



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 103620503 B

(45)授权公告日 2016.08.24

(21)申请号 201280029172.0

(22)申请日 2012.06.11

(30)优先权数据

2011-131144 2011.06.13 JP

(85)PCT国际申请进入国家阶段日

2013.12.13

(86)PCT国际申请的申请数据

PCT/JP2012/065438 2012.06.11

(87)PCT国际申请的公布数据

W02012/173263 EN 2012.12.20

(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 大津刚 沟尾祐一 皆川浩范

小堀尚邦 竹中浩二 萩原纯一

伊藤大祐 川北邦彦

(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.

G03G 9/087(2006.01)

B01J 2/00(2006.01)

B01J 2/16(2006.01)

B01J 19/00(2006.01)

(56)对比文件

JP 特开2000-140661 A,2000.05.23,

JP 特开2000-29241 A,2000.01.28,

JP 平4-126534 A,1992.04.27,

JP 昭59-127662 A,1984.07.23,

JP 昭62-132534 A,1987.06.15,

审查员 刘倩

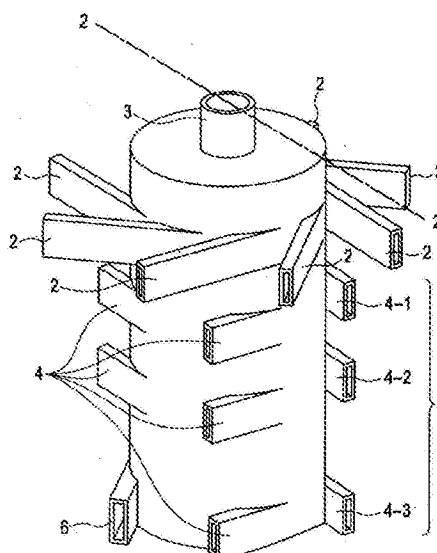
权利要求书1页 说明书30页 附图5页

(54)发明名称

用于粉末颗粒的热处理设备和调色剂的生产方法

(57)摘要

一种用于粉末颗粒的热处理设备,其包括圆筒形处理室;粉末颗粒供给单元;供给用于热处理粉末颗粒的热风的热风供给单元;供给用于冷却热处理后的粉末颗粒的冷风的冷风供给单元;用于调节供给的粉末颗粒的流动的调节单元;和回收热处理后的粉末颗粒的回收单元。所述调节单元是基本上圆形的柱状构件,热风供给单元具有与柱状构件的上端部相对的出口,以及调节构件在上部的中央装备有用于沿圆周方向分配供给的热风的基本上为圆锥形的分配构件,和用于使分配的热风以螺旋方式回旋的回旋构件。



1. 一种用于粉末颗粒的热处理设备, 所述粉末颗粒各自包含粘结剂树脂和着色剂, 其特征在于, 所述热处理设备包括:

- (1) 进行粉末颗粒的热处理的圆筒形处理室,
- (2) 设置在所述处理室的外周部的、用于向所述处理室供给所述粉末颗粒的粉末颗粒供给单元,
- (3) 将用于热处理供给的所述粉末颗粒的热风供给至所述处理室的热风供给单元,
- (4) 将用于冷却所述热处理后的粉末颗粒的冷风供给至所述处理室的冷风供给单元,
- (5) 设置在所述处理室上的、用于调节供给的所述粉末颗粒的流动的调节单元, 和
- (6) 设置在所述处理室的下端部侧的、回收所述热处理后的粉末颗粒的回收单元, 其中所述调节单元是具有基本上为圆形的截面的柱状构件, 并配置在所述处理室的中心轴上, 以从所述处理室的下端部向所述处理室的上端部突出;

所述热风供给单元具有与所述调节单元的上端部相对的出口, 在所述调节单元的上端部, 所述调节单元装备有用于沿圆周方向分配所供给的热风的基本上为圆锥形的分配构件, 和用于沿处理室内壁表面使所分配的热风以螺旋方式回旋的回旋构件;

所述粉末颗粒供给单元设置为使得供给粉末颗粒的方向与热风的回旋方向相同; 和

所述回收单元设置在所述处理室的外周部上, 以在保持粉末颗粒以螺旋方式回旋的同时, 回收所述粉末颗粒。

2. 根据权利要求1所述的用于粉末颗粒的热处理设备,

其中, 多个所述冷风供给单元设置在所述处理室的外周部上, 并且各单元设置为使得从所述冷风供给单元供给的冷风以与热风的回旋方向相同的方向沿所述处理室的内周面供给。

3. 根据权利要求1所述的用于粉末颗粒的热处理设备,

其中, 所述粉末颗粒供给单元设置为使得供给的所述粉末颗粒沿所述处理室的内周面供给, 和多个所述粉末颗粒供给单元设置在相同的圆周方向上。

4. 一种调色剂的生产方法, 其通过借助使用热处理设备热处理各自包含粘结剂树脂和着色剂的粉末颗粒的热处理步骤来生产,

其特征在于, 所述热处理设备是根据权利要求1-3任一项所述的用于粉末颗粒的热处理设备。

5. 根据权利要求4所述的调色剂的生产方法,

其中, 将所述热风以风速 V_h 由所述回旋构件引入所述处理室, 所述风速 V_h 等于或高于由所述粉末颗粒供给单元引入所述处理室的粉末颗粒的供给速率 V_t , 所述风速 V_h 和供给速率 V_t 的单位为 m/s 。

用于粉末颗粒的热处理设备和调色剂的生产方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种用于粉末颗粒的热处理设备,和一种用于获得用于图像形成方法如电子照相法、静电记录法、静电印刷法或调色剂喷射记录法的调色剂的调色剂的生产方法。

背景技术

[0002] 近年来,随着复印机和打印机的图像质量和精度更高,对作为显影剂的调色剂性能的要求也甚至更苛刻,从而需求具有更小粒径和不含粗大颗粒的更窄粒度分布的调色剂。

[0003] 进一步地,作为复印机和打印机用转印材料,存在对于除普通纸以外的多种材料的需要,并要求调色剂表现出改进的转印性。从而,需要使调色剂颗粒球形化。

[0004] 然而,另一方面,如果调色剂过度球形化,则调色剂的清洁性劣化,从而还存在控制调色剂球形度和同时满足其转印性与清洁性的需求。

[0005] 对于这些要求,控制调色剂球形度的一个生产方法是通过热处理使调色剂表面熔融并球形化的方法。在通过热处理使调色剂球形化的情况下,存在通过抑制在热处理期间调色剂颗粒的聚结并均匀热处理所述颗粒,使得调色剂的形状均匀以同时满足调色剂的转印性和清洁性的需求。

[0006] 为实现上述目的,提出了具有用于分散作为原料的粉末的回旋机构(turning mechanism)和从内部加热分散的粉末原料的加热机构的热处理设备(参见PTL1)。

[0007] 然而,在此类设备构造中热处理调色剂的情况下,关于回旋方向,分散原料的料流(flow current)和热处理原料的料流彼此相反。从而,如果增加调色剂的处理量,通过在所述设备中产生的料流的扰动,调色剂会粘附在设备的顶面和壁面上,从而在一些情况下产生熔融粘附产物。

[0008] 关于此点,已经提出了在热处理设备中,从热处理室侧壁上部,以狭缝方式吹送冷风,从而抑制颗粒粘附和湍流,以改进生产性(参见,PTL2)。

[0009] 然而,在采用此类设备构造热处理调色剂的情况下,当分散原料的料流和热处理原料的料流为回旋流时,与引入的冷风垂直。从而,最终在设备中产生湍流料流,在调色剂的处理量增加的情况下,热处理会导致调色剂的熔融粘附或熔着。进一步地,在此类设备构造中,由于通过分散原料的料流来冷却加热原料的料流,必须施加过量的热以使调色剂颗粒球形化。由此,调色剂颗粒在设备中接受的热量变化,从而调色剂不能均匀热处理,和在一些情况下,调色剂颗粒不能获得均匀的形状。

[0010] 以此方式,粉末颗粒用热处理设备仍然存在改进的空间,以在经热处理使调色剂球形化时,通过高效且稳定地生产不含粗大颗粒并具有均匀形状的调色剂,同时满足调色剂的转印性和清洁性。

[0011] 引用文献列表

[0012] 专利文献

[0013] PTL1:日本专利申请特开S62-133466

[0014] PTL2:日本专利申请特开S59-125742

发明内容

[0015] 发明要解决的问题

[0016] 本发明的目的在于提供一种即使在经热处理使粉末颗粒球形化中增加调色剂用粉末颗粒的处理量时,也可有效地获得不含粗大颗粒并具有均匀形状的粉末颗粒的用于粉末颗粒的热处理设备,和生产调色剂的方法。

[0017] 本发明的另一个目的在于提供一种即使在经热处理使粉末颗粒球形化时增加调色剂用粉末颗粒的处理量时,也可减少设备中粉末颗粒熔着的用于粉末颗粒的热处理设备,和调色剂的生产方法。

[0018] 用于解决问题的方案

[0019] 即,本发明涉及一种用于粉末颗粒的热处理设备,所述粉末颗粒各自包含粘结剂树脂和着色剂,所述热处理设备包括:

[0020] (1)进行粉末颗粒的热处理的圆筒形处理室,

[0021] (2)设置在处理室的外周部的、用于向处理室供给粉末颗粒的粉末颗粒供给单元,

[0022] (3)供给热风以热处理供给的粉末颗粒的热风供给单元,

[0023] (4)供给冷风以冷却热处理后的粉末颗粒的冷风供给单元,

[0024] (5)设置在处理室上的、用于调节供给的粉末颗粒的流动的调节单元,和

[0025] (6)设置在处理室的下端部侧的、回收热处理后的粉末颗粒的回收单元,其中

[0026] 调节单元是基本上圆形的柱状的构件,并配置在处理室中心轴上,以从处理室下端部向该室的上端部突出;

[0027] 所述热风供给单元具有与调节单元上端部相对的出口,

[0028] 在调节单元的上端部,调节单元装备有用于沿圆周方向分配所供给的热风的基本上为圆锥形的分配构件,和用于沿处理室内壁表面使分配的热风以螺旋方式回旋的回旋构件;

[0029] 粉末颗粒供给单元设置为以使得供给粉末颗粒的方向与热风的回旋方向相同;和回收单元设置在处理室的外周部,以在保持粉末颗粒以螺旋方式回旋的同时,回收粉末颗粒。

[0030] 本发明还涉及一种调色剂的生产方法,其通过采用热处理设备经热处理各自含有粘结剂树脂和着色剂的粉末颗粒的热处理步骤来生产,其中使用具有上述构造的热处理设备作为所述热处理设备。

[0031] 发明的效果

[0032] 根据本发明,即使在经热处理使粉末颗粒球形化时调色剂用粉末颗粒的处理量增加,也可有效地获得不含粗大颗粒并具有均匀形状的调色剂用粉末颗粒。从而,在本发明中,可同时控制粉末颗粒的平均圆形度和粉末颗粒高圆形度的比例,由此使得调色剂同时具有令人满意的转印性和清洁性。

[0033] 进一步地,根据本发明,即使在经热处理使粉末颗粒球形化时调色剂的粉末颗粒的处理量增加时,也可减少设备内部粉末颗粒的熔融粘附或熔着。从而,在本发明中,可抑

制粉末颗粒之间的聚结和熔着,并可提高调色剂的生产性。

[0034] 从以下参考附图的示例性实施方案的描述本发明的进一步特征将变得显而易见。

附图说明

[0035] 图1是示出本发明用于粉末颗粒的热处理设备的一个例子的示意性透视图。

[0036] 图2是沿图1中2-2面所取的热处理设备的截面示意图。

[0037] 图3是本发明的热处理设备中用于使热风以螺旋方式回旋的回旋构件的一个例子。

[0038] 图4是基本上为圆锥形的热风分配构件的截面示意图。

[0039] 图5是粉末颗粒供给单元的截面示意图。

[0040] 图6是比较例1中采用的热处理设备的截面示意图。

[0041] 图7是比较例2中采用的热处理设备的截面示意图。

具体实施方式

[0042] 为应对近来要求的调色剂转印性增强,调色剂可优选具有0.960以上,更优选0.965以上的平均圆形度。另一方面,还显示在调色剂的圆形度分布方面,如果具有0.990以上的圆形度的颗粒频度过度增加,则容易发生清洁不良。

[0043] 这是因为,在采用清洁构件如刮板从感光构件上除去残余调色剂的清洁方法中,近似球形的调色剂容易通过清洁刮板。为防止调色剂通过刮板,还可采取提高清洁刮板的接触压力的措施,但由于例如鼓的旋转扭矩升高和清洁刮板的磨耗等不利效果,从而存在限制。为提高调色剂的清洁性,可降低调色剂中圆形度为0.990以上的颗粒的含量。

[0044] 以下将参考示例性实施方案更详细地描述本发明。

[0045] 本发明的用于粉末颗粒的热处理设备将通过图1、图2、图3、图4和图5示意性地描述。

[0046] 如图1和图2显示的,本发明的热处理设备具有在其中进行粉末颗粒的热处理的圆筒形处理室1。

[0047] 热处理设备的处理室1的内径 $T(\text{mm})$ 可以为 $350\text{mm} \leq T \leq 900\text{mm}$ 。如果处理室1的内径在上述范围内,则可有效地生产热处理的颗粒。

[0048] 处理室1的内部可通过冷却夹套冷却,以防止粉末颗粒熔着或熔融粘附。可将冷却水(可以是防冻液,如乙二醇)引入至冷却夹套内,冷却夹套的表面温度可调节至 40°C 以下。

[0049] 用于将粉末颗粒供给至处理室的粉末颗粒供给单元2设置在处理室的外周部上,粉末颗粒通过由高压空气供给喷嘴(未显示)供给的注入空气加速和输送,并供给至处理室。

[0050] 用于热处理供给的粉末颗粒的热风由热风供给单元3供给。对于供给至处理室的热风,热风供给单元3的出口部处的温度 $N(^{\circ}\text{C})$ 可为 $100^{\circ}\text{C} \leq N \leq 300^{\circ}\text{C}$ 。如果热风供给单元出口部处的温度在上述范围内,可以近似均匀状态球形化处理粉末颗粒,同时抑制因过度加热粉末颗粒导致的粉末颗粒的熔着和聚结。

[0051] 所述热处理后的粉末颗粒可通过从冷风供给单元4供给的冷风进一步冷却。从冷风供给单元4供给的冷风的温度 $R(^{\circ}\text{C})$ 可为 $-20^{\circ}\text{C} \leq R \leq 30^{\circ}\text{C}$ 。如果冷风温度在上述范围内,

可有效冷却粉末颗粒,并可在不妨碍粉末颗粒的均匀球形化处理的情况下,抑制粉末颗粒的熔着和聚结。

[0052] 供给至处理室的粉末颗粒流通过设置在处理室中的用于调节粉末颗粒料流的调节单元5调节。从而,热处理供给至处理室的粉末颗粒,同时沿处理室内壁表面以螺旋方式回旋,随后冷却。

[0053] 然后,通过处理室下端部侧的回收单元6回收冷却的粉末颗粒。这里,回收单元6具有在所述单元前端设置鼓风机(未显示),并通过鼓风机的抽吸输送颗粒的构造。

[0054] 可调节供给至热处理设备的注入空气、热风和冷风的总流量 Q_{IN} 与通过鼓风机抽吸的风量 Q_{OUT} 间关系,以满足关系 $Q_{IN} \leq Q_{OUT}$ 。如果满足 $Q_{IN} \leq Q_{OUT}$,则设备内压力为负压,由此处理室内的粉末颗粒易于排出到设备外,由此可抑制粉末颗粒,不接收过量的热。结果,可抑制设备内聚结粉末颗粒的增加和粉末颗粒的熔着。

