



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt nam (VN)

(11)



1-0019736

CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(51)<sup>7</sup> G03G 9/087, 9/08

(13) B

(21) 1-2008-02318

(22) 05.03.2007

(86) PCT/JP2007/054748 05.03.2007

(87) WO2007/105664 A1 20.09.2007

(30) 2006-058825 06.03.2006 JP

(45) 25.09.2018 366

(43) 25.11.2008 248

(73) RICOH COMPANY, LTD. (JP)

3-6, Nakamagome 1-chome, Ohta-ku, Tokyo, Japan

(72) WATANABE, Naohiro (JP), EMOTO, Shigeru (JP), WATANABE, Yohichiroh (JP), YAMADA, Masahide (JP), SUGIYAMA, Tsunemi (JP), OHKI, Masahiro (JP), SAITO, Akinori (JP), INOUE, Ryota (JP), UCHINOKURA, Osamu (JP), AWAMURA, Junichi (JP)

(74) Công ty TNHH một thành viên Sở hữu trí tuệ VCCI (VCCI-IP CO.,LTD)

(54) CHẤT HIỆN MÀU, THUỐC HIỆN HÌNH ẢNH VÀ THIẾT BỊ TẠO HÌNH ẢNH

(57) Sáng chế đề cập đến chất hiện màu và thuốc hiện hình ảnh mà có tính chất làm sạch và tính chất làm cố định ở nhiệt độ thấp tốt và có khả năng tạo hình ảnh có chất lượng cao. Chất hiện màu được tạo ra bằng cách làm phân tán và/hoặc tạo nhũ tương pha dầu hoặc pha monome có chứa hợp phần chất hiện màu và/hoặc tiền hợp phần chất hiện màu trong môi trường gốc nước để tạo hạt, trong đó chất hiện màu có độ tròn trung bình nằm trong khoảng từ 0,925 đến 0,970, và hợp phần chất hiện màu và/hoặc tiền hợp phần chất hiện màu có vật liệu vô cơ nhiều lớp trong đó ít nhất một phần các ion của lớp giữa trong vật liệu vô cơ nhiều lớp đã được trao đổi ion hữu cơ.

## **Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập**

Sáng chế đề cập đến chất hiện màu được sử dụng trong thuốc hiện hình ảnh để làm hiện hình ảnh nạp tĩnh điện trong các máy ghi điện, các bản ghi tĩnh điện và các bản in tĩnh điện, và thiết bị hiện hình ảnh ghi điện bằng cách sử dụng chất hiện màu. Cụ thể hơn, sáng chế đề cập đến chất hiện màu cho máy ghi điện được dùng cho máy sao chép, máy in laze và các thiết bị fax giấy phẳng bằng cách sử dụng hệ thống hiện hình ảnh ghi điện trực tiếp hoặc gián tiếp, và phương pháp tạo hình ảnh.

### **Tình trạng kỹ thuật của sáng chế**

Theo một ví dụ về các phương pháp ghi điện, hình ảnh tĩnh điện ẩn được tạo ra trên bộ phận mang hình ảnh bởi điện tích và phơi sáng, và sau đó được làm hiện bằng thuốc hiện hình ảnh chứa chất hiện màu để tạo thành hình ảnh hiện bởi chất hiện màu. Hơn nữa, hình ảnh hiện bởi chất hiện màu được chuyển sang vật liệu ghi và sau đó được hâm cố định. Ngoài ra, chất hiện màu còn lại trên bộ phận mang hình ảnh, mà chưa được chuyển sang vật liệu ghi được làm sạch bởi bộ phận làm sạch như lưỡi nạo được bố trí bằng cách hàn ép trên bề mặt của bộ phận mang hình ảnh.

Trong số các phương pháp sản xuất chất hiện màu, phương pháp nghiền thành bột là đã biết. Phương pháp nghiền thành bột là phương pháp sản xuất chất hiện màu bằng cách làm tan chảy và trộn chất thu được bằng cách thêm chất tạo màu, và các chất phụ gia được sử dụng nếu cần như nhựa dẻo nhiệt làm nhựa kết dính, và sau đó nghiền thành bột và phân loại. Tuy nhiên, chất hiện màu thu được theo phương pháp này có cỡ hạt lớn, và khó tạo thành hình ảnh có độ nét cao bằng cách sử dụng chất hiện màu này.

Như vậy, các phương pháp sản xuất chất hiện màu sử dụng phương pháp trùng hợp hoặc phương pháp phân tán tạo nhũ tương là đã biết. Trong số các phương pháp trùng hợp, phương pháp trùng hợp huyền phù trong đó monome, chất khai mào trùng hợp, chất tạo màu và chất kiểm soát điện tích được thêm vào trong môi

trường gốc nước chứa chất phân tán trong điều kiện khuấy để tạo thành các giọt dầu và sau đó tiến hành trùng hợp đã được biết đến. Phương pháp kết hợp làm dính kết và liên kết nóng chảy các hạt thu được bằng cách sử dụng phương pháp trùng hợp tạo nhũ tương và trùng hợp huyền phù cũng đã được biết đến.

Tuy nhiên, trong các phương pháp này, mặc dù đường kính hạt của chất hiện màu có thể được giảm, nhưng không thể sản xuất chất hiện màu chứa nhựa polyeste hoặc nhựa epoxy thích hợp cho chất hiện màu làm thành phần chính của nhựa kết dính bởi vì thành phần chính trong nhựa kết dính bị giới hạn ở polyme thu được bằng cách trùng hợp triệt để.

Như vậy, phương pháp sản xuất chất hiện màu sử dụng phương pháp phân tán tạo nhũ tương trong đó hỗn hợp của nhựa kết dính, chất tạo màu và dạng tương tự được trộn với môi trường gốc nước để nhũ hoá là đã biết (xem công bố đơn yêu cầu cấp patent Nhật Bản (JP-A) số 05-066600 và JP-A số 08-211655). Phương pháp này có thể giảm đường kính hạt của chất hiện màu và mở rộng thêm phạm vi chọn nhựa kết dính. Tuy nhiên, khi sử dụng phương pháp này, các hạt mịn được tạo thành và gây tổn hao trong quá trình nhũ hoá.

