

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2012-166191

(P2012-166191A)

(43) 公開日 平成24年9月6日 (2012. 9. 6)

(51) Int. Cl.	F I	テーマコード (参考)
B 0 1 J 19/18 (2006.01)	B 0 1 J 19/18	2 H 5 0 0
G 0 3 G 9/087 (2006.01)	G 0 3 G 9/08 3 8 1	4 G 0 7 5

審査請求 未請求 請求項の数 10 O L (全 18 頁)

(21) 出願番号 特願2012-14227 (P2012-14227)
(22) 出願日 平成24年1月26日 (2012. 1. 26)
(31) 優先権主張番号 13/025, 664
(32) 優先日 平成23年2月11日 (2011. 2. 11)
(33) 優先権主張国 米国 (US)

(71) 出願人 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 O 6 8
5 6、ノーウォーク、ビーオーボックス
4 5 0 5、グローバー・アヴェニュー 4
5
(74) 代理人 110001210
特許業務法人 Y K I 国際特許事務所
(74) 代理人 100093861
弁理士 大賀 真司
(74) 代理人 100129218
弁理士 百本 宏之

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 粒子を製造するための連続乳化凝集プロセス

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】 乳化凝集により粒子を連続製造するための装置及び方法を提供する。

【解決手段】 原材料供給槽 2 及び 4 と、冷温添加プロセスのための反応器 1 0 と、凝集プロセスのための反応器 2 0 及び 3 0 と、シェル添加プロセスのための反応器 4 0 と、凍結プロセスのための反応器 5 0 と、キレート化プロセスのための反応器 6 0 と、昇温プロセスのための反応器 7 0 と、融着プロセスのための反応器 8 0 とを直列に配置した連続撹拌式槽型反応器 (C S T R)、及びこの反応器を用いた連続乳化凝集による粒子の製造方法。

【選択図】 図 1

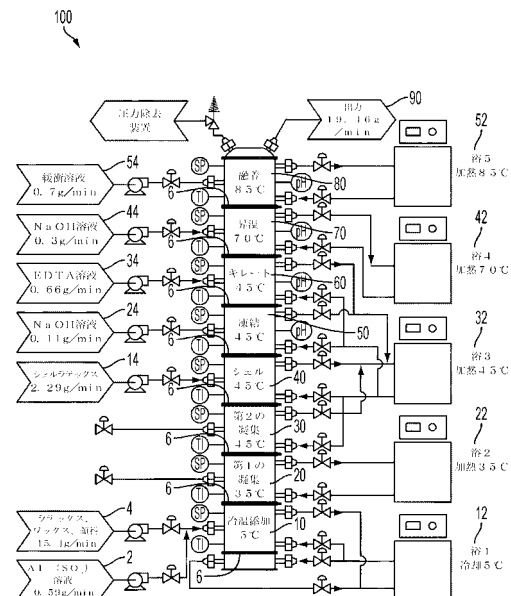


図 1

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

乳化凝集によって粒子を製造するための連続攪拌式槽型反応器であって、
少なくとも 1 つの原材料供給槽と、
冷温添加を促進するための少なくとも 1 つの反応器と、
凝集プロセスを促進するための少なくとも 2 つの反応器と、
シェル添加プロセスを促進するための少なくとも 1 つの反応器と、
凍結プロセスを促進するための少なくとも 1 つの反応器と、
キレート化プロセスを促進するための少なくとも 1 つの反応器と、
昇温プロセスを促進するための少なくとも 1 つの反応器と、
融着プロセスを促進するための少なくとも 1 つの反応器と、を備え、
前記反応器が、直列の配置で連続的に整列している、連続攪拌式槽型反応器。

10

【請求項 2】

流体が、ポンプを用いることなく、正圧または負圧によって、ある反応器から次の反応器へと連続的に移動する、請求項 1 に記載の連続攪拌式槽型反応器。

【請求項 3】

段階から段階へとスラリーを移動するためのポンプがないことにより、ポンプによってスラリーを各段階に移動させる同様の様式で製造したトナー粒子よりも、粒子分布が狭いトナー粒子が得られる、請求項 1 に記載の連続攪拌式槽型反応器。

20

【請求項 4】

各反応器は、外部から冷却デバイスまたは加熱デバイスを適用することによって温度が制御される、請求項 1 に記載の連続攪拌式槽型反応器。

【請求項 5】

粒径および粒径分布を制御するために、各反応器について独立した速度で材料を混合する、請求項 1 に記載の連続攪拌式槽型反応器。

【請求項 6】

反応器の温度が、材料が流れる方向に沿って段階的に高くなっている、請求項 1 に記載の連続攪拌式槽型反応器。

【請求項 7】

各反応器の滞留時間が 0 . 5 分 ~ 6 0 分である、請求項 1 に記載の連続攪拌式槽型反応器。

30

【請求項 8】

塩基性溶液または酸性溶液を各反応器に供給する速度を変えることによって、各反応器で pH が制御され、前記 pH が複数の pH プロブによって測定される、請求項 1 に記載の連続攪拌式槽型反応器。

【請求項 9】

各反応器が、前記反応器内の材料移動を助けるためのインペラを伴っている、請求項 1 に記載の連続攪拌式槽型反応器。

【請求項 10】

トナー粒子を製造するための連続乳化凝集方法であって、前記方法が、
直列の配置で連続的に整列している複数の反応器を提供することと、
前記トナー粒子の原材料を連続攪拌式槽型反応器システムに入れることと、
第 1 の反応器によって冷温添加を促進することと、
第 2 の反応器および第 3 の反応器によって凝集プロセスを促進することと、
第 4 の反応器によってシェル添加プロセスを促進することと、
第 5 の反応器によって凍結プロセスを促進することと、
第 6 の反応器によってキレート化プロセスを促進することと、
第 7 の反応器によって昇温プロセスを促進することと、
第 8 の反応器によって融着プロセスを促進することと、を含み、
前記反応器での粒子の空時収量が、10 g 粒子 / L / hr ~ 500 g 粒子 / L / hr で

40

50

ある、0連続乳化凝集方法。

【発明の詳細な説明】

【背景技術】

【0001】

E Aプロセスの空時収量を高める方法は、すでに検討されているが、目的の粒子は得られていない。例えば、連続管型反応器が研究されてきたが、トナー粒子の製造に使用するには、課題がいくつか残っている。

【0002】

したがって、連続プロセスでトナー粒子を調製するための他の反応器が望まれている。このような反応器は、効率がよく、所要時間が短く、一定のトナー粒子製品を生じ、環境にやさしいものでなくてはならない。

【発明の概要】

【0003】

本開示の種々の実施形態を、以下、図面を参照しつつ、本明細書で記載する。

【図面の簡単な説明】

【0004】

【図1】本開示の連続乳化凝集(E A)システムのプロセスおよび計装図を模式的に示す図である。

【図2】本開示の連続乳化凝集(E A)システムの三次元図を模式的に示す図である。

【図3】本開示の連続乳化凝集(E A)システムの切取内部図を模式的に示す図である。

【発明を実施するための形態】

【0005】

本開示は、 $0.1 \text{ g/L/hr} \sim 500 \text{ g/L/hr}$ 、 $0.2 \text{ g/L/hr} \sim 400 \text{ g/L/hr}$ 、 90 g/L/hr の空時収量で乳化凝集(E A)トナー粒子を連続製造するためのプロセス、配合物、機械設備の構成を提供する。本明細書で使用される場合、空時収量は、使用する反応器全体の容積あたり、この反応器全体の容積において合計滞留時間あたり生成する生成物Pの質量をあらわす。以下の式を適用して空時収量を決定する。

$$p = m_p / V t$$

式中、 m_p は、乾燥トナー(生成物)の質量であり、 V は、反応器全体の容積であり、 t は、反応器の合計滞留時間である。

【0006】

本開示のプロセスは、E Aプロセスの種々の工程を行うための一連の連続攪拌式槽型反応器(CSTR)に基づく。それぞれの反応器は、粒径、粒径分布、真円度、トナー粒子を得るのに適したこのような他の因子に対して望ましい影響を及ぼすような特定の条件設定で行われるように設定されている。それに加えて、近年の高スループットE Aの進歩を上の構成と組み合わせ、例えば、塩基の代わりに腐食性緩衝液を使用するE Aプロセスの速度が高まる。

