

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第5322475号
(P5322475)

(45) 発行日 平成25年10月23日 (2013. 10. 23)

(24) 登録日 平成25年7月26日 (2013. 7. 26)

(51) Int. Cl.		F I	
C09B 67/20	(2006.01)	C09B 67/20	A
C09B 67/10	(2006.01)	C09B 67/10	
B01J 8/00	(2006.01)	B01J 8/00	A

請求項の数 6 (全 16 頁)

(21) 出願番号	特願2008-90492 (P2008-90492)	(73) 特許権者	306037311 富士フイルム株式会社 東京都港区西麻布2丁目26番30号
(22) 出願日	平成20年3月31日 (2008. 3. 31)	(74) 代理人	100083116 弁理士 松浦 憲三
(65) 公開番号	特開2009-242570 (P2009-242570A)	(72) 発明者	高橋 一憲 神奈川県南足柄市中沼210番地 富士フイルム株式会社内
(43) 公開日	平成21年10月22日 (2009. 10. 22)	(72) 発明者	三好 良幸 神奈川県南足柄市中沼210番地 富士フイルム株式会社内
審査請求日	平成22年7月7日 (2010. 7. 7)	審査官	坂崎 恵美子

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 微粒子の製造方法及び装置

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

マイクロデバイスを用いて有機顔料の微粒子を製造する方法において、
前記マイクロデバイスとして、1本の混合流路と該混合流路から放射状に分岐した複数本の供給流路とで構成されたそれぞれの調製部と微粒子生成部とを連結管で接続した装置を用いて、

前記調製部において、前記有機顔料の微粒子形成材料を溶媒に湿らせたスラリー液と、前記微粒子形成材料の前記溶媒への溶解を補助する酸又はアルカリからなる溶解助剤の溶液とをそれぞれの供給流路を介して前記混合流路に合流させて前記微粒子形成材料を前記溶媒に溶解させた溶解液を調製する溶解液調製工程と、

前記調製部で調製した溶解液を前記連結管により前記微粒子生成部に供給し、
前記微粒子生成部において、前記連結管を介して供給された溶解液と、前記溶解液中の微粒子形成材料の溶解度を低下させて該溶解液中から前記微粒子形成材料の微粒子を析出させる貧溶媒と、前記析出させた微粒子を分散させるための分散剤溶液とをそれぞれの供給流路を介して前記混合流路に合流させて複層流を形成する粒子生成工程と、の2段工程処理を行うことにより微粒子を生成することを特徴とする微粒子の製造方法。

【請求項2】

前記分散剤溶液は、前記溶解助剤に対して反応性を有することを特徴とする請求項1に記載の微粒子の製造方法。

【請求項3】

前記分散剤溶液は、前記溶解液と前記貧溶媒との間から前記混合流路に供給することを特徴とする請求項 1 又は 2 に記載の微粒子の製造方法。

【請求項 4】

マイクロデバイスを用いて有機顔料の微粒子を製造する装置において、

前記マイクロデバイスは、

前記有機顔料の微粒子形成材料を溶媒に湿らせたスラリー液と、前記微粒子形成材料の前記溶媒への溶解を補助する酸又はアルカリからなる溶解助剤の溶液とをそれぞれの供給流路を介して混合流路に合流させて前記微粒子形成材料を前記溶媒に溶解させた溶解液を調製する調製部と、

前記調製された溶解液中の微粒子形成材料の溶解度を低下させて該溶解液中から前記微粒子形成材料の微粒子を析出させる貧溶媒、及び前記析出させた微粒子を分散させるための分散剤溶液をそれぞれの供給流路を介して混合流路に合流させて複層流を形成することにより微粒子を生成する微粒子生成部と、

前記調製部と前記微粒子生成部とを接続する連結管と、を備えたことを特徴とする微粒子の製造装置。

10

【請求項 5】

前記供給流路は、それぞれ複数の流路に分岐する分岐部を備えたことを特徴とする請求項 4 に記載の微粒子の製造装置。

【請求項 6】

前記分散剤溶液の供給流路は、前記溶解液の供給流路と前記貧溶媒の供給流路との間に設けられたことを特徴とする請求項 4 又は 5 に記載の微粒子の製造装置。

20

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、微粒子の製造方法及び装置に関し、特に、有機顔料を良溶媒に溶解させた溶解液を、該有機顔料に対する溶解性が低い貧溶媒と混合することにより有機顔料微粒子を製造するビルドアッププロセスに関する。

【背景技術】

【0002】

顔料は、鮮明な色調と高い着色力とを示し、多くの分野で広く使用されている。例えば、塗料、印刷インク、電子写真用トナー、インクジェットインク、カラーフィルター等を用途として挙げることができる。

30

【0003】

中でも、顔料は、染料に比べて耐水性や耐光性が高いことから、インクジェット用インクの色材として好適である。例えば、特許文献 1 には、有機顔料と分散剤とをアルカリ存在下の非プロトン性有機溶剤に溶解させた顔料溶液を用意し、該顔料溶液と水とを混合することにより有機顔料微粒子を製造するビルドアッププロセスが開示されている。通常、析出した有機顔料微粒子を安定に分散させるために、顔料溶液の方に分散剤を含有させている。顔料溶液と水との混合は、超音波振動子や各種攪拌装置により行えるほか、連続して流れる水の中で混合することもできる。

40

【0004】

このようにして得られた有機顔料微粒子の分散液は、色材濃度等を調整した後、インクジェット用インクとして用いられる。あるいは、上記分散液を酸と接触させることにより有機顔料微粒子を凝集、分離した後、アルカリに再分散させることにより浮遊物等を取り除かれる。

【特許文献 1】特開 2004 - 43776 号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0005】

ところで、上記特許文献 1 のように、通常、顔料溶液には、微粒子を安定に分散させる

50

ために分散剤を添加する。しかしながら、この分散剤は、有機顔料を溶解させる酸又はアルカリ剤によって分解され易いという問題があった。このような分散剤の分解・劣化が生じると、生成した有機顔料微粒子同士が凝集する等により、安定に分散させることができない虞があった。

【0006】

本発明はこのような事情に鑑みてなされたもので、分散剤が原料溶液の成分と反応することによる分解・劣化を抑制し、単分散性の高い微粒子を製造することができる微粒子の製造方法及び装置を提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0007】

