

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第6308833号
(P6308833)

(45) 発行日 平成30年4月11日(2018.4.11)

(24) 登録日 平成30年3月23日(2018.3.23)

(51) Int.Cl.	F 1
G 0 3 G 9/087	(2006.01) G O 3 G 9/08 3 8 1
G 0 3 G 9/09	(2006.01) G O 3 G 9/08 3 2 1
B 0 1 F 13/08	(2006.01) G O 3 G 9/08 3 6 1
B 0 1 F 3/12	(2006.01) B O 1 F 13/08 Z
B 0 1 F 3/08	(2006.01) B O 1 F 3/12

請求項の数 14 (全 11 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願2014-62079 (P2014-62079)
(22) 出願日	平成26年3月25日 (2014.3.25)
(65) 公開番号	特開2014-205139 (P2014-205139A)
(43) 公開日	平成26年10月30日 (2014.10.30)
審査請求日	平成29年3月17日 (2017.3.17)
(31) 優先権主張番号	13/860, 466
(32) 優先日	平成25年4月10日 (2013.4.10)
(33) 優先権主張国	米国 (US)

早期審査対象出願

(73) 特許権者	596170170 ゼロックス コーポレイション XEROX CORPORATION アメリカ合衆国、コネチカット州 068 56、ノーウォーク、ピーオーボックス 4505、グローバー・アヴェニュー 4 5
(74) 代理人	100079049 弁理士 中島 淳
(74) 代理人	100084995 弁理士 加藤 和詳

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】磁気によって発動する混合のための方法およびシステム

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

乳化凝集トナーのためのラテックスまたは乳化凝集トナーのための顔料分散物の製造方法であつて、

(a) ラテックスとして分散させるべき樹脂であつて溶媒に溶解させたもの及び中和剤、または水に分散させようとする顔料及び水を1つ以上の材料として容器に加えることと、

(b) この容器に、粒径が5 nm ~ 50 μmの磁気粒子であつて、ポリマーシェル中に封入されたものを加えることと、

(c) この磁気粒子に、別の一定磁場によってバイアスされた変動磁場を加え、磁気粒子を移動させ、容器内で前記1つ以上の材料をナノスケールまたはマイクロスケールで混合することと、

(d) 望ましい粒径が得られるまで、前記容器内で、前記1つ以上の材料を混合することと、

(e) その後に、再使用するために磁気粒子を集めることとを含む、方法。

【請求項 2】

インクに使用する乳化凝集トナーの製造方法である、請求項1に記載の方法。

【請求項 3】

前記磁気粒子は、常磁性、強磁性、フェリ磁性または反強磁性の材料で構成される、請求項1に記載の方法。

【請求項 4】

5 ~ 80 体積% の前記磁性粒子を容器に加える、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 5】

前記一定磁場の強度と前記変動磁場の強度の合計が 5×10^{-2} テスラ ~ 5 テスラである、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 6】

前記変動磁場が 1 つ以上の電磁石を介して加えられる、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 7】

前記変動磁場が、環状に、上下に、左右に、または三角形の動きで磁気粒子を動かすように加えられる、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 8】

前記 1 つ以上の電磁石は、均一な角距離を有する環状のパターンになるように置かれている、請求項 6 に記載の方法。

【請求項 9】

前記変動磁場は、永久磁石を動かすことによって加えられる、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 10】

乳化凝集トナーのためのラテックスまたは乳化凝集トナーのための顔料分散物の製造方法であって、

(a) 粒径が $5 \text{ nm} \sim 50 \mu\text{m}$ の磁気粒子であって、ポリマーシェル中に封入されたものをあらかじめ容器に入れること、

(b) この容器に 1 つ以上の材料としてラテックスとして分散させるべき樹脂であって溶媒に溶解させたもの及び中和剤、または水に分散させようとする顔料及び水を加えること、

(c) この磁気粒子に、前記容器の外側の磁場源から、別の一定磁場によってバイアスされた変動磁場を加え、磁気粒子を移動させ、この容器の内で前記 1 つ以上の材料をナノスケールまたはマイクロスケールで混合すること、

(d) 望ましい粒径が得られるまで、前記容器中で、前記 1 つ以上の材料を混合すること、

(e) その後に、再使用するために磁気粒子を集めることを含む、方法。

【請求項 11】

前記磁気粒子は、常磁性、強磁性、フェリ磁性または反強磁性の材料で構成される、請求項 10 に記載の方法。

【請求項 12】

前記一定磁場の強度と前記変動磁場の強度の合計が 5×10^{-2} テスラ ~ 5 テスラである、請求項 10 に記載の方法。

【請求項 13】

前記変動磁場が、環状に、上下に、左右に、または三角形の動きで磁気粒子を動かすように加えられる、請求項 10 に記載の方法。

【請求項 14】

前記変動磁場は、永久磁石を動かすことによって加えられる、請求項 10 に記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