[0055] 用于调节粉末颗粒流的调节单元5是配置在处理室中心轴上的具有基本上为圆形的截面的柱状构件,以从处理室下端部向该室上端部凸出。用于调节粉末颗粒流的调节单元5位于处理室的中心轴上,从而供给至处理室的粉末颗粒以螺旋形式回旋的同时在圆筒形处理室内流动。

[0056] 本发明热处理设备的热风供给单元的出口3a与柱状构件(调节单元5)的上端部相对。柱状构件在所述构件上端部的中心部,装备有用于沿圆周方向分配供给的热风的基本为圆锥形的分配构件7。如图3所示,柱状构件进一步装备有用于使处理室内分配的热风以螺旋方式回旋的回旋构件8。柱状构件在该构件的上端部装备有分配构件7和回旋构件8,从而将供给至处理室内的粉末颗粒有利地分散。与此相对,柱状构件的上端部远离分配构件7和回旋构件8的情况下,热风的回旋容易被扰乱,粉末颗粒不能充分分散,容易发生设备中粉末颗粒的聚结和颗粒的熔着。

[0057] 本发明热处理设备的热风供给单元具有所述构造,从而从热风供给单元供给的热风在沿圆筒形处理室的内壁表面以螺旋方式回旋的同时流动。

[0058] 由此,供给至处理室内的粉末颗粒在接受因回旋流产生的离心力的同时热处理。结果,粉末颗粒之间的碰撞减少,热处理时粉末颗粒的聚结减少,由此能够获得具有均匀形状的调色剂。

[0059] 用于回旋热风回旋构件8可具有能够供给热风,从而沿处理室内壁表面使热风以螺旋方式回旋的构造。根据该构造,如图3所示,用于使热风回旋的回旋构件8具有多个叶片9,和热风的回旋可根据叶片的数量和角度控制。如图3所示,由于热风从多个叶片9之间的间隙以螺旋方式引入,随着叶片数越大,叶片之间的间隔 $G(\text{mm})$ 越窄,和供给热风的流速越大。例如,在处理室的内径为450mm的情况下,叶片间的间隔 $G(\text{mm})$ 可为 $5\text{mm} \leq G \leq 40\text{mm}$ 。

[0060] 这里,柱状构件可设置有冷却夹套,以防止粉末颗粒熔着。进一步地,可将冷却水(可以是防冻液,如乙二醇)引入冷却夹套中,和冷却夹套的表面温度可以为 40°C 以下。

[0061] 可在热风供给单元3的出口处设置基本上为圆锥形的分配构件。如图4所示,沿所述热处理设备垂直方向的分配构件的截面可由上游向下游扩展,和如7-a所示,截面可以是三角形,或如7-b所示,可以是梯形。截面还可以是图4中7-c所示的形状,但当沿热处理设备垂直方向的截面为三角形时,热风可更均匀地分配。这里,图4的7-a和7-b所示的底角 θ° 优选为 $5^{\circ} \leq \theta \leq 85^{\circ}$,更优选 $30^{\circ} \leq \theta \leq 75^{\circ}$ 。

[0062] 粉末颗粒供给单元2可设置为供给粉末颗粒的回旋方向与热风的回旋方向相同。

[0063] 供给至处理室的粉末颗粒的回旋方向与热风的回旋方向相同,从而在处理室内不会发生湍流。因此,降低了粉末颗粒之间的碰撞,减少了热处理时粉末颗粒的聚结,从而能够生产具有均匀形状的调色剂。

[0064] 进一步地,供给至处理室的粉末颗粒流与热风的回旋流具有相同的方向,使得热处理时粉末颗粒受到的离心力增加,从而在处理室内高度分散所述粉末颗粒。结果,即使增加处理室内的粉尘浓度,也几乎不发生粉末颗粒的之间的碰撞,由此能使粉末颗粒的处理量增加。

[0065] 回收单元6设置在处理室的外周部分上,以在保持粉末颗粒的回旋方向的同时回收粉末颗粒。

[0066] 如此,可保持处理室内粉末颗粒的回旋流,维持供给至粉末颗粒的离心力,和降低粉末颗粒对调节单元5的粘附和熔着。这里,可在保持粉末颗粒回旋方向时,在设备最下端设置至少一个粉末颗粒回收单元,也可设置多个粉末颗粒回收单元。

[0067] 用于调节粉末颗粒流的调节单元5可以是沿热处理设备水平方向具有基本上为圆形的截面的柱状构件,和柱状构件的直径可向处理室下游更大。如此,在粉末颗粒回收单元侧的端部,粉末颗粒的流速更大,和可增强粉末颗粒的排出性,还可防止粉末颗粒在回收部粘附、熔着和聚结。

[0068] 调节单元5占处理室的百分数 V (体积%)可以是 $5\text{体积}\% \leq V \leq 60\text{体积}\%$ 。上述范围使得能够控制处理室内粉末颗粒的流速,并认为增强了粉末颗粒的分散性和排出性。

[0069] 可在处理室外周部上设置多个冷风供给单元4,和各单元可设置为使得从冷风供给单元供给的冷风沿处理室内周面以与热风的回旋方向相同的方向供给。

[0070] 可将从冷风供给单元供给的冷风以水平和切线方向从设备的外周部供给至处理室内圆周面,从而可抑制粉末颗粒向处理室壁面的粘附。

[0071] 另外,从冷风供给单元供给冷风的回旋方向与热风的回旋方向相同,以使得在处理室内不发生湍流,从而能够抑制粉末颗粒聚结。

[0072] 供给的各冷风优选沿设备的水平截面沿多通道引入,更优选沿4通道引入。这使得容易均匀控制设备中的气流,和可独立地控制沿4通道的引入路径内各冷风的风量。如此,使得设备内的回旋流进一步增强,从而向粉末颗粒施加强离心力,以改进粉末颗粒的分散性。

[0073] 可将由粉末颗粒供给单元2供给的粉末颗粒以水平和切线方向从设备外周部供给至处理室内周面。根据该构造,将强离心力施加至供给至处理室内的粉末颗粒,以改进粉末颗粒的分散性。

[0074] 在热处理设备中,从粉末颗粒供给单元供给的粉末颗粒的所有回旋方向中,从冷风供给单元供给的冷风的回旋方向,和从热风供给单元供给的热风的回旋方向可以是相同方向。如此,在处理室中几乎不发生湍流,设备内的回旋流更强,向粉末颗粒施加强离心力,进一步增强了粉末颗粒的分散性。从而,可得到具有更少聚结颗粒和均匀形状的调色剂。

[0075] 多个粉末颗粒供给单元可优选以相同的圆周方向设置。如图5所示,随着粉末颗粒供给单元中的通道数更多,粉末颗粒引入处理室后立即进行热处理,降低了灰尘浓度。如此,随着粉末颗粒供给单元的通道数量更多,可降低热处理所需的温度。即,在相同温度下,

随着粉末颗粒供给单元的通道数更多,热处理后粉末颗粒的平均圆形度更高。

[0076] 在粉末颗粒的处理量不变的情况下,如果粉末颗粒供给单元存在多通道,则随着通道数量更多,每个粉末颗粒供给单元的粉尘浓度下降。如此,如果在相同条件下提高处理量,随着粉末颗粒供给单元的通道数量更多,引入处理室的粉末颗粒的粉尘浓度下降。因此,即使提高粉末颗粒的处理量,也可得到具有更少聚结颗粒和具有均匀形状的粉末颗粒。

[0077] 这里,例如在处理室内径为450mm的情况下,粉末颗粒优选以4-12通道,更优选8通道引入。如果粉末颗粒供给单元存在8通道,即使提高粉末颗粒的处理量,也可抑制粉末颗粒热处理时粉末颗粒的聚结。

[0078] 可将多个冷风供给单元设置在粉末颗粒供给单元的下游侧。各冷风供给单元位于粉末颗粒供给单元的下游侧,从而不会通过引入冷风而冷却处理室中的热处理区,防止粉末颗粒球形化所需的热处理温度提高。

[0079] 引入冷风的风量和温度可独立地控制。从而,如图1所示,可以三段方式设置冷风供给单元。如此,可将引入的冷风分离成第一段(4-1)的冷风,其是具有将引入处理室的粉末颗粒有效输送至热处理区的功能的冷风;第二段(4-2)的冷风,其是具有冷却粉末颗粒功能的冷风;和第三段(4-3)的冷风,其是具有冷却粉末颗粒回收单元的功能的冷风。这里,在以两段方式引入冷风的情况下,可任意选择冷风的三种功能中两种的组合。

[0080] 在采用根据本发明的热处理设备生产调色剂的方法中,从热风供给单元的回旋构件引入至处理室的热风的风速 V_h (m/s)可等于或大于从粉末颗粒供给单元引入至处理室的粉末的供给速率 V_t (m/s)。

[0081] 热风的风速 V_h (m/s)等于或大于粉末颗粒的供给速率 V_t (m/s),由此产生因处理室内料流引起的剪切力,从而在更高度的分散下热处理粉末颗粒。另外,由于从用于使热风回旋的回旋构件供给至处理室的热风的速率大于调色剂的供给速率,可抑制粉末颗粒对回旋构件的粘附。如此,即使在回旋构件中通过热风累积热量提升该构件的温度,也能稳定生产粉末颗粒,而不会熔着。

[0082] 在处理室内径为450mm的情况下,从热风供给单元的回旋构件引入至处理室的热风的风速 V_h (m/s)可以为 $25\text{m/s} \leq V_h \leq 85\text{m/s}$ 。如果热风风速在上述范围内,则提高了给与粉末颗粒的剪切力,以使得粉末颗粒在更好的分散下热处理。

[0083] 本发明的热处理设备可应用于通过已知生产方法得到的粉末颗粒,所述已知的生产方法例如粉碎法、悬浮聚合法、乳液聚集法或溶解悬浮法。以下,将描述通过粉碎法生产调色剂的工艺。

[0084] 首先,在原料混合步骤中,以预定量称量至少树脂和着色剂,并作为调色剂原料共混和混合。混合设备的一个例子包括亨舍尔混合机(NIPPON COKE&ENGINEERING Co.,Ltd.制);超级混合机(KAWATA MFG Co.,Ltd.制);Ribocone(OKAWARA MFG Co.,Ltd.制);诺塔混合机、Turbulizer和Cyclomix(Hosokawa Micron Corporation制);Spiral Pin Mixer(Pacific Machinery&Engineering Co.,Ltd.制);和Loedige Mixer(Matsubo Corporation制)。

[0085] 此外,在熔融和捏合步骤中将混合的调色剂原料熔融并捏合,以熔融树脂并在其中分散着色剂等。捏合设备的一个例子包括TEM挤出机(Toshiba Machine Co.,Ltd.制);TEX双螺杆捏合机(The Japan Steel Works,Ltd.制);PCM捏合机(Ikegai,Corp.制);和

KNEADEX(NIPPON COKE&ENGINEERING CO.,LTD.制),以及从例如连续生产能力等优点的观点,与间歇式捏合机相比,更优选连续型捏合机如单或双螺杆挤出机。

[0086] 此外,通过双辊等熔融和捏合、辊压通过熔融并捏合调色剂原料得到的着色树脂组合物,然后通过用水冷冷却的冷却步骤冷却。

[0087] 然后在粉碎步骤中,粉碎如上所述得到的着色树脂组合物的冷却产物,以具有期望的粒径。在粉碎步骤中,通过破碎机、锤磨机或削磨机等粗粉碎该产物,并通过Kryptron System(Kawasaki Heavy Industries,Ltd.制)或Super Rotor(Nisshin Engineering Inc.制)等进一步细粉碎,以得到调色剂细颗粒。

[0088] 在分级步骤中,将得到的调色剂细颗粒分级成具有期望粒径的调色剂用粉末颗粒。分级机包括Turboplex、Faculty、TSP分离机和TTSP分离机(Hosokawa Micron Corporation制);和ELBOW-JET(Nittetsu Mining Co.,Ltd.制)。

[0089] 随后,作为热处理步骤,通过采用本发明的热处理设备,球形化处理得到的调色剂用粉末颗粒。

[0090] 热处理步骤前,视需要,将无机细颗粒等添加至粉末颗粒中。作为将无机细颗粒等添加至粉末颗粒中的方法,存在将粉末颗粒与各种已知外部添加剂以预定量共混,并通过采用作为外添加机的给与粉末剪切力的高速搅拌机搅拌和混合的方法,所述高速搅拌机例如亨舍尔混合机、MECHANO HYBRID(NIPPON COKE&ENGINEERING CO.,LTD.制),以及超级混合机和NOBILTA(Hosokawa Micron Corporation制)。

[0091] 将无机细粉添加至粉末颗粒中,从而赋予粉末颗粒以流动性,使得引入热处理设备的处理室内的粉末颗粒更均匀地分散,以能够与热风接触,并能够得到接近均匀状态的热处理的调色剂。

[0092] 在热处理后存在粗大颗粒的情况下,视需要可进行通过分级除去粗大颗粒的步骤。除去粗大颗粒的分级机包括Turboplex、TSP分离机和TTSP分离机(Hosokawa Micron Corporation制);和ELBOW-JET(Nittetsu Mining Co.,Ltd.制)。

[0093] 此外,热处理后,为了筛分粗大颗粒等,视需要,可使用筛分机如ULTRASONIC(Koei Sangyo Co.,Ltd.制);Resona Sieve和Gyro Sifter(Tokuju Corporation制);Turbo Screener(Turbo Kogyo Co.,Ltd.制)和HI-BOLTER(TOYO HITEC CO.,LTD.制)。

[0094] 这里,热处理步骤可在上述细粉碎后进行,或可在分级后进行。

[0095] 接着,以下将描述用于调色剂的材料。

[0096] 作为粘结剂树脂,使用已知的树脂,例子包括苯乙烯衍生物的均聚物,如聚苯乙烯和聚乙烯基甲苯;苯乙烯系共聚物,如苯乙烯-丙烯共聚物、苯乙烯-乙烯基甲苯共聚物、苯乙烯-乙烯基萘共聚物、苯乙烯-丙烯酸甲酯共聚物、苯乙烯-丙烯酸乙酯共聚物、苯乙烯-丙烯酸丁酯共聚物、苯乙烯-丙烯酸辛酯共聚物、苯乙烯-丙烯酸二甲基氨基乙酯共聚物、苯乙烯-甲基丙烯酸甲酯共聚物、苯乙烯-甲基丙烯酸乙酯共聚物、苯乙烯-甲基丙烯酸丁酯共聚物、苯乙烯-甲基丙烯酸辛酯共聚物、苯乙烯-甲基丙烯酸二甲基氨基乙酯共聚物、苯乙烯-乙烯基甲基醚共聚物、苯乙烯-乙烯基乙基醚共聚物、苯乙烯-乙烯基甲基酮共聚物、苯乙烯-丁二烯共聚物、苯乙烯-异戊二烯共聚物、苯乙烯-马来酸共聚物和苯乙烯-马来酸酯共聚物;聚甲基丙烯酸甲酯、聚甲基丙烯酸丁酯、聚醋酸乙烯酯、聚乙烯、聚丙烯、聚乙烯醇缩丁醛、硅酮树脂、聚酯树脂、聚酰胺树脂、环氧树脂、聚丙烯酸类树脂、松香、改性松香、蒽烯