【0007】

図1～3は、連続E A反応器(CEAR)の構造の概略を示している。このシステムの流れを図1、実施例1および2に記載しており、このシステムの操作の概略を示している。この反応器は、8段階に分かれている。これらの段階は、冷温添加段階、第1の凝集段階、第2の凝集段階、シェル段階、凍結段階、キレート段階、昇温段階、融着段階である。

【0008】

図1を参照すると、第1の反応器段階10、第2の反応器段階20、第3の反応器段階30、第4の反応器段階40、第5の反応器段階50、第6の反応器段階60、第7の反応器段階70、第8の反応器段階80を備えるCSTRシステム100が示されている。反応器10、20、30、40、50、60、70、80は、直列に配置されており、それぞれがオリフィス板6で分割されている。

【0009】

第 1 の段階 1 0 (冷温添加段階 1 0 としても知られる) において、第 1 の流れ 2 の A 1₂ (S O₄)₃ 冷温供給物、第 2 の流れ 4 の種々の樹脂エマルション、ワックス分散物、着色剤分散物の混合物を連続反応器システム 1 0 0 にポンプで送り込む。この第 1 の反応器内のプロセス流は、反応器の外側にあるジャケットに冷たい流体を循環させることによって 0 ~ 1 5 の冷温に維持される。冷却浴 1 2 は、反応器のジャケットに熱媒液を供給する。反応器の壁面は、外側にある熱交換器 (以下に記載) によって所定の温度範囲に維持される。

【 0 0 1 0 】

第 1 の流れ 2 の材料および第 2 の流れ 4 の材料を反応器システム 1 0 0 にポンプで送り込むにつれて、これらの材料は、ある段階から次の段階へと、第 1 の段階と第 2 の段階 (例えば、第 1 の凝集段階 2 0) を分割しているオリフィス板 6 を通って上に移動する。オリフィス板 6 は、第 1 の段階 1 0 の材料と第 2 の段階 2 0 の材料が完全に混ざりあってしまうのを防ぐ。これにより、それぞれの段階が、確実に別個の連続攪拌式槽型反応器 (C S T R) として作用する。それ以外の段階も、図 1 からわかるように、同様の様式でオリフィス板 6 によって分割されている。

10

【 0 0 1 1 】

冷温添加段階 1 0 において、軸 3 3 0 (図 3 を参照) は、所定の速度で回転し、軸 3 3 0 には、第 1 の段階 1 0 で望ましい混合度を得るために必要なように設計変更されたインペラ 3 1 0 (図 3 を参照) が取り付けられていてもよい。

【 0 0 1 2 】

材料が第 2 の段階 2 0 (すなわち、第 1 の凝集段階) に入ると、反応器のジャケット内を循環し、所定の温度に設定された循環浴 2 2 によって供給される熱媒液によって材料が加熱される。材料がこの反応器 2 0 に流れ込み、混ざりあっていくにつれて、対流および伝導による熱移動によって反応器の内壁から流体に熱が移動する。この温度変化が引き金となってラテックスおよび分散物の凝集が始まり、粒子が生成する。

20

【 0 0 1 3 】

第 2 の段階 2 0 から出た材料は、オリフィス板 6 を通って第 3 の段階 3 0 (すなわち、第 2 の凝集段階 3 0) へと流れ、この段階で、材料は、反応器ジャケットと、第 2 の段階 2 0 の温度よりも高い温度に設定されている加熱浴 3 2 から供給される熱媒液によってさらに加熱される。温度が高くなることによって、粒子が所定の大きさまでさらに成長する。

30

【 0 0 1 4 】

第 3 の段階 3 0 から出た材料は、オリフィス板 6 を通って第 4 の段階 4 0 (すなわち、シェル添加段階 4 0) へと流れ、この段階で、新しいラテックス 1 4 がポンプで送り込まれ、前の段階 1 0、2 0、3 0 で生成した粒子の周りにシェルが生成する。第 4 の段階 4 0 において反応器のジャケット温度になるように熱媒液を供給する加熱浴 3 2 は、望ましいスラリー温度を達成するような所定の温度に設定されている。軸 3 3 0 (図 3 を参照) は、段階 1 から 4 の間回転し、1 0、2 0、3 0、4 0 のそれぞれの段階で内容物を攪拌する。インペラ 3 1 0 は、図 3 に示されているように、1 0、2 0、3 0、4 0 のそれぞれの段階で望ましい攪拌が得られるように設計されている。インペラ 3 1 0 は、材料を移動させ、望ましい粒径および分布を得るのに適切な任意の種類のものであってもよい。図 3 は、可能なインペラ型の一例として R u s h t o n タービンを示す。しかし、当業者は、反応器システム 1 0 0 に入れられる材料について望ましい攪拌効果または混合効果を達成するために、任意の種類および任意の数の軸およびインペラを用いることを想定していてもよい。

40

【 0 0 1 5 】

第 5 の段階 5 0 において、水酸化ナトリウムまたは任意の他の適切な溶液 (例えば、緩衝溶液 2 4) をポンプで送り込み、粒子の成長を止める。この水酸化ナトリウム溶液を、第 4 の段階 4 0 からオリフィス板 6 を通ってこの段階に入ってくる材料と混合する。凍結プロセスによって、最終的な用途にとって望ましい粒径が確実に得られる。この反応器の

50

スラリー温度は、外側にあるジャケットおよび所定温度に設定された加熱浴 3 2 によって制御される。

【 0 0 1 6 】

第 6 の段階 6 0 において、キレート化溶液 3 4 を加え、粒子からイオンを除去する。キレート化溶液 3 4 を、第 5 の段階 5 0 からオリフィス板 6 を通ってこの段階に入ってくる材料と混合する。この反応器のスラリー温度は、外側にあるジャケットおよび所定温度に設定された加熱浴 3 2 によって制御される。

【 0 0 1 7 】

第 7 の段階 7 0 において、スラリー温度は、外側にあるジャケットおよび加熱浴 4 2 によって、第 6 の段階 6 0 および第 7 の段階 7 0 を分割しているオリフィス板 6 を通って入り込んでくる段階 6 0 のスラリーの温度よりも高くなるように制御される。それに加えて、この反応器に溶液を連続的に加え、pH を調整してもよい。

10

【 0 0 1 8 】

第 8 の段階 8 0 において、スラリー温度は、外側にあるジャケットおよび加熱浴 5 2 によって、第 7 の段階 7 0 および第 8 の段階 8 0 を分割しているオリフィス板 6 を通って入り込んでくるスラリーの温度よりも高くなるように制御される。それに加えて、溶液を加え、融着プロセスの速度を速めてもよい。軸 3 2 0 (図 3 を参照) は、第 5 の段階 5 0 、第 6 の段階 6 0 、第 7 の段階 7 0 、第 8 の段階 8 0 で回転し、5 0 、6 0 、7 0 、8 0 のそれぞれの段階で内容物を撹拌する。

20

【 0 0 1 9 】

インペラ 3 1 0 (図 3 を参照) は、それぞれの区画で、1 0 、2 0 、3 0 、4 0 、5 0 、6 0 、7 0 、8 0 のそれぞれの段階で望ましい撹拌が得られるように設計されている。インペラ 3 1 0 は、材料を移動させ、望ましい粒径および分布を得るのに適切な任意の種類のものであってもよい。もう一度言うと、図 3 は、可能なインペラ型の一例として R u s s h t o n タービンを示す。しかし、当業者は、反応器システム 1 0 0 に入れられる材料について望ましい撹拌効果または混合効果を達成するために、任意の種類および任意の数の軸およびインペラを用いることを想定していてもよい。

【 0 0 2 0 】

図 2 および 3 に示されているように、pH プロブ 2 4 0 が反応器に設置されていてもよく、これにより pH を連続的に監視してもよい。また、熱電対 (図示せず) が設置されていてもよく、これによりそれぞれの段階の温度を連続的に監視してもよい。