ここに開示する実施形態は、一般的に、磁気粒子と電磁場を用いて磁気による混合を発動し、混合を促進する方法およびシステムに関する。本実施形態を、例えば、トナー、インク、ワックス、顔料分散物、塗料、感光体材料などの調製を含む多くの異なる用途に使用してもよい。本実施形態を、マイクロスケールまたはナノスケールで、粒径が小さな粒子の調製を必要とする任意の用途に使用してもよい。

【背景技術】

【0002】

10

20

30

40

50

多くのバッチプロセスでは、混合工程は、このプロセスの全体的な性能を決定づける最も重要な工程の1つである。例えば、粒径が小さな粒子を製造する用途では、小スケールで粒子の均一な分布を達成することは、混合工程によって決定づけられる。この混合方法およびシステムは、混合ゾーン全体にわたり効率的に均一に混合されず、中央部の混合点で（例えば、インペラ先端が位置する場所で）のみ局所的に行われる。図1に示されるように、典型的な種類の機械的なインペラによる混合システム5が従来から用いられてきた。しかし、ここからわかるように、このようなシステムは、混合ゾーン全体にわたって効率よく均一に混合されないという問題があり、高い混合場10は、インペラ先端15の部分にのみ局在化する。インペラ15から距離が大きくなるにつれて、混合強度が落ちる。混合が効率的でないデッドスポットまたは浅い場所20は、シャフトの縁25に沿って分布している。改善しようとする試みから、機械的な混合によって全体的な均一性を簡単に取り扱うことができないことを示していた。その共鳴を避けるための機械システムを注意深く選択すると、さらに複雑性が増す。

【0003】

混合方法およびシステムの改良は、それ自身一連の問題をもつもと複雑な設定、例えば、部品の機械的なメンテナンスの増加を発生させることが多い。近年、効率の悪い混合を避けるために、音響混合が使用されてきた。図2に示されるように、音響混合システム30は、非接触手段を使用し、閉じた容器40内の約 $50\text{ }\mu\text{m}$ の微細なゾーン内でミクロン程度のスケールの混合35を与える。しかし、音波の発生は、設計されたプレート、偏心錘およびバネによって制御されるような機械的な共鳴にまだ依存している。典型的には、機械的な共鳴を発生させるための機構に対し、特殊な注意および保護が用いられ、小さな乱流が、このシステムに壊滅的なダメージを与えることがある。したがって、全体的な耐用寿命は、まだ、機械要素の有効寿命に限定される。したがって、このようなシステムは、機械のメンテナンスを必要とする。それに加え、音エネルギーも、音源から距離が離れると減衰する。

【0004】

したがって、上述のように使用する従来のシステムが直面する問題を克服する、新しい改良された混合方法および混合システムが必要である。

【発明の概要】

【課題を解決するための手段】

【0005】

いくつかの実施形態では、ナノスケールまたはマイクロスケールで1つ以上の材料を混合する方法が提供され、この方法は、(a)容器に1つ以上の材料を加えることと、(b)この容器に磁気粒子を加えることと、(c)この磁気粒子に変動磁場を加え、磁気粒子を移動させ、この容器内で1つ以上の材料を混合することと、(d)望ましい粒径が得られるまで、前記容器中で、前記1つ以上の材料を混合することと、(e)その後に、再使用するために磁気粒子を集めることとを含む。

【0006】

別の実施形態は、ナノスケールまたはマイクロスケールで1つ以上の材料を混合する方法を提供し、この方法は、(a)磁気粒子を容器にあらかじめ入れることと、(b)この容器に1つ以上の材料を加えることと、(c)この磁気粒子に変動磁場を加え、磁気粒子を移動させ、この容器内で1つ以上の材料を混合することと、(d)望ましい粒径が得られるまで、前記容器中で、前記1つ以上の材料を混合することとを含む。

【0007】

さらに別の実施形態では、ナノスケールまたはマイクロスケールで1つ以上の材料を混合するためのシステムが提供され、このシステムは、1つ以上の材料を保持するための容器と、1つ以上の材料を混合するための磁気粒子と、この容器中で、前記磁気粒子に周期的な変動磁場を加え、磁気粒子を移動させ、1つ以上の材料を混合するための磁場源と、その後に、再使用するために磁気粒子を集めるための収集部とを備える。

