

【公報種別】特許法第 17 条の 2 の規定による補正の掲載

【部門区分】第 3 部門第 3 区分

【発行日】平成30年8月16日(2018.8.16)

【公開番号】特開2017-14384(P2017-14384A)

【公開日】平成29年1月19日(2017.1.19)

【年通号数】公開・登録公報2017-003

【出願番号】特願2015-132166(P2015-132166)

【国際特許分類】

C 0 8 J 3/16 (2006.01)

G 0 3 G 9/087 (2006.01)

【F I】

C 0 8 J 3/16 C F D

G 0 3 G 9/08 3 2 1

G 0 3 G 9/08 3 3 1

【手続補正書】

【提出日】平成30年6月29日(2018.6.29)

【手続補正 1】

【補正対象書類名】特許請求の範囲

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

樹脂粒子を製造する方法であって、

該製造方法が、樹脂 R と溶剤 S と分散剤 D 1 と分散剤 D 2 を含む混合物 M に、疎水性溶剤 X を添加して、該樹脂粒子を形成する工程を有し、

該樹脂 R は、該溶剤 S に可溶であり、且つ、該疎水性溶剤 X に不溶であり、

該溶剤 S は、該疎水性溶剤 X よりも親水性が高く、

該分散剤 D 2 は、個数平均粒径が 10 nm 以上 500 nm 以下の粒子であり、

該分散剤 D 1 及び該分散剤 D 2 は、ケイ素原子を含み、

該分散剤 D 1 に含まれるケイ素原子の質量分率を W 1 とし、該分散剤 D 2 に含まれるケイ素原子の質量分率を W 2 としたとき、該 W 1 及び該 W 2 が、下記式 (1) で示される関係を満たす

$$W 1 < W 2 \quad (1)$$

ことを特徴とする樹脂粒子の製造方法。

【請求項 2】

前記樹脂粒子を形成する工程は、

前記混合物 M に前記疎水性溶剤 X を添加して、前記樹脂 R、前記溶剤 S 及び前記疎水性溶剤 X を含む分散相 A と前記溶剤 S 及び前記疎水性溶剤 X を含む連続相 B からなる懸濁液 C を形成する工程、及び

該懸濁液 C にさらに疎水性溶剤 X を添加して、該分散相 A から前記溶剤 S を除去する工程からなる請求項 1 に記載の樹脂粒子の製造方法。

【請求項 3】

前記分散相 A に含まれる前記疎水性溶剤 X の体積分率 V 1 と、前記連続相 B に含まれる前記疎水性溶剤 X の体積分率 V 2 が、下記式

$$V 1 < V 2$$

の関係を満たす請求項 2 に記載の樹脂粒子の製造方法。

【請求項 4】

樹脂粒子を製造する方法であって、
該製造方法が、

樹脂 R と溶剤 S と分散剤 D 1 を含む混合物 M に、疎水性溶剤 X を添加する第一の工程、分散剤 D 2 を添加する第二の工程、及び

疎水性溶剤 X をさらに添加して該樹脂粒子を形成する第三の工程
を有し、

該樹脂 R は、該溶剤 S に可溶であり、且つ、該疎水性溶剤 X に不溶であり、

該溶剤 S は、該疎水性溶剤 X よりも親水性が高く、

該分散剤 D 2 は、個数平均粒径が 10 nm 以上 500 nm 以下の粒子であり、

該分散剤 D 1 及び該分散剤 D 2 は、ケイ素原子を含み、

該分散剤 D 1 に含まれるケイ素原子の質量分率を W 1 とし、該分散剤 D 2 に含まれるケイ素原子の質量分率を W 2 としたとき、該 W 1 及び該 W 2 が、下記式 (1) で示される関係を満たす

$$W 1 < W 2 \quad (1)$$

ことを特徴とする樹脂粒子の製造方法。

【請求項 5】

前記第一の工程は、前記樹脂 R、前記溶剤 S 及び前記疎水性溶剤 X を含む分散相 A と、前記溶剤 S 及び前記疎水性溶剤 X を含む連続相 B からなる懸濁液 C を形成する工程である請求項 4 に記載の樹脂粒子の製造方法。

