	
比较例 3	15	6.4	25.9	2.2	0.970	29.8	-	7.2
	40	6.9	24.6	9.4	0.963	-	-	
	15	6.3	26.0	0.8	0.955	-	13.2	

[0219]

表3

	比较例 1 的 Z	比较例 2 的 Z	比较例 3 的 Z	评价基准 1	评价基准 2	比较例 1 的 评价基准 3	比较例 2 的 评价基准 3	比较例 3 的 评价基准 3	评价基准 4	汇总
示例性实施方式 1	0.68	0.73	0.80	A	A	A	A	A	A	A
示例性实施方式 2	0.72	0.77	0.85	A	A	A	A	A	A	A
示例性实施方式 3	0.76	0.81	0.89	A	B	A	A	A	A	B
示例性实施方式 4	0.78	0.83	0.92	A	B	A	A	A	A	B
比较例 1		1.08	1.18	B	D		B	B	B	D
比较例 2	0.93		1.10	B	E	A		B	A	D
比较例 3	0.85	0.91		B	C	A	A		A	C

[0220] 在根据需要将已知的外部添加剂进一步添加到通过上述示例性实施方式得到的粉末颗粒(调色剂颗粒)之后,该粉末颗粒被提供为调色剂产品。

[0221] 尽管已经参照示例性实施方式说明了本发明,但是应当理解,本发明不限于所公开的示例性实施方式。所附权利要求书的范围应符合最宽泛的解释,以包括所有这种变型、等同结构和功能。