本発明の請求項1は前記目的を達成するために、マイクロデバイスを用いて有機顔料の微粒子を製造する方法において、前記マイクロデバイスとして、1本の混合流路と該混合流路から放射状に分岐した複数本の供給流路とで構成されたそれぞれの調製部と微粒子生成部とを連結管で接続した装置を用いて、前記調製部において、前記有機顔料の微粒子形成材料を溶媒に湿らせたスラリー液と、前記微粒子形成材料の前記溶媒への溶解を補助する酸又はアルカリからなる溶解助剤の溶液とをそれぞれの供給流路を介して前記混合流路に合流させて前記微粒子形成材料を前記溶媒に溶解させた溶解液を調製する溶解液調製工程と、前記調製部で調製した溶解液を前記連結管により前記微粒子生成部に供給し、前記微粒子生成部において、前記連結管を介して供給された溶解液と、前記溶解液中の微粒子形成材料の溶解度を低下させて該溶解液中から前記微粒子形成材料の微粒子を析出させる貧溶媒と、前記析出させた微粒子を分散させるための分散剤溶液とをそれぞれの供給流路を介して前記混合流路に合流させて複層流を形成する粒子生成工程と、の2段工程処理を行うことにより微粒子を生成することを特徴とする微粒子の製造方法を提供する。

【0008】

請求項1によれば、微粒子を分散させるための分散剤溶液を、前記良溶媒、貧溶媒とは独立した供給流路から1の合流領域で合流させる。これにより、予め良溶媒又は貧溶媒に分散剤を混合しておかなくても、良溶媒、貧溶媒、及び分散剤溶液を1の合流領域内で瞬時に混合できる。したがって、分散剤が、良溶媒に含まれる溶解助剤によって分解されるのを抑制できる。

【0009】

請求項2は請求項1において、前記分散剤溶液は、前記溶解助剤に対して反応性を有することを特徴とする。

【0010】

請求項2によれば、予め分散剤を溶解助剤と混合しておく必要がないので、分散剤が溶解助剤によって分解されるのを抑制できる。これにより、分散剤としての機能を損なうことなく、生成した微粒子を安定に分散させることができる。

【0012】

請求項1によれば、溶解助剤としての酸又はアルカリ剤は、微粒子形成材料に対する反応性が高いものが多い。このような場合でも、微粒子形成材料の分解・劣化を最小限に抑えながら、微粒子形成材料を溶媒に溶解させることができる。

【0014】

請求項1によれば、有機顔料を溶解助剤によって良溶媒に十分に溶解させたものを貧溶媒と混合することで、有機顔料微粒子を生成することができる。また、分散剤を良溶媒、貧溶媒とは別に混合するので、生成した有機顔料微粒子同士の凝集を抑制し、単分散性の高い有機顔料微粒子を得ることができる。

【0015】

請求項3は請求項1又は2において、前記分散剤溶液は、前記溶解液と前記貧溶媒との間から前記混合流路に供給することを特徴とする。

【0016】

請求項3によれば、溶解液と貧溶媒の間に分散剤溶液の流れを形成することで、析出し

10

20

30

40

50

た微粒子を即時に安定に分散させることができる。

【0017】

本発明の請求項4は前記目的を達成するために、マイクロデバイスを用いて有機顔料の微粒子を製造する装置において、前記マイクロデバイスは、前記有機顔料の微粒子形成材料を溶媒に湿らせたスラリー液と、前記微粒子形成材料の前記溶媒への溶解を補助する酸又はアルカリからなる溶解助剤の溶液とをそれぞれの供給流路を介して混合流路に合流させて前記微粒子形成材料を前記溶媒に溶解させた溶解液を調製する調製部と、前記調製された溶解液中の微粒子形成材料の溶解度を低下させて該溶解液中から前記微粒子形成材料の微粒子を析出させる貧溶媒、及び前記析出させた微粒子を分散させるための分散剤溶液をそれぞれの供給流路を介して混合流路に合流させて複層流を形成することにより微粒子を生成する微粒子生成部と、前記調製部と前記微粒子生成部とを接続する連結管と、を備えたことを特徴とする微粒子の製造装置を提供する。

10

【0018】

請求項4によれば、微粒子形成材料を溶解させる溶解助剤を含む良溶媒と、該微粒子形成材料に対する溶解性が相対的に低い貧溶媒と、分散剤溶液の各溶液をそれぞれ独立して供給する。これにより、各液を合流させる前までの間に、溶解助剤と分散剤を接触させないようにすることができる。また、良溶媒、貧溶媒、及び分散剤溶液を1の合流領域内で瞬時混合できるので、分散剤が良溶媒中の溶解助剤によって直接分解されるのを抑制できる。

【0019】

請求項5は請求項4において、前記供給流路は、それぞれ複数の流路に分岐する分岐部を備えたことを特徴とする。

20

【0020】

請求項5によれば、良溶媒、貧溶媒、分散剤溶液をそれぞれ複数の流れに分岐させた後、互いに合流させる。このため、各液の接触面積を増やすことができ、微粒子を効率よく生成及び分散させることができる。

【0021】

請求項6は請求項4又は5において、前記分散剤溶液の供給流路は、前記溶解液の供給流路と前記貧溶媒の供給流路との間に設けられたことを特徴とする。

【0022】

請求項6によれば、良溶媒と貧溶媒の間に分散剤溶液の流れを形成できるので、析出した微粒子を分散剤と迅速に混合できる。これにより、析出した微粒子同士が凝集するのを抑制し、安定に分散させた状態に維持することができる。

30

【発明の効果】

【0023】

本発明によれば、分散剤が原料溶液の成分と反応することによる分解・劣化を抑制し、単分散性の高い微粒子を製造することができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0024】

以下、添付図面に従って本発明に係る微粒子の製造方法及び装置の好ましい実施の形態について説明する。

40

【0025】

以下の各実施形態では、微粒子形成材料として有機顔料を用い、有機顔料微粒子を製造する例で説明する。なお、本発明はこれに限定されず、反応に使用する前の原料溶液が経時的に不安定な場合にも広く適用できることはいうまでもない。

【0026】

まず、有機顔料微粒子の製造手順について説明する。

【0027】

即ち、有機顔料の固形物を良溶媒で湿らせたスラリー溶液を調製する。微粒子を析出・生成するビルドアッププロセスでは、有機顔料を分子レベルまで完全に溶解させておく必

50

要がある。このため、上記スラリー溶液に酸又はアルカリ剤を添加することで、有機顔料を良溶媒に溶解させた溶解液L1を調製する。そして、溶解液L1と、良溶媒に相溶するが有機顔料を溶解しない貧溶媒L2と、生成した微粒子を分散させるための分散剤溶液L3とを瞬時混合して溶解度を变化させることにより、有機顔料微粒子を析出・生成させる。なお、酸又はアルカリ剤は、使用する有機顔料の種類によって選定するものとする。