【図面の簡単な説明】

10

20

30

40

50

【0008】

【図1】図1は、従来の機械的なインペラによる混合システムの図である。

【図2】図2は、従来の音響混合システムの図である。

【図3】図3は、本実施形態の磁気によって発動する混合システムの図である。

【図4】図4は、本実施形態にしたがってラテックスエマルションを調製するための方法を示すフローチャートである。

【図5】図5は、本実施形態にしたがって顔料分散物を調製するための方法を示すフローチャートである。

【図6】図6は、従来の方法で作られた顔料分散物の粒径および粒度分布を示すグラフである。 10

【図7】図7は、本実施形態で作られた顔料分散物の粒径および粒度分布を示すグラフである。

【図8】図8は、従来の方法で作られた第1のEAトナーの粒径および粒度分布を示すグラフである。

【図9】図9は、本実施形態で作られた第1のEAトナーの粒径および粒度分布を示すグラフである。

【図10】図10は、従来の方法で作られた第2のEAトナーの粒径および粒度分布を示すグラフである。

【図11】図11は、本実施形態で作られた第2のEAトナーの粒径および粒度分布を示すグラフである。 20

【発明を実施するための形態】

【0009】

本実施形態は、磁気粒子と電磁場を用いて磁気による混合を発動し、混合を促進する方法およびシステムを提供する。いくつかの実施形態では、バッチプロセスで改良した混合のために、この方法およびシステムを使用する。図3に示されるように、溶液55中にに入った磁気粒子50を含み、磁気粒子50に加えられる磁場を周期的に変動させることによって、磁気粒子50を移動し、混合を発動する混合システム45が提供される。混合が必要なときに、磁気粒子を混合容器70にあらかじめ入れていてもよく、充填していてもよい。混合容器70の片方の側で、電磁石65を介して磁場を加える。混合システム45は、混合容器70全体で均一な強いマイクロメートル程度の混合ゾーンを達成する。その後に磁石を適用することによって、磁気粒子をうまく集め、再利用することができる。 30

【0010】

磁気粒子全体が常磁性、フェリ磁性、強磁性または反強磁性であるように、磁気粒子は、反磁性、常磁性、フェリ磁性、強磁性または反強磁性の材料で構成されていてもよい。いくつかの例示的な実施形態では、磁気粒子は、Fe、Fe₂O₃、Ni、CrO₂またはCrを含んでいてもよい。いくつかの実施形態では、磁気粒子は、非磁性コーティングを含んでいてもよい。他の実施形態では、磁気粒子は、さらに、シェル（例えば、いくつかの実施形態では、ポリスチレン、ポリ塩化ビニル、TEFLON（登録商標）、PMMなど、およびこれらの混合物を含むポリマーシェル）で包まれていてもよい。磁気粒子は、直径が約5nm～約50μm、または約10nm～約10μm、または約100nm～約5μmであってもよい。磁気粒子の粒径は、異なる用途またはプロセスに依存して選択することができる。また、いくつかの実施形態では、混合のために使用する磁気粒子の体積パーセントは、粒子を使用する異なる用途またはプロセスに依存して異なっていてもよい。例えば、約5%～約80%、または約10%～約50%、または約15%～約25%の磁気粒子を容器に加えてよい。磁場は、強度が約 5×10^{-2} テスラ～約5テスラ、または約0.1テスラ～約2テスラ、または約0.2テスラ～約1.5テスラであってもよい。いくつかの実施形態では、電磁石は、均一な角距離を有する環状のパターンになるように置かれている。いくつかの実施形態では、電磁石を用い、マイクロスケールまたはナノスケールの環状の運動で種々の（切り替え可能な）磁場を加える。さらに、磁場を上下に、または左右に、または三角形の動きで加えてよい。具体的な実施形態では、永 40

久磁石を動かすことによって変動磁場を加える。いくつかの実施形態では、別の一定磁場によって変動磁場を偏らせる。この柔軟性のあるシステム設定は、混合容器の形状によって限定されない。

【0011】

本実施形態は、マイクロスケールで溶液全体にわたって磁気粒子を無秩序または無作為に動かすことができる。この種の無作為な運動は、乱流を生じ、最適な粒径低下を達成するためには混合される材料の粉碎であっても、高剪断混合を促進するのに役立つ。それぞれの磁気粒子は、個々の混合場ゾーンまたは粉碎ゾーンを与え、累積的な効果を達成する大きな混合をともに生じる。この混合は効果的であり、均一な磁場分布のため、全体的な混合ゾーンにわたって均一である。マイクロサイズの磁気粒子を使用する場合、微細な磁気と溶液との間の表面積が大きいため、局所的な拡散が増すことに起因して微細な混合および微細な粉碎によって、均一な全体的な混合を与える。したがって、このような本実施形態は、ナノスケールからマイクロスケールまでの小さな粒子を与え、均一な分布を与える。さらに、本実施形態は、さらされる磁場が大きい場合に、もっと粘度が高い混合という可能性も与える（例えば、25°での粘度が約0.1 cP～約100,000 cP）。