Như vậy, phương pháp sản xuất chất hiện màu bằng cách tạo nhũ tương và làm phân tán nhựa polyeste và sau đó làm dính kết và liên kết nóng chảy các hạt thu được đã được biết đến (xem JP-A số 10-020552 và JP-A số 11-007156). Phương pháp này có thể ngăn chặn sự xuất hiện của các hạt mịn và giảm tổn hao trong quá trình nhũ hoá.

Tuy nhiên, chất hiện màu thu được bằng cách sử dụng phương pháp trùng hợp hoặc phương pháp tạo nhũ tương có xu hướng tạo thành dạng hình cầu do sức căng bề mặt của các giọt lỏng được tạo ra trong bước phân tán. Như vậy, có vấn đề là khi sử dụng hệ thống làm sạch bằng lưỡi nạo, chất hiện màu dạng hình cầu khó được làm sạch bởi vì chất hiện màu dạng hình cầu quay giữa lưỡi làm sạch và chất dẫn quang để đi vào khoảng không.

Như vậy, phương pháp tạo ra các hạt vô định hình bằng cách khuấy ở tốc độ cao trước khi kết thúc quá trình trùng hợp để bổ sung lực cơ học vào các hạt đã được biết đến (xem JP-A số 62-266560). Tuy nhiên, khi sử dụng phương pháp này,

có vấn đề là trạng thái phân tán sẽ không ổn định và các hạt dễ kết thành khối với nhau.

Phương pháp để tạo ra các hạt liên kết có đường kính hạt nằm trong khoảng từ 5 đến 25  $\mu\text{m}$  bằng cách sử dụng rượu polyvinyllic có mức xà phòng hoá đặc biệt làm chất phân tán và làm dính kết các hạt cũng đã biết (xem JP-A số 02-51164). Tuy nhiên, có vấn đề là hạt liên kết thu được theo phương pháp này dễ có đường kính hạt lớn.

Phương pháp sản xuất hạt vô định hình bằng cách thêm chất độn cùng với hợp phần chất hiện màu vào dung môi hữu cơ cũng đã được biết đến (xem JP-A số 02-51164). Tuy nhiên, khi chất độn được thêm vào chất hiện màu, tính đàn hồi nhót của chất hiện màu tăng lên và giới hạn cố định dưới bị hạn chế. Khi chất độn có mặt trên bề mặt chất hiện màu, tính đàn hồi nhót của chất hiện màu tăng ít, nhưng khi chất như chất độn có mặt ở trong lớp bề mặt chất hiện màu, việc thẩm sáp và việc tan chảy của nhựa kết dính bị ức chế cũng như tính chất làm cố định ở nhiệt độ không đổi và tính chất dịch chuyển khi nóng cũng bị hạn chế.

Ngoài ra, chất kiểm soát điện tích thu được bằng cách trao đổi ion như ion kim loại có mặt trong lớp giữa của vật liệu vô cơ nhiều lớp với ion hữu cơ đã được phát triển, và đã đề xuất sử dụng cho chất hiện màu cho máy ghi điện (xem JP A số 2003-515795, JP-A số 2006-500605, JP-A số 2006-503313, JP-A số 2003-202708, JP-A số 2006-267911).

Chất hiện màu cho máy ghi điện được tạo ra bởi phương pháp đảo pha đã được đề xuất (xem JP-A số 2006-267911). Khi vật liệu vô cơ nhiều lớp trao đổi với ion hữu cơ được dùng cho máy ghi điện dùng chất hiện màu được tạo ra bởi phương pháp đảo pha, nó là không đủ khi chất kiểm soát điện tích và hình dạng cũng sẽ có dạng cầu. Mặc dù nguyên nhân chưa rõ ràng, vẫn tin rằng vật liệu vô cơ nhiều lớp trao đổi với ion hữu cơ là có mặt tương đối đồng đều ở xung quanh pha nước trước khi đảo pha, nhưng không tạo thành hạt đồng nhất khi đảo pha, vật liệu vô cơ nhiều lớp có mặt không đều trên bề mặt của các hạt chất hiện màu và điều này là do sự không đồng đều của nó.

### **Bản chất kỹ thuật của sáng chế**

Các vấn đề cần được giải quyết bởi sáng chế là như sau:

1. Chất hiện màu và thiết bị tạo hình ảnh có khả năng thu được chất lượng hình ảnh có khả năng tái tạo chấm mịn tốt và có chất lượng cao được tạo ra.
2. Chất hiện màu và thiết bị tạo hình ảnh có khả năng thu được độ tin cậy cao đặc biệt trong việc làm sạch được tạo ra.
3. Chất hiện màu và thiết bị tạo hình ảnh có tính chất làm cố định tốt ở nhiệt độ thấp được tạo ra.
4. Chất hiện màu và thiết bị tạo hình ảnh mà có thể thực hiện các vấn đề từ (1) đến (3) tương tự được tạo ra.
5. Chất hiện màu khô và thiết bị tạo hình ảnh có khả năng chuyển tốt và giảm được lượng chất hiện màu còn lại sau khi chuyển, và nhờ đó có thể thu được hình ảnh chất lượng cao được tạo ra.
6. Chất hiện màu khô không chứa dầu có thể làm cân bằng độ ổn định điện tích và tính chất làm cố định ở nhiệt độ thấp được tạo ra.
7. Chất hiện màu mới tiêu thụ ít điện, và có khả năng cân bằng tính chất chuyển cao cần thiết đối với hình ảnh màu và độ thẩm thấu OHP ở kích thước cao được tạo ra.

Các tác giả sáng chế đề xuất sáng chế để giải quyết các vấn đề nêu trên. Tức là, theo sáng chế, chất hiện màu theo điểm 1 và điểm 7 yêu cầu bảo hộ được đề xuất.