[0222] 本申请要求 2011 年 2 月 21 日提交的日本专利申请 No. 2011-034251 的优先权,其所有内容通过引用合并于此。

[0223] 附图标记说明

[0224] 1 :热处理设备的主体,

[0225] 2 :热风供给单元,2A :气流调整单元,

[0226] 3 :冷风供给单元 1,

[0227] 4 :冷风供给单元 2,

[0228] 5 :原材料供给单元,

[0229] 5A :调整单元,

[0230] 6 :第一喷嘴,7 :第二喷嘴,

[0231] 7A :返回部,

[0232] 7B :肋,8 :排出部,

[0233] 21 :原材料供给单元,

[0234] 22 :热风供给单元,

[0235] 23 :外部空气引入部,

[0236] 24 :分散板,31 :热风供给单元,

[0237] 32 :原材料供给单元,

[0238] 33 :外部空气引入口,

[0239] 41 :原材料供给单元,

[0240] 42 :热风供给单元,

[0241] 43 :气流调整单元

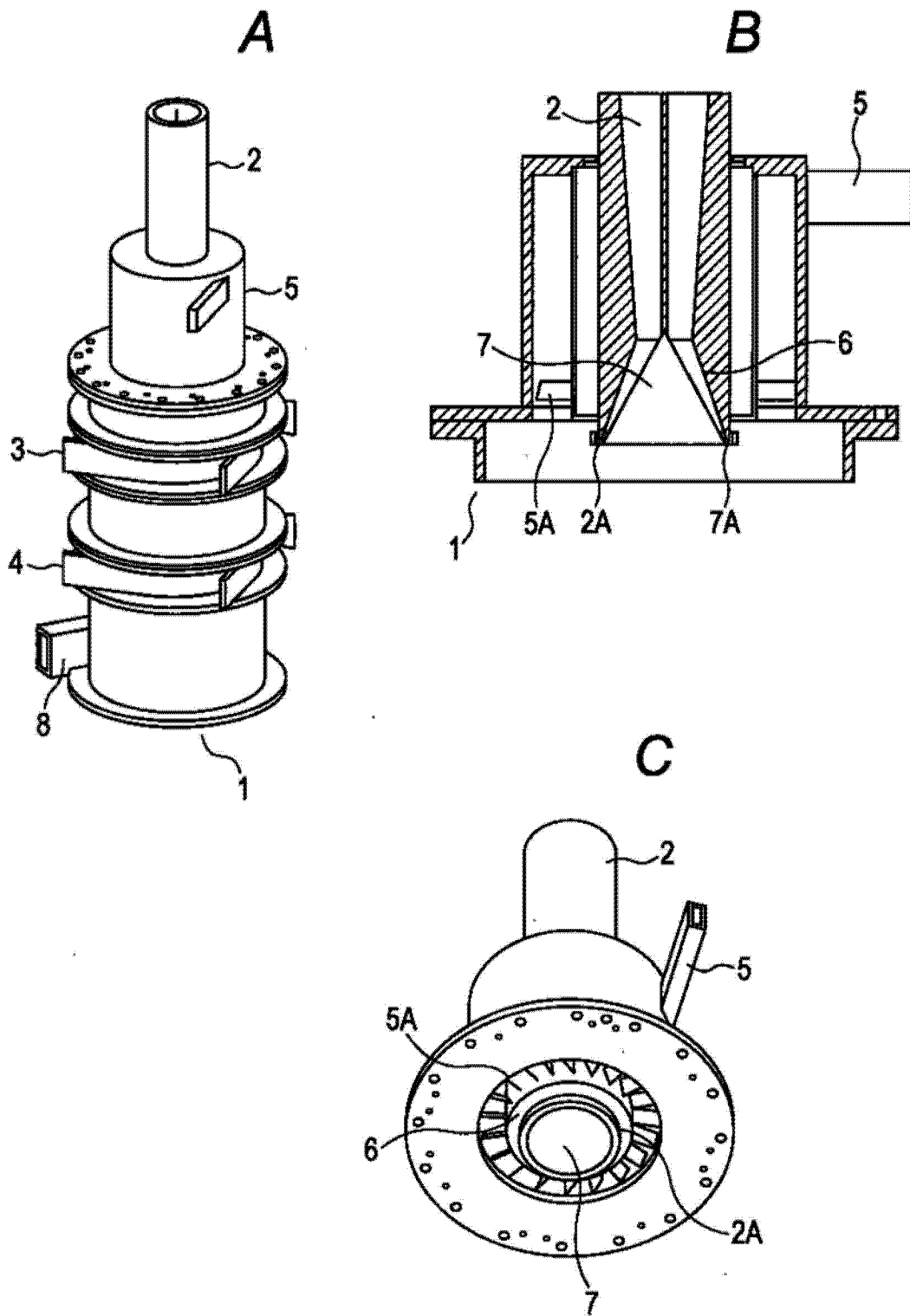


图 1

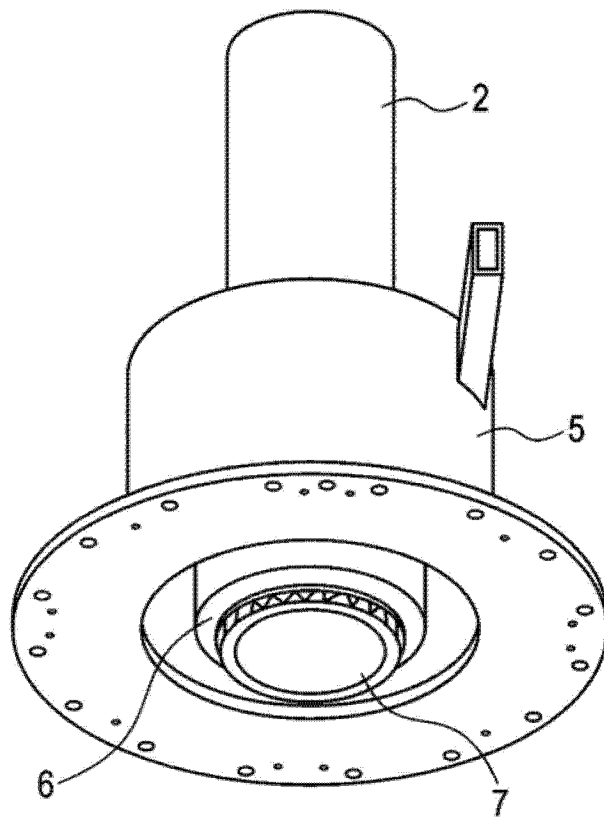


图 2