30

【 0 0 2 1 】

第 8 の段階 8 0 を出た材料は、槽 9 0 に集められ、その後最終製品へと加工される。

【 0 0 2 2 】

図 2 は、本開示の連続乳化凝集 (E A) システム 2 0 0 の三次元図を示す。反応器システム 1 0 0 は、少なくとも 2 つの電動部 2 1 0 および少なくとも 2 つのポンプ 2 2 0 と動作可能なように連結している。また、反応器システム 2 0 0 は、長さ方向に沿って、等距離の位置に複数の加熱ジャケット 2 3 0 を備えている。さらに、反応器システム 1 0 0 は、複数の pH プロブ 2 4 0 を備えていてもよい (図 2 および 3 を参照) 。 pH プロブは、1 0 、2 0 、3 0 、4 0 、5 0 、6 0 、7 0 、8 0 のそれぞれの段階に動作可能なように連結していてもよい。

40

【 0 0 2 3 】

図 3 は、本開示の連続乳化凝集 (E A) システム 3 0 0 の切取内部図を示す。図 3 は、反応器システム 1 0 0 内部に等距離に配置されたインペラ 3 1 0 を明確に示している。インペラ 3 1 0 は、1 0 、2 0 、3 0 、4 0 、5 0 、6 0 、7 0 、8 0 のそれぞれの段階の中に配置されていてもよい。また、図 3 は、1 0 、2 0 、3 0 、4 0 、5 0 、6 0 、7 0 、8 0 のそれぞれの段階を分割する複数のオリフィス板を示している。1 0 、2 0 、3 0 、4 0 、5 0 、6 0 、7 0 、8 0 のそれぞれの段階の空間の大きさは、同じであってもよく、他の段階の空間と違う大きさであってもよい。さらに、図 3 は、種々の段階 1 0 ~ 8 0 の内容物を撹拌するために使用される軸 3 2 0 、3 3 0 を示している。もちろん、当業

50

者は、連続 E A プロセスの異なる段階である複数の空間の内容物を攪拌するために、多くの異なる形状の複数の軸を用いることを想定していてもよい。

【0024】

当業者は、上述の実施形態の結果を達成するために、上の工程が互いに置き換えられたり、反応器の大きさが変えられたり、それぞれの反応器の温度が変えられたり、および/または滞留時間が変えられた、直列に配置された複数の反応器を用いることを想定していてもよい。

【0025】

本開示のラテックスエマルションを作成する際に、任意の樹脂を利用してよく、樹脂は、アモルファス樹脂、結晶性樹脂、および/またはこれらの組み合わせであってもよい。

10

【0026】

樹脂は、任意要素の触媒存在下、ジオールと二酸とを反応させることによって作られるポリエステル樹脂であってもよい。結晶性ポリエステルを作る際に、適切な有機ジオールとしては、炭素原子を 2 ~ 36 個含む脂肪族ジオール、例えば、1, 2 - エタンジオール、1, 3 - プロパンジオール、1, 4 - ブタンジオール、1, 5 - ペンタンジオール、2, 2 - ジメチルプロパン - 1, 3 - ジオール、1, 6 - ヘキサンジオール、1, 7 - ヘプタンジオール、1, 8 - オクタンジオール、1, 9 - ノナンジオール、1, 10 - デカンジオール、1, 12 - ドデカンジオールが挙げられる(これらの構造異性体を含む)。脂肪族ジオールは、樹脂の 40 ~ 60 モル%の量で選択されてもよい。

20

【0027】

結晶性樹脂を調製するために選択されるビニル二酸またはビニルジエステルを含む有機二酸またはジエステルの例としては、シュウ酸、コハク酸、グルタル酸、アジピン酸、スベリン酸、アゼライン酸、セバシン酸、フマル酸、フマル酸ジメチル、イタコン酸ジメチル、cis, 1, 4 - ジアセトキシ - 2 - ブテン、フマル酸ジエチル、マレイン酸ジエチル、フタル酸、イソフタル酸、テレフタル酸、ナフタレン - 2, 6 - ジカルボン酸、ナフタレン - 2, 7 - ジカルボン酸、シクロヘキサジカルボン酸、マロン酸、メサコン酸、これらのジエステルまたは無水物が挙げられる。有機二酸は、樹脂の 40 ~ 60 モル%の量で選択されてもよい。

【0028】

結晶性樹脂の例としては、ポリエステル、ポリアミド、ポリイミド、ポリオレフィン、ポリエチレン、ポリブチレン、ポリイソブチレート、エチレン - プロピレンコポリマー、エチレン - 酢酸ビニルコポリマー、ポリプロピレン、これらの混合物が挙げられる。特定の結晶性樹脂は、ポリエステルに由来するものであってもよく、例えば、ポリ(エチレン - アジペート)、ポリ(プロピレン - アジペート)、ポリ(ブチレン - アジペート)、ポリ(ペンチレン - アジペート)、ポリ(ヘキシレン - アジペート)、ポリ(オクチレン - アジペート)、ポリ(エチレン - サクシネート)、ポリ(プロピレン - サクシネート)、ポリ(ブチレン - サクシネート)、ポリ(ペンチレン - サクシネート)、ポリ(ヘキシレン - サクシネート)、ポリ(オクチレン - サクシネート)、ポリ(エチレン - セバケート)、ポリ(プロピレン - セバケート)、ポリ(ブチレン - セバケート)、ポリ(ペンチレン - セバケート)、ポリ(ヘキシレン - セバケート)、ポリ(オクチレン - セバケート)、ポリ(デシレン - セバケート)、ポリ(デシレン - デカノエート)、ポリ(エチレン - デカノエート)、ポリ(エチレンドデカノエート)、ポリ(ノニレン - セバケート)、ポリ(ノニレン - デカノエート)、コポリ(エチレン - フマレート) - コポリ(エチレン - セバケート)、コポリ(エチレン - フマレート) - コポリ(エチレン - デカノエート)、コポリ(エチレン - フマレート) - コポリ(エチレン - ドデカノエート)、コポリ(2, 2 - ジメチルプロパン - 1, 3 - ジオール - デカノエート) - コポリ(ノニレン - デカノエート)、ポリ(オクチレン - アジペート)であってもよい。

30

40

【0029】

結晶性樹脂は、トナー要素の 1 ~ 50 重量%の量で存在していてもよい。結晶性樹脂は、種々の融点、例えば、30 ~ 120 の融点を有していてもよい。結晶性樹脂は、数

50

平均分子量 (M_n) が、ゲル透過クロマトグラフィー (GPC) によって測定される場合、例えば、1,000 ~ 50,000、重量平均分子量 (M_w) が、ポリスチレン標準を用いたゲル透過クロマトグラフィーによって測定される場合、例えば、2,000 ~ 100,000 であってもよい。結晶性樹脂の分子量分布 (M_w / M_n) は、例えば、2 ~ 6 であってもよい。

【0030】

アモルファスポリエステルを調製するために選択されるビニル二酸またはビニルジエステルを含む有機二酸またはジエステルの例としては、ジカルボン酸またはジエステル、例えば、テレフタル酸、フタル酸、イソフタル酸、フマル酸、トリメリット酸、フマル酸ジメチル、イタコン酸ジメチル、cis, 1, 4 - ジアセトキシ - 2 - ブテン、フマル酸ジエチル、マレイン酸ジエチル、マレイン酸、コハク酸、イタコン酸、コハク酸、無水コハク酸、ドデシルコハク酸、無水ドデシルコハク酸、グルタル酸、無水グルタル酸、アジピン酸、ピメリン酸、スベリン酸、アゼライン酸、ドデカン二酸、テレフタル酸ジメチル、テレフタル酸ジエチル、イソフタル酸ジメチル、イソフタル酸ジエチル、フタル酸ジメチル、無水フタル酸、フタル酸ジエチル、コハク酸ジメチル、フマル酸ジメチル、マレイン酸ジメチル、グルタル酸ジメチル、アジピン酸ジメチル、ドデシルコハク酸ジメチル、およびこれらの組み合わせが挙げられる。有機二酸またはジエステルは、例えば、樹脂の 40 ~ 60 モル% の量で選択されてもよい。