树脂、酚醛树脂、脂肪族或脂环族烃树脂和芳香族石油树脂,这些树脂可单独或混合使用。

[0097] 特别地,可用作粘结剂树脂的聚合物为聚酯树脂或具有苯乙烯系共聚性单元和聚酯单元的杂化树脂。

[0098] 用于苯乙烯系共聚物的可聚合单体的例子包括以下:苯乙烯;苯乙烯及其衍生物,如邻甲基苯乙烯、间甲基苯乙烯、对甲基苯乙烯、 α -甲基苯乙烯、对苯基苯乙烯、对乙基苯乙烯、2,4-二甲基苯乙烯、对正丁基苯乙烯、对叔丁基苯乙烯、对正己基苯乙烯、对正辛基苯乙烯、对正壬基苯乙烯、对正癸基苯乙烯、对正十二烷基苯乙烯、对甲氧基苯乙烯、对氯苯乙烯、3,4-二氯苯乙烯、间硝基苯乙烯、邻硝基苯乙烯和对硝基苯乙烯;不饱和单烯烃,如乙烯、丙烯、丁烯和异丁烯;不饱和多烯,如丁二烯和异戊二烯;乙烯基卤化物,如氯乙烯、偏二氯乙烯、溴乙烯和氟乙烯;乙烯基酯,如乙酸乙烯酯、丙酸乙烯酯和苯甲酸乙烯酯; α -亚甲基脂肪族单羧酸酯,如甲基丙烯酸甲酯、甲基丙烯酸乙酯、甲基丙烯酸丙酯、甲基丙烯酸正丁酯、甲基丙烯酸异丁酯、甲基丙烯酸正辛酯、甲基丙烯酸十二烷基酯、甲基丙烯酸2-乙基己酯、甲基丙烯酸硬脂酯、甲基丙烯酸苯酯、甲基丙烯酸二甲基氨基乙酯和甲基丙烯酸二乙基氨基乙酯;丙烯酸酯,如丙烯酸甲酯、丙烯酸乙酯、丙烯酸丙酯、丙烯酸正丁酯、丙烯酸异丁酯、丙烯酸正辛酯、丙烯酸十二烷基酯、丙烯酸2-乙基己酯、丙烯酸硬脂酯、丙烯酸2-氯乙酯和丙烯酸苯酯;乙烯基醚,如乙烯基甲基醚、乙烯基乙基醚和乙烯基异丁基醚;乙烯基酮,如乙烯基甲基酮、乙烯基己基酮和甲基异丙烯基酮;N-乙烯基化合物,如N-乙烯基吡咯、N-乙烯基呋唑、N-乙烯基吡啶和N-乙烯基吡咯烷酮;乙烯基萘;和丙烯酸酯或甲基丙烯酸酯衍生物,如丙烯腈、甲基丙烯腈和丙烯酸酰胺。

[0099] 此外,单体包括不饱和二元酸,如马来酸、柠康酸、衣康酸、烯基琥珀酸、富马酸和中康酸;不饱和二元酸酐,如马来酸酐、柠康酸酐、衣康酸酐和烯基琥珀酸酐;不饱和二元酸半酯,如马来酸甲基半酯、马来酸乙基半酯、马来酸丁基半酯、柠康酸甲基半酯、柠康酸乙基半酯、柠康酸丁基半酯、衣康酸甲基半酯、烯基琥珀酸甲基半酯、富马酸甲基半酯和中康酸甲基半酯;不饱和二元酸酯,如马来酸二甲酯和富马酸二甲酯; α , β -不饱和酸,如丙烯酸、甲基丙烯酸、巴豆酸和肉桂酸; α , β -不饱和酐,如巴豆酸酐和肉桂酸酐,以及 α , β -不饱和和不饱和酸和低级脂肪酸的酸酐;和各具有羧基的单体,如烯基丙二酸、烯基戊二酸和烯基己二酸,以及这些酸的酸酐和单酯。

[0100] 此外,所述单体包括丙烯酸酯或甲基丙烯酸酯,如丙烯酸2-羟乙酯、甲基丙烯酸2-羟乙酯和甲基丙烯酸2-羟丙酯;均具有羟基的单体,如4-(1-羟基-1-甲基丁基)苯乙烯和4-(1-羟基-1-甲基己基)苯乙烯。

[0101] “聚酯单元”是指源自聚酯的部分,和构成聚酯单元的组分包括醇组分和酸组分。醇组分包括二元以上醇组分,和酸组分包括二价以上羧酸,二价以上羧酸酐,和二价以上羧酸酯。

[0102] 二元醇单体组分包括双酚A的烯化氧加合物,例如聚氧丙烯(2.2)-2,2-双(4-羟基苯基)丙烷、聚氧丙烯(3.3)-2,2-双(4-羟基苯基)丙烷、聚氧乙烯(2.0)-2,2-双(4-羟基苯基)丙烷、聚氧丙烯(2.0)-聚氧乙烯(2.0)-2,2-双(4-羟基苯基)丙烷和聚氧丙烯(6)-2,2-双(4-羟基苯基)丙烷;乙二醇、二甘醇、三甘醇、1,2-丙二醇、1,3-丙二醇、1,4-丁二醇、新戊二醇、1,4-丁烯二醇、1,5-戊二醇、1,6-己二醇、1,4-环己烷二甲醇、二丙二醇、聚乙二醇、聚丙二醇、聚丁二醇、双酚A和氢化双酚A。

[0103] 三元以上的醇单体组分包括山梨醇、1,2,3,6-己四醇、1,4-山梨聚糖、季戊四醇、二季戊四醇、三季戊四醇、1,2,4-丁三醇、1,2,5-戊三醇、甘油、2-甲基丙三醇、2-甲基-1,2,4-丁三醇、三羟甲基乙烷、三羟甲基丙烷和1,3,5-三羟乙基苯。

[0104] 二价羧酸单体组分包括芳香族二羧酸或其酸酐,例如邻苯二甲酸、间苯二甲酸和对苯二甲酸;烷基二羧酸或其酸酐,例如琥珀酸、己二酸、癸二酸和壬二酸;具有6-17个碳原子的烷基或烯基取代的琥珀酸或其酸酐;和不饱和二羧酸如富马酸、马来酸和柠康酸或其酸酐。

[0105] 三价以上的羧酸单体组分包括多价羧酸,例如偏苯三酸、均苯四酸、二苯甲酮四羧酸、及其酸酐。

[0106] 另外,其它单体包括多元醇,如酚醛清漆型酚醛树脂的氧烷基醚。

[0107] 着色剂包括以下。

[0108] 黑色着色剂包括炭黑;磁性材料;和采用黄色着色剂、品红色着色剂和青色着色剂调制成黑色的着色剂。

[0109] 用于品红色调色剂的着色颜料包括如下:缩合偶氮化合物、二酮基吡咯并吡咯化合物、蒽醌、喹吖啶酮化合物、碱性染料色淀化合物、萘酚化合物、苯并咪唑酮化合物、硫靛化合物和花化合物。具体地,所述颜料包括C.I.颜料红1、2、3、4、5、6、7、8、9、10、11、12、13、14、15、16、17、18、19、21、22、23、30、31、32、37、38、39、40、41、48:2、48:3、48:4、49、50、51、52、53、54、55、57:1、58、60、63、64、68、81:1、83、87、88、89、90、112、114、122、123、144、146、150、163、166、169、177、184、185、202、206、207、209、220、221、238、254、269;C.I.颜料紫19和C.I.还原红1、2、10、13、15、23、29、35。

[0110] 对于着色剂,可单独使用颜料,但从具有改进鲜明度的全色的图像品质 的观点,可组合使用染料和颜料。

[0111] 用于品红色调色剂的染料包括以下:油溶性染料,例如C.I.溶剂红1、3、8、23、24、25、27、30、49、81、82、83、84、100、109、121,C.I.分散红9,C.I.溶剂紫8、13、14、21、27和C.I.分散紫1,以及碱性染料如C.I.碱性红1、2、9、12、13、14、15、17、18、22、23、24、27、29、32、34、35、36、37、38、39、40和C.I.碱性紫1、3、7、10、14、15、21、25、26、27、28。

[0112] 用于青色调色剂的着色颜料包括以下:C.I.颜料蓝1、2、3、7、15:2、15:3、15:4、16、17、60、62、66;C.I.还原蓝6、C.I.酸性蓝45和用酞菁骨架取代1-5个苯二甲酰亚氨基甲基的铜酞菁颜料。

[0113] 黄色着色颜料包括以下:缩合偶氮化合物、异二氢吡唑化合物、蒽醌化合物、偶氮金属化合物、次甲基化合物、和烯丙基酰胺化合物。具体地,该颜料包括C.I.颜料黄1、2、3、4、5、6、7、10、11、12、13、14、15、16、17、23、62、65、73、74、83、93、95、97、109、110、111、120、127、128、129、147、155、168、174、180、181、185、191;和C.I.还原黄1、3、20。还可使用染料,如C.I.直接绿6、C.I.碱性绿4、C.I.碱性绿6或溶剂黄162。

[0114] 在调色剂中,将着色剂预先与粘结剂树脂混合,形成可使用的母料。然后,将着色剂母料与其它原料(如粘结剂树脂和蜡)熔融并捏合,从而使着色剂在调色剂中良好分散。

[0115] 在着色剂与粘结剂树脂混合以形成母料的情况下,即使使用大量着色剂,着色剂的分散性也不会劣化,并改善了调色剂颗粒中着色剂的分散性,并且色彩再现性如混色性和透明性优异。还可得到在转印材料上具有高覆盖力的调色剂。另外,着色剂的分散性的改

进能够获得调色剂带电性的耐久稳定性优异并保持高图像品质的图像。

[0116] 在调色剂的生产中,可在热处理步骤前通过混合机如亨舍尔混合机将粉末颗粒与流动化剂、转印助剂或带电稳定剂等混合并使用。

[0117] 作为流动化剂,可使用任意流动化剂,只要与添加流动化剂前的流动性相比,在添加流动化剂后提高了流动性即可。例如可使用氟树脂粉末,如偏二氟乙烯细粉和聚四氟乙烯细粉;氧化钛细粉、氧化铝细粉、通过湿法获得的二氧化硅和通过干法获得的二氧化硅;通过硅烷化合物、有机硅化合物、钛偶联剂或硅油对上述二氧化硅表面进行表面处理得到的处理的二氧化硅。

[0118] 作为氧化钛细粉,使用通过烷氧基钛、卤化钛或乙酰丙酮钛的低温氧化(热分解和水解)得到的氧化钛细颗粒。作为晶体体系,还可使用包括锐钛矿型、金红石型、其混合晶体和无定形型的任意晶体体系。

[0119] 作为氧化铝细粉,使用通过拜耳(Bayer)法、改良拜耳法、乙烯氯醇法、浸没火花放电法、有机铝水解法、铝明矾热分解法、碳酸铝铵热分解法或用于氯化铝的火焰分解法得到的氧化铝细粉。作为晶体体系,使用包括 α 、 β 、 γ 、 δ 、 ζ 、 η 、 θ 、 κ 、 χ 和 ρ 型、其混合晶体和无定形型的任意晶体体系,并可使用 α 、 δ 、 γ 或 θ 型、其混合晶体或无定形型。

[0120] 可采用偶联剂或硅油使细粉表面疏水化。

[0121] 使细粉表面疏水化的方法为采用与细粉反应或物理吸附至细粉的有机硅化合物等化学或物理处理细粉的方法。

[0122] 作为疏水化方法的优选的方法为通过采用有机硅化合物处理通过硅-卤化合物的气相氧化生产的二氧化硅细颗粒的方法。用于该方法的有机硅化合物的例子包括以下:六甲基二硅氮烷、三甲基硅烷、三甲基氯硅烷、三甲基乙氧基硅烷、二甲基二氯硅烷、甲基三氯硅烷、烯丙基二甲基氯硅烷、烯丙基苯基二氯硅烷、苄基二甲基氯硅烷、溴甲基二甲基氯硅烷、 α -氯乙基三氯硅烷、 β -氯乙基三氯硅烷、氯甲基二甲基氯硅烷、三有机甲硅烷基硫醇、三甲基甲硅烷基硫醇、三有机甲硅烷基丙烯酸酯、乙烯基二甲基乙氧基硅烷、二甲基乙氧基硅烷、二甲基二甲氧基硅烷、二苯基二乙氧基硅烷、六甲基二硅氧烷、1,3-二乙基四甲基二硅氧烷、1,3-二苯基四甲基二硅氧烷和每分子具有2-12个硅氧烷单元并包含各自与位于末端的单元的一个Si键合的羟基的二甲基聚硅氧烷。所述流动化剂可单独使用,或多种流动化剂组合使用。

[0123] 基于100质量份粉末颗粒,流动化剂的用量优选为0.1-8.0质量份,更优选0.1-4.0质量份。

[0124] 这里,在外部添加步骤中,可使用上述添加剂作为外部添加剂。

[0125] 以下描述各物理性质的测量方法。

[0126] <重均粒径(D4)的测量方法>

[0127] 粉末颗粒和调色剂的重均粒径(D4)如下计算。作为测量设备,使用采用孔电阻法的装备有100 μ m口管的精确粒度分布测量设备“Coulter Counter Multisizer3”(注册商标,Beckman Coulter, Inc.制)。关于测量条件的设定和测量数据的分析,使用附带的专用软件“Beckman Coulter Multisizer3 Version 3.51”(Beckman Coulter, Inc.制)。这里,采用25,000通道的有效测量通道数进行测量。

[0128] 作为用于测量的电解水溶液,可使用在离子交换水中溶解特级氯化钠以具有约1

质量%的浓度而制备的水溶液,例如“ISOTON II”(Beckman Coulter, Inc. 制)。

[0129] 这里,在测量和分析前,如下设定专用软件。

[0130] 在专用软件的“标准操作方法(SOM)的变更”界面中,将对照模式的总计数设定为50,000个颗粒,将测量次数设定为1次,和将Kd值设定为采用“标准颗粒10.0 μm ”(Beckman Coulter, Inc. 制)得到的值。通过按下“阈值/噪音水平测量按钮”自动设定阈值和噪音水平。电流设定为1,600 μA ,和增益设定为2,电解液设定为ISOTON II,和复选标记设置在“测量后的口管冲洗”。

[0131] 在专用软件的“从脉冲至粒径变换的设定”界面,将元件(bin)间隔设定为 对数粒径,将粒径元件设定在256个粒径元件,和粒径范围设定为2 μm –60 μm 。

[0132] 具体测量过程如下所述。

[0133] (1)将约200ml电解水溶液装入Multisizer3专用的250ml圆底玻璃烧杯中,将烧杯放置在样品台上,并采用搅拌棒在24转/秒下进行逆时针搅拌。然后,通过专用软件的“口冲洗”功能除去口管中的污垢和气泡。

[0134] (2)将约30ml电解水溶液装入100ml平底玻璃烧瓶中。通过用离子交换水稀释“Contaminon N”(用于清洗精密测量装置的10质量%中性清洁剂水溶液,其包括非离子表面活性剂、阴离子表面活性剂和有机助洗剂,pH为7,Wako Pure Chemical Industries, Ltd. 生产)约3质量倍来制备稀释液,并将约0.3ml稀释液作为分散剂添加至烧杯中。

[0135] (3)准备超声波分散装置“Ultrasonic Dispersion System Tetora150”(Nikkaki Bios Co., Ltd. 制),所述装置内置具有50kHz振荡频率、相位移180度的两个振荡器,且该装置具有120W的电输出。然后,将约3.3升离子交换水装入超声波分散装置的水槽中,和将约2ml Contaminon N添加至该水槽内。

[0136] (4)将(2)中的烧杯放置在上述超声波分散体系的烧杯固定孔内,并开启超声波分散装置。调节烧杯的高度位置,以使得烧杯中电解水溶液液面的共振状态最大化。

[0137] (5)采用超声波照射(4)中烧杯内的电解水溶液,将约10mg调色剂逐步添加至电解水溶液内并分散。随后,另外继续超声波分散处理60秒。这里,在超声波分散中,适宜地控制水槽的水温为10 $^{\circ}\text{C}$ –40 $^{\circ}\text{C}$ 。

[0138] (6)采用移液管将(5)中分散有调色剂的电解水溶液滴加至放置在样品台上的(1)的圆底烧杯内,以将测量浓度调整为约5%。然后,进行测量,直至测量的颗粒数达到50,000。

[0139] (7)通过设备附带的专用软件分析测量数据,计算重均粒径(D4)。这里,当在专用软件中设定图/体积%时,在“分析/体积统计值(算术平均)”界面上的“平均直径”为重均粒径(D4)。