【請求項 6】

前記分散相 A に含まれる前記疎水性溶剤 X の体積分率 V 1 と、前記連続相 B に含まれる前記疎水性溶剤 X の体積分率 V 2 が、下記式

$$V 1 < V 2$$

の関係を満たす請求項 5 に記載の樹脂粒子の製造方法。

【請求項 7】

前記 W 1 及び前記 W 2 が、下記式 (2) の関係を満たす請求項 1 ～ 6 のいずれか 1 項に記載の樹脂粒子の製造方法。

$$1. \quad 1 \leq W 2 / W 1 \quad (2)$$

【請求項 8】

前記 W 1 が 7 質量 % 以下であり、前記 W 2 が 7.5 質量 % 以上である請求項 1 ～ 7 のいずれか 1 項に記載の樹脂粒子の製造方法。

【請求項 9】

前記分散剤 D 1 は、個数平均粒径が 10 nm 以上 500 nm 以下の粒子である請求項 1 ～ 8 のいずれか 1 項に記載の樹脂粒子の製造方法。

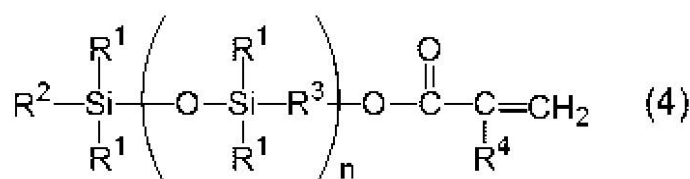
【請求項 10】

前記分散剤 D 1 及び前記分散剤 D 2 に含まれるケイ素原子は、シロキサン構造に由来するものである請求項 1 ～ 9 のいずれか 1 項に記載の樹脂粒子の製造方法。

【請求項 11】

前記分散剤 D 1 及び前記分散剤 D 2 は、下記式 (4) で示されるシロキサン構造を有するモノマーに由来する部位を有する請求項 10 に記載の樹脂粒子の製造方法。

【化 1】



(式 (4) 中、R¹、R² はアルキル基であり、R³ はアルキレン基である。R⁴ は水素原子またはメチル基である。n は重合度を示し、2 以上の整数である。)

【請求項 1 2】

前記分散剤 D 1 及び前記分散剤 D 2 は、ポリエステル部位を有する請求項 1 ～ 1 1 のいずれか 1 項に記載の樹脂粒子の製造方法。

【請求項 1 3】

前記樹脂 R は、ポリエステル部位を有する請求項 1 ～ 1 2 のいずれか 1 項に記載の樹脂粒子の製造方法。

【請求項 1 4】

前記分散剤 D 1 及び前記分散剤 D 2 の合計添加量は、前記樹脂 R に対して 5 質量%以上である請求項 1 ～ 1 3 のいずれか 1 項に記載の樹脂粒子の製造方法。

【請求項 1 5】

前記疎水性溶剤 X は、超臨界状態若しくは液体状態の二酸化炭素、ヘキサン及びヘキサデカンの少なくとも 1 つである請求項 1 ～ 1 4 のいずれか 1 項に記載の樹脂粒子の製造方法。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0008

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0008】

本発明は、樹脂粒子を製造する方法であって、

該製造方法が、樹脂 R と溶剤 S と分散剤 D 1 と分散剤 D 2 を含む混合物 M に、疎水性溶剤 X を添加して該樹脂粒子を形成する工程を有し、

該樹脂 R は、該溶剤 S に可溶であり、且つ、該疎水性溶剤 X に不溶であり、

該溶剤 S は、該疎水性溶剤 X よりも親水性が高く、

該分散剤 D 2 は、個数平均粒径が 10 nm 以上 500 nm 以下の粒子であり、

該分散剤 D 1 及び該分散剤 D 2 は、ケイ素原子を含み、

該分散剤 D 1 に含まれるケイ素原子の質量分率を W 1 とし、該分散剤 D 2 に含まれるケイ素原子の質量分率を W 2 としたとき、該 W 1 及び該 W 2 が、下記式 (1) で示される関係を満たす