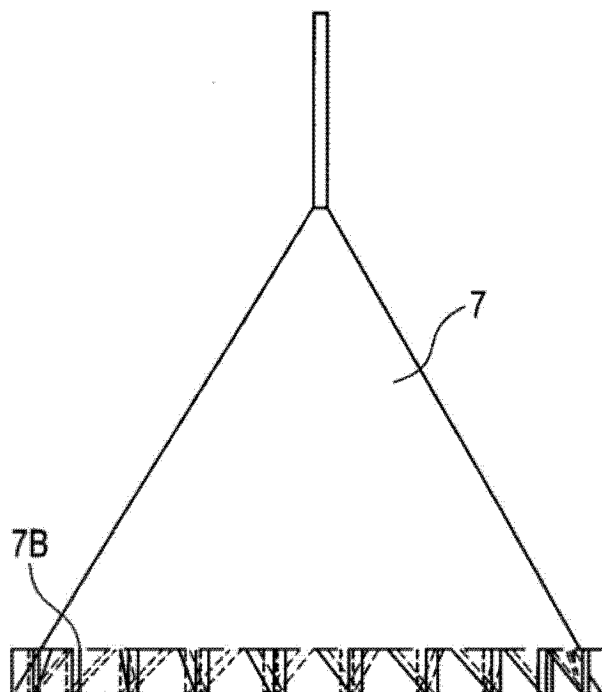


图 3

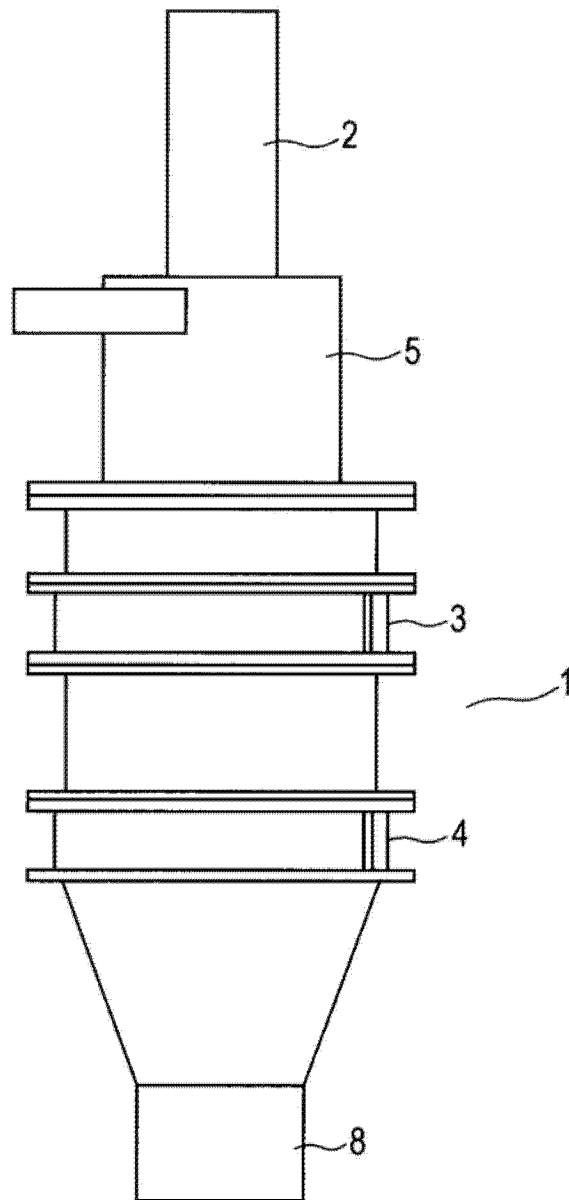


图 4

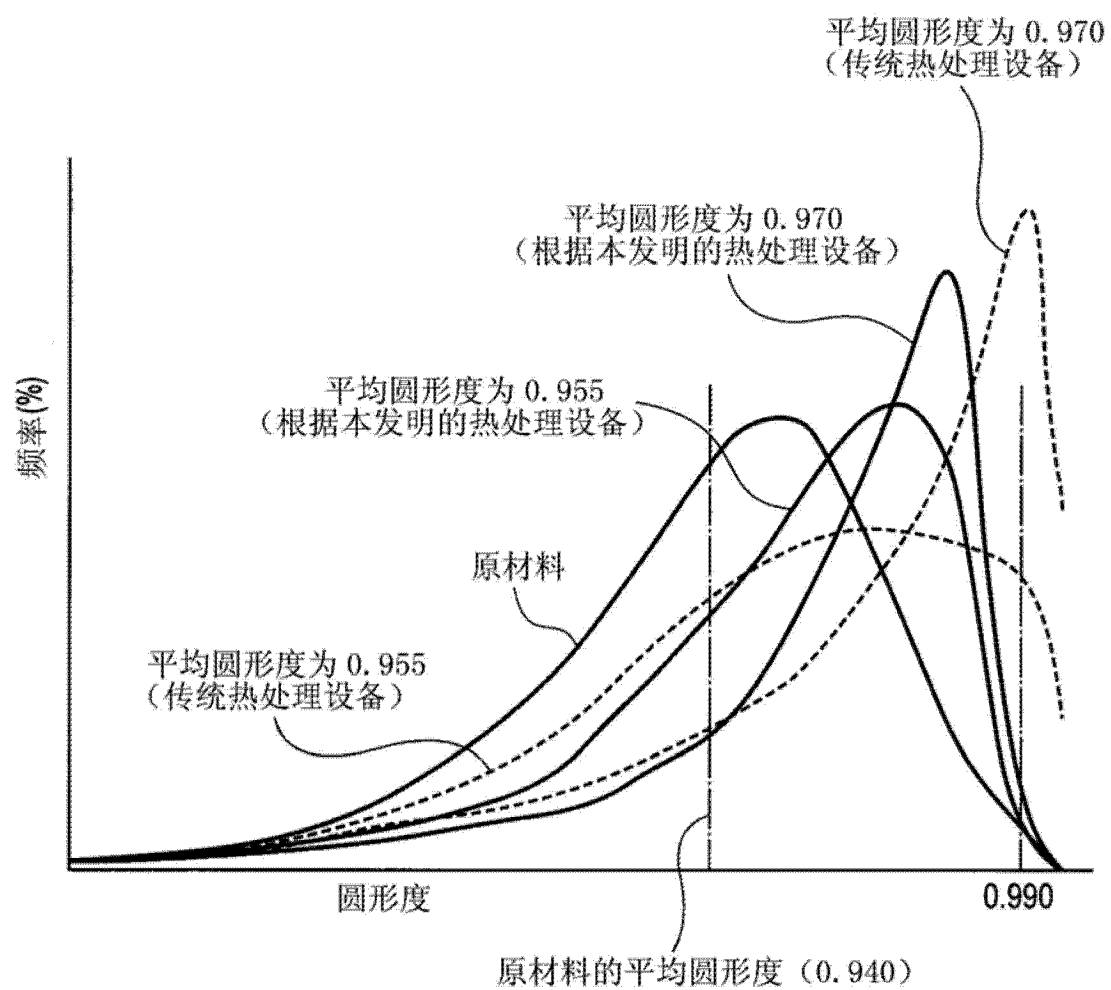


图 5

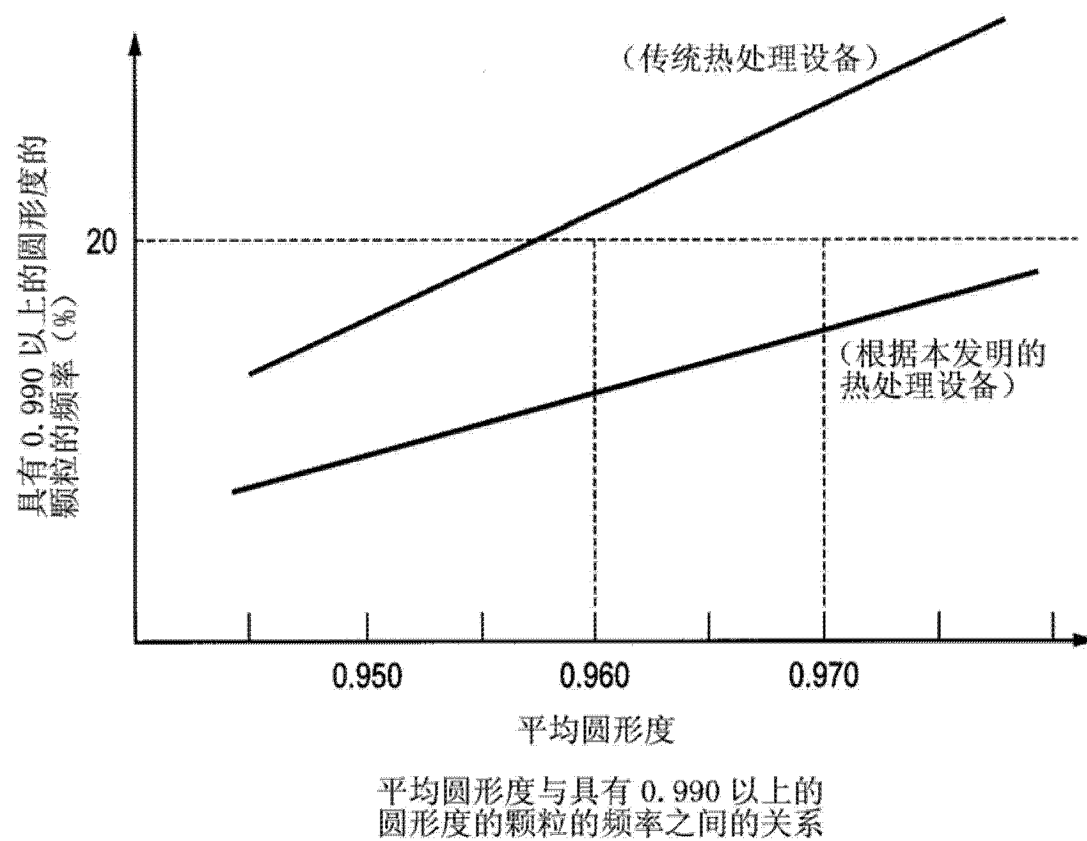


图 6