10

【0012】

本方法およびシステムの別の利点は、機械要素を含まず、そのため、メンテナンスが必要であり、システムの費用を顕著に下げるという事実である。本実施形態は、音もない。

【0013】

本実施形態は、インクのための乳化凝集（EA）トナーおよび顔料およびラテックスの分散物を製造するときの使用を目的とする。

20

【0014】

（乳化凝集（EA）トナーのためのラテックス）

樹脂ラテックスは、EAトナーの重要な成分であり、転相乳化（PIE）のような溶媒を含有するバッチプロセスによって調製される。標準的なバッチPIEでは、連続的な攪拌が重要であり、高い混合効率を有することが好ましい。現時点では、IKA Works, Inc.（ウィルミントン、ノースキャロライナ）製のインペラアジテーターのような機械的な混合設定が一般的に用いられる。しかし、上述のように、典型的な種類の機械的なインペラによる混合システムは、混合ゾーン全体にわたって効率よく均一に混合されないという問題があり、混合が効率的でないデッドスポットまたは浅い場所が、シャフトの縁および壁に沿って分布する。Resodyn Corp.（ビュート、モンタナ）製のシステムを用いる音響混合は、EAトナーを調製するためのもっと広範囲に好ましい手段である。しかし、これも上に記載されるように、このようなシステムは、全体的な耐用寿命が機械要素の有効寿命に限定されるといったシステム自体の欠点を有する。

30

【0015】

本実施形態は、上の欠点をもたない、EAトナーを調製する手段を提供する。このような実施形態では、反応容器全体にわたって均一にマイクロ程度またはナノ程度の磁気粒子の不規則な運動を発動するために環状の磁場を用い、必要な粒径を有する樹脂ラテックスを調製する。これらの実施形態では、まず、磁気粒子を、溶媒を含む樹脂溶液に分散させ、局在化が優れたミクロン程度/ミクロン未満の混合ゾーンを作成することができる（磁気粒子の粒径に依存して）。このような特徴によって、均一性を与え、混合速度の上昇を促進する。

40

【0016】

いくつかの実施形態では、図4に示すように、磁気によって発動する混合を用いてEAトナーを調製する方法（105）が提供される。樹脂（溶媒に溶解）および中和剤の混合物を反応容器に入れる（110）。さらに、任意要素の界面活性剤を加えてもよい。いくつかの実施形態では、溶媒は、ケトン、アルコール、エステル、エーテル、ニトリル、スルホン、スルホキシド、ホスホラミド、ベンゼン、ベンゼン誘導体、アミン、およびこれらの混合物からなる群から選択される。いくつかの実施形態では、樹脂は、ポリエステル、ポリアクリレート、ポリオレフィン、ポリスチレン、ポリカーボネート、ポリアミド、

50

ポリイミド、およびこれらの混合物からなる群から選択される。いくつかの実施形態では、中和剤は、水酸化アンモニウム、炭酸ナトリウム、水酸化カリウム、水酸化ナトリウム、炭酸水素ナトリウム、水酸化リチウム、炭酸カリウム、トリエチルアミン、トリエタノールアミン、ピリジン、ピリジン誘導体、ジフェニルアミン、ジフェニルアミン誘導体、ポリ(エチレンアミン)、ポリ(エチレンアミン)誘導体、アミン塩基、ピペラジン、およびこれらの混合物からなる群から選択される。いくつかの実施形態では、樹脂／中和剤混合物は、約25%～約500%、または約50%～約150%、または約70%～約90%の重量比で樹脂と中和剤とを含む。いくつかの実施形態では、ラテックスまたはエマルション中の中和比は、25%～500%である。いくつかの実施形態では、界面活性剤は、イオン系界面活性剤、非イオン系界面活性剤、およびこれらの混合物から選択される。

10

【0017】

反応容器は、容器にすでに入れられた磁気粒子を含んでいてもよく、または、樹脂／中和剤混合物の後で、磁気粒子を反応容器に入れてもよい(115)。樹脂／中和剤混合物および磁気粒子に磁場を加える(120)。この工程で水を加えてよい。次いで、磁場を加えることによって磁気粒子を連続的に混合することによって、望ましい粒径を有するラテックスを達成する(125)。次いで再使用のために磁気粒子を集め(130)。いくつかの実施形態では、ラテックスまたはエマルションは、粒径が約5nm～約1,000nmの单一分布を有する。

20

【0018】

(顔料分散物)

EAトナーの調製に、顔料分散物を使用することが多い。EAトナー自身を調製するための上述の同じ理由のため、顔料分散物を調製するために用いられる従来の粉碎方法には、多くの欠点がある。それに加え、従来の粉碎方法を使用すると、顔料分散物を調製するのに長い時間を消費し、時間は4時間を超えることが多い。

【0019】

本実施形態は、ナノスケールまたはマイクロスケールで、混合能力および粉碎能力によって与えられるように、顔料分散物を調製するために磁気粒子の磁気によって発動する不規則な動きを用いることを提供する。これらの実施形態は、環状の磁場を加え、磁気粒子を不規則に移動させ、容器全体にわたってナノスケールまたはマイクロスケールで一定の剪断を与えるため、非常に短い時間間隔(例えば、分)内で材料の均一な分散物を与える。変動磁場での磁気粒子は、正面衝突を増やすことによって顔料粒子にも影響を与える。