【0028】

次に、本発明の微粒子の製造方法及び装置が適用されるマイクロデバイスの第1の実施形態について説明する。本実施形態は、平面型のマイクロデバイスを用いて上述した有機顔料微粒子を生成する例である。

【0029】

図1は、本実施形態のマイクロデバイス10の一例を示す平面図である。図2は、図1のマイクロデバイス10のa-a'線断面図である。

【0030】

図1に示すように、マイクロデバイス10は、主に、溶解液L1(原料溶液)を調製する調製部12と、該調製した溶解液L1と貧溶媒L2とを混合させて微粒子を生成する微粒子生成部14と、調製部12で調製した溶解液L1を微粒子生成部14に供給する連結管16と、より構成される。

【0031】

調製部12は、基板13の表面に、1本の混合溝20aと、該混合溝20aから放射状に分岐した5本の導入溝22a、22b、22c、24a、24bと、が形成されている。そして、図2に示すように、基板13上に蓋板15が被せられて一体化されることにより、1本の混合流路20と、該混合流路20から放射状に分岐した5本の導入流路22A、22B、22C、24A、24Bと、が形成される。

【0032】

蓋板15には、混合溝20Aの出口側端部と導入溝22aの入口側端部に対向する位置に、厚み方向に貫通する孔29、31が形成されている。孔29は、アルカリ剤溶液A1を導入する孔であり、孔31は調製した溶解液L1を回収する孔である。その他の導入流路や液を導入又は回収する孔についても、同様に形成される。

【0033】

導入流路22A、22B、22Cは、有機顔料を良溶媒に溶解させるためのアルカリ剤溶液A1を導入する流路であり、周方向に互いに等間隔となるように設けられている。導入流路24A、24Bは、有機顔料を良溶媒に溶解させたスラリー溶液A2を導入する流路であり、導入流路22A、22B或いは導入流路22B、22Cの間に周方向に等間隔に設けられている。即ち、混合流路20の反対側には第1の導入流路22Aが設けられ、該第1の導入流路22Aを挟んだ左右に、第1及び第2の導入流路24A、24BがV字状に配置される。さらに、混合流路20を挟んだ左右に、第2及び第3の導入流路22B、22Cが逆V字状に配設される。

【0034】

混合流路20は、その入口部26が5本の導入流路と連通しており、導入流路22A、22B、22Cより導入したアルカリ剤溶液A1と導入流路24A、24Bより導入したスラリー溶液A2とを混合して、溶解液L1を調製する。

【0035】

導入流路22A、22B、22Cの流路幅は、特に限定はなく、例えば等価直径が1mm以下程度である。導入流路24A、24Bの流路幅は、有機顔料を良溶媒と混合させたスラリー溶液A2を詰まらせないように流すことができる大きさに設定される。例えば、スラリー溶液A2の粘度は20cP以下であることが好ましく、5cP以下であることが一層好ましい。粘度が20cP以下である場合、導入流路24A、24Bの流路幅(直径)は0.5mm~6mmの範囲であることが好ましく、0.5mm~2mmの範囲が一層好ましく、1mm~2mmの範囲が特に好ましい。

【0036】

10

20

30

40

50

混合流路20の流路幅は、等価直径で0.5mm以上6mm以下、より好ましくは1mm以上6mm以下、特に好ましくは2mm以上6mm以下とすることができる。混合流路20の流路幅は、等価直径1mm以上の場合、遷移領域或いは乱流領域となるような流れ、即ちレイノルズ数 Re が2000以上となるように設定されることが好ましい。

【0037】

等価直径(equivalent diameter)は、相当(直)径とも呼ばれ、機械工学の分野で用いられる用語である。任意断面形状の配管(本発明では流路)に対し等価な円管を想定するとき、その等価円管の直径を等価直径という。等価直径(d_{eq})は、 A :配管の断面積、 p :配管のぬれぶち長さ(周長)を用いて、 $d_{eq} = 4A/p$ と定義される。円管に適用した場合、この等価直径は円管直径に一致する。等価直径は等価円管のデータを基に、その配管の流動あるいは熱伝達特性を推定するのに用いられ、現象の空間的スケール(代表的長さ)を表す。等価直径は、一辺 a の正四角形管では $d_{eq} = 4a^2/4a = a$ 、一辺 a の正三角形管では、 $d_{eq} = a/\sqrt{3}$ 、流路高さ h の平行平板間の流れでは $d_{eq} = 2h$ 、となる(例えば、(社)日本機械学会編「機械工学事典」1997年、丸善(株)参照)。

10

【0038】

混合流路20の長さ L は、特に制限はないが、アルカリ剤溶液A1とスラリー溶液A2とを十分に混合するのに適した長さに設定される。また、混合流路20において、混合に関わる入口部26(第1合流領域)の流路幅は最大でも30mmを超えないことが好ましい。

20

【0039】

各流路の断面形状は、本実施形態の半円形に特に限定されず、例えば矩形、円形、V字型、楕円形、台形等であってもよい。

【0040】

導入流路への各液の供給は、不図示の溶液供給手段(送液ポンプ等)が使用される。

【0041】

微粒子生成部14は、上記調製部12とほぼ同様に、1本の混合流路30と、該混合流路30から放射状に分岐した5本の導入流路32A、32B、34、36A、36B(供給流路)と、が設けられている。

【0042】

導入流路32A、32Bは、分散剤溶液L3を導入する流路である。導入流路34は、溶解液L1を導入する流路である。導入流路36A、36Bは貧溶媒L2を導入する流路である。

30

【0043】

混合流路30は、その入口部37(合流領域)が5本の導入流路と連通しており、導入流路32A、32Bから導入する分散剤溶液L3と、導入流路34から導入する溶解液L1と、導入流路36A、36Bから導入する貧溶媒L2と、を混合して有機顔料微粒子を生成する。

【0044】

混合流路30の流路幅は、混合流路20と同様とすることができる。また、5本の導入流路32A、32B、34、36A、36Bは、その流路幅の合計が混合流路30の流路幅よりも大きくなるように形成されることが好ましい。これにより、5本の導入流路32A、32B、34、36A、36Bを流れて混合流路30の入口部37に合流される5つの流れは、お互い同士で縮流し合って先細形状の流れとなる。そして、溶解液L1、貧溶媒L2、及び分散剤溶液L3の薄層が積層された複層流Lを形成しながら混合し、有機顔料微粒子を生成する。

40

【0045】

混合流路30の長さは、混合流路20と同様に、有機顔料微粒子を生成するのに十分な長さに設定される。

【0046】

50

連結管 16 は、調製部 12 の混合流路 20 と微粒子生成部 14 の導入流路 34 A、34 B とを連通する、例えばシリコンチューブ、金属管等である。なお、調製部 12 と微粒子生成部 14 が同一の基板上に形成される場合、調製部 12 の混合流路 20 と微粒子生成部 14 の導入流路 34 A、34 B とを連通する流路を形成してもよい。