### **Mô tả chi tiết sáng chế**

Tốt hơn nếu độ tròn trung bình của chất hiện màu theo sáng chế nằm trong khoảng từ 0,925 đến 0,970 và tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 0,945 đến 0,965. Độ tròn được biểu thị bởi giá trị thu được bằng cách chia chiều dài đường chu vi của đường tròn có diện tích bằng diện tích nhô ra của mẫu cho chiều dài đường chu vi của mẫu. Tốt hơn nếu hàm lượng của các hạt có độ tròn nhỏ hơn 0,925 trong chất hiện màu là 15% hoặc nhỏ hơn. Khi độ tròn trung bình là nhỏ hơn 0,925, trong một số trường hợp không thu được tính chất chuyển mong muốn và hình ảnh có độ sắc nét cao không có bụi. Khi độ tròn vượt quá 0,970, chất dẫn quang và băng chuyển không được làm sạch đủ và các vết trên hình ảnh xuất hiện

trong một số trường hợp trong thiết bị tạo hình ảnh sử dụng lưỡi làm sạch. Ví dụ, khi hình ảnh như hình ảnh chụp có tỷ lệ diện tích hình ảnh cao được tạo ra, chất hiện màu mà tạo nên hình ảnh không chuyển do lỗi cấp giấy bị tích tụ trên chất dẫn quang làm đóng váng trên hình ảnh hoặc làm nhiễm bẩn con lăn nạp điện tích mà nạp điện tích cho chất dẫn quang khi tiếp xúc, dẫn đến làm cho không có khả năng sử dụng dung tích nạp ban đầu.

Độ tròn trung bình có thể được xác định bằng kỹ thuật vùng phát hiện quang học mà đi qua huyền phù chứa chất hiện màu qua vùng phát hiện phần nhận hình ảnh trên tấm phẳng, phát hiện quang học hình ảnh hạt bằng máy quay CCD (bộ ghép nối điện tích) và phân tích, và có thể được đo bằng cách sử dụng thiết bị phân tích hình ảnh hạt dạng dòng chảy FPIA-2100 (được cung cấp bởi hãng Sysmex).

Dưới đây, vật liệu vô cơ nhiều lớp đã trao đổi được sử dụng theo sáng chế sẽ được mô tả.

Vật liệu vô cơ nhiều lớp dùng để chỉ khoáng vô cơ được tạo thành bằng cách phủ các lớp có chiều dày là một vài nm, và việc trao đổi chúng có nghĩa là các ion hữu cơ được đưa vào trong các ion có mặt trong lớp giữa của nó. Cụ thể, lớp vật liệu này được mô tả trong JP-A số 2006-500605, JP-A số 2006-503313 và JP-A số 2003-202708 nêu trên. Nó được gọi theo nghĩa rộng là lớp xen vào giữa. Trong số các vật liệu vô cơ nhiều lớp, nhóm smectit (montmorillonit, saponit và dạng tương tự), nhóm kaolin (kaolinit và dạng tương tự), magadiit và kanemit là đã biết. Vật liệu vô cơ nhiều lớp đã trao đổi là có khả năng ưa nước cao do cấu trúc lớp đã trao đổi. Như vậy, nếu vật liệu vô cơ nhiều lớp không trao đổi được phân tán trong môi trường gốc nước để sử dụng cho chất hiện màu được tạo hạt, vật liệu vô cơ nhiều lớp di chuyển vào môi trường gốc nước và chất hiện màu có thể không bị thay đổi hình dạng. Tuy nhiên, bằng cách trao đổi ion hữu cơ, khả năng kỵ nước thích hợp xuất hiện, vật liệu vô cơ nhiều lớp đã trao đổi là có nhiều ở xung quanh bề mặt hạt chất hiện màu, và chất hiện màu dễ bị thay đổi hình dạng khi tạo hạt, được phân tán để trở thành bột mịn và tạo ra đủ tác dụng kiểm soát điện tích. Vật liệu vô cơ nhiều lớp ít đóng góp vào tính chất làm cố định ở nhiệt độ thấp của chất hiện màu. Như vậy, khi nó có mặt dư trong phần bề mặt chất hiện màu, tin rằng việc cố định

ở nhiệt độ thấp bị hạn chế. Tuy nhiên, do vật liệu vô cơ nhiều lớp đã trao đổi với các lượng cực nhỏ làm thay đổi hình dạng và tạo ra tác dụng kiểm soát điện tích, có thể làm cân bằng tác dụng kiểm soát hình dạng, tác dụng kiểm soát điện tích và việc cố định ở nhiệt độ thấp.

Tốt hơn, nếu vật liệu vô cơ nhiều lớp đã trao đổi được sử dụng theo sáng chế là vật liệu thu được bằng cách trao đổi một trong số các cấu trúc tinh thể kiềm gốc smectit với cation hữu cơ. Khoáng sét smectit tích điện âm trong lớp này và cation có mặt ở lớp giữa sẽ bù cho nó. Hợp chất lớp giữa này có thể được tạo thành bằng cách trao đổi ion cation này và hấp phụ các phân tử có cực. Ion kim loại có thể được đưa vào bằng cách thế một phần kim loại hoá trị hai trong vật liệu vô cơ nhiều lớp với kim loại hoá trị ba. Tuy nhiên, khi ion kim loại được đưa vào, khả năng ưa nước sẽ cao. Như vậy, mong muốn nếu thu được vật liệu vô cơ nhiều lớp bằng cách trao đổi ít nhất một phần ion kim loại với các anion hữu cơ. Khi đó nó sẽ có khả năng kỵ nước thích hợp.

Trong vật liệu vô cơ nhiều lớp trong đó ít nhất một phần các ion trong vật liệu vô cơ nhiều lớp đã được trao đổi ion hữu cơ, chất trao đổi ion hữu cơ bao gồm các muối amoni alkyl bậc bốn, các muối phosphoni và các muối imidazoli, và các muối amoni alkyl bậc bốn là mong muốn. Alkyl amoni bậc bốn bao gồm trimethylstearyl amoni, dimethylstearylbenzyl amoni, dimethyloctadexyl amoni và oleylbis(2-hydroxyethyl)metyl amoni.

Như là vật liệu vô cơ nhiều lớp đã trao đổi, có thể sử dụng kaolinit, các muối phosphat dạng lớp và hydroxit lớp kép. Trong trường hợp này, như là chất trao đổi, chất trao đổi ion hữu cơ có thể được chọn thích hợp tùy theo điện tích pha. Khi lớp được tích điện âm, các chất trao đổi ion hữu cơ nêu trên được bao gồm. Khi lớp được tích điện dương, chất trao đổi ion hữu cơ bao gồm các muối sulfat, các muối sulfonat, các muối cacboxylat hoặc các muối phosphat có alkyl (từ C1 đến C44), alkynyl (từ C1 đến C22), alkoxy (từ C8 đến C32), hydroxy alkyl (từ C2 đến C22) mạch nhánh, không mạch nhánh hoặc mạch vòng, etylen oxit và propylen oxit. Axit cacboxylic có khung etylen oxit là mong muốn.