30

【0020】

いくつかの実施形態では、図5に示すように、磁気によって発動する混合を用いて顔料分散物を調製するための方法(135)が提供される。容器中、溶媒(例えば水)、有機溶媒またはこれらの混合物の中に乾燥顔料を入れる(140)。いくつかの実施形態では、顔料は、ブルー顔料、ブラック顔料、シアン顔料、ブラウン顔料、グリーン顔料、ホワイト顔料、バイオレット顔料、マゼンタ顔料、レッド顔料、オレンジ顔料、イエロー顔料、およびこれらの混合物からなる群から選択される。一実施形態では、顔料は、カーボンブラックである。いくつかの実施形態では、顔料／水混合物は、約5%～約80%、または約10%～約50%、または約15%～約20%の重量比で顔料と水とを含む。

40

【0021】

容器は、容器にすでに入れられた磁気粒子を含んでいてもよく、または、顔料／水混合物の後で、磁気粒子を容器に入れてもよい(145)。次いで、容器中で、顔料／水混合物に界面活性剤を加えてよい(150)。いくつかの実施形態では、界面活性剤は、水溶性ポリマーおよび水溶性界面活性剤であってよい。いくつかの実施形態では、界面活性剤を、容器中の混合物の合計重量の1%～約30%、または約3%～約15%、または約5%～約12重量%の量で加える。容器中で、磁場を発生させ、混合物および磁気粒子に磁場を加える(155)。次いで、望ましい粒径を有する顔料分散物は、磁場を加えることによって、磁気粒子の連続的な不規則な運動によって達成される。顔料粒子の粒径低

50

下(160)を達成する。混合の持続時間および速度は、望ましい顔料の粒径によって変わるだろう。次いで、再使用のために磁気粒子を集めることができる(165)。

【実施例】

【0022】

(実施例1)

実験的評価のために、永久磁石を手動で上下に移動させ、環状の磁場を与えた。環状の周期が約1Hzであり、合計で約50サイクルを使用した。場合により、自動化による設定を行うことができた。永久磁石を上部に配置し、一定の磁場強度を与えた。電流により動く電磁石を底部に配置し、電流を調整することによって変動磁場を与えた。微細な磁気粒子(Royalink Industries Corp. 製のカルボニル鉄粉末、平均粒径が約4~5μm)を溶液にあらかじめ入れておいた。電流源からの非常に低い電流を電磁石に加えたとき、永久磁石は、すべての粒子を上部に引き寄せるのに主要な役割をはたす。電流を大きくすると、両方の磁石による全体的な磁場が、粒子を底部へと動かし始めるだろう。

【0023】

(実施例2(顔料分散物の調製))

永久磁石を用いた上述の設定を用い、本実施形態によって調製した顔料分散物を評価した。比較サンプル(コントロール)と、本発明のサンプルを調製し、評価した。粒子を移動するために用いられる切り替え周波数は約1Hzであった。約50サイクル(例えば、約1分)の混合の後、顔料サンプルを分析のために送った。

【0024】

(比較例)

顔料粒子の元々の粒径および粒度分布を示すために、この比較例をコントロールとして行った。15m1バイアルに、0.5gのカーボンブラック顔料粉末REGAL 330(REGALは登録商標)、5gの脱イオン水(DIW)、0.24g(18.75wt%)のテイカ株式会社製テイカパワー(登録商標)の水溶液を加えた。次いで、このバイアルを保持し、約2分間振り混ぜた(この段階で、ある程度の粉碎/混合が与えられた)。顔料の粒径を測定し、図6に示されるように、約133nmに小さな値のピークと、約417nmに大きな値のピークを有していた。

【0025】

(本発明の実施例)

この実施例を、本実施形態の磁気によって発動する粉碎を用いて調製した。15m1バイアルに、0.5gのカーボンブラック顔料粉末REGAL 330(REGALは登録商標)、5gのDIW、0.24g(18.75wt%)のテイカパワーの水溶液を加えた。その後、0.52gの微細な磁気粒子(Royalink Industries Corp. 製のカルボニル鉄粉末、平均粒径が約4~5μm)を入れた。この実施例では、永久磁石を手動で上下に移動させ、環状の磁場を与えた。環状の周期が約1Hzであり、合計で約50サイクルを使用した。最後に、サンプルを分析のために送る前に、磁石によって微細な磁気粒子を引き寄せ、集めた。顔料の粒径を図7に示すように測定した。

【0026】

図6および図7から理解することができるよう、本実施形態では、粒径の低下および均一性の両方が顕著に向上した。さらに具体的には、これらの図は、磁気によって発動するプロセス1分以内に、顔料粒子が二峰性分布を示し、顔料粒子の約24%は、平均粒径が約417nmであり、磁気による混合/粉碎の間、顔料粒子は、143.7nmより大きく、150nmまでの平均粒径で単一に分散される。

【0027】

(実施例3(ラテックスエマルションの調製))

(比較例1)