【0047】

連結管 16 の流路径は、調製部 12 において生成される溶解液 L1 の流量に応じて設定される。なお、連結管 16 の途中に流量調整ポンプを設置し、溶解液 L1 の流量を調整できるように構成してもよい。

【0048】

マイクロデバイス 10 の装置本体は、マイクロドリル加工、マイクロ放電加工、めっきを利用したモルディング、射出成形、ドライエッチング、ウエットエッチング、及びホットエンボス加工等の精密加工技術を利用して製作することができる。

10

【0049】

マイクロデバイス 10 の材質としては、特に限定されるものではなく、使用する各種溶液に対する耐食性を有し、上述の加工技術を適用できるものであればよい。具体的には、金属材料（鉄、アルミニウム、ステンレススチール、チタン、各種の金属等）、樹脂材料（アクリル樹脂、PDMS等）、ガラス（シリコン、パイレックス（登録商標）、石英ガラス等）や、石英ガラスやパイレックス（登録商標）ガラスにパリレン（パラキシレン蒸着）処理を行ったもの、フッ素系又は炭化水素系のシランカップリング処理を行ったものを好適に使用できる。

20

【0050】

また、必要に応じてマイクロデバイス 10 の装置本体を加熱する加熱手段（図示せず）が設けられる。このような加熱手段としては、金属抵抗線やPolysilicon等のヒータ構造を装置本体に作り込む方法等がある。金属抵抗線やPolysilicon等のヒータ構造の場合、加熱についてはこれを使用し、冷却については自然冷却でサーマルサイクルを行うことで温度を制御する。この場合の温度のセンシングについては、金属抵抗線の場合には同じ抵抗線をもう一つ作り込んでおき、その抵抗値の変化に基づいて温度検出を行い、Polysiliconの場合には、熱電対を用いて温度検出を行う方法が一般的に採用されている。また、ペルチェ素子を用いた温度制御機能を装置本体に組み込んでよい。

【0051】

30

次に、マイクロデバイス 10 の作用について図 1 及び図 3 を参照しながら説明する。図 3 は、混合流路 30 の入口部 37 における各液の流れを説明する模式図である。

【0052】

あらかじめ、有機顔料と良溶媒を不図示の攪拌タンク内で混合し、スラリー溶液 A2 を調製しておく。このスラリー溶液 A2 の粘度は約 20 c p である。

【0053】

次いで、調製部 12 において、アルカリ剤溶液 A1 と上記スラリー溶液 A2 とを各導入流路を通じて混合流路 20 の入口部 26 で合流させ、混合させる。これにより、有機顔料をアルカリ剤により良溶媒に溶解させた溶解液 L1 を調製することができる。なお、混合流路 20 における溶解液 L1 の流れは、層流でも乱流でもよい。

40

【0054】

この調製した溶解液 L1 を、連結管 16 を介して連続的に微粒子生成部 14 の導入流路 34 に供給する。一方、貧溶媒 L2 を不図示の供給手段により導入流路 36 A、36 B から供給し、分散剤溶液 L3 を導入流路 32 A、32 B から供給する。そして、混合流路 30 の入口部（合流部）37（において、溶解液 L1 と貧溶媒 L2 と分散剤溶液 L3 を合流させる。このとき、図 3 に示すように、左側から分散剤溶液 L3、溶解液 L1、分散剤溶液 L3、貧溶媒 L2 の薄層が積層された複層流 L を形成する。これにより、溶解液 L1、貧溶媒 L2、及び分散剤溶液 L3 とを短時間且つ高効率で混合させ、有機顔料微粒子を析出、生成させる。

【0055】

50

このように、微粒子生成部 1 4 において、分散剤溶液 L 3 を介して溶解液 L 1 と貧溶媒 L 2 とを瞬時混合することができる。このため、溶解液 L 1 と貧溶媒 L 2 とを混合することにより析出した微粒子を、分散剤と瞬時に混合することで微粒子同士の凝集を抑制できる。

【 0 0 5 6 】

また、分散剤溶液 L 3 を溶解液 L 1、貧溶媒 L 2 とは別に供給するようにしたので、分散剤の水溶性、非水溶性を問わず、混合することができる。したがって、非水溶性の分散剤でも、溶解液 L 1 に溶解させる必要がないので、分散剤が溶解剤によって分解されるのを抑制できる。

【 0 0 5 7 】

なお、混合流路 3 0 の入口部 3 7 に供給する複層流 L (溶解液 L 1 + 貧溶媒 L 2) の総流量は、混合流路 3 0 の入口部 3 7 において溶解液 L 1 と貧溶媒 L 2 とが合流してから混合流路 3 0 を出るまでの滞在時間が 1 0 m s e c 以下になるよう設定されることが好ましい。複層流 L の総流量を調整するには、上記した各種溶液の供給手段を制御するとよい。

【 0 0 5 8 】

本実施形態では、調製部 1 2、微粒子生成部 1 4 において、それぞれ 5 本の導入流路を形成する例で説明したが、これに限定されず、各溶液につき 1 本以上の任意の数だけ導入流路を形成することができる。また、導入流路の配置態様についても、図 1 に限定されず、種々の態様を採ることができる。例えば、図 1 において、5 本の導入流路のうち左側から 2 本を溶解液 L 1 の導入流路とし、中央の 1 本を分散剤溶液 L 3 の導入流路とし、右側の 2 本を貧溶媒 L 2 の導入流路としてもよい。

【 0 0 5 9 】

また、調製部 1 2 及び微粒子生成部 1 4 において、各導入流路の合流部周辺の流路幅を小さくしてもよい。これにより、各液が合流・衝突する際の線速度を大きくすることができ、混合性能を一層高めることができる。

【 0 0 6 0 】

なお、調製部 1 2 及び微粒子生成部 1 4 において、種類の異なる溶液が交互に隣り合うように導入流路を配置する例を示したが、これに限定されず、任意に配置することができる。

【 0 0 6 1 】

次に、第 2 の実施形態のマイクロデバイス 4 0 について説明する。

【 0 0 6 2 】

図 4 は、本実施形態のマイクロデバイス 4 0 の一例を示す分解斜視図である。

【 0 0 6 3 】

同図に示すように、マイクロデバイス 4 0 は、主に、それぞれが円柱状体の供給要素 4 2、合流要素 4 4、混合要素 4 6、及び排出要素 4 8 とより構成されている。マイクロデバイス 4 0 を構成する際は、これらの要素が円柱状となるように一体に締結して組み立てる。この組み立てには、例えば、各要素の周辺部に円柱を貫通する孔 (不図示) を等間隔に設けてボルト/ナットでこれらの要素を一体に締結すればよい。