Bằng cách trao đổi ít nhất một phần vật liệu vô cơ nhiều lớp với ion hữu cơ, chất hiện màu có khả năng ký nước thích hợp, pha dầu có chứa hợp phần chất hiện màu và/hoặc tiền hợp phần chất hiện màu có độ nhót không Newton và chất hiện màu có thể được thay đổi về hình dạng. Khi đó, hàm lượng của vật liệu vô cơ nhiều lớp đã trao đổi trong đó phần đã được trao đổi ion hữu cơ tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 0,05% trọng lượng đến 10% trọng lượng và tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 0,05% trọng lượng đến 5% trọng lượng trong chất hiện màu. Trong bản mô tả này, "hợp phần chất hiện màu dùng để chỉ vật liệu khác nhau mà tạo nên chất hiện màu, và "tiền hợp phần chất hiện màu" dùng để chỉ các chất/vật liệu sẽ trở thành vật liệu để tạo nên chất hiện màu bằng cách phản ứng.

Vật liệu vô cơ nhiều lớp đã trao đổi trong đó phần đã được trao đổi ion hữu cơ có thể được chọn thích hợp, và bao gồm montmorillonit, bentonit, hectorit, atapulgit, sepiolit và hỗn hợp của chúng. Trong số chúng, montmorillonit hoặc bentonit là được ưu tiên bởi vì nó không ảnh hưởng đến tính chất của chất hiện màu, độ nhót có thể được kiểm soát dễ dàng và lượng cần thêm vào của nó có thể là nhỏ.

Các sản phẩm có trên thị trường của vật liệu vô cơ nhiều lớp trong đó phần đã được trao đổi cation hữu cơ bao gồm quateni 18 bentonit như Bentone 3, Bentone 38, Bentone 38V (được cung cấp bởi hãng Rheox), Tixogel VP (được cung cấp bởi hãng United Catalyst), Clayton 34, Clayton 40, Clayton XL (được cung cấp bởi hãng Southern Clay); stearalconi bentonit như Bentone 27 (được cung cấp bởi hãng Rheox), Tixogel LG (được cung cấp bởi hãng United Catalyst), Clayton AF, Clayton APA (được cung cấp bởi hãng Southern Clay); và quateni 18/benzalkoni bentonit như Clayton HT và Clayton PS (được cung cấp bởi hãng Southern Clay). Clayton AF và Clayton APA là đặc biệt được ưu tiên. Đối với vật liệu vô cơ nhiều lớp trong đó phần đã được trao đổi các anion hữu cơ, các vật liệu thu được bằng cách cải biến DHT-4A (được cung cấp bởi hãng Kyowa Chemical Industry Co., Ltd.) với các anion hữu cơ có công thức chung (1) là đặc biệt được ưu tiên. Công thức chung sau đây bao gồm, ví dụ Hitenol 330T (được cung cấp bởi hãng Daiichi Kogyo Seiyaku Co., Ltd.).

Công thức chung (1): RI(OR<sub>2</sub>)nOSO<sub>3</sub>M: trong đó RI là gốc alkyl có 13 nguyên tử cacbon, R<sub>2</sub> là nhóm alkylen có từ 2 đến 6 nguyên tử cacbon, n là một số nguyên từ 2 đến 10, và M là nguyên tố kim loại hoá trị 1.

Bằng cách sử dụng vật liệu vô cơ nhiều lớp đã trao đổi, mà có thể có khả năng kỵ nước thích hợp, tạo ra pha dầu có chứa hợp phần chất hiện màu và/hoặc tiền hợp phần chất hiện màu có độ nhót không Newton trong quy trình sản xuất chất hiện màu và làm thay đổi hình dạng chất hiện màu.

Trong chất hiện màu theo sáng chế, tỷ lệ (D<sub>v</sub>/D<sub>n</sub>) của đường kính hạt trung bình theo thể tích (D<sub>v</sub>) với đường kính hạt trung bình theo số lượng (D<sub>n</sub>) là nằm trong khoảng từ 1,00 đến 1,30. Điều này làm cho có thể thu được chất hiện màu có độ phân giải cao và chất lượng hình ảnh cao. Ngoài ra, trong thuốc hiện hình ảnh hai thành phần, ngay cả khi chất hiện màu được tiêu thụ và cung cấp trong thời gian dài, sự thay đổi của đường kính hạt là chất hiện màu trong thuốc hiện hình ảnh là thấp, cũng như khi khuấy trong thời gian dài trong thiết bị hiện ảnh, có thể có được tính chất hiện ảnh tốt và ổn định. Khi D<sub>v</sub>/D<sub>n</sub> vượt quá 1,30, sự thay đổi của đường kính hạt trong các hạt chất hiện màu riêng biệt sẽ trở nên lớn, sự thay đổi trong chất hiện màu xuất hiện khi hiện ảnh, khả năng tạo ra các chấm mịn bị kém đi và không thu được hình ảnh chất lượng cao. Tốt hơn nữa nếu, D<sub>v</sub>/D<sub>n</sub> là nằm trong khoảng từ 1,00 đến 1,20, và hình ảnh thu được tốt hơn.