[0140] <细粉量的计算方法>

[0141] 粉末颗粒或调色剂中基于个数的量(个数%)通过分析采用Multisizer3测量后的数据来计算。

[0142] 例如,通过以下步骤计算调色剂中4.0 μm 以下颗粒的个数%。首先,通过将专用软件设定在“图/个数%”,将测量结果的图以个数%显示。然后,将复选标记设置在“格式/粒径/粒径统计”界面的粒径设定部分的“<”,和在粒径设定部分下面的粒径输入部输入“4”。当显示“分析/个数统计值(算术平均)”界面时,“<4 μm ”的显示部的数值为调色剂中4.0 μm 以下颗粒的个数%。

[0143] <粗粉量的计算方法>

[0144] 粉末颗粒或调色剂中粗粉基于体积的量(体积%)通过分析采用Multisizer3测量后的数据来计算。

[0145] 例如,通过以下步骤计算调色剂中10.0 μ m以上的颗粒的体积%。首先,通过将专用软件设定在“图/体积%”,将测量结果的图以体积%显示。然后,将复选标记设置在“格式/粒径/粒径统计”界面的粒径设定部分设置为“>”,和在粒径设定部分的粒径输入部输入“10”。当显示“分析/体积统计值(算术平均)”界面时,“>10 μ m”的显示部的数值为调色剂中10.0 μ m以上的颗粒的体积%。

[0146] <平均圆形度的测量方法>

[0147] 采用流式颗粒图像分析设备“FPIA-3000”(SYSMEX CORPORATION制)在校准操作时的测量和分析条件下测量粉末颗粒和调色剂的平均圆形度。

[0148] 具体测量方法如下。首先,将约20ml预先除去杂质固体等的离子交换水装入玻璃容器中。通过用离子交换水稀释“Contaminon N”(用于清洗精密测量装置的10质量%中性清洁剂水溶液,其包括非离子表面活性剂、阴离子表面活性剂和有机助洗剂,pH为7,Wako Pure Chemical Industries,Ltd.生产)约3质量倍而制备稀释液,并将约0.2ml稀释液作为分散剂添加至容器中。进一步添加约0.02g测量样品,并采用超声波分散装置进行分散处理2分钟,以得到测量用分散液。就此而言,将所述分散液适宜地冷却至10 $^{\circ}$ C-40 $^{\circ}$ C温度。使用具有50kHz振荡频率和150W电输出的台式超声波洗涤器分散器(“VS-150”(Velvo-Clear Co.,Ltd.制))作为超声波分散装置,将预定量的离子交换水装入水槽中,并向水槽中添加约2ml Contaminon N。

[0149] 对于测量,使用安装有标准物镜(放大率:10x)的流式颗粒图像分析设备,和使用颗粒鞘“PSE-900A”(SYSMEX CORPORATION制)作为鞘液(sheath fluid)。将按所述步骤制备的分散液引入流式颗粒图像分析设备中,并按照HPF测量模式和总计数模式,测量3000个调色剂颗粒。采用将颗粒分析时的二值化阈值设定为85%和将分析的粒径限定为各自对应于圆当量直径为1.985 μ m以上且小于39.69 μ m的直径,确定调色剂或粉末颗粒的平均圆形度。

[0150] 测量时,开始测量前,采用标准乳胶颗粒(采用离子交换水稀释Duke Scientific生产的“RESEARCH AND TEST PARTICLES Latex Microsphere Suspensions5200A”得到)进行自动对焦。然后,可从开始测量起每两小时进行对焦。

[0151] 需要注意的是,在本申请的实施例,使用已经通过SYSMEX CORPORATION进行校准操作,和已经获得SYSMEX CORPORATION颁发的校准证书的流式颗粒图像分析设备。除了将待分析的粒径限定为各自对应于圆当量直径为1.985 μ m以上且小于39.69 μ m的直径以外,在与获得校准证书时的条件相同的测量和分析条件下进行测量。

[0152] <具有0.990以上的圆形度的颗粒百分数的计算方法>

[0153] 使用具有0.990以上的圆形度的颗粒百分数作为显示圆形度分布的指标,并以频度(%)表示。具体地,在通过FPIA-3000测量的调色剂的平均圆形度中,使用通过将在频度表格范围内1.00处的频度值(%)与在0.990-1.000处的频度值(%)相加得到的值。

[0154] 实施例

[0155] 聚酯树脂1

[0156] 称量以下材料并添加至装备有冷凝管、搅拌器和氮气导入管的反应槽中。

- [0157] 对苯二甲酸 17.6质量份
- [0158] 聚氧乙烯(2.2)-2,2-双(4-羟基苯)丙烷 76.2质量份
- [0159] 二羟基双(三乙醇胺化)钛 0.2质量份
- [0160] 然后,将得到的混合物加热至220℃,并反应8小时,同时导入氮气并除去产生的水。随后,添加1.5质量份偏苯三酸酐,加热至180℃,并反应4小时,合成聚酯树脂1。
- [0161] 聚酯树脂1通过GPC测量的重均分子量(Mw)为82400,数均分子量(Mn)为3300,以及峰值分子量(Mp)为8450,且玻璃化转变温度(Tg)为63℃和软化点(1/2法)为110℃。
- [0162] (调色剂用粉末颗粒的生产例)
- [0163] 聚酯树脂1: 100质量份
- [0164] 石蜡: 6质量份
- [0165] (最大吸热峰的峰值温度:78℃)
- [0166] 3,5-二叔丁基水杨酸铝化合物: 1.0质量份
- [0167] C.I.颜料蓝15: 3.5质量份
- [0168] 将上述材料通过亨舍尔混合机(FM-75型)(NIPPON COKE&ENGINEERING CO.,LTD.制)混合,然后通过温度设定为120℃的双螺杆捏合机(PCM-30型)(Ikegai,Corp.制)捏合。冷却得到的捏合产物,并通过锤磨机粗粉碎至1mm以下,将得到的粉碎产物通过机械粉碎机T-250(Turbo Kogyo Co., Ltd.制)粉碎,以得到细颗粒。然后,通过Faculty(Hosokawa Micron Corporation)分级得到的细颗粒。
- [0169] 在此情况下得到的调色剂用粉末颗粒具有6.5μm的重均粒径(D4),在粉末颗粒中4.0μm以下粒径的颗粒的存在比为28.5个数%,和10.0μm以上的粒径的颗粒的存在比为3.0体积%。
- [0170] 此外,通过FPIA3000测量圆形度,结果,粉末颗粒的平均圆形度为0.950,和圆形度为0.990以上的颗粒的频率为1.5%。
- [0171] 以下,将所述粉末颗粒指定为调色剂用粉末颗粒A。
- [0172] 进一步地,将以下材料装入亨舍尔混合机(FM-75型,NIPPON COKE&ENGINEERING CO.,LTD.制)中,并在50.0m/秒的旋转叶片的圆周速率下混合,和混合时间为3分钟,得到通过在调色剂用粉末颗粒A表面上粘附二氧化硅和氧化钛得到的调色剂用粉末颗粒B。
- [0173] 调色剂用粉末颗粒A: 100质量份
- [0174] 二氧化硅: 3.0质量份
- [0175] (通过采用1.5质量%六甲基二硅氮烷对溶胶-凝胶法制备的二氧化硅细颗粒进行表面处理,并通过分级调节颗粒以具有期望的粒度分布而得到)
- [0176] 二氧化钛: 0.5质量份
- [0177] (通过将具有锐钛矿型结晶性的偏钛酸进行表面处理得到)
- [0178] 实施例1
- [0179] 在本发明中,使用图1所示的热处理设备,设备的内径为450mm,使用图3的回旋构件,图4中7-a的角θ为60°,原料供给单元为图5所示的8通道的单元,并热处理调色剂用粉末颗粒B。这里,设置在处理室内的调节单元截面形状为圆形,该具有圆形截面的调节单元还用于下述实施例中。
- [0180] 在此情况下,回旋构件的叶片之间最小间隔G为11.6mm,高度为30mm,叶片数为18,

和热风供给单元出口的截面积为 6480mm^2 。

[0181] 在此情况下,原料供给单元出口的出口截面积为 640mm^2 。

[0182] 如图1所示,以三段方式供给冷风,第一段和第二段的各冷风沿切线方向以4通道供给,和第三段的冷风沿切线方向以3通道供给。

[0183] 上述设备构成指定为设备构造1。

[0184] 在设备构造1中,以 150kg/hr 的调色剂用粉末颗粒B的供给量和 175°C 的热风温度以及 $27.0\text{m}^3/\text{min}$ 的热风流量,热处理调色剂用粉末颗粒B,以获得平均圆形度为0.970的热处理后的颗粒。

[0185] 在此情况下的操作条件如下:冷风温度为 -5°C ,和由高压空气供给喷嘴供给的各注入空气的流量为 $1.75\text{m}^3/\text{min}$ 。

[0186] 另外,将第一段的 $6.0\text{m}^3/\text{min}$ 的冷风分成4份,并将 $1.5\text{m}^3/\text{min}$ 的各冷风供给至处理室中。此外,将第二段的 $2.0\text{m}^3/\text{min}$ 冷风分成4份,并将 $0.5\text{m}^3/\text{min}$ 的各冷风供给至处理室中。另外,将第三段的 $4.2\text{m}^3/\text{min}$ 冷风分成3份,并将 $1.4\text{m}^3/\text{min}$ 的各冷风供给至处理室中。

[0187] 将上述操作条件指定为操作条件1。

[0188] 这里,在此条件下,由热风供给单元的回旋构件引入处理室的热风的风速大于由原料供给单元引入处理室的粉末的供给速率。

[0189] 在此情况下得到的热处理后的颗粒是重均粒径(D_4)为 $6.8\mu\text{m}$, $4.0\mu\text{m}$ 以下粒径的颗粒的存在比为25.3个数%,和 $10.0\mu\text{m}$ 以上的粒径的颗粒的存在比为3.8体积%,且包含极少粗大颗粒的热处理后的颗粒。

[0190] 另外,通过FPIA3000测量具有0.990以上的圆形度的颗粒的频度,结果其值为24.0%,并得到均匀性非常优异的热处理后的颗粒。

[0191] 然后,除了作为热处理设备的操作条件的调色剂用粉末颗粒B的供给量为 100kg/hr 和热风温度为 160°C 以外,在与操作条件1相同的条件下热处理调色剂用粉末颗粒B,以具有0.970的平均圆形度。

[0192] 得到的热处理后的颗粒具有 $6.6\mu\text{m}$ 的重均粒径(D_4),27.2个数%的 $4.0\mu\text{m}$ 以下的粒径的颗粒的存在比,和3.3体积%的 $10.0\mu\text{m}$ 以上的粒径的颗粒的存在比。

[0193] 这里,得到的热处理后的颗粒的粗粉量与处理量为 150kg/hr 时得到的热处理后的颗粒的粗粉量之差 Δs (体积%)为0.5体积%,且本实施例的设备构造实现了非常容易增加处理量。

[0194] 随后,除了作为热处理设备的操作条件的调色剂用粉末颗粒B的供给量为 150kg/hr 和热风温度为 180°C 以外,在与操作条件1相同的条件下热处理调色剂用粉末颗粒B。将此情况下的操作条件指定为操作条件2。

[0195] 在此情况下得到的热处理后的颗粒具有 $6.8\mu\text{m}$ 的重均粒径(D_4),25.1个数%的 $4.0\mu\text{m}$ 以下的粒径的颗粒的存在比,和4.2体积%的 $10.0\mu\text{m}$ 以上的粒径的颗粒的存在比。

[0196] 进一步地,通过FPIA3000测量圆形度,结果平均圆形度为0.972,和得到具有极高球形度的热处理后的颗粒。

[0197] 操作1小时后,当停止供给调色剂用粉末颗粒B并检查设备中熔着的存在时,完全未观察到熔着产物。

[0198] 评价实施例1的以下项目。

[0199] <圆形度为0.990以上的颗粒频度的评价>

[0200] 使用以下标准评价得到的热处理后的颗粒的具有0.990以上的圆形度的颗粒的频度b(%)。

[0201] A: $b < 25.0$

[0202] B: $25.0 \leq b < 30.0$

[0203] C: $30.0 \leq b < 35.0$

[0204] D: $35.0 \leq b < 40.0$

[0205] E: $40.0 \leq b$

[0206] <粗粉量的评价>

[0207] 关于热处理后的颗粒中粗粉量的评价,采用以下标准以确定热处理后的颗粒中 $10.0\mu\text{m}$ 以上的颗粒的百分数s(体积%)。

[0208] A: $s < 5.0$

[0209] B: $5.0 \leq s < 10.0$

[0210] C: $10.0 \leq s < 15.0$

[0211] D: $15.0 \leq s < 20.0$

[0212] E: $20.0 \leq s$

[0213] <增加处理量时粗粉量变化的评价>

[0214] 确定在 100kg/hr 的降低的处理量下通过热处理得到的热处理后的颗粒中 $10.0\mu\text{m}$ 以上的颗粒的百分数s'(体积%),以使得平均圆形度为0.970。

[0215] 然后计算得到的s'与上述s之间的差值 $\Delta s(s-s')$ (体积%),并作为表达在热处理设备中提高处理量容易性的指标,并根据以下标准确定。

[0216] A: $2.0 < \Delta s$

[0217] B: $2.0 \leq \Delta s < 4.0$

[0218] C: $4.0 \leq \Delta s < 6.0$

[0219] D: $6.0 \leq \Delta s < 8.0$

[0220] E: $8.0 \leq \Delta s$

[0221] <平均圆形度和熔着的评价>

[0222] 根据以下标准,评价在 150kg/hr 处理量和 180°C 处理温度下,通过热处理得到的热处理后的颗粒的平均圆形度e。

[0223] A: $e \geq 0.970$

[0224] B: $0.970 < e \leq 0.965$

[0225] C: $0.965 < e \leq 0.960$

[0226] D: $0.960 < e \leq 0.955$

[0227] E: $e < 0.955$

[0228] 在 150kg/hr 处理量和 180°C 处理温度下操作1小时后,停止调色剂用粉末颗粒B的供给,并通过从热处理设备侧面的检查口(access port)(未显示)插入工业视频显示器“IPLEX SA II R”(OLYMPUS CORPORATION制)的显示器部,检查设备中熔着的存在,并根据以下标准确定熔着的存在。

[0229] A: 完全未观察到熔着产物

[0230] B:少量观察到熔着产物,但操作中不存在问题

[0231] C:观察到熔着,但操作中不存在问题

[0232] D:观察到熔着,操作需要停止

[0233] E:观察到大量熔着产物,操作需要停止

[0234] 将这些结果汇总表1中。

[0235] 实施例2

[0236] 在本实施例中,使用图1所示的热处理设备,并改造所述设备使得图3中回旋构件的叶片间最小间隔G为30mm,高度为36mm和叶片数为9,以及热风供给单元出口的截面积为 9720mm^2 。除了粉末颗粒供给单元出口的截面积为 160mm^2 以外,采用与设备构造1相同的设备构造,在操作条件1下热处理调色剂用粉末颗粒B。

[0237] 在此条件下,由热风供给单元的回旋构件引导至处理室的热风的风速等于由原料供给单元引入处理室的粉末的供给速率。这里,在此情况下的设备构造指定为设备构造2。

[0238] 在此情况下得到的热处理后的颗粒是具有 $6.8\mu\text{m}$ 重均粒径(D4),和24.8个数%的 $4.0\mu\text{m}$ 以下的粒径的颗粒的存在比,和4.2体积%的 $10.0\mu\text{m}$ 以上的粒径的颗粒的存在比,且包含极少粗大颗粒的热处理后的颗粒。

[0239] 另外,通过FPIA3000测量具有0.990以上的圆形度的颗粒的频度,结果其值为24.4%,并得到均匀性非常优异的热处理后的颗粒。

[0240] 然后,除了作为热处理设备的操作条件的调色剂用粉末颗粒B的供给量为 100kg/hr 和热风温度为 160°C 以外,在与操作条件1相同的条件下热处理调色剂用粉末颗粒B,以具有0.970的平均圆形度。