10

【0031】

アモルファスポリエステルを作る際に利用可能なジオールの例としては、1, 2 - プロパンジオール、1, 3 - プロパンジオール、1, 2 - ブタンジオール、1, 3 - ブタンジオール、1, 4 - ブタンジオール、ペンタンジオール、ヘキサジオール、2, 2 - ジメチルプロパンジオール、2, 2, 3 - トリメチルヘキサジオール、ヘプタンジオール、ドデカンジオール、ビス(ヒドロキシエチル) - ビスフェノール A、ビス(2 - ヒドロキシプロピル) - ビスフェノール A、1, 4 - シクロヘキサジメタノール、1, 3 - シクロヘキサジメタノール、キシレンジメタノール、シクロヘキサジオール、ジエチレングリコール、ビス(2 - ヒドロキシエチル) オキシド、ジプロピレングリコール、ジブチレン、およびこれらの組み合わせが挙げられる。選択される有機ジオールの量は変わってもよく、例えば、樹脂の 40 ~ 60 モル% の量で存在していてもよい。

20

【0032】

結晶性ポリエステルまたはアモルファスポリエステルのいずれかを作成する際に使用可能な重縮合触媒としては、チタン酸テトラアルキル、ジアルキルスズオキシド、例えば、ジブチルスズオキシド、テトラアルキルスズ、例えば、ジブチルスズジラウレート、ジアルキルスズオキシド水酸化物、例えば、ブチルスズオキシド水酸化物、アルミニウムアルコキシド、アルキル亜鉛、ジアルキル亜鉛、酸化亜鉛、酸化第一スズ、またはこれらの組み合わせが挙げられる。このような触媒は、ポリエステル樹脂を作成するために使用される出発物質の二酸またはジエステルを基準として、例えば、0.01 モル% ~ 5 モル% の量で利用されてもよい。

30

【0033】

不飽和アモルファスポリエステル樹脂をラテックス樹脂として利用してもよい。例示的な不飽和アモルファスポリエステル樹脂としては、ポリ(プロポキシ化ビスフェノールコ - フマレート)、ポリ(エトキシ化ビスフェノールコ - フマレート)、ポリ(ブチルオキシ化ビスフェノールコ - フマレート)、ポリ(コ - プロポキシ化ビスフェノールコ - エトキシ化ビスフェノールコ - フマレート)、ポリ(1, 2 - プロピレンフマレート)、ポリ(プロポキシ化ビスフェノールコ - マレエート)、ポリ(エトキシ化ビスフェノールコ - マレエート)、ポリ(ブチルオキシ化ビスフェノールコ - マレエート)、ポリ(コ - プロポキシ化ビスフェノールコ - エトキシ化ビスフェノールコ - マレエート)、ポリ(1, 2 - プロピレンマレエート)、ポリ(プロポキシ化ビスフェノールコ - イタコネート)、ポリ(エトキシ化ビスフェノールコ - イタコネート)、ポリ(ブチルオキシ化ビスフェノールコ - イタコネート)、ポリ(

40

50

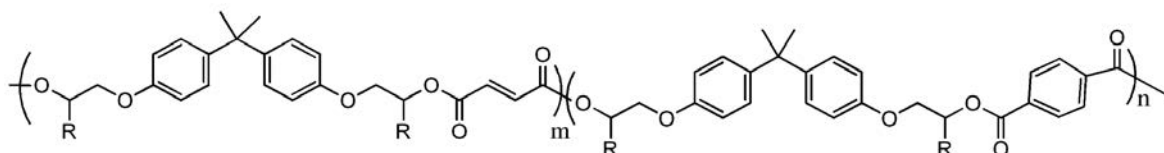
コ - プロポキシ化ビスフェノール コ - エトキシ化ビスフェノール コ - イタコネート)、ポリ(1,2-プロピレンイタコネート)、およびこれらの組み合わせが挙げられる。

【0034】

適切なアモルファス樹脂としては、アルコキシ化ビスフェノールAフマレート/テレフタレートに由来するポリエステルおよびコポリエステル樹脂を挙げることができる。適切なアモルファスポリエステル樹脂は、以下の式(I)を有するコポリ(プロポキシ化ビスフェノールA コ - フマレート) - コポリ(プロポキシ化ビスフェノールA コ - テレフタレート)樹脂であってもよく、

【化1】

10



(I)

式中、Rは、水素またはメチル基であってもよく、mおよびnは、コポリマーのランダム単位をあらわし、mは、2~10であってもよく、nは、2~10であってもよい。

【0035】

コポリ(プロポキシ化ビスフェノールA コ - フマレート) - コポリ(プロポキシ化ビスフェノールA コ - テレフタレート)をラテックス樹脂として利用してもよい。他のプロポキシ化ビスフェノールAフマレート樹脂を利用してもよい。

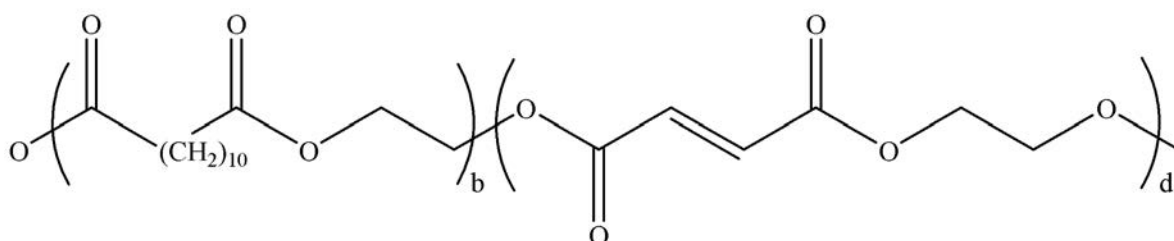
20

【0036】

適切な結晶性樹脂を、場合により、上述のようなアモルファス樹脂と組み合わせて利用してもよく、適切な結晶性樹脂としては、エチレングリコールと、以下の式を有するドデカン二酸およびフマル酸のコモノマー混合物とから作られる樹脂を挙げることができ、

【化2】

30



(II)

式中、bは、5~2000であり、dは、5~2000である。

【0037】

上述の式Iのポリ(プロポキシ化ビスフェノールA コ - フマレート)樹脂を、式IIの結晶性樹脂と組み合わせてラテックスエマルションを作成してもよい。

【0038】

40

アモルファス樹脂は、例えば、トナー要素の30~90重量%の量で存在していてもよい。ラテックスで利用されるアモルファス樹脂またはアモルファス樹脂の組み合わせは、ガラス転移温度が約30~80であってもよい。ラテックスで利用される樹脂の組み合わせは、130での溶融粘度が10~1,000,000Pa・sであってもよい。

【0039】

1種類、2種類、またはそれ以上の樹脂を用いてもよい。2種類以上の樹脂を用いる場合、樹脂は、任意の適切な比率(例えば、重量比)、例えば、約1%(第1の樹脂)/99%(第2の樹脂)~約99%(第1の樹脂)/1%(第2の樹脂)であってもよい。

【0040】

樹脂は、酸基を有していてもよく、酸基は、樹脂の末端に存在していてもよい。存在し

50

てもよい酸基としては、カルボン酸基が挙げられる。カルボン酸基の数は、樹脂を作成するために利用される材料および反応条件を調節することによって制御されてもよい。

【0041】

樹脂は、酸価が $2 \text{ mg KOH / 樹脂 (g)} \sim 200 \text{ mg KOH / 樹脂 (g)}$ のポリエステル樹脂であってもよい。酸を含有する樹脂をテトラヒドロフラン溶液に溶解してもよい。酸価は、指示薬としてフェノールフタレインを含有する KOH / メタノール 溶液で滴定することによって検出されてもよい。次いで、酸価は、滴定の終点として特定される樹脂のすべての酸基を中和するのに必要な KOH / メタノール の当量に基づいて算出されてもよい。

【0042】

10

着色剤、ワックス、トナー組成物を作成するために利用される他の添加剤は、界面活性剤を含む分散物の状態であってもよい。トナー粒子は、樹脂およびトナーの他の要素を、1つ以上の界面活性剤が存在する状態におき、エマルションを生成させ、トナー粒子が凝集し、融着し、場合により、これを洗浄し、乾燥させ、回収するような乳化凝集方法によって作られてもよい。