従来の転相乳化(PIE)を用いて調製したようなラテックスエマルションの元々の粒径および粒度分布を示すために、この比較例をコントロールとして行った。

10

20

30

40

50

【0028】

10 g のアモルファスポリエステル樹脂 1 (Mw = 44120、開始 Tg = 56.8) を、室温で攪拌しつつ、20 g のメチルエチルケトンおよび 2 g のイソプロピルアルコール溶媒混合物に溶解した。この混合物 3.24 g を 10 ml ガラスバイアルに移した。次いで、10 wt % の NH₃ · H₂O 溶液 0.025 グラムを加え、樹脂を中和した。次いで、この混合物を手で振ることによって混合した。この混合物に、手で振りつつ、一定間隔で D I W 約 3.2 グラムを滴下した。平均粒径は、図 8 に示すように約 129 nm である。

【0029】

(本発明の実施例 1) 10

本実施形態の磁気によって発動する混合を用い、この実施例を調製した。10 g のアモルファスポリエステル樹脂 1 (Mw = 44120、開始 Tg = 56.8) を、室温で攪拌しつつ、20 g のメチルエチルケトンおよび 2 g のイソプロピルアルコール溶媒混合物に溶解した。この混合物 1.62 g を、0.5 g の微細な磁気粒子 (Royalink Industries Corp. 製のカルボニル鉄粉末、平均粒径が約 4 ~ 5 μm) とともに 10 ml ガラスバイアルに移した。次いで、10 wt % の NH₃ · H₂O 溶液 0.017 グラムを加え、樹脂を中和した。次いで、この混合物に、1.5 テスラの永久磁石をバイアルの隣に約 1 分間置くことによって、磁気粒子によって混合した。この混合物に、磁気粒子で混合しつつ、一定間隔で D I W 約 1.5 グラムを滴下した。平均粒径は、図 9 に示すように約 125 nm である。 20

【0030】

(比較例 2)

従来の P I E を用いて調製したラテックスエマルションの元々の粒径および粒度分布を示すために、この比較例もコントロールとして行った。

【0031】

250 ml のプラスチック瓶に、60 グラムの生物由来のアモルファスポリエステル樹脂 2 (Mw = 83460、開始 Tg = 58.7) 、60 グラムのメチルエチルケトン、6 グラムのイソプロピルアルコールを加えた。この瓶に蓋をし、攪拌した水浴中、60 で一晩加熱し、樹脂を溶解させた。室温まで冷却した後、次いで、この混合物に、5.29 グラムの 10 wt % NH₃ · H₂O 溶液 (以下の式によって計算 : 中和速度 × グラム単位での樹脂の量 × 酸価 × 0.303 × 10⁻²) を滴下し、樹脂を中和した。NH₃ · H₂O および樹脂溶液を約 1 分間振り混ぜ、この混合物に、振りつつ、一定間隔で D I W 約 60 グラムを滴下した。平均粒径は、図 10 に示すように約 163 nm である。 30

【0032】

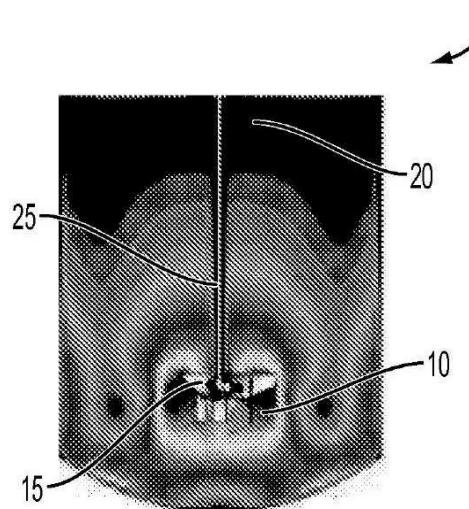
(本発明の実施例 2)