[0241] 得到的热处理后的颗粒具有 $6.6\mu\text{m}$ 的重均粒径(D4),和26.9个数%的 $4.0\mu\text{m}$ 以下的粒径的颗粒的存在比,和3.5体积%的 $10.0\mu\text{m}$ 以上的粒径的颗粒的存在比。

[0242] 这里,得到的热处理后的颗粒的粗粉量之差 Δs (体积%)为0.7体积%,和本实施例的设备构造实现了非常容易增长处理量。

[0243] 随后,在以操作条件2作为操作条件下,在本设备构造2中热处理调色剂用粉末颗粒B,得到的热处理后的颗粒具有 $6.8\mu\text{m}$ 的重均粒径(D4),和24.5个数%的 $4.0\mu\text{m}$ 以下粒径的颗粒的存在比,和4.6体积%的 $10.0\mu\text{m}$ 以上的粒径的颗粒的存在比。

[0244] 进一步地,通过FPIA3000测量圆形度,结果平均圆形度为0.971,和得到具有极高球形度的热处理后的颗粒。

[0245] 操作1小时后,当停止供给调色剂用粉末颗粒B并检查设备中的熔着的存在时,完全未观察到熔着产物。

[0246] 这些结果汇总于表1中。

[0247] 实施例3

[0248] 在本实施例中,除了原料供给单元出口的截面积为 140mm^2 ,在除了热风温度为 180°C 以外与操作条件1相同的条件下,在与设备构造2相同的设备构造下,采用图1所示热处理设备热处理调色剂用粉末颗粒B。

[0249] 在此条件下,由热风供给单元的回旋构件引入至处理室的热风的风速低于由原料供给单元引入处理室的粉末的供给速率。这里,在此情况下的设备构造指定为设备构造3。

[0250] 在此情况下得到的热处理后的颗粒是具有 $6.9\mu\text{m}$ 的重均粒径(D4),和24.6个数%的

4.0 μm 以下粒径的颗粒的存在比,和4.5体积%的10.0 μm 以上的粒径的颗粒的存在比,且包含极少粗大颗粒的热处理后的颗粒。

[0251] 另外,通过FPIA3000测量具有0.990以上的圆形度的颗粒的频度,结果其值为24.5%,并得到均匀性非常优异的热处理后的颗粒。

[0252] 然后,除了作为热处理设备的操作条件的调色剂用粉末颗粒B的供给量为100kg/hr和热风温度为165 $^{\circ}\text{C}$ 以外,在与操作条件1相同的条件下热处理调色剂用粉末颗粒B,以具有0.970的平均圆形度。

[0253] 得到的热处理后的颗粒具有6.6 μm 的重均粒径(D_4),27.3个数%的4.0 μm 以下粒径的颗粒的存在比,和3.6体积%的10.0 μm 以上的粒径的颗粒的存在比。

[0254] 这里,得到的热处理后的颗粒的粗粉量之差 Δs (体积%)为0.9体积%,和本实施例的设备构造实现了非常容易增长处理量。

[0255] 随后,在以操作条件2作为操作条件下,在本设备构造3中热处理调色剂用粉末颗粒B,得到的热处理后的颗粒具有6.9 μm 的重均粒径(D_4),24.6个数%的4.0 μm 以下粒径的颗粒的存在比,和4.5体积%的10.0 μm 以上的粒径的颗粒的存在比。

[0256] 进一步地,通过FPIA3000测量圆形度,结果平均圆形度为0.970,和得到具有极高球形度的热处理后的颗粒。

[0257] 操作1小时后,当停止供给调色剂用粉末颗粒B并检查设备中的熔着的存在时,稍微观察到熔着产物,但没有操作上的问题。

[0258] 这些结果汇总于表1中。

[0259] 实施例4

[0260] 在本实施例中,除了省略图1所示热处理设备第二段的冷风供给单元4-2,以两段方式供给冷风以外,在与设备构造3相同的设备构造中热处理调色剂用粉末颗粒B。

[0261] 在此情况下,除了热风温度为185 $^{\circ}\text{C}$,和未供给第二段的冷风以外,操作条件与操作条件1相同。在此情况下的操作条件指定为操作条件3。

[0262] 进一步地,在此条件下,由热风供给单元的回旋构件引入至处理室的热风的风速低于由原料供给单元引入热处理室的粉末的供给速率。这里,在此情况下的设备构造指定为设备构造4。

[0263] 在此情况下得到的热处理后的颗粒是具有6.9 μm 重均粒径(D_4),25.1个数%的4.0 μm 以下粒径的颗粒的存在比,和4.6体积%的10.0 μm 以上的粒径的颗粒的存在比,且包含极少粗大颗粒的热处理后的颗粒。

[0264] 另外,通过FPIA3000测量具有0.990以上的圆形度的颗粒的频度,结果其值为24.6%,并得到均匀性非常优异的热处理后的颗粒。

[0265] 然后,除了作为热处理设备的操作条件的调色剂用粉末颗粒B的供给量为100kg/hr,和热风温度为170 $^{\circ}\text{C}$ 以外,在与操作条件3相同的条件下热处理调色剂用粉末颗粒B,以具有0.970的平均圆形度。

[0266] 得到的热处理后的颗粒具有6.6 μm 的重均粒径(D_4),和27.2个数%的4.0 μm 以下粒径的颗粒的存在比,和3.7体积%的10.0 μm 以上的粒径的颗粒的存在比。

[0267] 这里,得到的热处理后的颗粒的粗粉量之差 Δs (体积%)为0.9体积%,和本实施例的设备构造实现了非常容易增长处理量。

[0268] 随后,在操作条件3的热风温度变为180℃的条件下,在本设备构造4中热处理调色剂用粉末颗粒B,得到的热处理后的颗粒具有6.9μm的重均粒径(D4),和24.4个数%的4.0μm以下粒径的颗粒的存在比,和4.4体积%的10.0μm以上的粒径的颗粒的存在比。

[0269] 进一步地,通过FPIA3000测量圆形度,结果平均圆形度为0.969,和得到具有极高球形度的热处理后的颗粒。

[0270] 操作1小时后,当停止供给调色剂用粉末颗粒B并检查设备中的熔着的存在时,稍微观察到熔着产物,但没有操作上的问题。

[0271] 这些结果汇总于表1中。

[0272] 实施例5

[0273] 在本实施例中,除了省略图1所示热处理设备第三段的冷风供给单元4-3,以一段方式供给冷风以外,在与设备构造4相同的设备构造中热处理调色剂用粉末颗粒B。

[0274] 在此情况下,除了热风温度为185℃,和未供给在第二段和第三段的冷风以外,操作条件与操作条件1相同。在此情况下的操作条件指定为操作条件4。

[0275] 进一步地,在此条件下,由热风供给单元的回旋构件引入至处理室的热风的风速低于由原料供给单元引入处理室的粉末的供给速率。这里,在此情况下的设备构造指定为设备构造5。

[0276] 在此情况下得到的热处理后的颗粒是具有6.9μm重均粒径(D4),24.3个数%的4.0μm以下粒径的颗粒的存在比,和4.8体积%的10.0μm以上的粒径的颗粒的存在比,且包含极少粗大颗粒的热处理后的颗粒。

[0277] 另外,通过FPIA3000测量具有0.990以上的圆形度的颗粒的频度,结果其值为24.4%,并得到均匀性非常优异的热处理后的颗粒。

[0278] 然后,除了作为热处理设备的操作条件的调色剂用粉末颗粒B的供给量为100kg/hr和热风温度为170℃以外,在与操作条件4相同的条件下热处理调色剂用粉末颗粒B,以具有0.970的平均圆形度。

[0279] 得到的热处理后的颗粒具有6.7μm的重均粒径(D4),26.8个数%的4.0μm以下粒径的颗粒的存在比,和3.8体积%的10.0μm以上的粒径的颗粒的存在比。

[0280] 这里,得到的热处理后的颗粒的粗粉量之差 Δs (体积%)为1.0体积%,和本实施例的设备构造实现了非常容易增长处理量。

[0281] 随后,在操作条件4的热风温度变为180℃的条件下,在本设备构造5中 热处理调色剂用粉末颗粒B,得到的热处理后的颗粒具有6.9μm的重均粒径(D4),24.5个数%的4.0μm以下粒径的颗粒的存在比,和4.6体积%的10.0μm以上的粒径的颗粒的存在比。

[0282] 进一步地,通过FPIA3000测量圆形度,结果平均圆形度为0.969,和得到具有极高球形度的热处理后的颗粒。

[0283] 操作1小时后,当停止供给调色剂用粉末颗粒B并检查设备中的熔着的存在时,观察到熔着,但没有操作上的问题。

[0284] 这些结果汇总于表1中。

[0285] 实施例6

[0286] 在本实施例中,除了将图1所示热处理设备的原料供给单元变为图5中4通道的单元,和原料通过一个高压空气供给喷嘴供给外,在与设备构造5相同的设备构造中热处理调

色剂用粉末颗粒B。

[0287] 在此情况下,除了热风温度为190℃,未供给在第二段和第三段的各冷风,和由高压空气供给喷嘴供给的注入空气的流量为1.75m³/min外,操作条件与操作条件1相同。在此情况下的操作条件指定为操作条件5。

[0288] 进一步地,在此条件下,由热风供给单元的回旋构件引入至处理室的热风的风速低于由原料供给单元引入处理室的粉末的供给速率。这里,在此情况下的设备构造指定为设备构造6。

[0289] 在此情况下得到的热处理后的颗粒是具有7.1μm的重均粒径(D4),24.0个数%的4.0μm以下粒径的颗粒的存在比,和7.3体积%的10.0μm以上的粒径的颗粒的存在比,且包含极少粗大颗粒的热处理后的颗粒。

[0290] 另外,通过FPIA3000测量具有0.990以上的圆形度的颗粒的频度,结果其值为24.6%,并得到均匀性非常优异的热处理后的颗粒。

[0291] 然后,除了作为热处理设备的操作条件的调色剂用粉末颗粒B的供给量为100kg/hr和热风温度为175℃以外,在与操作条件5相同的条件下热处理调色剂用粉末颗粒B,以具有0.970的平均圆形度。

[0292] 得到的热处理后的颗粒具有6.8μm的重均粒径(D4),26.6个数%的4.0μm以下粒径的颗粒的存在比,和3.9体积%的10.0μm以上的粒径的颗粒的存在比。

[0293] 这里,得到的热处理后的颗粒的粗粉量之差Δs(体积%)为3.4体积%,和本实施例的设备构造实现了容易增长处理量。

[0294] 随后,在操作条件5的热风温度变为180℃的条件下,在本设备构造6中热处理调色剂用粉末颗粒B,得到的热处理后的颗粒具有7.0μm的重均粒径(D4),24.1个数%的4.0μm以下粒径的颗粒的存在比,和7.1体积%的10.0μm以上的粒径的颗粒的存在比。

[0295] 进一步地,通过FPIA3000测量圆形度,结果平均圆形度为0.967,和得到具有极高球形度的热处理后的颗粒。

[0296] 操作1小时后,当停止供给调色剂用粉末颗粒B并检查设备中的熔着的存在时,观察到熔着,但没有操作上的问题。

[0297] 这些结果汇总于表1中。

[0298] 实施例7

[0299] 在本实施例中,除了图1所示热处理设备的原料供给单元改变为图5所示的2通道单元以外,在与设备构造6相同的设备构造中热处理调色剂用粉末颗粒B。

[0300] 在此情况下,除了热风温度为195℃,未供给在第二段和第三段的各冷风,和由高压空气供给喷嘴供给的注入空气的流量为0.88m³/min外,操作条件与操作条件1相同。在此情况下的操作条件指定为操作条件6。

[0301] 进一步地,在此条件下,由热风供给单元的回旋构件引入至处理室的热风的风速低于由原料供给单元引入处理室的粉末的供给速率。这里,在此情况下的设备构造指定为设备构造7。

[0302] 在此情况下得到的热处理后的颗粒是具有7.3μm重均粒径(D4),23.9个数%的4.0μm以下粒径的颗粒的存在比,和8.1体积%的10.0μm以上的粒径的颗粒的存在比,且包含很少粗大颗粒的热处理后的颗粒。

[0303] 另外,通过FPIA3000测量具有0.990以上的圆形度的颗粒的频度,结果其值为24.8%,并得到均匀性非常优异的热处理后的颗粒。

[0304] 然后,除了作为热处理设备的操作条件的调色剂用粉末颗粒B的供给量为100kg/hr和热风温度为180℃外,在与操作条件6相同的条件下热处理调色剂用粉末颗粒B,以具有0.970的平均圆形度。

[0305] 得到的热处理后的颗粒具有6.9μm的重均粒径(D4),26.9个数%的4.0μm以下粒径的颗粒的存在比,和4.0体积%的10.0μm以上的粒径的颗粒的存在比。

[0306] 这里,得到的热处理后的颗粒的粗粉量之差 Δs (体积%)为4.1体积%。

[0307] 随后,在操作条件6的热风温度变为180℃的条件下,在本设备构造7中热处理调色剂用粉末颗粒B,得到的热处理后的颗粒具有7.2μm的重均粒径(D4),24.0个数%的4.0μm以下粒径的颗粒的存在比,和7.5体积%的10.0μm以上的粒径的颗粒的存在比。

[0308] 进一步地,通过FPIA3000测量圆形度,结果平均圆形度为0.965,和得到具有极高球形度的热处理后的颗粒。

[0309] 操作1小时后,当停止供给调色剂用粉末颗粒B并检查设备中的熔着的存在时,观察到熔着,但没有操作上的问题。

[0310] 这些结果汇总于表1中。

[0311] 实施例8

[0312] 在本实施例中,除了以图5所示的1方向使用图1所示热处理设备的原料供给单元外,在与设备构造7相同的设备构造中热处理调色剂用粉末颗粒B。

[0313] 在此情况下,除了热风温度为200℃,未供给在第二段和第三段的各冷风,和由高压空气供给喷嘴供给的注入空气的流量为0.44m³/min外,操作条件与操作条件1相同。在此情况下的操作条件指定为操作条件7。

[0314] 进一步地,在此条件下,由热风供给单元的回旋构件引入至处理室的热风的风速低于由原料供给单元引入处理室的粉末的供给速率。这里,在此情况下的设备构造指定为设备构造8。

[0315] 在此情况下得到的热处理后的颗粒是具有7.5μm的重均粒径(D4),23.6个数%的4.0μm以下粒径的颗粒的存在比,和9.8体积%的10.0μm以上的粒径的颗粒的存在比,且包含很少粗大颗粒的热处理后的颗粒。

[0316] 另外,通过FPIA3000测量具有0.990以上的圆形度的颗粒的频度,结果其值为26.0%,并得到均匀性非常优异的热处理后的颗粒。

[0317] 然后,除了作为热处理设备的操作条件的调色剂用粉末颗粒B的供给量为100kg/hr和热风温度为185℃外,在与操作条件1相同的条件下热处理调色剂用粉末颗粒B,以具有0.970的平均圆形度。

[0318] 得到的热处理后的颗粒具有7.0μm的重均粒径(D4),26.4个数%的4.0μm以下粒径的颗粒的存在比,和5.0体积%的10.0μm以上的粒径的颗粒的存在比。

[0319] 这里,得到的热处理后的颗粒的粗粉量之差 Δs (体积%)为4.8体积%。

[0320] 随后,在操作条件7的热风温度变为180℃的条件下,在本设备构造8中热处理调色剂用粉末颗粒B,得到的热处理后的颗粒具有7.4μm的重均粒径(D4),23.8个数%的4.0μm以下粒径的颗粒的存在比,和8.1体积%的10.0μm以上的粒径的颗粒的存在比。