$$W 1 < W 2 \quad (1)$$

ことを特徴とする樹脂粒子の製造方法に関する。

【手続補正 3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0009

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0009】

また、本発明は、樹脂粒子を製造する方法であって、

該製造方法が、

樹脂 R と溶剤 S と分散剤 D 1 を含む混合物 M に、疎水性溶剤 X を添加する第一の工程、分散剤 D 2 を添加する第二の工程、及び

疎水性溶剤 X をさらに添加して該樹脂粒子を形成する第三の工程を有し、

該樹脂 R は、該溶剤 S に可溶であり、且つ、該疎水性溶剤 X に不溶であり、

該溶剤 S は、該疎水性溶剤 X よりも親水性が高く、

該分散剤 D 2 は、個数平均粒径が 10 nm 以上 500 nm 以下の粒子であり、

該分散剤 D 1 及び該分散剤 D 2 は、ケイ素原子を含み、

該分散剤 D 1 に含まれるケイ素原子の質量分率を W 1 とし、該分散剤 D 2 に含まれるケイ素原子の質量分率を W 2 としたとき、該 W 1 及び該 W 2 が、下記式 (1) で示される関係を満たす

$$W1 < W2 \quad (1)$$

ことを特徴とする樹脂粒子の製造方法に関する。

【手続補正4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0015

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0015】

本発明においては、上記2つのいずれの方法においても、次の特徴を有する。まず、樹脂Rは溶剤Sに可溶であり、且つ、疎水性溶剤Xに不溶であり、溶剤Sは疎水性溶剤Xよりも親水性が高い。そして、分散剤D1及び分散剤D2は、ケイ素原子を含み、該分散剤D1に含まれるケイ素原子の質量分率をW1とし、該分散剤D2に含まれるケイ素原子の質量分率をW2としたとき、該W1及び該W2が、下記式(1)で示される関係を満たす。

$$W1 < W2 \quad (1)$$

【手続補正5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0018

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0018】

本発明の樹脂粒子の製造方法においても、樹脂R及び溶剤Sを含む混合物Mに疎水性溶剤Xを添加することで、溶剤Sと疎水性溶剤Xの組成比は疎水性溶剤Xの添加量に伴って連続的に変化する。具体的には、疎水性溶剤Xの添加量が少ない時は溶剤Sの比率が比較的高く、疎水性溶剤X添加量が増えると溶剤Sの比率が低くなる。本発明では、溶剤Sは疎水性溶剤Xよりも親水性度が高いことから、この組成変化は連続相が比較的親水性度の高い状態から疎水性度の高い状態へと変化することを意味する。例えば、疎水性溶剤Xの添加量が少ない状態で分散安定性を発現するためには、分散剤中のケイ素原子量は比較的小さいことが好ましいが、疎水性溶剤Xの添加量が多い状態で分散安定性を発現するためには、分散剤中のケイ素原子量が多いことが好ましい。そこで、本発明では、上記特徴を有する2種類の分散剤（分散剤D1及び分散剤D2）を用いることで、次のように分散安定性を発揮させている。疎水性溶剤Xの添加量が少ない状態ではケイ素原子量が少ない分散剤D1による分散性を発揮し、疎水性溶剤Xの添加量が多い状態ではケイ素原子量が多い分散剤D2による分散性を発揮している。これにより、樹脂粒子同士の二次凝集を抑制でき、単分散性が良好になると推測している。

【手続補正6】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0038

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0038】

〈分散剤D1及び分散剤D2〉

分散剤は析出した樹脂粒子及び、分散相への親和性と、連続相への親和性を両立することで分散安定性を発現する。表面が分散剤D1及び分散剤D2で覆われた樹脂R及び溶剤Sを含む液滴（分散質滴）を形成することで、上記の分散相が得られている。分散相には樹脂Rが含まれていることから、分散剤には樹脂R親和性成分が含まれていることが好ましい。樹脂Rがポリエステルである場合は、分散剤D1及び分散剤D2にポリエステル部位を有すると、析出した樹脂粒子及び分散相への親和性が高くなるので、より好ましい。また、連続相には疎水性溶剤Xが含有されていることから、分散剤には疎水性溶剤親和性成分が含有させる。疎水性溶剤親和材料として、分散剤D1及び分散剤D2はケイ素原子を

含む。

【手続補正 7】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0039

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0039】

また、分散剤 D 1 及び分散剤 D 2 に含まれるケイ素原子は、シロキサン構造に由来するものであることが好ましい。さらに、分散剤 D 1 及び分散剤 D 2 は、下記式 (4) で示されるシロキサン構造を有するモノマーに由来する部位を有することが好ましい。