Trong chất hiện màu theo sáng chế, đường kính hạt trung bình theo thể tích tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 3,0 μm đến 7,0 μm. Nói chung thường cho rằng đường kính hạt nhỏ hơn của chất hiện màu là được ưu tiên hơn để thu được hình ảnh có độ phân giải cao và chất lượng cao, nhưng ngược lại sẽ là bất lợi cho tính chất chuyển và tính chất làm sạch. Khi đường kính hạt trung bình theo thể tích là nhỏ hơn giới hạn nêu trên, trong thuốc hiện hình ảnh hai thành phần, khi khuấy trong thời gian dài trong thiết bị hiện ảnh, chất hiện màu được liên kết nóng chảy trên bề mặt của chất mang để giảm điện dung tích điện, và trong thuốc hiện hình ảnh một thành phần, việc tạo màng chất hiện màu lên con lăn hiện ảnh và việc liên kết nóng chảy của chất hiện màu vào thành phần như lưỡi đẻ sản xuất chất hiện màu mỏng dễ xảy ra. Hàm lượng của bột mịn có liên quan rất lớn đến các hiện

tượng này, và cụ thể khi hàm lượng của các hạt là 2  $\mu\text{m}$  hoặc nhỏ hơn vượt quá 20%, chất hiện màu bị bám dính vào chất mang và sẽ gây vấn đề về an toàn khi điện tích ở mức cao. Ngược lại, khi đường kính hạt là chất hiện màu là lớn hơn giới hạn nêu trên, sẽ khó thu được hình ảnh có độ phân giải cao và chất lượng hình ảnh cao, cũng như đường kính hạt là chất hiện màu sẽ thay đổi lớn khi chất hiện màu được tiêu thụ và cung cấp trong thuốc hiện hình ảnh. Tương tự, khi tỷ lệ của đường kính hạt trung bình theo thể tích với đường kính hạt trung bình theo số lượng là lớn hơn 1,30, nó chứng tỏ rằng cũng thu được các kết quả tương tự.

Như nêu trên, chất hiện màu có đường kính hạt nhỏ và đường kính hạt đồng đều sẽ gây khó khăn cho tính chất làm sạch. Như vậy, tốt hơn nếu các hạt có độ tròn là 0,950 hoặc nhỏ hơn chiếm từ 20% đến 80% toàn bộ các hạt chất hiện màu.

Trước hết, mối liên quan giữa hình dạng chất hiện màu và tính chất chuyển sẽ được mô tả. Khi sử dụng máy sao chép đủ màu chuyển bằng hiện ảnh nhiều màu, so với trường hợp của chất hiện màu đen là một màu được sử dụng trong máy sao chép một màu, lượng của chất hiện màu trên chất dẫn quang tăng lên, và khó có thể tăng cường khả năng chuyển thuốc chỉ bằng cách sử dụng chất hiện màu vô định hình thông thường. Ngoài ra, khi chất hiện màu vô định hình thông thường được sử dụng, do lực đuôi và lực ma sát giữa chất dẫn quang và bộ phận làm sạch, giữa thành phần chuyển trung gian và bộ phận làm sạch và/hoặc giữa chất dẫn quang và thành phần chuyển trung gian, việc liên kết nóng chảy và việc tạo màng chất hiện màu trên bề mặt của chất dẫn quang và bề mặt của thành phần chuyển trung gian xuất hiện sẽ dễ dàng làm hỏng khả năng chuyển thuốc. Khi tạo ra hình ảnh đủ màu, hình ảnh chất hiện màu bốn màu khó chuyển một cách đồng đều. Ngoài ra, khi thành phần chuyển trung gian được sử dụng, dễ xuất hiện vấn đề về sự đồng đều màu và sự cân bằng màu, và không dễ tạo ra hình ảnh đủ màu có chất lượng cao một cách ổn định.

Trên cơ sở cân bằng giữa khả năng làm sạch bằng lưỡi và khả năng chuyển thuốc, các hạt có độ tròn là 0,950 hoặc nhỏ hơn chiếm từ 20% đến 80% toàn bộ các hạt chất hiện màu. Nhờ vậy có thể làm cân bằng giữa tính chất làm sạch và tính chất chuyển. Tính chất làm sạch và tính chất chuyển là có liên hệ chặt chẽ với vật

liệu và chế độ sử dụng của lưỡi, và việc chuyển thay đổi tùy theo điều kiện quy trình. Như vậy, thiết kế tùy theo quy trình trong giới hạn nêu trên là có thể. Tuy nhiên, khi hàm lượng của các hạt có độ tròn là 0,950 hoặc nhỏ hơn là nhỏ hơn 20% toàn bộ các hạt chất hiện màu, sẽ khó tiến hành làm sạch bằng lưỡi. Khi hàm lượng của các hạt có độ tròn là 0,950 hoặc nhỏ hơn vượt quá 80% toàn bộ các hạt chất hiện màu, tính chất chuyển nêu trên bị suy giảm. Hiện tượng này xảy ra bởi vì một lượng chất hiện màu sẽ thay đổi hình dạng quá mức, như vậy, việc di chuyển của chất hiện màu trong khi chuyển (bề mặt của chất dẩn quang sang giấy chuyển, bề mặt chất dẩn quang sang băng chuyển trung gian, băng chuyển trung gian thứ nhất sang băng chuyển trung gian thứ hai) sẽ không trọn tru, và hơn nữa sự thay đổi cách hoạt động giữa các hạt chất hiện màu xuất hiện, như vậy, không thu được khả năng chuyển cao và đồng đều. Ngoài ra, sự không ổn định của điện tích và tính dễ vỡ của các hạt bắt đầu thể hiện. Ngoài ra, hiện tượng này làm cho bột mịn xuất hiện trong thuốc hiện hình ảnh, sẽ trở thành yếu tố làm giảm độ bền của thuốc hiện hình ảnh.

Các phương pháp xác định hình dạng chất hiện màu theo sáng chế sẽ được mô tả dưới đây.

#### Đường kính hạt là 2 $\mu\text{m}$ hoặc nhỏ hơn, độ tròn

Tỷ lệ các hạt 2  $\mu\text{m}$  hoặc nhỏ hơn, độ tròn và độ tròn trung bình của chất hiện màu theo sáng chế có thể được xác định bằng thiết bị phân tích hình ảnh hạt dạng dòng chảy EPIA-2000 (được cung cấp bởi hãng Toa Medical Electronics Co. Ltd.). Theo phương pháp xác định cụ thể này, từ 0,1 ml đến 0,5 ml chất hoạt động bề mặt làm chất phân tán, tốt hơn là muối alkylbenzen sulfonat được thêm vào từ 100 ml đến 150 ml nước mà từ đó các tạp chất đã được loại ra trước đó trong bình, và từ 0,1 g đến 0,5 g của mẫu cần được xác định được bổ sung tiếp vào đó. Hệ phân tán trong đó mẫu đã được phân tán được xử lý để phân tán bằng cách sử dụng thiết bị phân tán siêu âm trong khoảng từ 1 đến 3 phút để tạo ra nồng độ phân tán nằm trong khoảng từ 3,000 đến 10,000/ $\mu\text{l}$ , và hình dạng và sự phân phôi chất hiện màu được xác định bằng cách sử dụng thiết bị nêu trên.