この実施例も、本実施形態の磁気によって発動する混合を用いて調製した。

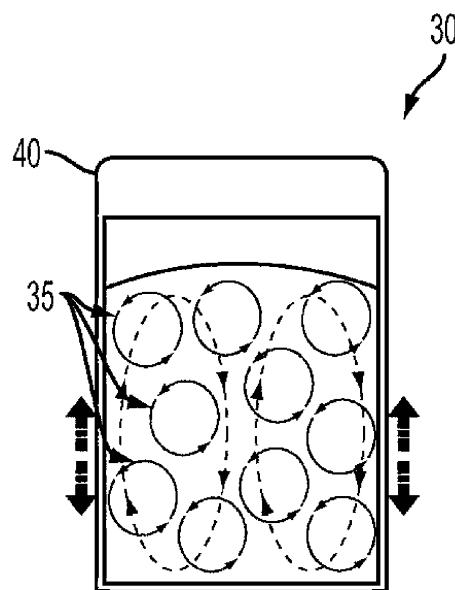
【0033】

250 ml のプラスチック瓶に、60 グラムの生物由来のアモルファスポリエステル樹脂 2 (Mw = 83460、開始 Tg = 58.7) 、60 グラムのメチルエチルケトン、6 グラムのイソプロピルアルコールを加えた。この瓶に蓋をし、攪拌した水浴中、60 で一晩加熱し、樹脂を溶解させた。室温まで冷却した後、この混合物 2.1 g を、0.5 g の微細な磁気粒子 (Royalink Industries Corp. 製のカルボニル鉄粉末、平均粒径が約 4 ~ 5 μm) とともに 10 ml のガラスバイアルに移した。この混合物に 0.09 グラムの 10 wt % NH₃ · H₂O 溶液を滴下し、樹脂を中和した。次いで、この混合物に、固定した永久磁石をバイアルの隣に約 1 分間置くことによって、樹脂粒子によって混合した。磁気粒子とともに混合しつつ、この混合物に、一定間隔で D I W 約 2 グラムを滴下した。その後、粒径と粒径分布を分析した。平均粒径は、図 11 に示すように約 209 nm である。 40