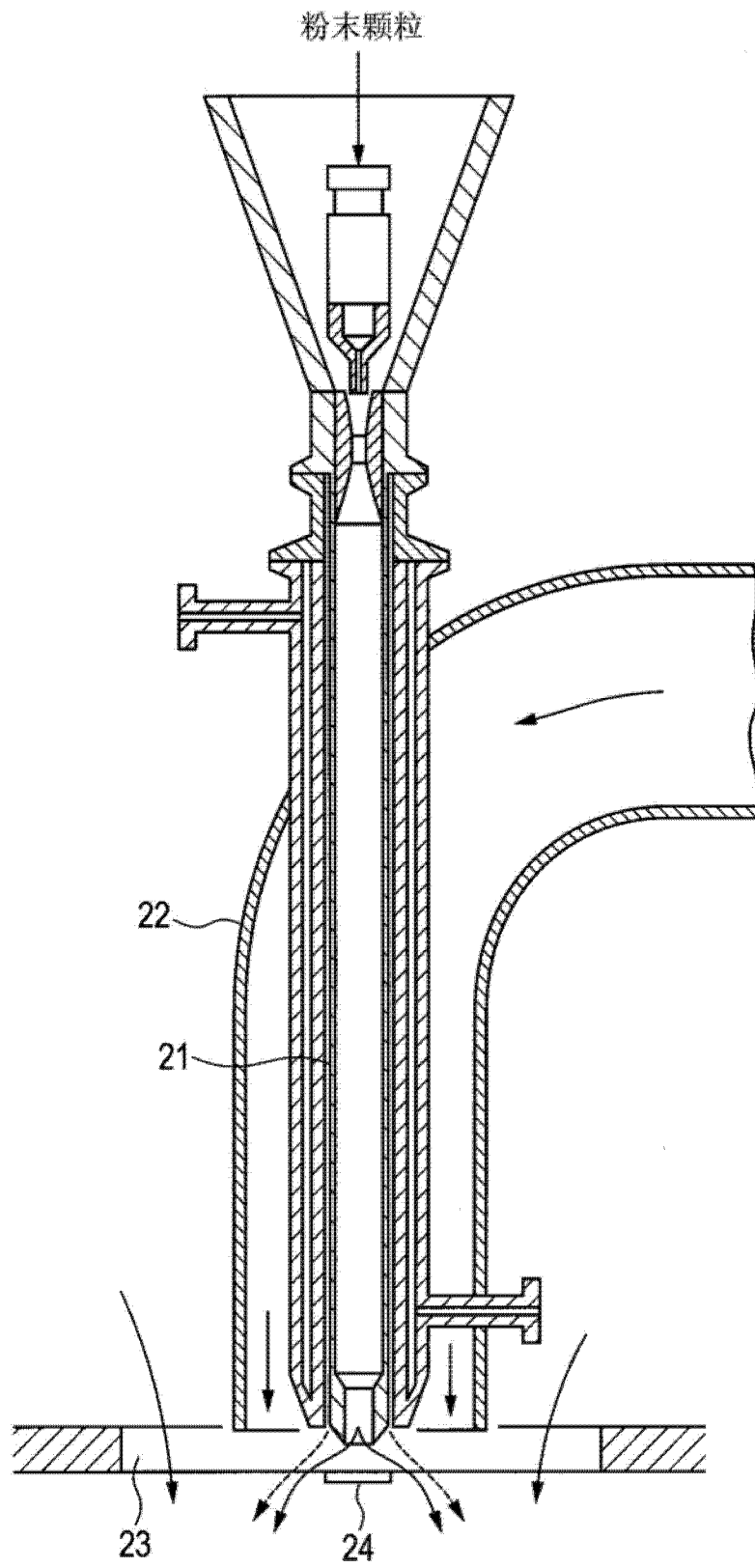


图 7

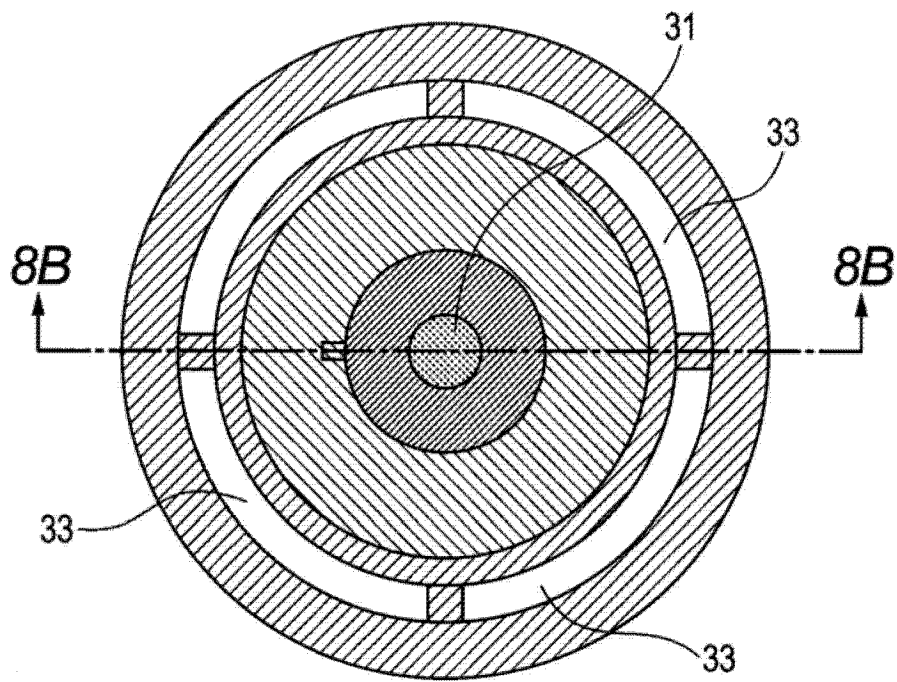


图 8A

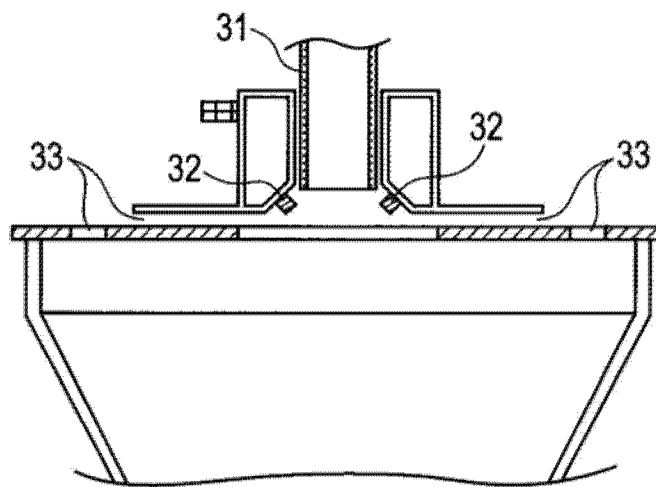


图 8B

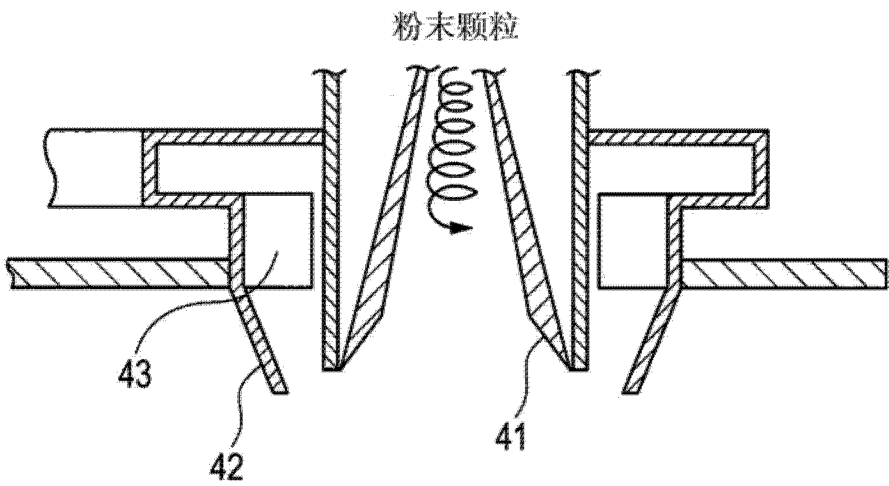


图 9