#### Đường kính hạt chất hiện màu

Đường kính hạt và sự phân bố cỡ hạt trung bình của chất hiện màu được xác định bằng phương pháp đếm Coulter. Thiết bị đo sự phân bố cỡ hạt của các hạt chất hiện màu bao gồm Coulter Counter TA-II và Coulter Multisizer II (cả hai được cung cấp bởi hãng Coulter). Theo sáng chế, việc xác định được tiến hành bằng cách sử dụng Coulter Counter TA-II và nối giao diện (The Institute of Japanese Union of Scientists & Engineers - Viện liên hiệp khoa học và kỹ sư Nhật Bản) đưa ra kết quả phân bố số lượng và kết quả sự phân bố thể tích, và máy tính cá nhân PC9801 (được cung cấp bởi hãng NEC).

Phương pháp xác định chúng sẽ được mô tả dưới đây.

Trước hết, từ 0,1 ml đến 5 ml chất hoạt động bề mặt làm chất phân tán (tốt hơn là muối alkylbenzen sulfonat) được thêm vào từ 100 ml đến 150 ml dung dịch nước điện phân. Trong bản mô tả này, dung dịch điện phân là dung dịch nước có nồng độ là khoảng 1% NaCl được điều chế bằng cách sử dụng natri clorua loại 1, và ví dụ, ISOTON-II (được cung cấp bởi hãng Coulter) có thể được sử dụng. Trong bản mô tả này, từ 2 mg đến 20 mg của mẫu cần được xác định được thêm vào. Dung dịch điện phân được xử lý phân tán trong đó mẫu đã được phân tán trong khoảng từ 1 đến 3 phút bằng cách sử dụng thiết bị phân tán siêu âm, và các hạt chất hiện màu hoặc thể tích, và số lượng của chất hiện màu được xác định bằng cách sử dụng khẩu độ 100  $\mu\text{m}$  làm khẩu độ bằng thiết bị đo nêu trên để tính kết quả phân bố thể tích và kết quả phân bố số lượng.

Để làm rãnh, 13 rãnh có kích thước từ 2,00  $\mu\text{m}$  đến nhỏ hơn 2,52  $\mu\text{m}$ , từ 2,52  $\mu\text{m}$  đến nhỏ hơn 3,17  $\mu\text{m}$ , từ 3,17  $\mu\text{m}$  đến nhỏ hơn 4,00  $\mu\text{m}$ , từ 4,00  $\mu\text{m}$  đến nhỏ hơn 5,04  $\mu\text{m}$ , từ 5,04  $\mu\text{m}$  đến nhỏ hơn 6,35  $\mu\text{m}$ , từ 6,35  $\mu\text{m}$  đến nhỏ hơn 8,00  $\mu\text{m}$ , từ 8,00  $\mu\text{m}$  đến nhỏ hơn 10,08  $\mu\text{m}$ , từ 10,08  $\mu\text{m}$  đến nhỏ hơn 12,70  $\mu\text{m}$ , từ 12,70  $\mu\text{m}$  đến nhỏ hơn 16,00  $\mu\text{m}$ , từ 16,00  $\mu\text{m}$  đến nhỏ hơn 20,20  $\mu\text{m}$ , từ 20,20  $\mu\text{m}$  đến nhỏ hơn 25,40  $\mu\text{m}$ , từ 25,40  $\mu\text{m}$  đến nhỏ hơn 32,00  $\mu\text{m}$  và từ 32,00  $\mu\text{m}$  đến nhỏ hơn 40,30  $\mu\text{m}$  được sử dụng, và các hạt có đường kính hạt là từ 2,00  $\mu\text{m}$  đến nhỏ hơn 40,30  $\mu\text{m}$  được đưa vào. Đường kính hạt trung bình theo thể tích ( $D_v$ ) tính theo thể tích được tính từ kết quả sự phân bố thể tích theo sáng chế, đường

kính hạt trung bình theo số lượng (Dn) được tính từ kết quả phân bố số lượng, và tỷ lệ (Dv/Dn) của chúng được tính.

Trong kiểm tra tiếp theo sáng chế, để tạo ra một cách có hiệu quả hơn tính chất làm cố định ở nhiệt độ thấp mà vẫn giữ được độ bền nhiệt khi bảo quản và tạo ra độ bền chống di chuyển do va đập sau khi cải biến có chất tiền trùng hợp, tốt hơn nếu phân tử lượng trung bình theo trọng lượng là phân đoạn THF (dung môi hữu cơ) tan được của nhựa polyeste chứa nhóm axit là nằm trong khoảng từ 1000 đến 30000. Đó là bởi vì khi nó là nhỏ hơn 1000, thành phần oligome tăng lên và như vậy độ bền nhiệt khi bảo quản bị suy giảm, còn khi nó vượt quá 30000, việc cải biến với chất tiền trùng hợp trở nên không đủ do độ phong bế trở không gian và như vậy độ bền chống di chuyển bị suy giảm.

Phân tử lượng theo sáng chế được xác định bởi GPC (sắc ký thẩm thấu gel) như sau. Cột được làm ổn định trong buồng nhiệt ở 40°C, THF làm dung môi được chạy trong cột ở nhiệt độ này ở tốc độ 1 ml/phút, dung dịch mẫu THF chứa nhựa được điều chế theo từ 0,055 trọng lượng đến 0,6% trọng lượng làm hàm lượng mẫu được truyền vào và được xác định. Khi phân tử lượng được xác định, sự phân bố theo phân tử lượng của mẫu được tính từ mối liên quan giữa các giá trị log của đường cong chuẩn tạo ra từ một vài mẫu chuẩn polystyren phân tán đơn và số lượng đếm được. Đối với mẫu polystyren chuẩn để tạo ra đường cong chuẩn, ví dụ, các mẫu có phân tử lượng là  $6 \times 10^2$ ,  $2,1 \times 10^3$ ,  $4 \times 10^3$ ,  $1,75 \times 10^4$ ,  $5,1 \times 10^4$ ,  $1,1 \times 10^5$ ,  $3,9 \times 10^5$ ,  $8,6 \times 10^5$ ,  $2 \times 10^6$  và  $4,48 \times 10^6$  được cung cấp bởi hãng Pressure Chemical Co. hoặc Toyo Soda Kogyo được sử dụng, và là chính xác nếu sử dụng ít nhất 10 điểm của mẫu polystyren chuẩn. Thiết bị dò RI (chỉ số khúc xạ) được dùng để dò.