【0043】

1種類、2種類またはそれ以上の界面活性剤を用いてもよい。界面活性剤は、イオン系界面活性剤および非イオン系界面活性剤から選択されてもよい。アニオン系界面活性剤およびカチオン系界面活性剤は、用語「イオン系界面活性剤」に包含される。界面活性剤は、トナー組成物の $0.01 \text{ 重量\%} \sim 5 \text{ 重量\%}$ の量で存在するように利用されてもよい。

20

【0044】

利用可能なアニオン系界面活性剤としては、サルフェートおよびスルホネート、ドデシル硫酸ナトリウム (SDS)、ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、ドデシルナフタレン硫酸ナトリウム、ジアルキルベンゼンアルキルサルフェートおよびジアルキルベンゼンアルキルスルホネート、アビエチン酸のような酸、これらの組み合わせが挙げられる。他の適切なアニオン系界面活性剤としては、アルキルジフェニルオキシドジスルホネート、分岐型ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、および組み合わせが挙げられる。

【0045】

非イオン系界面活性剤としては、アルコール、酸、エーテル、例えば、ポリビニルアルコール、ポリアクリル酸、メタロース、メチルセルロース、エチルセルロース、プロピルセルロース、ヒドロキシルエチルセルロース、カルボキシメチルセルロース、ポリオキシエチレンセチルエーテル、ポリオキシエチレンラウリルエーテル、ポリオキシエチレンオクチルエーテル、ポリオキシエチレンオクチルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンオレイルエーテル、ポリオキシエチレンソルビタンモノラウレート、ポリオキシエチレンステアリルエーテル、ポリオキシエチレンノニルフェニルエーテル、ジアルキルフェノキシポリ(エチレンオキシ)エタノール、これらの混合物が挙げられる。

30

【0046】

カチオン系界面活性剤としては、アンモニウム類、アルキルベンジルジメチルアンモニウムクロリド、ジアルキルベンゼンアルキルアンモニウムクロリド、ラウリルトリメチルアンモニウムクロリド、アルキルベンジルメチルアンモニウムクロリド、アルキルベンジルジメチルアンモニウムブロミド、塩化ベンザルコニウム、C12、C15、C17トリメチルアンモニウムブロミド、これらの混合物が挙げられる。

40

【0047】

着色剤(例えば、染料、顔料、染料混合物、顔料混合物、染料と顔料の混合物)がトナーに含まれていてもよい。着色剤は、トナー中に、例えば、トナーの $0.1 \sim 35 \text{ 重量\%}$ の量で含まれていてもよい。

【0048】

トナーは、場合によりワックスを含んでおり、ワックスは、1種類のワックスであってもよく、2種類以上の異なるワックスの混合物であってもよい。

【0049】

50

適切なワックスとしては、体積平均径が50～500nmの範囲の、大きさがミクロン未満のワックス粒子が、水およびイオン系界面活性剤、非イオン系界面活性剤またはこれらの混合物の水相に懸濁したものが挙げられる。イオン系界面活性剤または非イオン系界面活性剤は、ワックスの0.5～10重量%の量で存在していてもよい。

【0050】

本開示の実施形態のワックス分散物としては、天然植物ワックス、天然動物ワックス、鉱物ワックスおよび/または合成ワックスといったワックスが挙げられる。天然植物ワックスの例としては、例えば、カルナバワックス、カンデリラワックス、日本ろう、ペーベリろうが挙げられる。天然動物ワックスの例としては、例えば、蜜ろう、カルタゴろう、ラノリン、ラックワックス、シェラックワックス、クジラろうが挙げられる。鉱物ワックスとしては、例えば、パラフィンワックス、微晶質ワックス、モンタンワックス、オゾケライトワックス、セレシンワックス、ペトロラタムワックス、石油ワックスが挙げられる。本開示の合成ワックスとしては、例えば、Fischer-Tropschワックス、アクリレートワックス、脂肪酸アミドワックス、シリコンワックス、ポリテトラフルオロエチレンワックス、ポリエチレンワックス、ポリプロピレンワックス、およびこれらの混合物が挙げられる。

10

【0051】

ワックスは、官能基化されていてもよい。ワックスを官能基化するために付加される基の例としては、アミン、アミド、イミド、エステル、四級アミンおよび/またはカルボン酸が挙げられる。官能基化されたワックスは、アクリルポリマーエマルションまたは塩素化ポリプロピレン、塩素化ポリエチレンであってもよい。

20

【0052】

ワックスは、1～30重量%の量で存在していてもよい。

【0053】

緩衝系は、酸、塩、塩基、有機化合物、およびこれらの組み合わせのうち少なくとも2つを、脱イオン水を溶媒として用いた溶液中に含んでいてもよい。

【0054】

緩衝系を作成するために利用可能な適切な酸としては、酢酸、クエン酸、塩酸、ホウ酸、ギ酸、シュウ酸、フタル酸、サリチル酸、これらの組み合わせのような有機酸および/または無機酸が挙げられる。

30

【0055】

緩衝系を作成するために利用可能な適切な塩または塩基としては、脂肪酸または芳香族酸および塩基の金属塩、例えば、水酸化ナトリウム(NaOH)、四ホウ酸ナトリウム、酢酸カリウム、酢酸亜鉛、リン酸二水素ナトリウム、リン酸水素二ナトリウム、ギ酸カリウム、水酸化カリウム、シュウ酸ナトリウム、フタル酸ナトリウム、サリチル酸カリウム、これらの組み合わせが挙げられる。

【0056】

緩衝系を作成するために利用可能な適切な有機化合物としては、トリス(ヒドロキシメチル)アミノメタン(TRIS)、トリシン、ピシン、グリシン、HEPES、塩酸トリエタノールアミン、3-(N-モルホリノ)プロパンスルホン酸(MOPS)、これらの組み合わせが挙げられる。

40

【0057】

適切な緩衝系としては、酸と有機化合物の組み合わせを挙げることができる。緩衝系は、TRISと塩酸を含んでいてもよい。

【0058】

緩衝系を作成するために利用される酸および有機化合物の量、緩衝溶液を作成する際に利用される脱イオン水の量は、使用される酸、使用される有機化合物、トナー粒子の組成によってさまざまであってもよい。緩衝系は、酸と有機化合物の両方を含んでいてもよい。緩衝系の酸の量は、緩衝系の1重量%～40重量%であってもよい。緩衝系の有機化合物の量は、緩衝系の10重量%～50重量%であってもよい。