【手続補正 8】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0042

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0042】

本発明の樹脂粒子の製造方法では、連続相は溶剤 S と疎水性溶剤 X を含有しているが、その組成比は疎水性溶剤 X の添加量に伴って連続的に変化する。そこで、比較的連続相の親水性度の高い、疎水性溶剤 X 添加量が少ない状態で分散安定性を発現するためには、分散剤中のケイ素原子量は比較的少ないことが好ましい。一方で、比較的連続相の疎水性度が高い、疎水性溶剤 X 添加量が多い状態で分散安定性を発現するためには、分散剤中のケイ素原子量が多いことが好ましい。そこで、本発明では、上述の通り、上記式 (1) を満たす分散剤 D 1 及び分散剤 D 2 を用いる。

【手続補正 9】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0044

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0044】

具体的には、W 1 は 7 質量%以下であることが好ましい。7 質量%以下であれば、連続相の親水性が比較的高い状態で、分散剤 D 1 の分散安定性が十分に機能させることができる。また、W 2 は 7.5 質量%以上であることが好ましい。7.5 質量%以上であれば、連続相の疎水性が比較的高い状態で、分散剤 D 2 の分散安定性が十分に機能させることができる。また、分散剤 D 1 及び分散剤 D 2 に加えて、さらにケイ素原子の質量分率の異なる分散剤を用い、3 種類以上の分散剤を用いてもよい。

【手続補正 10】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0045

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0045】

分散剤 D 1 及び分散剤 D 2 は、上述した式 (4) で示されるシロキサン構造を有するモノマーの添加量を調製することにより、分散剤 D 1 及び分散剤 D 2 に含まれるケイ素原子量を制御することができる。

【手続補正 11】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0063

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0063】

＜分散剤中ケイ素原子の質量分率＞

分散剤 D 1 及び D 2 のケイ素原子は蛍光 X 線分析（XRF）により測定する。分散剤 D 1 及び D 2 をペレット状に固化する。次いで、波長分散型蛍光 X 線分析装置 A x i o s advanced（P A N a l y t i c a l 社製）を用いて H e 雰囲気下、F P 法にて発生する特性 X 線をエネルギーで分光することで分散剤 D 1 及び D 2 に含まれる元素の原子比を測定する。この測定結果を、重量比に換算することでケイ素原子の質量分率を算出する。

【手続補正 1 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 0 8 8

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0 0 8 8】

【表 1】

表 1

	分散剤作製法	X	Y	粒径	ケイ素原子の 質量分率
分散剤 (a)	粉砕法	0	6	250nm	0
分散剤 (b)	粉砕法	2	4	250nm	6.3
分散剤 (c)	粉砕法	2.5	3.5	250nm	7.9
分散剤 (d)	粉砕法	3	3	250nm	9.5
分散剤 (e)	粉砕法	3.5	2.5	250nm	11.1
分散剤 (f)	ミニエマルション法	2	4	100nm	6.3
分散剤 (g)	ミニエマルション法	3	3	100nm	9.5
分散剤 (h)	ラジカル重合法	2	4		6.3
分散剤 (i)	ラジカル重合法	3	3		9.5