[0321] 进一步地,通过FPIA3000测量圆形度,结果,得到平均圆形度为0.963的热处理后的颗粒。

[0322] 操作1小时后,当停止供给调色剂用粉末颗粒B并检查设备中熔着的存在时,观察到熔着,但没有操作上的问题。

[0323] 这些结果汇总于表1中。

[0324] 实施例9

[0325] 在本实施例中,除了将热处理设备第一段中冷风的通道数变为2外,在与设备构造8相同的设备构造中热处理调色剂用粉末颗粒B。

[0326] 在此情况下,操作条件如下:热风温度为200℃,将第一段6.0m³/min的冷风分成两份,从而得到3.0m³/min的各冷风。此外,除了未供给在第二段和第三段的各冷风,和由高压空气供给喷嘴供给的注入空气的流量为0.44m³/min外,操作条件与操作条件1相同。在此情况下的操作条件指定为操作条件8。进一步地,在此条件下,由热风供给单元的回旋构件引入至处理室的热风的风速低于由原料供给单元引入处理室的粉末的供给速率。这里,在此情况下的设备构造指定为设备构造9。

[0327] 在此情况下得到的热处理后的颗粒是具有7.6μm的重均粒径(D4),23.4个数%的4.0μm以下粒径的颗粒的存在比,和11.6体积%的10.0μm以上的粒径的颗粒的存在比,且包含很少粗大颗粒的热处理后的颗粒。

[0328] 另外,通过FPIA3000测量具有0.990以上的圆形度的颗粒的频度,结果其值为28.4%,并得到均匀性非常优异的热处理后的颗粒。

[0329] 然后,除了作为热处理设备的操作条件的调色剂用粉末颗粒B的供给量为100kg/hr和热风温度为185℃外,在与操作条件8相同的条件下热处理调色剂用粉末颗粒B,以具有0.970的平均圆形度。

[0330] 得到的热处理后的颗粒具有7.1μm的重均粒径(D4),26.3个数%的4.0μm以下粒径的颗粒的存在比,和7.2体积%的10.0μm以上的粒径的颗粒的存在比。

[0331] 这里,得到的热处理后的颗粒的粗粉量之差Δs(体积%)为4.4体积%。

[0332] 随后,在操作条件8的热风温度变为180℃的条件下,在本设备构造9中热处理调色剂用粉末颗粒B,得到的热处理后的颗粒具有7.5μm的重均粒径(D4),23.7个数%的4.0μm以下粒径的颗粒的存在比,和9.3体积%的大量10.0μm以上的粒径的颗粒的存在比。

[0333] 进一步地,通过FPIA3000测量圆形度,结果,得到平均圆形度为0.963的热处理后的颗粒。

[0334] 操作1小时后,当停止供给调色剂用粉末颗粒B并检查设备中熔着的存在时,观察到熔着,但没有操作上的问题。

[0335] 这些结果汇总于表1中。

[0336] 实施例10

[0337] 在本实施例中,除了未拆分图1所示热处理设备第一段的冷风,并以1方向使用外,在与设备构造9相同的设备构造中热处理调色剂用粉末颗粒B。

[0338] 在此情况下,除了热风温度为200℃,第一段的冷风为6.0m³/min,未供给在第二段和第三段的各冷风,和由高压空气供给喷嘴供给的注入空气流量为0.44m³/min外,操作条件与操作条件1相同。在此情况下的操作条件指定为操作条件9。

[0339] 进一步地,在此条件下,由热风供给单元的回旋构件引入至处理室的热风的风速低于由原料供给单元引入处理室的粉末的供给速率。这里,在此情况下的设备构造指定为设备构造10。

[0340] 在此情况下得到的热处理后的颗粒是具有 $7.7\mu\text{m}$ 的重均粒径(D_4),23.0个数%的 $4.0\mu\text{m}$ 以下粒径的颗粒的存在比,和13.6体积%的 $10.0\mu\text{m}$ 以上的粒径的颗粒的存在比,且包含很少粗大颗粒的热处理后的颗粒。

[0341] 另外,通过FPIA3000测量具有0.990以上的圆形度的颗粒的频度,结果得到具有30.5%频度的热处理后的颗粒。

[0342] 然后,除了作为热处理设备的操作条件的调色剂用粉末颗粒B的供给量为 100kg/hr 和热风温度为 190°C 外,在与操作条件9相同的条件下热处理调色剂用粉末颗粒B,以具有0.970的平均圆形度。

[0343] 得到的热处理后的颗粒具有 $7.3\mu\text{m}$ 的重均粒径(D_4),26.0个数%的 $4.0\mu\text{m}$ 以下粒径的颗粒的存在比,和8.5体积%的 $10.0\mu\text{m}$ 以上的粒径的颗粒的存在比。

[0344] 这里,得到的热处理后的颗粒的粗粉量之差 Δs (体积%)为5.1体积%。

[0345] 随后,在操作条件8的热风温度变为 180°C 的条件下,在本设备构造9中热处理调色剂用粉末颗粒B,得到的热处理后的颗粒具有 $7.5\mu\text{m}$ 的重均粒径(D_4),23.4个数%的 $4.0\mu\text{m}$ 以下粒径的颗粒的存在比,和10.2体积%的 $10.0\mu\text{m}$ 以上的粒径的颗粒的存在比。

[0346] 进一步地,通过FPIA3000测量圆形度,结果,得到平均圆形度为0.963的热处理后的颗粒。

[0347] 操作1小时后,当停止供给调色剂用粉末颗粒B并检查设备中熔着的存在时,观察到熔着,但没有操作上的问题。

[0348] 这些结果汇总于表1中。

[0349] 实施例11

[0350] 除了将待热处理的粉末颗粒变为调色剂用粉末颗粒A外,进行与实施例1相同的热处理。

[0351] 在此情况下得到的热处理后的颗粒是具有 $7.0\mu\text{m}$ 的重均粒径(D_4),24.9个数%的 $4.0\mu\text{m}$ 以下粒径的颗粒的存在比,和5.9体积%的 $10.0\mu\text{m}$ 以上的粒径的颗粒的存在比,且包含很少粗大颗粒的热处理后的颗粒。

[0352] 另外,通过FPIA3000测量具有0.990以上的圆形度的颗粒的频度,结果其值为25.3%,得到均匀性优异的热处理后的颗粒。

[0353] 然后,除了作为热处理设备的操作条件的调色剂用粉末颗粒A的供给量为 100kg/hr 和热风温度为 165°C 外,在与操作条件1相同的条件下热处理调色剂用粉末颗粒A,以具有0.970的平均圆形度。

[0354] 得到的热处理后的颗粒具有 $6.6\mu\text{m}$ 的重均粒径(D_4),27.6个数%的 $4.0\mu\text{m}$ 以下粒径的颗粒的存在比,和3.8体积%的 $10.0\mu\text{m}$ 以上的粒径的颗粒的存在比。

[0355] 这里,得到的热处理后的颗粒的粗粉量与处理量为 150kg/hr 时得到的热处理后的颗粒的粗粉量之差 Δs (体积%)为2.1体积%,和本实施例的设备构造实现了容易增长处理量。

[0356] 随后,除了作为热处理设备的操作条件的调色剂用粉末颗粒A的供给量为 150kg/hr

hr和热风温度为180℃外,在与操作条件1相同的条件下热处理调色剂用粉末颗粒A。

[0357] 在此情况下得到的热处理后的颗粒具有7.0μm的重均粒径(D4),24.0个数%的4.0μm以下粒径的颗粒的存在比,和6.4体积%的10.0μm以上的粒径的颗粒的存在比。

[0358] 进一步地,通过FPIA3000测量圆形度,结果,平均圆形度为0.969,且获得具有高度球形度的热处理后的颗粒。

[0359] 操作1小时后,当停止供给调色剂用粉末颗粒A并检查设备中熔着的存在时,稍微观察到熔着产物,但没有操作上的问题。

[0360] 这些结果汇总于表1中。

[0361] 比较例1

[0362] 在本比较例中,通过图6所示热处理设备热处理调色剂用粉末颗粒B。

[0363] 在本比较例中使用的图6的热处理设备中,由于粉末颗粒供给单元10在单元的上游装备有回旋室(未显示),因此调色剂用粉末颗粒B在回旋下引入热处理室15中。通过沿与调色剂用粉末颗粒B的方向相同的方向回旋的由热风供给单元11供给的热风,热处理引入的调色剂用粉末颗粒B。

[0364] 在此比较例中,供给冷风的方法如下:从第一冷风供给单元12以切线方向在回旋下吹入冷风,并以狭缝方式沿热处理室的轴中心方向通过垂直导向叶片和冷却调节板(均未示出)垂直地吹出。进一步地,通过从第二冷风供给单元12-2在回旋下引入冷风来冷却热处理后的热处理的颗粒。

[0365] 这里,在本比较例的热处理设备中,在设备外周部设置夹套结构,并将冷却介质从冷却水入口13引入,和从冷却水出口14排出。

[0366] 上述设备构造指定为设备构造11。

[0367] 在该设备构造中,将调色剂用粉末颗粒B以150kg/hr的调色剂用粉末颗粒B的处理量,和250℃的热风温度以及27.0m³/min的热风流量热处理,以得到平均圆形度为0.970的热处理后的颗粒。

[0368] 在此情况下的操作条件如下:冷风温度为-5℃,从高压空气供给喷嘴供给的注入空气的流量为3.5m³/min。

[0369] 作为第一段的冷风,将6.0m³/min的冷风供给至处理室中。另外,作为第二段的冷风,将4.2m³/min的冷风供给至处理室中。

[0370] 上述操作条件指定为操作条件10。

[0371] 这里,在此条件下,由热风供给单元引入至处理室的热风的风速低于由原料供给单元引入处理室的粉末的供给速率。

[0372] 在此情况下得到的热处理后的颗粒是具有8.2μm的重均粒径(D4),22.3个数%的4.0μm以下粒径的颗粒的存在比,和18.9体积%的10.0μm以上的粒径的颗粒的存在比,且包含很多粗大颗粒的热处理后的颗粒。

[0373] 另外,通过FPIA3000测量具有0.990以上的圆形度的颗粒的频度,结果得到具有35.9%频度的缺乏均匀性的热处理后的颗粒。

[0374] 然后,除了作为热处理设备的操作条件的调色剂用粉末颗粒B的供给量为100kg/hr和热风温度为220℃外,在与操作条件10相同的条件下热处理调色剂用粉末颗粒B,以具有0.970的平均圆形度。

[0375] 得到的热处理后的颗粒具有 $7.6\mu\text{m}$ 的重均粒径(D_4), 23.5个数%的 $4.0\mu\text{m}$ 以下粒径的颗粒的存在比, 和12.6体积%的 $10.0\mu\text{m}$ 以上的粒径的颗粒的存在比。

[0376] 这里, 得到的热处理后的颗粒的粗粉量之差 Δs (体积%) 为6.3体积%, 这导致几乎不能提高处理量。

[0377] 随后, 在操作条件10的热风温度变为 180°C 的条件下, 在本设备构造11中热处理调色剂用粉末颗粒B, 得到的热处理后的颗粒具有 $7.9\mu\text{m}$ 的重均粒径(D_4), 23.1个数%的 $4.0\mu\text{m}$ 以下粒径的颗粒的存在比, 和16.4体积%的 $10.0\mu\text{m}$ 以上的粒径的颗粒的存在比。

[0378] 进一步地, 通过FPIA3000测量圆形度, 结果, 得到平均圆形度为0.958的低球形度的热处理后的颗粒。

[0379] 操作1小时后, 当停止供给调色剂用粉末颗粒B并检查设备中熔着的存在时, 观察到熔着, 并需要停止操作。

[0380] 这些结果被认为是由以下事实导致的, 当原料的分散料流和加热料流为回旋流时, 引入的冷风是垂直的, 从而在设备中产生湍流, 引起在设备中的熔着。进一步地, 在该设备构造中, 由于原料的加热料流通过原料的分散料流冷却, 需要施加过量的热以使调色剂球形化。认为设备中调色剂颗粒接收的热量因过量的热而变化, 从而不能进行均匀的热处理, 和不能使得调色剂形状均匀。

[0381] 这些结果汇总于表1中。

[0382] 比较例2

[0383] 在本比较例中, 除了如图7所示改造图6所示热处理设备的热风供给单元和原料供给单元外, 采用与设备构造11相同的设备构造热处理调色剂用粉末颗粒B。

[0384] 在本比较例中使用的热处理设备中, 热风由热风供给单元16在回旋下供给。另外, 调色剂用粉末颗粒B由位于热风供给单元外侧的粉末颗粒供给单元17沿以与热风相逆的方向在回旋下供给。

[0385] 上述设备构造指定为设备构造12。

[0386] 在该设备构造中, 将调色剂用粉末颗粒B以 150kg/hr 的调色剂用粉末颗粒B的处理量, 和 270°C 的热风温度以及 $27.0\text{m}^3/\text{min}$ 热风流量热处理, 以得到平均圆形度为0.970的热处理后的颗粒。

[0387] 在此情况下的操作条件如下: 冷风温度为 -5°C , 从高压空气供给喷嘴供给的注入空气流量为 $3.5\text{m}^3/\text{min}$ 。

[0388] 关于第一段的冷风, 将 $6.0\text{m}^3/\text{min}$ 的冷风供给至处理室中。另外, 关于第二段的冷风, 将 $4.2\text{m}^3/\text{min}$ 的冷风供给至处理室中。

[0389] 上述操作条件指定为操作条件12。

[0390] 这里, 在此条件下, 由热风供给单元引入处理室的热风的风速低于由原料供给单元引入处理室的粉末的供给速率。

[0391] 在此情况下得到的热处理后的颗粒是具有 $8.5\mu\text{m}$ 的重均粒径(D_4), 21.0个数%的 $4.0\mu\text{m}$ 以下粒径的颗粒的存在比, 和23.4体积%的 $10.0\mu\text{m}$ 以上的粒径的颗粒的存在比, 且包含极多粗大颗粒的热处理后的颗粒。

[0392] 另外, 通过FPIA3000测量具有0.990以上的圆形度的颗粒的频度, 结果得到具有41.8%频度的缺乏均匀性的热处理后的颗粒。

[0393] 然后,除了作为热处理设备的操作条件的调色剂用粉末颗粒B的供给量为100kg/hr和热风温度为230℃外,在与操作条件11相同的条件下热处理调色剂用粉末颗粒B,以具有0.970的平均圆形度。

[0394] 得到的热处理后的颗粒具有7.8μm的重均粒径(D4),22.7个数%的4.0μm以下粒径的颗粒的存在比,和15.3体积%的10.0μm以上的粒径的颗粒的存在比。

[0395] 这里,得到的热处理后的颗粒的粗粉量之差 Δs (体积%)为8.1体积%,这导致不能提高处理量。

[0396] 随后,在操作条件11的热风温度变为180℃的条件下,在本设备构造12中热处理调色剂用粉末颗粒B,得到的热处理后的颗粒具有8.2μm的重均粒径(D4),22.6个数%的4.0μm以下粒径的颗粒的存在比,和18.7体积%的10.0μm以上的粒径的颗粒的存在比。

[0397] 进一步地,通过FPIA3000测量圆形度,结果,得到平均圆形度为0.954的极低球形度的热处理后的颗粒。

[0398] 操作1小时后,当停止供给调色剂用粉末颗粒B并检查设备中熔着的存在时,观察到大量熔着产物,并需要停止操作。

[0399] 这些结果被认为是由于以下事实导致的,由于原料的分散料流和加热料流在回旋方向上是彼此相逆的,提高调色剂的处理量导致调色剂因设备中产生的料流紊乱而附着于设备的顶面和壁面上,从而导致熔着产物。