50

【 0 0 5 9 】

緩衝系の酸および／または有機化合物の量は、緩衝系の pH が 7 ～ 12 になるような量であってもよい。

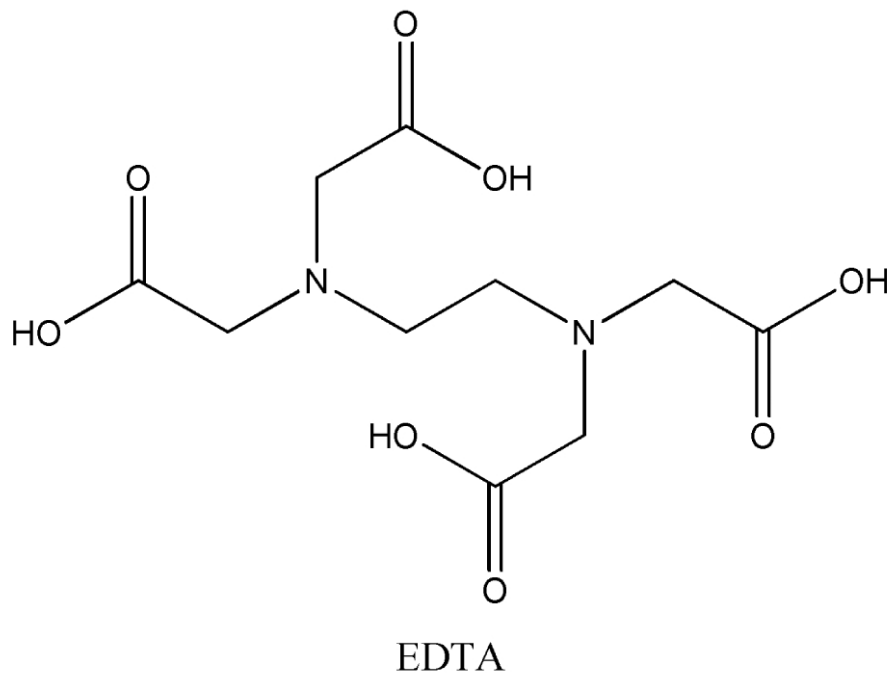
【 0 0 6 0 】

最終的なトナースラリーの pH が 6 ～ 9 になるように、上述のトナースラリーに緩衝系を加えてもよい。

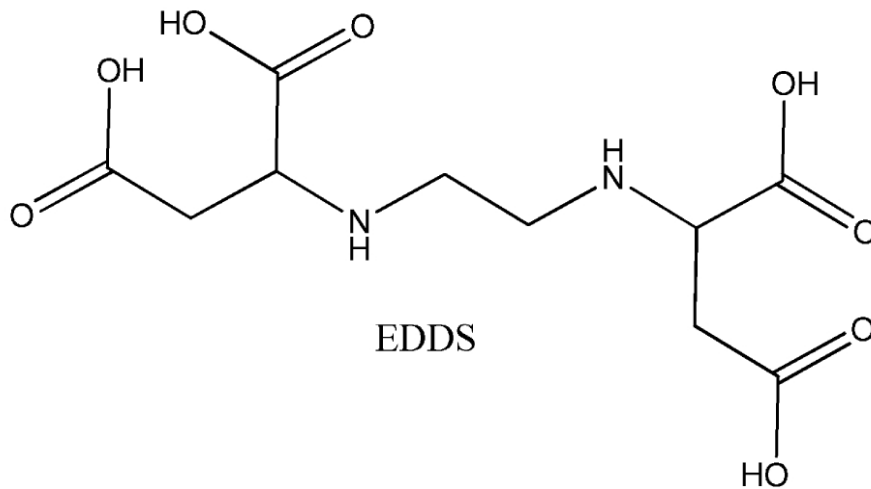
【 0 0 6 1 】

粒子を凝集させている間に、トナー混合物にキレート化剤を加えてもよい。適切なキレート化剤の例としては、アンモニア、ジアミン、トリアミンまたはテトラミンに由来するキレート化合物が挙げられる。適切なキレート化剤としては、有機酸、例えば、エチレンジアミン四酢酸（EDTA）、GLDA（市販されている L - グルタミン酸 N , N 二酢酸）、フミン酸およびフルボ酸、五酢酸および四酢酸、メチルグリシン二酢酸（MGDA）の塩、エチレンジアミンジコハク酸（EDDS）の塩を含む、有機酸の塩；グルコン酸ナトリウム、グルコン酸マグネシウム、グルコン酸カリウム、クエン酸カリウムおよびクエン酸ナトリウム、ニトロ三酢酸（NTA）塩を含む、有機酸のエステル、マルトールおよびエチル - マルトールを含む置換ピラノン、カルボン酸（COOH）官能基およびヒドロキシル（OH）官能基の両方を含む高分子電解質を含む、水溶性ポリマー、およびこれらの組み合わせが挙げられる。特定のキレート化剤の例としては、

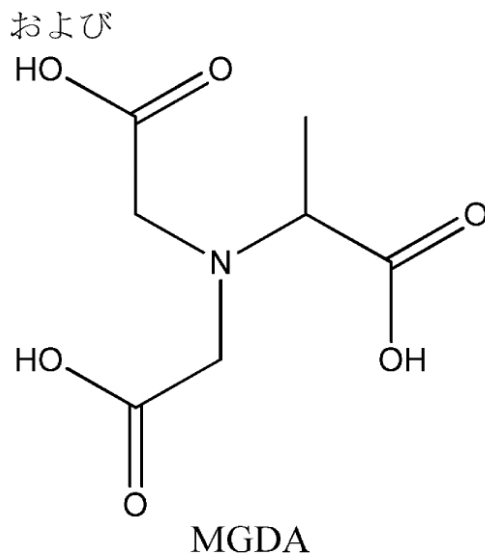
【 化 3 】



【化 4】



10



20

30

が挙げられる。

【0062】

EDTA、メチルグリシン二酢酸(MGDA)の塩、エチレンジアミンジコハク酸(EDDS)の塩をキレート化剤として利用してもよい。

【0063】

添加される金属封鎖剤の量は、0.25pph～4pph、0.5pph～2pphであってもよい。キレート化剤は、凝着剤である金属イオン(例えば、アルミニウム)と錯体化するか、キレート化し、それによって、トナー凝集粒子から金属イオンを抽出する。得られた錯体を粒子から除去し、トナーに残存するアルミニウムの量を下げる。抽出された金属イオンの量は、金属封鎖剤の量によって変わることがあり、これによって、架橋を制御することができる。例えば、トナーの重量の0.5pphの金属封鎖剤(例えば、EDTA)は、アルミニウムイオンを40～60%抽出することがあるが、1pphの金属封鎖剤(例えば、EDTA)は、アルミニウムを95～100%抽出するだろう。

40

【0064】

トナーを1500rpm～7000rpmの速度で2分間～30分間、20～50の温度でブレンドしてもよい。

【0065】

緩衝系を作成するために利用可能な適切な酸としては、脂肪酸および/または芳香族酸、例えば、酢酸、クエン酸、ギ酸、シュウ酸、フタル酸、サリチル酸、これらの組み合わせが挙げられる。緩衝系を作成するために利用可能な適切な塩としては、脂肪酸または芳

50

香族酸の金属塩、例えば、酢酸ナトリウム、酢酸ナトリウム三水和物、酢酸カリウム、酢酸亜鉛、リン酸水素ナトリウム、ギ酸カリウム、シュウ酸ナトリウム、フタル酸ナトリウム、サリチル酸カリウム、これらの組み合わせが挙げられる。

【0066】

適切な緩衝系は、酸と塩基の組み合わせを含んでいてもよい。緩衝系は、酢酸ナトリウムと酢酸を含んでいてもよい。

【0067】

本開示の緩衝系は、溶媒として脱イオン水を用いた溶液であってもよい。

【0068】

緩衝系を作成するために利用される酸および塩の量、緩衝溶液を作成する際に利用される脱イオン水の量は、使用される酸、使用される塩、トナー粒子の組成によってさまざまであってもよい。緩衝系は、酸と塩の両方を含んでいてもよい。このような場合、緩衝系の酸の量は、緩衝系の1重量%~40重量%であってもよい。緩衝系の塩の量は、緩衝系の10重量%~50重量%であってもよい。

10

【0069】

緩衝系の酸および/または塩の量は、緩衝系のpHが3~7になるような量であってもよい。最終的なトナーラリーのpHが4~7になるように、上述のトナーラリーに緩衝系を加えてもよい。

【0070】

本開示のCSTRプロセスの最後の工程のひとつは、トナー粒子を融着することである。融着は、上述のように攪拌し、加熱することを含んでいてもよい。

20

【0071】

次いで、混合物のpHを、例えば、酸または酸性緩衝液を用いて下げ、トナー凝集物を融着させる。適切な酸としては、硝酸、硫酸、塩酸、クエン酸または酢酸が挙げられる。添加される酸の量は、混合物の4~30重量%であってもよい。

【0072】

融着させた後、混合物を、例えば、20~25の室温まで冷却してもよい。所望通りに、迅速に冷却してもよいし、ゆっくりと冷却してもよい。適切な冷却方法は、反応容器の周囲にあるジャケットに冷水を入れることを含んでいてもよいし、止めるために熱交換器を導入することを含んでいてもよい。冷却した後、トナー粒子を、場合により水で洗浄し、乾燥させてもよい。乾燥は、例えば、凍結乾燥を含む任意の適切な乾燥方法によって達成されてもよい。