【手続補正 1 3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 1 0 4

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0 1 0 4】

【表 2】

表2

実施例	樹脂粒子 製造例	疎水性 溶剤X	溶剤S	分散剤D1		分散剤D2		樹脂粒子 製造評価
				分散剤種	ケイ素原子 の質量 分率	分散剤種	ケイ素原子 の質量 分率	
1	1 (パターンA)	CO2	アセトン	分散剤 (b)	6.3	分散剤 (e)	11.1	A
2	2 (パターンB)	CO2	アセトン	分散剤 (b)	6.3	分散剤 (e)	11.1	A
3	3 (パターンB)	CO2	アセトン	分散剤 (b)	6.3	分散剤 (d)	9.5	A
4	4 (パターンB)	CO2	アセトン	分散剤 (b)	6.3	分散剤 (c)	7.9	B
5	5 (パターンB)	CO2	アセトン	分散剤 (h)	6.3	分散剤 (e)	11.1	B
6	6 (パターンB)	CO2	アセトン	分散剤 (b)	6.3	分散剤 (g)	9.5	A
7	7 (パターンB)	CO2	アセトン	分散剤 (f)	6.3	分散剤 (g)	9.5	A
8	8 (パターンB)	CO2	フェニルエタノール	分散剤 (b)	6.3	分散剤 (e)	11.1	A
9	9 (パターンB)	CO2	フェニルエタノール	分散剤 (b)	6.3	分散剤 (d)	9.5	A
10	10 (パターンB)	CO2	フェニルエタノール	分散剤 (b)	6.3	分散剤 (c)	7.9	B
11	11 (パターンB)	CO2	フェニルエタノール	分散剤 (h)	6.3	分散剤 (e)	11.1	B
12	12 (パターンA)	ヘキサン	アセトン	分散剤 (b)	6.3	分散剤 (e)	11.1	A
13	13 (パターンB)	ヘキサン	アセトン	分散剤 (b)	6.3	分散剤 (e)	11.1	A
14	14 (パターンB)	ヘキサン	アセトン	分散剤 (b)	6.3	分散剤 (d)	9.5	A
15	15 (パターンB)	ヘキサン	アセトン	分散剤 (b)	6.3	分散剤 (c)	7.9	B
16	16 (パターンB)	ヘキサン	アセトン	分散剤 (h)	6.3	分散剤 (e)	11.1	B
17	17 (パターンB)	ヘキサン	アセトン	分散剤 (b)	6.3	分散剤 (g)	9.5	A
18	18 (パターンB)	ヘキサン	アセトン	分散剤 (f)	6.3	分散剤 (g)	9.5	A
19	19 (パターンB)	ヘキデカン	アセトン	分散剤 (b)	6.3	分散剤 (e)	11.1	A

【手続補正14】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0105

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0105】

【表 3】

表3

比較例	樹脂粒子 製造例	疎水性 溶剤X	溶剤S	分散剤D1		分散剤D2		樹脂粒子 製造評価
				分散剤種	ケイ素原子 の質量 分率	分散剤種	ケイ素原子 の質量 分率	
1	C1(パターンA)	CO2	アセトン	分散剤 (b)	6.3	—	—	C
2	C2(パターンB)	CO2	アセトン	分散剤 (a)	0	分散剤 (e)	11.1	C
3	C3(パターンB)	CO2	アセトン	分散剤 (a)	0	—	—	D
4	C4(パターンB)	CO2	アセトン	分散剤 (b)	6.3	—	—	C
5	C5(パターンB)	CO2	アセトン	分散剤 (c)	7.9	—	—	C
6	C6(パターンB)	CO2	アセトン	分散剤 (d)	9.5	—	—	C
7	C7(パターンB)	CO2	アセトン	分散剤 (e)	11.1	—	—	C
8	C8(パターンB)	CO2	アセトン	分散剤 (h)	6.3	分散剤 (i)	9.5	D
9	C9(パターンA)	ヘキサン	アセトン	分散剤 (b)	6.3	—	—	C
10	C10(パターンB)	ヘキサン	アセトン	分散剤 (a)	0	分散剤 (e)	11.1	C
11	C11(パターンB)	ヘキサン	アセトン	分散剤 (a)	0	—	—	D
12	C12(パターンB)	ヘキサン	アセトン	分散剤 (b)	6.3	—	—	C
13	C13(パターンB)	ヘキサン	アセトン	分散剤 (c)	7.9	—	—	C
14	C14(パターンB)	ヘキサン	アセトン	分散剤 (d)	9.5	—	—	C
15	C15(パターンB)	ヘキサン	アセトン	分散剤 (e)	11.1	—	—	C
16	C16(パターンB)	ヘキサン	アセトン	分散剤 (h)	6.3	分散剤 (i)	9.5	D