Bằng cách tạo ra độ axit của nhựa polyeste mà là nhựa kết dính thứ nhất nằm trong khoảng từ 1,0 (KOH mg/g) đến 50,0 (KOH mg/g), có thể tạo ra tính chất của chất hiện màu như kiểm soát đường kính hạt bằng cách bổ sung hợp chất gốc này, tính chất làm cố định ở nhiệt độ thấp, độ bền chống di chuyển ở nhiệt độ cao, độ bền nhiệt khi bảo quản và độ ổn định điện tích. Tức là, khi độ axit vượt quá 50,0 (KOH mg/g), phản ứng giãn nở hoặc liên kết chéo của polyeste cải biến trở nên không đủ và độ bền chống di chuyển ở nhiệt độ cao bị ảnh hưởng. Khi nó là nhỏ

hơn 1,0 (KOH mg/g), không thu được tác dụng ổn định phân tán bởi hợp chất gốc này khi sản xuất, phản ứng giãn nở hoặc liên kết chéo của polyeste cải biến dễ tiến hành, và nảy sinh vấn đề về độ ổn định sản xuất.

#### Phương pháp xác định độ axit

Việc xác định độ axit được tiến hành trong điều kiện sau tuỳ theo phương pháp xác định được nêu trong JIS K0070-1992. Điều chế mẫu: 0,5 g polyeste được thêm vào 120 ml THF, và được hoà tan bằng cách khuấy ở nhiệt độ trong phòng ( $23^{\circ}\text{C}$ ) trong khoảng 10 giờ. Tiếp theo 30 ml etanol được thêm vào để điều chế dung dịch mẫu.

Việc xác định độ axit có thể được tính bằng cách sử dụng thiết bị đã nêu, và cụ thể được tính như sau.

Mẫu được chuẩn độ bằng cách sử dụng N/10 dung dịch rượu kali hydroxit được định trước, và độ axit thu được bằng cách tính như sau từ lượng dung dịch rượu kali hydroxit tiêu thụ.

Độ axit = KOH (ml)  $\times$  N  $\times$  56,1/trọng lượng mẫu (N là thừa số của N/10 KOH).

Chi tiết về phương pháp xác định độ axit của polyeste theo sáng chế phụ thuộc vào phương pháp sau đây theo JIS K0070. THF được dùng làm dung môi.

Độ axit được xác định cụ thể bởi thủ tục sau.

Thiết bị đo: bộ phận chuẩn độ chiết áp tự động DL-53,

Bộ phận chuẩn độ (được cung cấp bởi hãng Mettler Toledo);

Điện cực được sử dụng: DG 113-SC (được cung cấp bởi hãng Mettler Toledo);

Phần mềm để phân tích: LabX Light phiên bản 1,00,000;

Hiệu chỉnh thiết bị: dung môi hỗn hợp chứa 120 mltoluen và 30ml etanol được sử dụng.

Nhiệt độ xác định:  $23^{\circ}\text{C}$ .

Các điều kiện xác định là như sau.

#### Khuấy

Tốc độ [%] 25

19736

Thời gian [giây] 15

Chuẩn độ EQP

Chất chuẩn độ/bộ phận cảm biến

Chất chuẩn độ CH<sub>3</sub>0Na

Nồng độ [mol/l] 0,1

Bộ phận cảm biến DG 115

Đơn vị đo mV

Tiền pha chế thể tích

Thể tích [ml] 1,0

Thời gian đợi [giây] 0

Bổ sung chất chuẩn độ Động

dE (set) [m V] 8,0

dV(nhỏ nhất) [ml] 0,03

dV(lớn nhất) [ml] 0,5

Cách xác định Làm cân bằng có điều khiển

dE [mV] 0,5

dt [giây] 1,0

t(nhỏ nhất) [giây] 2,0

t(lớn nhất) [giây] 20,0

Ghi nhận

Nguồn 100,0

Chỉ bước nhảy sâu nhất Không

Giới hạn Không

Xu hướng Không

Kết thúc

ở thể tích lớn nhất [ml] 10,0

ở điện thế Không

ở phần nghiêng Không

sau một số lượng EQP Có

n= 1

các điều kiện kết thúc kết hợp Không

### Đánh giá

Thủ tục	Chuẩn
Điện thế 1	Không
Điện thế 2	Không
Ngừng để đánh giá lại	Không

Theo sáng chế, khả năng ổn định bền nhiệt trong bảo quản của thành phần chính trong nhựa polyeste sau khi cải biến, tức là nhựa kết dính phụ thuộc vào điểm chuyển hóa thuỷ tinh của nhựa polyeste trước khi cải biến. Như vậy, tốt hơn nếu điểm chuyển hóa thuỷ tinh của nhựa polyeste được đặt ở trong khoảng từ 35°C đến 65°C. Tức là, khi nó là nhỏ hơn 35°C, độ bền nhiệt khi bảo quản là không đủ và khi nó vượt quá 65°C, tính chất làm cố định ở nhiệt độ thấp bị ảnh hưởng bất lợi.

Điểm chuyển hóa thuỷ tinh theo sáng chế được xác định bằng cách sử dụng Rigaku THRMOFLEX TG8110 được cung cấp bởi hãng Rigaku Denki Co., Ltd. trong điều kiện nâng nhiệt độ là 10°C/phút.

Phương pháp xác định Tg được xem xét lại. Đối với thiết bị xác định Tg, TG-DSC hệ TAS-100 được cung cấp bởi hãng Rigaku Denki Co., Ltd. được sử dụng.