【 0 0 6 4 】

供給要素 4 2 の合流要素 4 4 に対向する面には、断面が矩形の環状チャンネル 4 9 および 5 0 が同心状に形成されている。図示した態様では、供給要素 4 2 をその厚さ (または高さ) 方向に貫通してそれぞれの環状チャンネルに到る孔 5 2、5 4 が形成されている。

【 0 0 6 5 】

合流要素 4 4 は、その厚さ方向に貫通する孔 5 6 が形成されている。この孔 5 6 は、マイクロデバイスを構成するために要素を締結した場合、供給要素 4 2 に対向する合流要素 4 4 の面に位置する孔 5 6 の端部が環状チャンネル 4 9 に開口するようになっている。図示した態様では、孔 5 6 は 4 つ形成され、これらが環状チャンネル 4 9 の周方向で等間隔に配置されている。

【 0 0 6 6 】

10

20

30

40

50

合流要素 4 4 には、孔 5 6 と同様に孔 5 8 が貫通して形成されている。孔 5 8 も、孔 5 6 と同様に、環状チャンネル 5 0 に開口するように形成されている。図示した態様では、孔 5 8 も環状チャンネル 5 0 の周方向で等間隔に配置され、かつ、孔 5 6 と孔 5 8 が交互に位置するように配置されている。

【 0 0 6 7 】

合流要素 4 4 の混合要素 4 6 に対向する面 6 2 には、マイクロチャンネル 6 4、6 6 が形成されている。このマイクロチャンネル 6 4、6 6 の一端は、孔 5 6、5 8 の開口部であり、他方の端部は、面 6 2 の中心 6 8 であり、全てのマイクロチャンネルはこの中心 6 8 に向かって孔から延在し、中心で合流している。マイクロチャンネルの断面は、例えば矩形であってよい。

【 0 0 6 8 】

混合要素 4 6 は、その中心に厚み方向に貫通する孔 7 0 が形成されている。また、混合要素 4 6 の排出要素 4 8 に対向する面には、中心の孔 7 0 から放射状に 4 本ずつ分岐する分岐チャンネル 7 2、7 4 がそれぞれ形成されている。分岐チャンネル 7 2 の端部は、排出要素 4 8 の混合要素 4 6 に対向する面に設けた環状チャンネル 7 6 と連通している。分岐チャンネル 7 4 の端部は、排出要素 4 8 の混合要素 4 6 に対向する面に設けられた環状チャンネル 7 8 と連通している。

【 0 0 6 9 】

排出要素 4 8 は、その中心を通過して厚さ方向に貫通する孔 8 0 と、混合要素 4 6 に対向する面に形成された環状チャンネル 7 6 に連通し、貧溶媒 L 2 を供給する孔 8 2 と、環状チャンネル 7 8 に連通し、分散剤溶液 L 3 を供給する孔 8 4 と、がそれぞれ形成されている。孔 8 0 は、一端にて混合要素 4 6 の中心にある孔 7 0 に開口し、他端にてマイクロデバイスの外部に開口している。

【 0 0 7 0 】

本実施形態において、混合要素 4 6 に形成された孔 7 0 は、アルカリ剤溶液 A 1 とスラリー溶液 A 2 とを混合した後、溶解液 L 1 として供給する機能を有する。同様に、排出要素 4 8 に形成された孔 8 0 は、溶解液 L 1 と貧溶媒 L 2 とを混合して微粒子を生成し、微粒子分散液 L M として供給する機能を有する。

【 0 0 7 1 】

各孔 7 0、8 0 の流路は、上記第 1 の実施形態と同様に、等価直径が 0.5 mm 以上 6 mm 以下、より好ましくは 1 mm 以上 6 mm 以下、特に好ましくは 2 mm 以上 6 mm 以下とすることができる。各孔 7 0、8 0 の長さは、各液の混合に十分な長さに設定されればよく、混合要素 4 6、排出要素 4 8 の厚さを変えることで調節できる。

【 0 0 7 2 】

このような構成とすることにより、孔 5 2 及び 5 4 の端部にてマイクロデバイスの外部から供給されるアルカリ剤溶液 A 1、スラリー溶液 A 2 は、それぞれ孔 5 2 及び 5 4 を經由して環状チャンネル 4 9 及び 5 0 に流入する。

【 0 0 7 3 】

環状チャンネル 4 9 に流入したアルカリ剤溶液 A 1 は、該チャンネルと連通する孔 5 6 を經由してマイクロチャンネル 6 4 に入る。また、環状チャンネル 5 0 と孔 5 8 が連通し、環状チャンネル 5 0 に流入したスラリー溶液 A 2 は、孔 5 8 を經由してマイクロチャンネル 6 6 に入る。そして、アルカリ剤溶液 A 1、スラリー溶液 A 2 は、合流領域において 4 つに分割され、それぞれマイクロチャンネル 6 4 及び 6 6 に流入し、その後、中心 6 8 に向かって流れる。

【 0 0 7 4 】

そして、マイクロチャンネル 6 4 の中心軸とマイクロチャンネル 6 6 の中心軸は、中心 6 8 にて交差する。これにより、アルカリ剤溶液 A 1 とスラリー溶液 A 2 が中心 6 8 で合流してから混合要素 4 6 の中心 8 0 に至るまでの間に、溶解液 L 1 が調製される。

【 0 0 7 5 】

一方、排出要素 4 8 の孔 8 2 から貧溶媒 L 2 が供給され、分岐チャンネル 7 2 を流れて

10

20

30

40

50

中心70に向かって流れる。貧溶媒L2は、環状チャンネル76から一辺が50 μ mの正方形断面を有する4本の分岐チャンネル72に分岐して流れる。これらの分岐チャンネル72は、混合チャンネルとして機能する孔70の端部に向かって(図示した態様では、混合要素46の中心部に向かって)流れる。一方、分散剤溶液L3は、環状チャンネル78から4本の分岐チャンネル74に分岐して流れ、孔70の端部に向かって流れる。

【0076】

これにより、排出チャンネルを流れる溶解液L1を包み込むように貧溶媒L2及び分散剤溶液L3が流れる過程において、溶解液L1と貧溶媒L2、及び分散剤溶液L3とが混合される。これにより、有機顔料微粒子を生成し、該有機顔料微粒子の分散液LMとしてマイクロデバイスから排出される。尚、混合要素46の中心部は、合流要素44の中心部に隣接しているので、中心部は実質的に合流領域として機能する。