[0400] 这些结果汇总于表1中。

[0401] <双组分显影剂的生产例>

[0402] 将实施例1、实施例11和比较例1中供给量设定为150kg/hr和平均圆形度设定为0.970得到的热处理后的颗粒,用TSP分离机(Hosokawa Micron Corporation制)分级,以具有6.5μm的重均粒径(D4),并将各颗粒指定为调色剂颗粒1、调色剂颗粒2和调色剂颗粒3。将100质量份得到的调色剂颗粒1、2和3用亨舍尔混合机(FM-75型,NIPPON COKE&ENGINEERING CO.,LTD.制),分别与0.8质量份通过将具有锐钛矿型结晶性的偏钛酸进行表面处理得到的氧化钛混合,得到调色剂1、2和3。

[0403] <磁性载体的生产例>

[0404] 将1质量份硅酮树脂(Shin-Etsu Chemical Co.,Ltd.制:KR271)、0.5质量份γ-氨丙基三乙氧基硅烷和98.5质量份甲苯的混合液添加至100质量份体积基准的50%粒径(D50)为31μm的磁铁矿颗粒中,并且在采用溶液用减压捏合机搅拌和混合下在75℃下减压干燥5小时,以除去溶剂。然后,将得到的产物在145℃下煅烧2小时,并通过摇筛机(300MM-2型,TSUTSUI SCIENTIFIC INSTRUMENTS CO.,LTD.制:孔径75μm)筛分以得到磁性载体。磁性载体的D50为34μm。

[0405] 然后,将制备的调色剂1、2和3分别与磁性载体组合,制备双组分显影剂。所述双组分显影剂通过将调色剂和磁性载体以9质量份调色剂和100质量份磁性载体的混合比,用V型混合机混合5分钟得到。

[0406] <双组分显影剂的评价>

[0407] 根据以下评价项目评价生产的双组分显影剂。

[0408] 使用Canon Inc.生产的彩色复印机image RUNNER ADVANCE C7065的改装机器作为图像形成设备。

[0409] 关于图像形成设备,使用具有300mm/秒的处理速率,并改装使得能够通过施加至显影装置的套筒的电压改变显影对比度(V_{cont}),从而调节FFH图像(黑色区域)中施加在纸上的调色剂量。FFH图像是指以十六进制数字表达256个灰度的值,00H表示第一级(白色区域)和FFH表示第256级灰度(黑色区域)。各评价项目增加的进一步改进的内容将在描述各个项目的部分描述。应该注意的是,双组分显影剂通过装入图像形成设备的青色用显影装置中而评价。

[0410] <清洁性评价>

[0411] 为评价清洁性,改装图像形成设备以使得清洁刮板对感光鼓的线压为1.3倍。

[0412] 用于评价的纸为彩色复印机/打印机用普通纸CS-814(A4,81.4g/m²)(Canon Marketing Japan Inc.售)。在32℃温度/80%RH湿度环境下,输出其中纸上的全部区域均为黑色区域和黑色区域中施加至纸上的调色剂量为0.05mg/cm²的图案图像。在此情况下,在输出100页和100,000页的时间点暂停输出。这里,在各个时间点处用新充电辊替换充电辊。

[0413] 然后,输出纸上的全部区域均为黑色区域和黑色区域中施加至纸上的调色剂量为0.02mg/cm²的图案图像。

[0414] 对于得到的其中调色剂的施加量为0.20mg/cm²且全部区域均为实心的定影图像,测量因清洁不良产生的图像缺陷(白线)的长度,并根据以下标准评价清洁性。

[0415] A:未观察到因清洁不良产生的图像缺陷(极好)

[0416] B:存在长度小于1mm的图像缺陷(良好)

[0417] C:存在长度为1mm以上且小于2mm的图像缺陷(本发明中可接受)

[0418] D:存在长度为2mm以上的图像缺陷(本发明中不可接受)

[0419] 结果,分别将调色剂1、2和3的清洁性评价为A、B和D。

[0420] 这些结果汇总于表1中。

[0421]

表1

	Vh与Vt 之间的关系 (m/秒)	设备构造				操作条件		重均 粒径	4.0μm 以下的 细粒的 百分数	10.0μm 以上的 细粒的 百分数	对粗 粉量 的评 价	平均圆 形度	对圆 形度 的评 价	0.990以 上的圆 形度	具有 0.990 以上的 圆形成 分的颗 粒的圆 形度	As	对Δs 的评 价	对熔 剂的 评价	对溶 剂的 评价		
		冷风的 段数	冷风的通数			处理量 (kg/hr)	处理温度 (°C)													(个 数%)	(体 积%)
			第一段	第二段	第三段																
实施例1	Vh>Vt	3	4	4	3	8	150	175	6.8	25.3	3.8	A	0.970	-	24.0	A	-	-	-	A	
							100	160	6.6	27.2	3.3	-	0.970	-	-	-	0.5	A	-	-	
							150	180	6.8	25.1	4.2	-	0.972	A	-	-	-	-	A	-	-
实施例2	Vh=Vt	3	4	4	3	8	150	175	6.8	24.8	4.2	A	0.970	-	24.4	A	-	-	-	-	
							100	160	6.6	26.9	3.5	-	0.970	-	-	-	0.7	A	-	-	
							150	180	6.8	24.5	4.6	-	0.971	A	-	-	-	-	A	-	-
实施例3	Vh<Vt	3	4	4	3	8	150	180	6.9	24.6	4.5	A	0.970	-	24.5	A	-	-	-	-	
							100	165	6.6	27.3	3.6	-	0.970	-	-	-	0.9	A	-	-	
							150	180	6.9	24.6	4.5	-	0.970	A	-	-	-	-	B	-	-
实施例4	Vh<Vt	2	4	无	3	8	150	185	6.9	25.1	4.6	A	0.970	-	24.6	A	-	-	-	-	
							100	170	6.6	27.2	3.7	-	0.970	-	-	-	0.9	A	-	-	
							150	180	6.9	24.4	4.4	-	0.969	B	-	-	-	-	B	-	-
实施例5	Vh<Vt	1	4	无	无	8	150	185	6.9	24.3	4.8	A	0.970	-	24.4	A	-	-	-	-	
							100	170	6.7	26.8	3.8	-	0.970	-	-	-	1.0	A	-	-	
							150	180	6.9	24.5	4.6	-	0.969	B	-	-	-	-	C	-	-

[0422]

表1(续)

	Vh与Vi 之间的关系 (m/秒)	设备构造					操作条件		重均 粒径	4.0µm 以下的 颗粒的 百分数	10.0µm 以上的 颗粒的 百分数	对粗 颗粒 的评 价	平均强 形成	对强 形成 的评 价	0.90以 上的强 形成 (强度,%)	具有 0.90以 上的强 形成度 的颗粒 的强度	As (体 积%)	对As 的评 价	对强 颗粒 的评 价				
		冷风的 段数	冷风花洒道数			原料 的通 道数	处理量 (kg/hr)	处理温度 (°C)												(个 数%)	(体 积%)		
			第一段	第二段	第三段																		
实施例6	Vh<Vi	1	4	无	无	4	150	190	7.1	24.0	7.3	B	0.970	-	24.6	A	-	-	-				
实施例7	Vh<Vi	1	4	无	无	2	100	175	6.8	26.6	3.9	-	0.970	-	-	-	-	-	-				
							150	180	7.0	24.1	7.1	-	0.967	B	-	-	-	-	-	-	-		
							150	195	7.3	23.9	8.1	B	0.970	-	24.8	A	-	-	-	-	-		
实施例8	Vh<Vi	1	4	无	无	1	100	180	6.9	26.9	4.0	-	0.970	-	-	-	-	-	-				
							150	180	7.2	24.0	7.5	-	0.965	B	-	-	-	-	-	-	-		
							150	200	7.5	23.6	9.8	B	0.970	-	26.0	B	-	-	-	-	-	-	
实施例9	Vh<Vi	1	2	无	无	1	100	185	7.0	26.4	5.0	-	0.970	-	-	-	-	-	-				
							150	180	7.4	23.8	8.1	-	0.963	C	-	-	-	-	-	-	-	-	
							150	200	7.6	23.4	11.6	C	0.970	-	28.4	B	-	-	-	-	-	-	
实施例10	Vh<Vi	1	1	无	无	1	100	185	7.1	26.3	7.2	-	0.970	-	-	-	-	-	-				
							150	180	7.5	23.7	9.3	-	0.963	C	-	-	-	-	-	-	-	-	
							150	200	7.7	23.0	13.6	C	0.970	-	30.5	C	-	-	-	-	-	-	-
	Vh<Vi	1	1	无	无	1	100	190	7.3	26.0	8.5	-	0.970	-	-	-	-	-	-	-			
							150	180	7.5	23.4	10.2	-	0.963	C	-	-	-	-	-	-	-	-	-

[0423]

表1(续)

	Vh与Vt 之间的关系	设备构造				操作条件		重均 粒径	4.0μm 以下的 颗粒的 百分数	10.0μm 以上的 颗粒的 百分数	对粗 颗粒的 数量 的评价	平均圆 形度 的评价	对圆 形度 的评价	0.90以 上的圆 形度 评价		具有 0.90以 上的圆 形度 的颗粒 的圆度	As	对As 的评 价	对As 的评 价			
		冷风的 段数	冷风的通数级			处理量 (kg/hr)	处理温度 (°C)							(个 数%)	(作 率%)							
			第一段	第二段	第三段																	
实施例1	Vh>Vt	3	4	4	3	8	150	175	7.0	24.9	5.9	B	0.970	-	25.3	B	-	-	B			
比较 例1	Vh<Vt	1	4	4	3	16	100	165	6.6	27.6	3.8	-	0.970	-	-	-	-	B	-			
							150	180	7.0	24.0	6.4	-	0.969	B	-	-	-	-	-	-	B	-
							150	180	8.2	22.3	18.9	D	0.970	-	35.9	D	-	-	-	-	D	-
比较 例2	Vh<Vt	1	4	4	3	17	100	230	7.6	23.5	12.6	-	0.970	-	-	-	-	-	-			
							150	180	7.9	23.1	16.4	-	0.958	D	-	-	-	-	-	-	-	-
							150	270	8.5	21.0	23.4	E	0.970	-	41.8	E	-	-	-	-	-	-
							100	230	7.8	22.7	15.3	-	0.970	-	-	-	8.1	E	-	-	-	
							150	180	8.2	22.6	18.7	-	0.954	E	-	-	-	-	-	E	-	-

[0424] 本申请要求2011年6月13日提交的日本专利申请第2011-131144号的权益,通过将其全文引入本文中作为参考。

[0425] 附图标记列表

[0426] 1:进行热处理的圆筒形处理室;2:粉末颗粒供给单元;3:热风供给单元;3a:热风供给单元出口;4:冷风供给单元;4-1:第一段冷风供给单元;4-2:第二段冷风供给单元;4-3:第三段冷风供给单元;5:用于调节粉末颗粒流动的调节单元;6:回收单元;7:基本上为圆锥形的分配构件;7-a:基本上为圆锥形的分配构件的一个例子;7-b:基本上为圆锥形的分配构件的另一个例子;7-c:基本上为圆锥形的分配构件的又一个例子;8:回旋构件;9:回旋构件的叶片;10:比较例1中使用的设备的粉末颗粒供给单元;11:比较例1中使用的设备的热风供给单元;12:比较例1中使用的设备的第一冷风供给单元;12-2:比较例1中使用的设备的第二冷风供给单元;13:比较例1中使用的设备的冷却水入口;14:比较例1中使用的设备的冷却水出口;15:比较例1中使用的设备的热处理室;16:比较例2中使用的设备的热风供给单元;17:比较例2中使用的设备的粉末颗粒供给单元;和18:粉末颗粒。