【図 1】

図 1
従来技術

【図 2】

図 2
従来技術

【図 3】

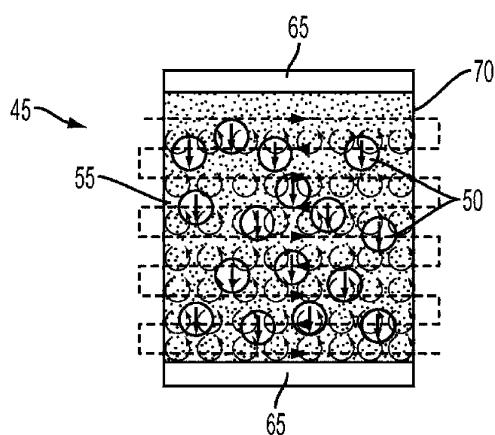


図 3

【図 4】

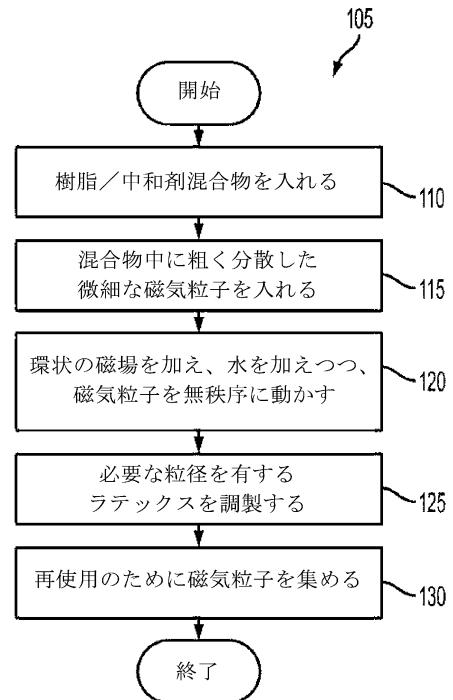


図 4

【図 5】

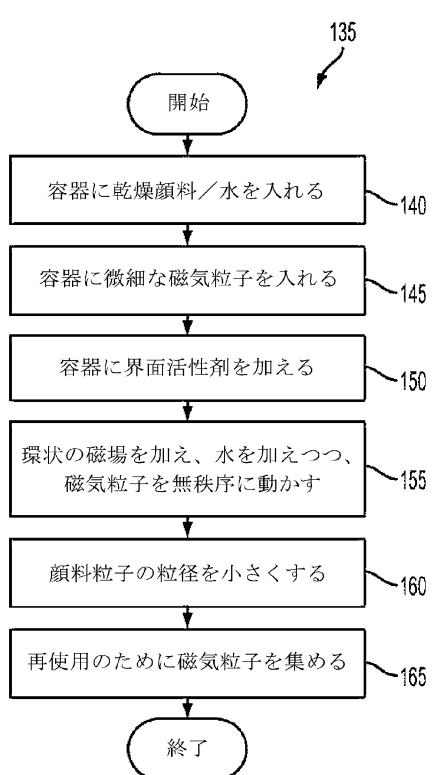


図 5

【図 6】

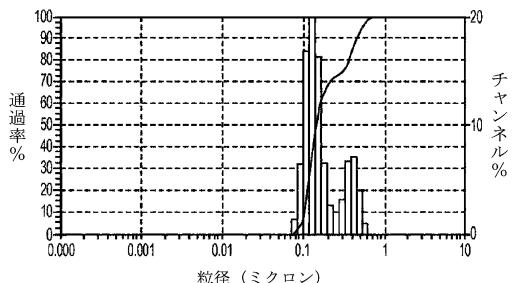


図 6

【図 7】

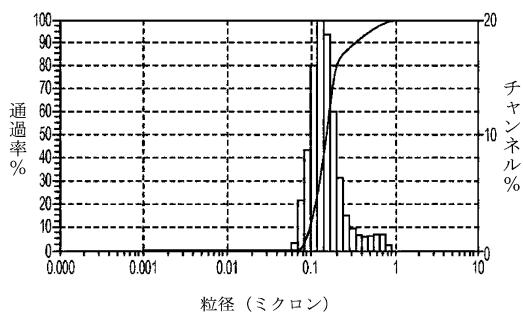


図 7

【図 8】

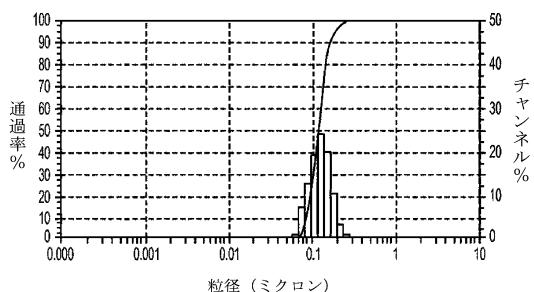


図 8

【図 10】

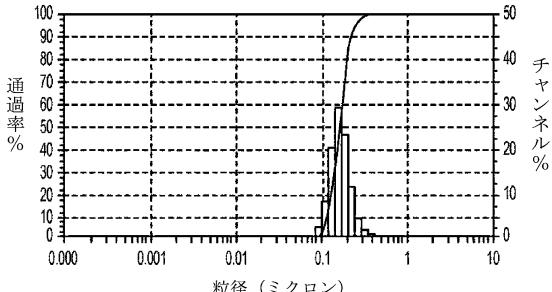


図 10

【図 9】

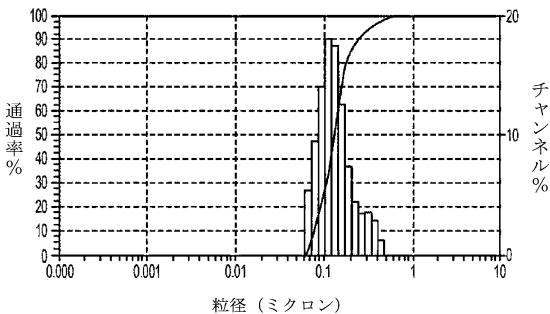


図 9

【図 11】

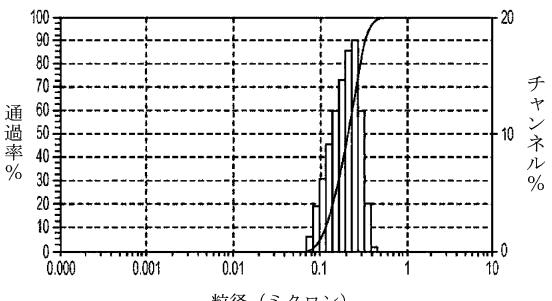


図 11

フロントページの続き

			F I		
<i>B 0 3 C</i>	1/00	(2006.01)	<i>B 0 1 F</i>	3/08	A
<i>B 0 3 C</i>	1/28	(2006.01)	<i>B 0 3 C</i>	1/00	A
<i>C 0 9 D</i>	17/00	(2006.01)	<i>B 0 3 C</i>	1/00	B
<i>C 0 9 D</i>	11/023	(2014.01)	<i>B 0 3 C</i>	1/28	
<i>B 0 2 C</i>	17/16	(2006.01)	<i>C 0 9 D</i>	17/00	
<i>B 0 2 C</i>	17/20	(2006.01)	<i>C 0 9 D</i>	11/023	
<i>B 0 2 C</i>	17/24	(2006.01)	<i>B 0 2 C</i>	17/16	Z
			<i>B 0 2 C</i>	17/20	
			<i>B 0 2 C</i>	17/24	

(72)発明者 ユー・リウ

カナダ国 オンタリオ州 エル5エル 0ジー8 バーリントン アッパー・ミドル・ロード 5
317 アパートメント212

(72)発明者 フランク・ピン-ヘイ・リー

カナダ国 オンタリオ州 エル6エイチ 4ケイ4 オークビル マンズ・アベニュー 2128

(72)発明者 ケ・チョウ

カナダ国 オンタリオ州 エル6エイチ 0シー6 オークビル テイラーウッド・ドライブ 2
394

(72)発明者 ユーリン・ワン

カナダ国 オンタリオ州 エル6エム 3シー2 オークビル ヘリテージ・ウェイ 1409

審査官 小久保 勝伊

(56)参考文献 特開昭48-066641(JP, A)

米国特許第04310253(US, A)

特開2012-057155(JP, A)

特開2006-036857(JP, A)

特開2010-005540(JP, A)

特開2006-341242(JP, A)

特開2008-150596(JP, A)

特公昭48-020065(JP, B1)

米国特許第03219318(US, A)

特開平05-293401(JP, A)

特開2003-248008(JP, A)

特開昭62-241539(JP, A)

特公昭39-015951(JP, B1)

特開2007-111654(JP, A)

特開昭50-67807(JP, A)

特公昭45-37720(JP, B1)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

B 0 1 F 3 /, 13 /*B 0 1 J* 19 /*B 0 2 C* 17 /*B 0 3 C* 1 /*C 0 9 D* 7 /, 11 /, 17 /*G 0 3 G* 9 /