30

【0073】

本開示のトナーを製造するための乳化凝集プロセスは、少なくとも凝着剤、例えば、一価金属凝着剤、二価金属凝着剤、多価イオン凝着剤を使用する。種々の凝着剤は、当該技術分野で既知である。「多価イオン凝着剤」は、塩または酸化物、例えば、少なくとも3価、望ましくは、少なくとも4価または5価の価数を有する金属種から作られる金属イオンまたは金属酸化物である凝着剤を指す。したがって、適切な凝着剤としては、アルミニウムに由来する凝集剤、例えば、ハロゲン化ポリアルミニウム、例えば、フッ化ポリアルミニウムおよび塩化ポリアルミニウム(PAC)、ポリアルミニウムシリケート、例えば、ポリアルミニウムスルホシリケート(PASS)、ポリアルミニウム水酸化物、ポリアルミニウムホスフェート、硫酸アルミニウムが挙げられる。他の適切な凝着剤としては、チタン酸テトラアルキル、ジアルキルスズオキシド、テトラアルキルスズオキシド水酸化物、ジアルキルスズオキシド水酸化物、アルミニウムアルコキシド、アルキル亜鉛、ジアルキル亜鉛、酸化亜鉛、酸化第一スズ、ジブチルスズオキシド、ジブチルスズオキシド水酸化物、テトラアルキルスズが挙げられる。凝着剤が多価イオン凝着剤である場合、凝着剤には、任意の望ましい数の多価イオン原子が存在していてもよい。例えば、適切なポリアルミニウム化合物は、化合物にアルミニウムイオンが2~13個存在する。

40

【0074】

このような凝集剤を、粒子を凝集させている間にトナー粒子に組み込んでもよい。その

50

場合、凝着剤は、トナー粒子中に、外部からの添加剤を除き、乾燥重量基準でトナー粒子の重量の0～5重量%の量で存在していてもよい。

【0075】

本開示のCSTRシステムを利用して製造されるトナー粒子は、大きさが1ミクロン～20ミクロンであってもよい。

【0076】

本開示のトナーを、プリンタ、複写機を含む種々の画像形成デバイスで用いてもよい。

【0077】

現像剤組成物は、本明細書に開示したプロセスで得られたトナーと、既知のキャリア粒子（鋼鉄、フェライトのようなコーティングされたキャリアを含む）とを混合することによって調製されてもよい。キャリアは、トナーの2重量%～8重量%存在してもよい。また、キャリア粒子は、ポリマーコーティングを有するコア、例えば、導電性カーボンブラックのような導電性粒子が分散したポリメチルメタクリレート（PMMA）を含んでいてもよい。

10

【0078】

また、画像形成方法も、本明細書に開示されるトナーを用いて想定される。画像形成プロセスは、電子印刷の磁気画像文字認識装置において画像を作成し、その後に、本開示のトナー組成物を用いて画像を現像することを含む。

【実施例】

【0079】

20

（実施例1）

4リットルのプラスチックビーカーの中で、823グラムのアモルファスコアラテックス、140グラムの結晶性コアラテックス、2259グラムの脱イオン水（DIW）、3.2グラムのアルキルジフェニルオキシドジスルホネート界面活性剤（DOWFAXTM 2A1、Dow Chemical Company製）、208グラムのシアン顔料（SUN製）、179グラムのポリエチレンワックス（IGI製）を混合した。次いで、このトナースラリーのpHを0.3M硝酸（HNO₃）126グラムで4.2に調節した。この溶液を0℃まで冷却した。連続反応器への供給槽を満たすのに必要な場合、この様式でさらなる原料を作成した。

【0080】

30

別のプラスチックビーカーの中で、10.6グラムの硫酸アルミニウム、131グラムのDIWを混合した。この溶液を0℃まで冷却した。連続反応器への供給槽を満たすのに必要な場合、この様式でさらなる原料を作成した。

【0081】

ポンプによって、上のラテックスおよび硫酸アルミニウムの溶液を供給槽から反応器の段階1に対し、それぞれ15.40グラム/分および0.59グラム/分の速度で送った。段階1のジャケット温度を5℃に設定した。次いで、この材料を段階1から段階2および3へと流した。段階2および3のジャケットを、それぞれ35℃および45℃に設定した。

【0082】

40

別のプラスチックビーカーの中で、236グラムのアモルファスシェルラテックス、37グラムの脱イオン水（DIW）を混合した。ラテックススラリーのpHを0.3M硝酸で3.3に調節した。この材料を、ポンプを用いて、2.29グラム/分の速度で反応器の段階4に連続的に送った。段階4のジャケット温度を45℃に設定した。段階1から段階4では、軸を毎分280回転（rpm）の速度で回転させた。

【0083】

1M水酸化ナトリウム溶液をポンプによって0.11グラム/分の速度で送り、反応器の段階5で粒子を凍結させた。段階5のジャケットを45℃に設定した。段階5から8において、軸を毎分150回転（rpm）の速度で回転させた。

【0084】

50

エチレンジアミン四酢酸 (EDTA) (VERSENE - 100としてDow Chemical Companyから市販)を、ポンプによって0.66グラム/分の速度で段階6に送り、粒子からイオンをキレート化させた。段階6のジャケット温度を45に設定した。

【0085】

段階6から出た材料を、ジャケット温度を70に設定した段階7へと流した。1M水酸化ナトリウム溶液をポンプによって0.30グラム/分の速度で送り、反応器の段階7のpHを制御した。段階7から出た材料を、ジャケット温度を85に設定した段階8へと流した。3M酢酸ナトリウム - 酢酸緩衝溶液をポンプによって反応器8へと流し、この溶液を加えることによって粒子の融着が促進され、望ましい粒子性能が付与された。段階8から出た材料は、反応器を出て、下流で処理され、望ましい材料を得た。

10

【0086】

(実施例2)

段階1：冷温添加

第1の段階10(冷温添加段階10としても知られる)において、第1の流れ2のAl₂(SO₄)₃冷温供給物(0~10)、第2の流れ4の種々の樹脂エマルション、ワックス分散物、着色剤分散物の混合物を連続反応器システム100にポンプで送り込んだ。反応器の壁面を、外側にある熱交換器(以下に記載)によって-10~-10の温度に維持した。この温度を5に設定した。第1の流れ2の材料および第2の流れ4の材料を反応器システム100にポンプで送り込むにつれて、これらの材料は、ある段階から次の段階へと、第1の段階と第2の段階(例えば、第1の凝集段階20)を分割しているオリフィス板6を通して上に移動した。オリフィス板6は、第1の段階10の材料と第2の段階20の材料が完全に混ざりあってしまうのを最低限にした。これにより、それぞれの段階が、確実に別個の連続攪拌式槽型反応器(CSTR)として作用した。それ以外の段階も、図1からわかるように、同様の様式でオリフィス板6によって分割されていた。冷温添加段階10において、軸330(図3を参照)を、毎分0~600回転(rpm)の速度で回転させた。軸330には、第1の段階10で望ましい混合度を得るために必要ないように設計変更されたインペラ310(図3を参照)が取り付けられた。

20

【0087】

(段階2：第1の凝集)

30

材料が第2の段階20(すなわち、第1の凝集段階)に入ると、外側にあるジャケットと、0~50に設定された加熱浴22によって材料が加熱された。この温度を35に設定した。材料がこの反応器20に流れ込み、混ざりあっていくにつれて、対流および伝導による熱移動によって反応器の内壁からプロセス流に熱が移動した。この温度変化が引き金となってラテックスおよび分散物の凝集が始まり、平均直径が1μm~20μmの粒子が生成した。

【0088】

(段階3：第2の凝集)

40

第2の段階20から出た材料は、オリフィス板6を通して第3の段階30(すなわち、第2の凝集段階30)へと流れ、この段階で、材料は、反応器ジャケットと接することによってさらに加熱され、第2の段階20の温度よりも1~40高い温度が得られた。この温度を10高い温度である45に設定した。温度が高くなることによって、粒子が所定の大きさまでさらに成長した。

【0089】

(段階4：シェル添加)