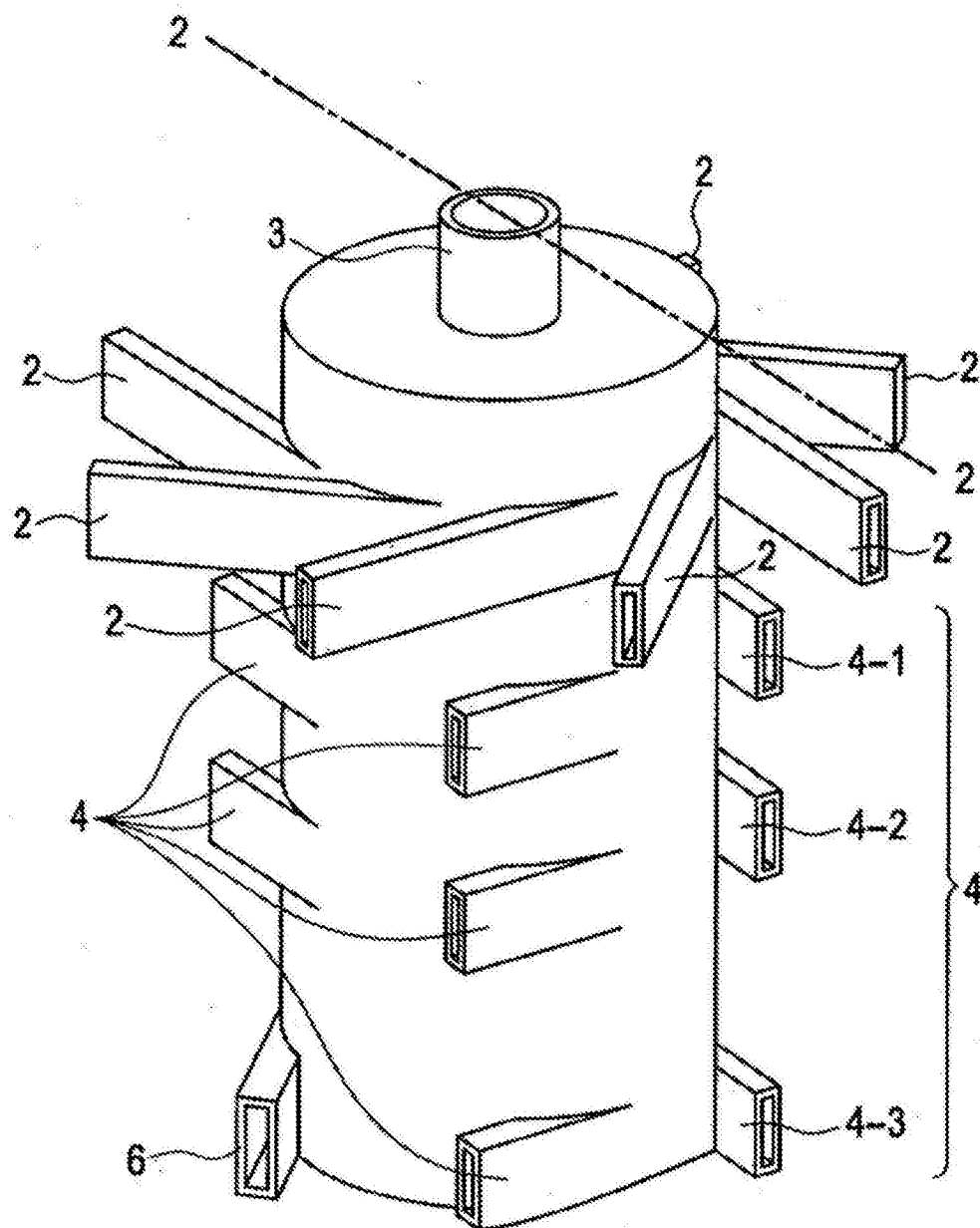


图1

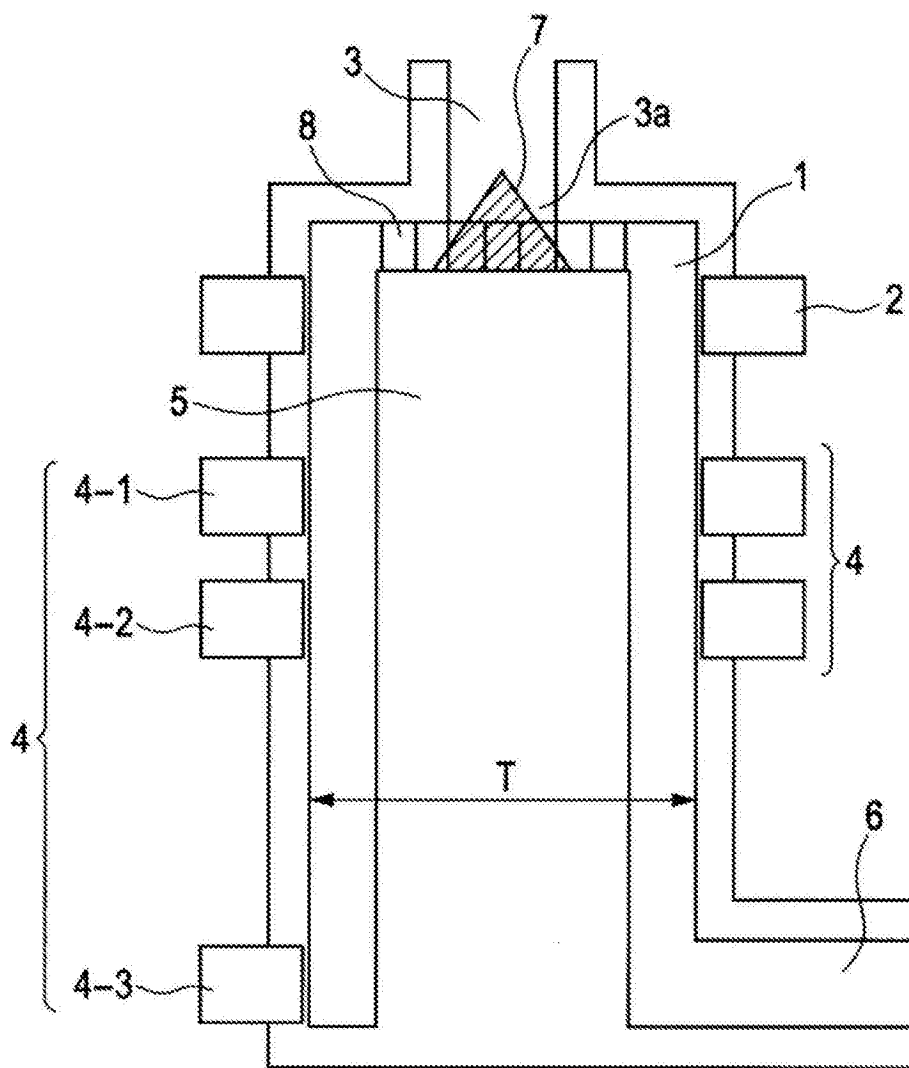


图2

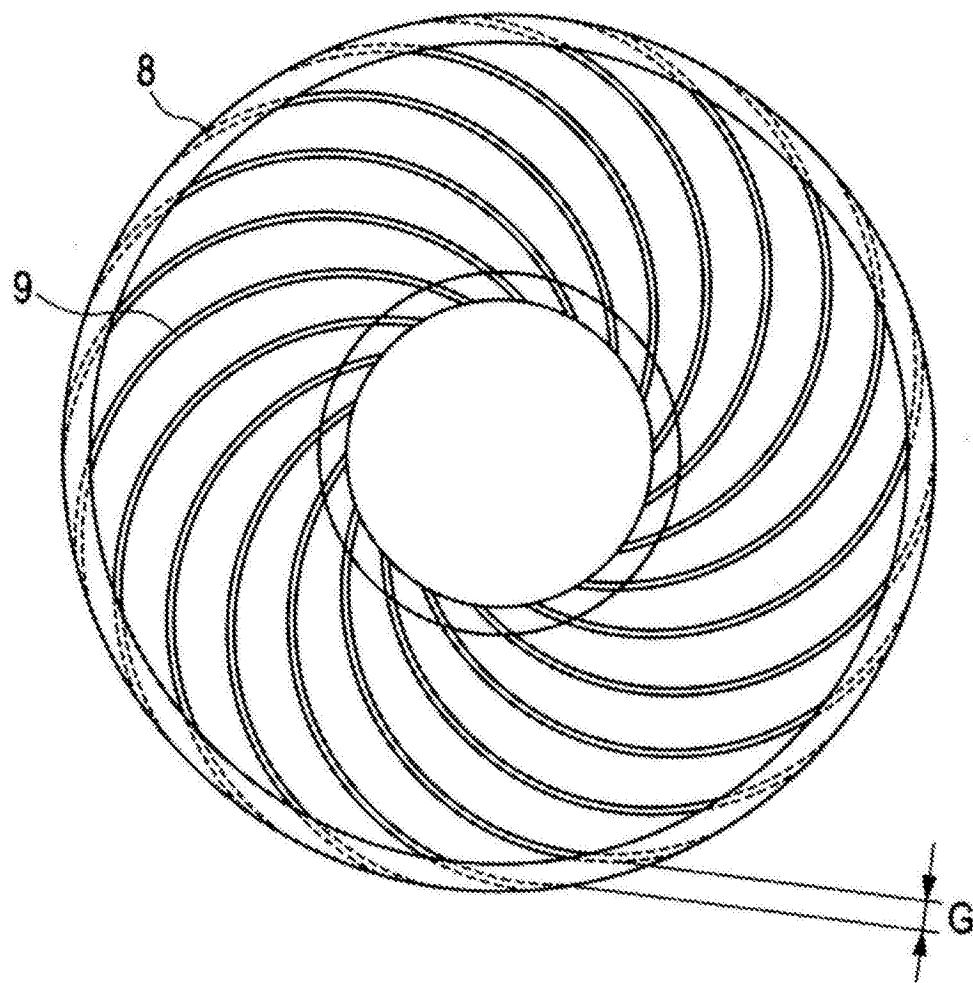


图3

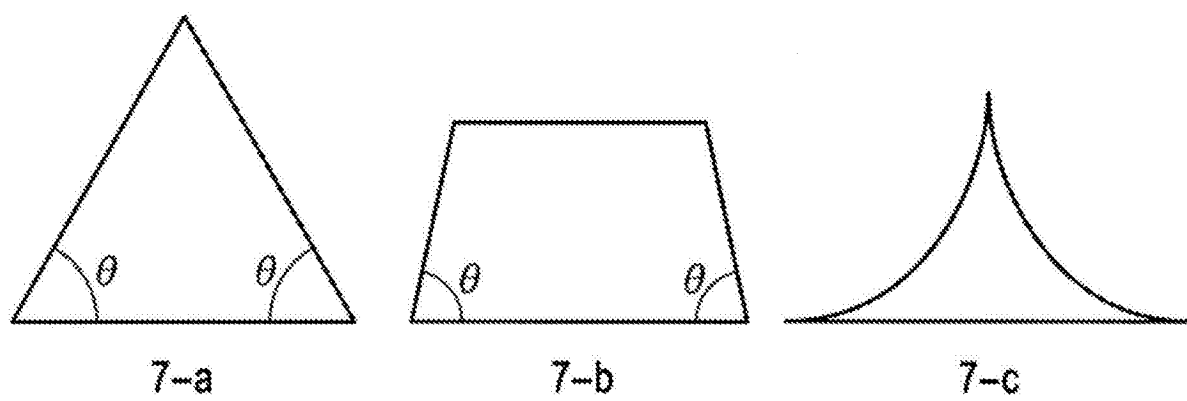


图4

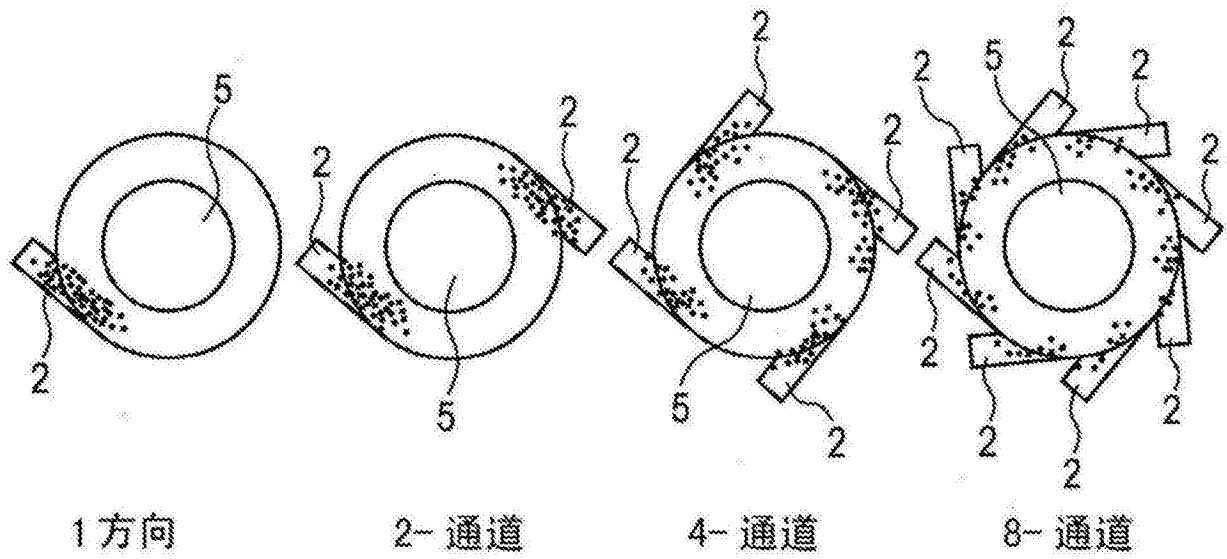


图5

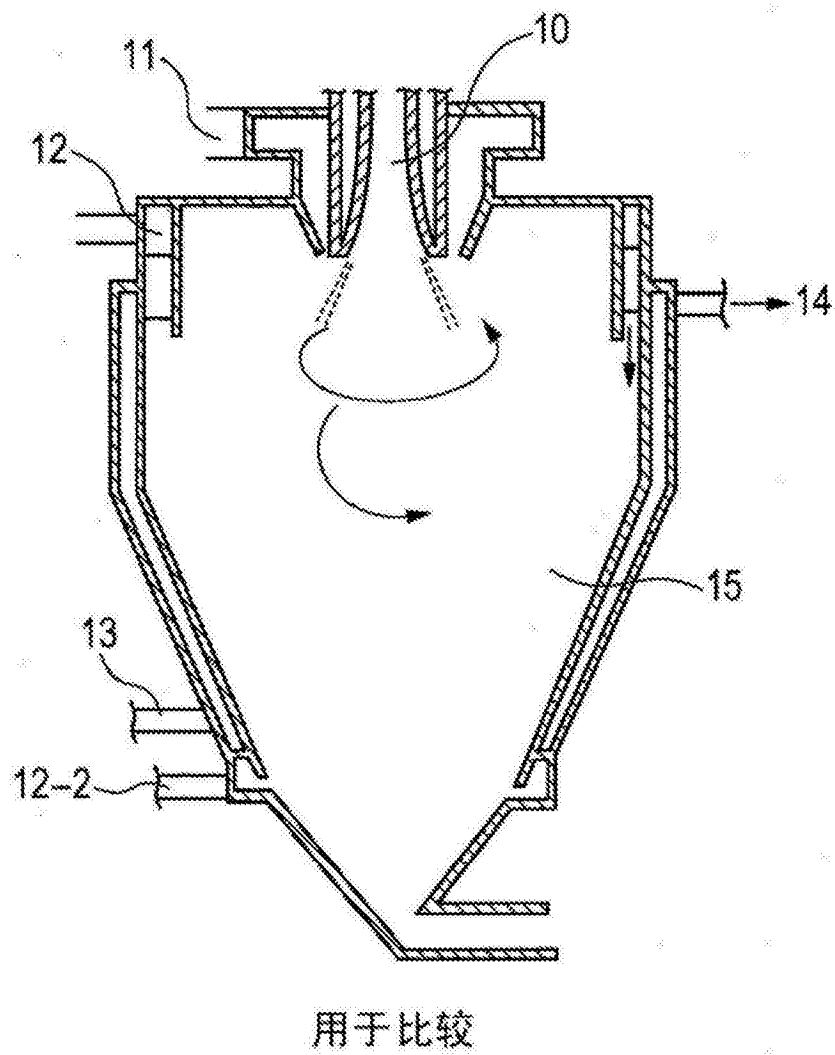
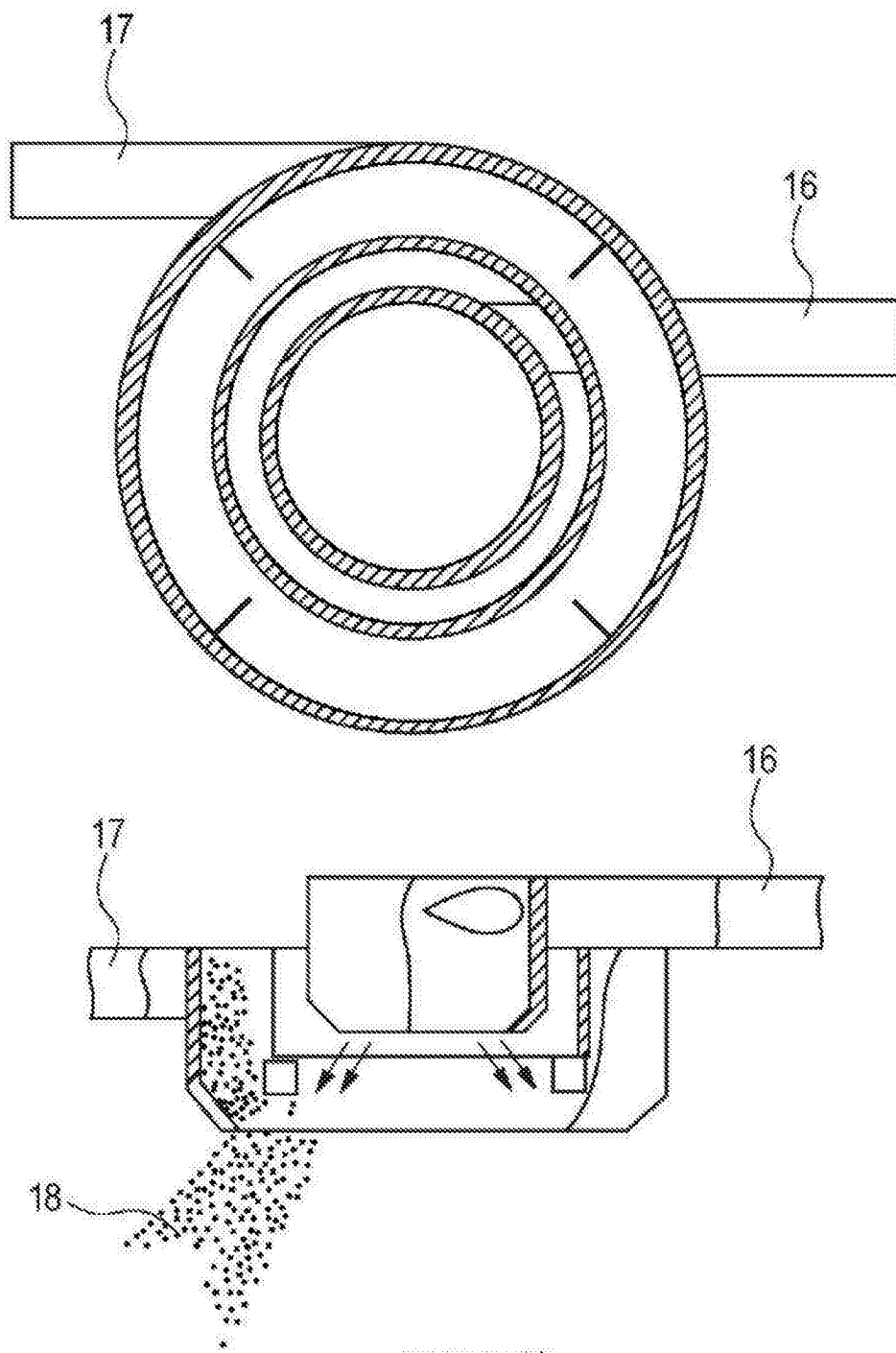


图6



用于比较

图7