10

【0077】

これにより、平均粒子径が100nm以下、好ましくは40nm以下の有機顔料微粒子を単分散性よく製造できる。

【0078】

以上説明したように、本発明に係る微粒子の製造方法及び装置を採用することにより、溶解助剤を含有する溶解液L1と分散剤溶液L3とを、別々のチャンネルをそれぞれ流して孔70で合流させる。このように、溶解液L1と分散剤溶液L3とを微粒子生成反応を行う直前まで混合しなくてよいため、分散剤が溶解助剤によって分解されるのを抑制できる。また、通常、非水溶性の分散剤でも、溶解液L1に混合しておく必要がないため、有効に使用できる。

20

【0079】

なお、上記第2の実施形態では、合流要素44や混合要素46において各液の流れをそれぞれ4つに分割する例を示したが、これに限定されず、任意に設定できる。

【0080】

また、上記各実施形態において、分散剤溶液を微粒子形成と同時に混合する例を示したが、分散剤溶液L3と溶解液L1を混合した直後、貧溶媒L2と混合してもよい。

【0081】

次に、本実施形態に使用される各種材料について説明する。

【0082】

本実施形態に用いられる有機顔料は、色相的に限定されるものではなく、マゼンタ顔料、イエロー顔料、またはシアン顔料であることができる。詳しくは、ペリレン、ペリノン、キナクリドン、キナクリドンキノン、アントラキノン、アントアントロン、ベンズイミダゾロン、ジスアゾ縮合、ジスアゾ、アゾ、インダントロン、フタロシアニン、トリアリールカルボニウム、ジオキサジン、アミノアントラキノン、ジケトピロロピロール、チオインジゴ、イソインドリン、イソインドリノン、ピラントロンまたはイソピオラントロン系顔料またはそれらの混合物などのマゼンタ顔料、イエロー顔料、またはシアン顔料である。更に詳しくは、例えば、C.I.ピグメントレッド190(C.I.番号71140)、C.I.ピグメントレッド224(C.I.番号71127)、C.I.ピグメントバイオレット29(C.I.番号71129)等のペリレン系顔料、C.I.ピグメントオレンジ43(C.I.番号71105)、もしくはC.I.ピグメントレッド194(C.I.番号71100)等のペリノン系顔料、C.I.ピグメントバイオレット19(C.I.番号73900)、C.I.ピグメントバイオレット42、C.I.ピグメントレッド122(C.I.番号73915)、C.I.ピグメントレッド192、C.I.ピグメントレッド202(C.I.番号73907)、C.I.ピグメントレッド207(C.I.番号73900、73906)、もしくはC.I.ピグメントレッド209(C.I.番号73905)のキナクリドン系顔料、C.I.ピグメントレッド206(C.I.番号73900/73920)、C.I.ピグメントオレンジ48(C.I.番号73900/73920)、もしくはC.I.ピグメントオレンジ49(C.I.番号73900/73920)等のキナクリドンキノン系顔料、C.I.ピグメントイエロー147(C.I.番号60645)等のアントラキノン系顔料、C.I.ピグメントレッド168(C.I.番号59300)等のアントアントロン系顔料、C.I.ピグメントブラウン25

30

40

50

(C. I. 番号12510)、C. I. ピグメントバイオレット32(C. I. 番号12517)、C. I. ピグメントイエロー180(C. I. 番号21290)、C. I. ピグメントイエロー181(C. I. 番号11777)、C. I. ピグメントオレンジ62(C. I. 番号11775)、もしくはC. I. ピグメントレッド185(C. I. 番号12516)等のベンズイミダゾロン系顔料、C. I. ピグメントイエロー93(C. I. 番号20710)、C. I. ピグメントイエロー94(C. I. 番号20038)、C. I. ピグメントイエロー95(C. I. 番号20034)、C. I. ピグメントイエロー128(C. I. 番号20037)、C. I. ピグメントイエロー166(C. I. 番号20035)、C. I. ピグメントオレンジ34(C. I. 番号21115)、C. I. ピグメントオレンジ13(C. I. 番号21110)、C. I. ピグメントオレンジ31(C. I. 番号20050)、C. I. ピグメントレッド144(C. I. 番号20735)、C. I. ピグメントレッド166(C. I. 番号20730)、C. I. ピグメントレッド220(C. I. 番号20055)、C. I. ピグメントレッド221(C. I. 番号20065)、C. I. ピグメントレッド242(C. I. 番号20067)、C. I. ピグメントレッド248、C. I. ピグメントレッド262、もしくはC. I. ピグメントブラウン23(C. I. 番号20060)等のジスアゾ縮合系顔料、C. I. ピグメントイエロー13(C. I. 番号21100)、C. I. ピグメントイエロー83(C. I. 番号21108)、もしくはC. I. ピグメントイエロー188(C. I. 番号21094)等のジスアゾ系顔料、C. I. ピグメントレッド187(C. I. 番号12486)、C. I. ピグメントレッド170(C. I. 番号12475)、C. I. ピグメントイエロー74(C. I. 番号11714)、C. I. ピグメントレッド48(C. I. 番号15865)、C. I. ピグメントレッド53(C. I. 番号15585)、C. I. ピグメントオレンジ64(C. I. 番号12760)、もしくはC. I. ピグメントレッド247(C. I. 番号15915)等のアゾ系顔料、C. I. ピグメントブルー60(C. I. 番号69800)等のインダントロン系顔料、C. I. ピグメントグリーン7(C. I. 番号74260)、C. I. ピグメントグリーン36(C. I. 番号74265)、ピグメントグリーン37(C. I. 番号74255)、ピグメントブルー16(C. I. 番号74100)、C. I. ピグメントブルー75(C. I. 番号74160:2)、もしくは15(C. I. 番号74160)等のフタロシアニン系顔料、C. I. ピグメントブルー56(C. I. 番号42800)、もしくはC. I. ピグメントブルー61(C. I. 番号42765:1)等のトリアリールカルボニウム系顔料、C. I. ピグメントバイオレット23(C. I. 番号51319)、もしくはC. I. ピグメントバイオレット37(C. I. 番号51345)等のジオキサジン系顔料、C. I. ピグメントレッド177(C. I. 番号65300)等のアミノアントラキノン系顔料、C. I. ピグメントレッド254(C. I. 番号56110)、C. I. ピグメントレッド255(C. I. 番号561050)、C. I. ピグメントレッド264、C. I. ピグメントレッド272(C. I. 番号561150)、C. I. ピグメントオレンジ71、もしくはC. I. ピグメントオレンジ73等のジケトピロロピロール系顔料、C. I. ピグメントレッド88(C. I. 番号73312)等のチオインジゴ系顔料、C. I. ピグメントイエロー139(C. I. 番号56298)、C. I. ピグメントオレンジ66(C. I. 番号48210)等のイソインドリン系顔料、C. I. ピグメントイエロー109(C. I. 番号56284)、もしくはC. I. ピグメントオレンジ61(C. I. 番号11295)等のイソインドリノン系顔料、C. I. ピグメントオレンジ40(C. I. 番号59700)、もしくはC. I. ピグメントレッド216(C. I. 番号59710)等のピラントロン系顔料、またはC. I. ピグメントバイオレット31(60010)等のイソビオラントロン系顔料である。