【手続補正 1 5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 1 1 9

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0 1 1 9】

【表 4】

表4

実施例	樹脂粒子 製造例	疎水性 溶剤X	溶剤S	分散剤D1		分散剤D2		樹脂粒子 製造評価
				分散剤種	ケイ素原子 の質量 分率	分散剤種	ケイ素原子 の質量 分率	
21	21 (パターンA)	CO2	アセトン	分散剤 (b)	6.3	分散剤 (e)	11.1	A
22	22 (パターンB)	CO2	アセトン	分散剤 (b)	6.3	分散剤 (e)	11.1	A
23	23 (パターンB)	CO2	アセトン	分散剤 (b)	6.3	分散剤 (d)	9.5	A
24	24 (パターンB)	CO2	アセトン	分散剤 (b)	6.3	分散剤 (c)	7.9	B
25	25 (パターンB)	CO2	アセトン	分散剤 (h)	6.3	分散剤 (e)	11.1	B
26	26 (パターンB)	CO2	アセトン	分散剤 (b)	6.3	分散剤 (g)	9.5	A
27	27 (パターンB)	CO2	アセトン	分散剤 (f)	6.3	分散剤 (g)	9.5	A
28	28 (パターンB)	CO2	フェニルエタノール	分散剤 (b)	6.3	分散剤 (e)	11.1	A
29	29 (パターンB)	CO2	フェニルエタノール	分散剤 (b)	6.3	分散剤 (d)	9.5	A
30	30 (パターンB)	CO2	フェニルエタノール	分散剤 (b)	6.3	分散剤 (c)	7.9	B
31	31 (パターンB)	CO2	フェニルエタノール	分散剤 (h)	6.3	分散剤 (e)	11.1	B
32	32 (パターンA)	ヘキサン	アセトン	分散剤 (b)	6.3	分散剤 (e)	11.1	A
33	33 (パターンB)	ヘキサン	アセトン	分散剤 (b)	6.3	分散剤 (e)	11.1	A
34	34 (パターンB)	ヘキサン	アセトン	分散剤 (b)	6.3	分散剤 (d)	9.5	A
35	35 (パターンB)	ヘキサン	アセトン	分散剤 (b)	6.3	分散剤 (c)	7.9	B
36	36 (パターンB)	ヘキサン	アセトン	分散剤 (h)	6.3	分散剤 (e)	11.1	B
37	37 (パターンB)	ヘキサン	アセトン	分散剤 (b)	6.3	分散剤 (g)	9.5	A
38	38 (パターンB)	ヘキサン	アセトン	分散剤 (f)	6.3	分散剤 (g)	9.5	A
39	39 (パターンB)	ヘキデカン	アセトン	分散剤 (b)	6.3	分散剤 (e)	11.1	A

【手続補正16】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0120

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0120】

【表 5】
表5

比較例	樹脂粒子 製造例	疎水性 溶剤X	溶剤S	分散剤D 1		分散剤D 2		樹脂粒子 製造評価
				分散剤種	矽素原子 の質量 分率	分散剤種	矽素原子 の質量 分率	
21	C21(パターンA)	CO2	アセトン	分散剤 (b)	6.3	—	—	C
22	C22(パターンB)	CO2	アセトン	分散剤 (a)	0	分散剤 (e)	11.1	C
23	C23(パターンB)	CO2	アセトン	分散剤 (a)	0	—	—	D
24	C24(パターンB)	CO2	アセトン	分散剤 (b)	6.3	—	—	C
25	C25(パターンB)	CO2	アセトン	分散剤 (c)	7.9	—	—	C
26	C26(パターンB)	CO2	アセトン	分散剤 (d)	9.5	—	—	C
27	C27(パターンB)	CO2	アセトン	分散剤 (e)	11.1	—	—	C
28	C28(パターンB)	CO2	アセトン	分散剤 (h)	6.3	分散剤 (i)	9.5	D
29	C29(パターンA)	ヘキサン	アセトン	分散剤 (b)	6.3	—	—	C
30	C30(パターンB)	ヘキサン	アセトン	分散剤 (a)	0	分散剤 (e)	11.1	C
31	C31(パターンB)	ヘキサン	アセトン	分散剤 (a)	0	—	—	D
32	C32(パターンB)	ヘキサン	アセトン	分散剤 (b)	6.3	—	—	C
33	C33(パターンB)	ヘキサン	アセトン	分散剤 (c)	7.9	—	—	C
34	C34(パターンB)	ヘキサン	アセトン	分散剤 (d)	9.5	—	—	C
35	C35(パターンB)	ヘキサン	アセトン	分散剤 (e)	11.1	—	—	C
36	C36(パターンB)	ヘキサン	アセトン	分散剤 (h)	6.3	分散剤 (i)	9.5	D