第3の段階30から出た材料は、オリフィス板6を通して第4の段階40(すなわち、シェル添加段階40)へと流れ、この段階で、新しいラテックス14がポンプで送り込まれ、前の段階10、20、30で生成した粒子の周りにシェルが生成した。第4の段階40のジャケット温度は、20~60(45)であった。段階1から4の間、1個の軸330(図3を参照)が回転し、10、20、30、40のそれぞれの段階で内容物を攪

50

拌した。インペラ 310 は、図 3 に示されているように、10、20、30、40 のそれぞれの段階で望ましい攪拌が得られるように設計されていた。

【0090】

(段階 5 : 凍結)

第 5 の段階 50 において、水酸化ナトリウムまたは任意の他の適切な溶液 (例えば、緩衝溶液 24) をポンプで送り込み、粒子の成長を止めた。この水酸化ナトリウム溶液を、第 4 の段階 40 からオリフィス板 6 を通ってこの段階に入ってくる材料と混合した。凍結プロセスによって、最終的な用途にとって望ましい粒径が確実に得られた。この反応器のスラリー温度は、外側にあるジャケットおよび 20 ~ 60 (45) に設定された加熱浴によって制御された。

10

【0091】

(段階 6 : キレート)

第 6 の段階 60 において、キレート化溶液 34 を加え、粒子からイオンを除去した。このキレート化溶液は、エチレンジアミン四酢酸を含有する溶液および / またはコロイド状シリカを含有する溶液であった。キレート化溶液 34 を、第 5 の段階 50 からオリフィス板 6 を通ってこの段階に入ってくる材料と混合した。この反応器のスラリー温度は、外側にあるジャケットおよび 20 ~ 60 (45) に設定された加熱浴 32 によって制御された。

【0092】

(段階 7 : 昇温)

第 7 の段階 70 において、ジャケットの温度は、外側にあるジャケットおよび加熱浴 42 によって制御され、40 ~ 100 (70) まで上昇し、第 6 の段階 60 および第 7 の段階 70 を分割しているオリフィス板 6 を通って入り込んでくる段階 60 のスラリーの温度が上がった。それに加えて、この反応器に水酸化ナトリウム溶液 44 を連続的に加え、pH を 7 ~ 9 に制御した。

20

【0093】

(段階 8 : 融着)

第 8 の段階 80 において、ジャケットの温度は、外側にあるジャケットおよび加熱浴 52 によって制御され、さらに 50 ~ 110 (85) まで上昇し、第 7 の段階 70 および第 8 の段階 80 を分割しているオリフィス板 6 を通って入り込んでくるスラリーの温度が上がった。それに加えて、水酸化ナトリウム溶液または緩衝溶液 54 を加え、融着プロセスの速度を速めた。軸 320 (図 3 を参照) は、第 5 の段階 50、第 6 の段階 60、第 7 の段階 70、第 8 の段階 80 で回転し、50、60、70、80 のそれぞれの段階で内容物を攪拌した。

30

【0094】

さらに、図 2 および 3 に示されているように、pH プロブ 240 を反応器に設置し、これにより pH を連続的に監視した。また、熱電対 (250) を設置し、これによりそれぞれの段階の温度を連続的に監視した。

【0095】

(反応器から出る)

第 8 の段階 80 を出た材料は、槽 90 に集められ、その後に最終製品へと加工された。図 2 は、本開示の連続乳化凝集 (EAC) システムの三次元図 200 を示す。反応器システム 100 は、少なくとも 2 つの電動部 210 および少なくとも 2 つのポンプ 220 と動作可能なように連結していた。反応器システム 200 は、長さ方向に沿って、等距離の位置に複数の加熱ジャケット 230 を備えていた。さらに、反応器システム 100 は、複数の pH プロブ 240 を備えていた (図 2 および 3 を参照)。

40

【図 1】

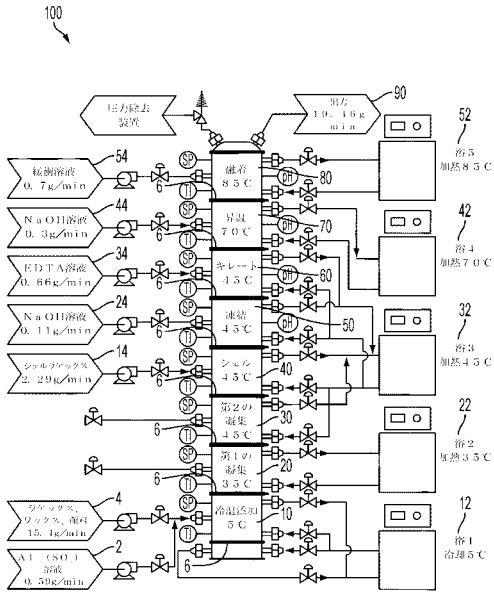


図 1

【図 2】

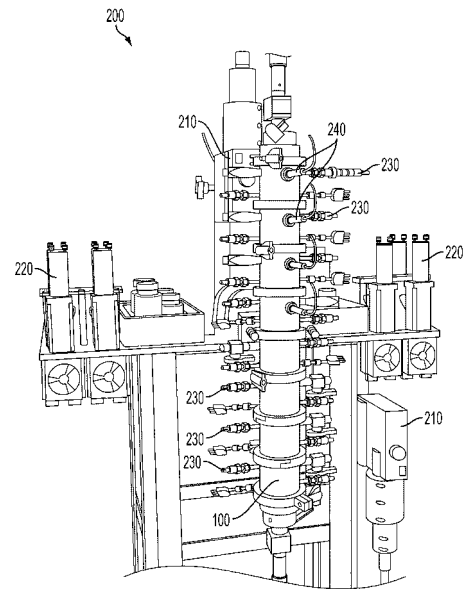


図 2

【図 3】

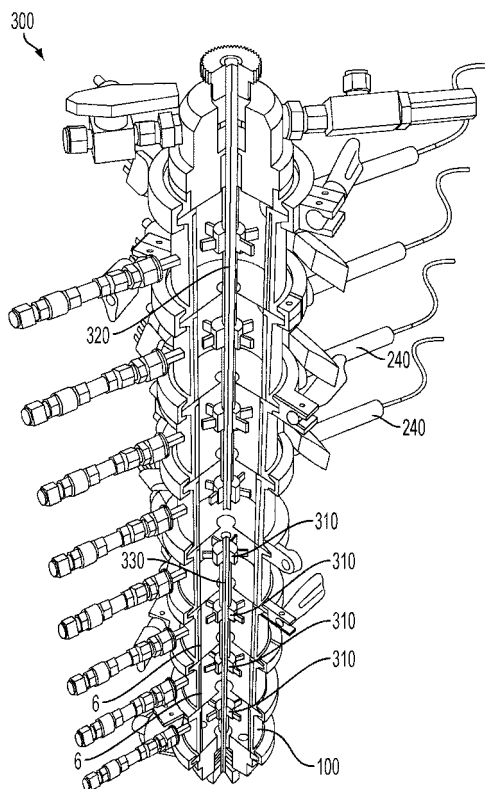


図 3

フロントページの続き

- (72)発明者 サンティアゴ・フォーシェ
カナダ国 オンタリオ州 エル6エイチ 5ダブリュ2 オークビル エルダーウッド・トレイル
2 1 9
- (72)発明者 キンバリー・ディー・ノセッラ
カナダ国 オンタリオ州 エル5エム 7ジェイ9 ミシソーガ サン・マルタン・ミューズ 4
8 2 1
- (72)発明者 デイヴィッド・ボーベリー
カナダ国 オンタリオ州 エヌ0イー 2エル0 オークランド キング・ストリート・サウス
5 6 ボックス7 1
- (72)発明者 ガエターノ・ジェイ・ラヴィーン
カナダ国 オンタリオ州 エル7エル 7シー1 バーリントン クイント・ストリート 2 0
3 9
- (72)発明者 サイモン・バーク
カナダ国 オンタリオ州 エル7エム 0ジェイ6 バーリントン シーリー・クレセント 3 2
5 2

F ターム(参考) 2H500 AA01 BA11 BA17 BA31 CA06
4G075 AA27 AA61 AA62 AA63 AA65 BA10 BB05 BB08 BB10 BD04
CA02 CA03 DA02 DA12 DA13 DA18 EA01 EA06 EB01 EC11
ED08