【0083】

好ましい顔料は、キナクリドン系、ジケトピロロピロール系、ジスアゾ縮合系、アゾ系、またはフタロシアニン系、ジオキサジン系顔料である。

【0084】

本実施の形態で使用する分散剤としては、以下のものを使用することができる。

【0085】

アニオン性分散剤(アニオン性界面活性剤)としては、N-アシル-N-アルキルタウリン塩、脂肪酸塩、アルキル硫酸エステル塩、アルキルベンゼンスルホン酸塩、アルキルナフタレンスルホン酸塩、ジアルキルスルホコハク酸塩、アルキルリン酸エステル塩、ナフタレンスルホン酸ホルマリン縮合物、ポリオキシエチレンアルキル硫酸エステル塩等を挙

げることができる。なかでも、N - アシル - N - アルキルタウリン塩が好ましい。N - アシル - N - アルキルタウリン塩としては、特開平3 - 273067号明細書に記載されているものが好ましい。これらアニオン性分散剤は、1種単独であるいは2種以上を組み合わせる用いることができる。

【0086】

カチオン性分散剤（カチオン性界面活性剤）には、四級アンモニウム塩、アルコキシル化ポリアミン、脂肪族アミンポリグリコールエーテル、脂肪族アミン、脂肪族アミンと脂肪族アルコールから誘導されるジアミンおよびポリアミン、脂肪酸から誘導されるイミダゾリンおよびこれらのカチオン性物質の塩が含まれる。これらカチオン性分散剤は、1種単独であるいは2種以上を組み合わせる用いることができる。

10

【0087】

両イオン性分散剤は、前記アニオン性分散剤が分子内に有するアニオン基部分とカチオン性分散剤が分子内に有するカチオン基部分を共に分子内に有する分散剤である。

【0088】

ノニオン性分散剤（ノニオン性界面活性剤）としては、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルアリアルエーテル、ポリオキシエチレン脂肪酸エステル、ソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンアルキルアミン、グリセリン脂肪酸エステルなどを挙げることができる。なかでも、ポリオキシエチレンアルキルアリアルエーテルが好ましい。これらノニオン性分散剤は、1種単独であるいは2種以上を組み合わせる用いることができる。

20

【0089】

有機顔料性分散剤とは、親物質としての有機顔料から誘導され、その親構造を化学修飾することで製造される有機顔料性分散剤と定義する。例えば、糖含有有機顔料分散剤、ペリジル含有有機顔料分散剤、ナフタレン又はペリレン誘導有機顔料分散剤、メチレン基を介して有機顔料親構造に連結された官能基を有する有機顔料分散剤、ポリマーで化学修飾された有機顔料親構造、スルホン酸基を有する有機顔料分散剤、スルホンアミド基を有する有機顔料分散剤、エーテル基を有する有機顔料分散剤、あるいはカルボン酸基、カルボン酸エステル基またはカルボキサミド基を有する有機顔料分散剤などがある。

【0090】

高分子分散剤としては、具体的には、ポリビニルピロリドン、ポリビニルアルコール、ポリビニルメチルエーテル、ポリエチレンオキシド、ポリエチレングリコール、ポリプロピレングリコール、ポリアクリルアミド、ビニルアルコール - 酢酸ビニル共重合体、ポリビニルアルコール一部分ホルマール化物、ポリビニルアルコール一部分ブチラール化物、ビニルピロリドン - 酢酸ビニル共重合体、ポリエチレンオキシド / プロピレンオキシドブロック共重合体、ポリアクリル酸塩、ポリビニル硫酸塩、ポリ(4 - ビニルピリジン)塩、ポリアミド、ポリアリアルアミン塩、縮合ナフタレンスルホン酸塩、スチレン - アクリル酸塩共重合体、スチレン - メタクリル酸塩共重合体、アクリル酸エステル - アクリル酸塩共重合体、アクリル酸エステル - メタクリル酸塩共重合体、メタクリル酸エステル - アクリル酸塩共重合体、メタクリル酸エステル - メタクリル酸塩共重合体、スチレン - イタコン酸塩共重合体、イタコン酸エステル - イタコン酸塩共重合体、ビニルナフタレン - アクリル酸塩共重合体、ビニルナフタレン - メタクリル酸塩共重合体、ビニルナフタレン - イタコン酸塩共重合体、セルロース誘導体、澱粉誘導体などが挙げられる。その他、アルギン酸塩、ゼラチン、アルブミン、カゼイン、アラビアゴム、トンガントゴム、リグニンスルホン酸塩などの天然高分子類も使用できる。なかでも、ポリビニルピロリドンが好ましい。これら高分子は、1種単独であるいは2種以上を組み合わせる用いることができる。また、アニオン性分散剤を水性媒体に含有させ、かつノニオン性分散剤および / または高分子分散剤を、有機顔料を溶解した溶液に含有させる態様を挙げることができる。

30

40

【0091】

分散剤の配合量は、有機顔料の均一分散性および保存安定性をより一層向上させるために、有機顔料100質量部に対して0.1 ~ 1000質量部の範囲であることが好ましく

50

、より好ましくは1～500質量部の範囲であり、更に好ましくは10～250質量部の範囲である。0.1質量部未満であると有機顔料微粒子の分散安定性の向上が見られない場合がある。

【0092】

なお、上記各実施形態で説明した微粒子の製造方法では、有機顔料微粒子を製造する例で説明したが、本発明の微粒子製造方法及び装置は、各種の反応に適用することができる。他の微粒子形成材料としては、二酸化チタン、炭酸カルシウム、酸化銅、酸化アルミニウム、酸化鉄、酸化クロム、バナジン酸ピスマス、ルチル型混合相顔料、ハロゲン化銀、シリカ、及びカーボンブラックなどがあるが、これらに限定されるものではない。

【0093】

有機顔料は、アルカリ性又は酸性の水性媒体に均一に溶解されなければならないが、酸性で溶解するかアルカリ性で溶解するかは対象とする顔料がどちらの条件で均一に溶解し易いかで選択される。一般に、分子内にアルカリ性で解離可能な基を有する顔料の場合は、アルカリ性が用いられる。或いは、アルカリ性で解離する基が存在せず、プロトンが付加しやすい窒素原子を分子内に多く有するときは酸性が用いられる。例えば、キナクリドン、ジケトピロロピロール、ジスアゾ縮合系顔料はアルカリ性で、フタロシアニン系顔料は酸性で溶解される。

【0094】

アルカリ性で溶解させる場合に用いられる塩基は、水酸化リチウム、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、水酸化カルシウム、もしくは水酸化バリウム等の無機塩基、又はトリアルキルアミン、ジアザピシクロウンデセン(DBU)、金属アルコキシドなどの有機塩基であるが、好ましくは無機塩基である。

【0095】

使用される塩基の量は、顔料を均一に溶解可能な量であり、特に限定されないが、無機塩基の場合、好ましくは顔料に対して1.0～30モル当量であり、より好ましくは2.0～25モル当量であり、さらに好ましくは3～20モル当量である。有機塩基の場合、好ましくは顔料に対して1.0～100モル当量であり、より好ましくは5.0～100モル当量であり、さらに好ましくは20～100モル当量である。

【0096】

酸性で溶解させる場合に用いられる酸は、硫酸、塩酸、もしくはリン酸等の無機酸、又は酢酸、トリフルオロ酢酸、シュウ酸、メタンスルホン酸、もしくはトリフルオロメタンスルホン酸などの有機酸であるが、好ましくは無機酸である。特に好ましくは硫酸である。

【0097】

使用される酸の量は、顔料を均一に溶解可能な量であり、特に限定されないが、塩基に比べて過剰量用いられる場合が多い。無機酸及び有機酸の場合を問わず、好ましくは顔料に対して3～500モル当量であり、より好ましくは10～500モル当量であり、さらに好ましくは30～200モル当量である。

【0098】

本発明は、複数種の溶液を混合或いは反応させる技術に幅広く適用でき、特に、原料溶液が経時的に不安定な場合に好ましく適用できる。また、本実施形態では、貧溶媒、良溶媒を用いて微粒子形成材料の溶解度を変化させることにより微粒子を生成する例を示したが、これに限定されず、例えば、pH変化させることにより微粒子を生成することもできる。また、上記各実施形態では、平面型、積層型のマイクロデバイスについて例示したが、これに限定されず、原料溶液を調製する装置として、同芯状に多重円筒層流を形成する同芯状多重円筒管型マイクロデバイスを用いてもよい。

【図面の簡単な説明】

【0099】

【図1】第1の実施形態のマイクロデバイスの一例を示す平面図である。

【図2】図1のマイクロデバイスのa-a'線断面図である。

【図3】図1の合流部の様子を示す拡大模式図である。

10

20

30

40

50

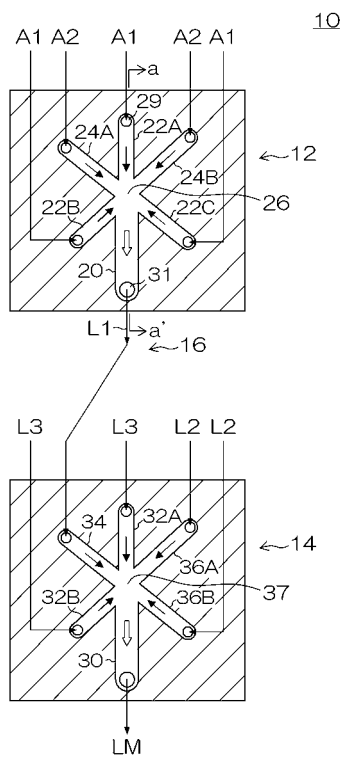
【図4】第2の実施形態のマイクロデバイスの一例を示す分解斜視図である。

【符号の説明】

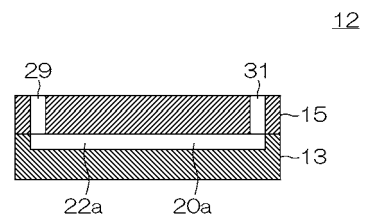
【0100】

10、40...マイクロデバイス、12...調製部、14...微粒子生成部、16...連結管、
20、30...混合流路、22A、22B、22C...導入流路、24A、24B...導入流路、
32A、32B、32C...導入流路、34A、34B...導入流路、42...供給要素、4
4...合流要素、46...混合要素

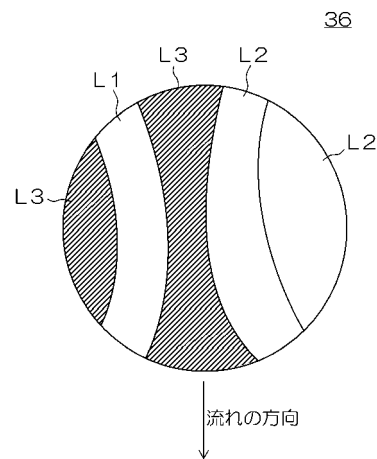
【図1】



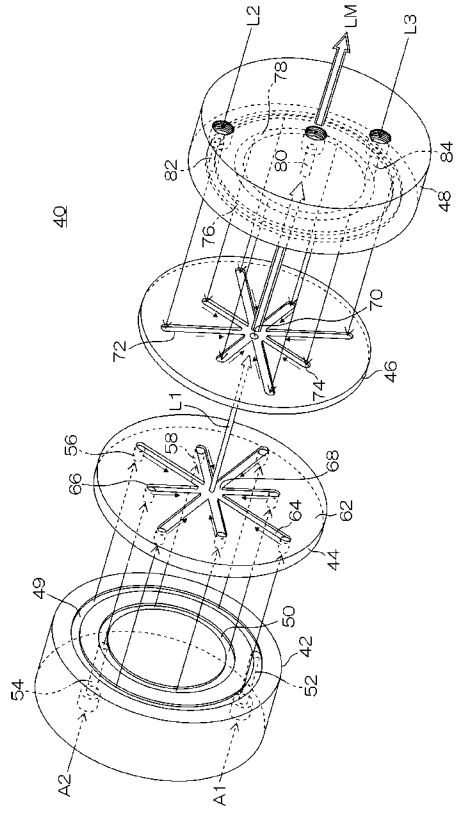
【図2】



【図3】



【 図 4 】



フロントページの続き

- (56)参考文献 特開2006-263538(JP,A)
特開2007-231175(JP,A)
特開2007-197490(JP,A)
特開2009-132837(JP,A)
特開2007-014936(JP,A)
特開2007-090306(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C09B 67/20
B01J 8/00
C09B 67/10