Trước hết, khoảng 10 mg của mẫu đã được đặt trong bình mẫu làm từ nhôm, bình này sau đó được đặt trên bộ phận đỡ và đưa vào trong lò điện. Việc xác định DSC được thực hiện bằng cách làm nóng làn thứ nhất từ nhiệt độ phòng lên đến 150°C ở tốc độ nâng nhiệt độ là 10°C/phút, giữ nguyên 150°C trong thời gian 10 phút, sau đó làm nguội tới nhiệt độ phòng và giữ nguyên trong thời gian 10 phút, làm nóng tiếp lên đến 150°C ở tốc độ nâng nhiệt độ là 10°C/phút trong môi trường nitơ. Tg được tính từ tan của đường cong thu nhiệt ở lân cận Tg và điểm tiếp xúc với đường cơ bản bằng cách sử dụng hệ thống phân tích trong hệ thống TAS-100.

Theo việc kiểm tra tiếp theo theo sáng chế, chất tiền trùng hợp cải biến nhựa polyeste là thành phần nhựa kết dính quan trọng để tạo ra tính chất làm cố định ở nhiệt độ thấp và độ bền chống di chuyển ở nhiệt độ cao, và phân tử lượng trung

bình theo trọng lượng là nó tốt hơn nếu là nằm trong khoảng từ 3000 đến 20000. Tức là, khi phân tử lượng trung bình theo trọng lượng là nhỏ hơn 3000, sẽ khó kiểm soát tốc độ phản ứng và xuất hiện vấn đề về độ ổn định sản xuất. Khi phân tử lượng trung bình theo trọng lượng là lớn hơn 20000, thì sẽ không thu được polyeste cải biến đủ, và độ bền chống di chuyển bị ảnh hưởng.

Theo việc kiểm tra tiếp theo theo sáng chế, đã phát hiện được rằng độ axit của chất hiện màu là chỉ số quan trọng hơn độ axit của nhựa kết dính đối với tính chất làm cố định ở nhiệt độ thấp và tính chất di chuyển ở nhiệt độ cao. Độ axit của chất hiện màu theo sáng chế thu được từ nhóm đầu cùng cacboxyl của polyeste chưa cải biến. Ở polyeste chưa cải biến này, tốt hơn nếu độ axit nằm trong khoảng từ 0,5 (KOH mg/g) đến 40,0 (KOH mg/g) để kiểm soát tính chất làm cố định ở nhiệt độ thấp (nhiệt độ cố định giới hạn dưới, nhiệt độ xuất hiện di chuyển do nhiệt) của chất hiện màu. Tức là, khi độ axit của chất hiện màu vượt quá 40,0 (KOH mg/g), phản ứng giãn nở hoặc liên kết chéo của polyeste cải biến trở nên không đủ và độ bền chống di chuyển ở nhiệt độ cao bị ảnh hưởng. Khi độ axit nhỏ hơn 0,5 (KOH mg/g), không có được tác dụng ổn định phân tán bởi hợp chất gốc này khi điều chế, phản ứng giãn nở hoặc liên kết chéo của polyeste cải biến dễ tiến hành, và vấn đề về độ ổn định sản xuất xuất hiện.

Độ axit được xác định cụ thể tùy theo phương pháp xác định độ axit của nhựa polyeste nêu trên.

Khi có phân đoạn THF không tan, độ axit nêu trên của chất hiện màu thể hiện độ axit khi độ axit được xác định bằng cách sử dụng THF làm dung môi.

(Phương pháp xác định độ axit của chất hiện màu)

Việc xác định được tiến hành trong điều kiện sau theo phương pháp xác định được nêu trong JIS K0070 1992. Điều chế mẫu: 0,5 g (trong phân đoạn hoà tan etyl axetat, 0,3 g) của chất hiện màu được sử dụng thay cho polyeste.

Nhiệt độ chuyển hoá thuỷ tinh của chất hiện màu theo sáng chế tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 40°C đến 70°C để thu được tính chất làm cố định ở nhiệt độ thấp, độ bền nhiệt khi bảo quản và độ bền cao. Tức là, khi nhiệt độ chuyển hoá thuỷ tinh là thấp hơn 40°C, việc phong bế ở bộ phận hiện ảnh và tạo màng cho chất

dẫn quang dễ xảy ra. Khi nó vượt quá 10°C, tính chất làm cố định ở nhiệt độ thấp là dễ bị phá hỏng. Chất hiện màu theo sáng chế có thể thu được bằng các phương pháp khác nhau, ví dụ, (1) phương pháp trong đó các hạt chất hiện màu có cỡ thích hợp làm chất hiện màu, cụ thể là đường kính hạt nằm trong khoảng từ 3,0 $\mu\text{m}$  đến 7,0 $\mu\text{m}$  được tạo ra bằng bước tạo hạt để phân tán hỗn hợp nguyên liệu chất hiện màu gốc chứa nhựa kết dính hoặc monome mà là nguyên liệu gốc của nó, chất tạo màu, thành phần sáp và chất kiểm soát điện tích trong môi trường gốc nước để sản xuất các hạt hỗn hợp nguyên liệu chất hiện màu gốc, môi trường gốc nước được lấy ra khỏi các hạt chất hiện màu tạo thành và các hạt chất hiện màu được rửa và được làm khô để tạo ra chất hiện màu; (2) phương pháp trong đó nhựa được tạo ra bằng cách trùng hợp tạo nhũ tương và được kết tụ khác loại với chất sắc tố và chất nhả và sau đó phương pháp làm nóng chảy kết tụ trùng hợp tạo nhũ tương để làm nóng chảy và kết hợp được tiến hành để tạo ra chất hiện màu; và (3) hệ hoà tan hoặc hệ phân tán được tạo ra bằng cách hoà tan hoặc làm phân tán hợp phần chất hiện màu được tạo ra từ chất tạo màu và thành phần kết dính được tạo ra từ ít nhất một nhựa polyeste cải biến (tiền hợp phần chất hiện màu) có khả năng phản ứng với hydro hoạt tính trong một dung môi hữu cơ được cho phản ứng với chất liên kết chéo và/hoặc chất làm giãn nở trong môi trường gốc nước chứa chất phân tán, và dung môi được loại bỏ ra khỏi hệ phân tán thu được để tạo ra chất hiện màu. Theo phương pháp này, chất hiện màu thu được bằng cách hoà tan hoặc làm phân tán hợp phần chất hiện màu được tạo ra từ thành phần kết dính được tạo ra từ ít nhất một nhựa gốc polyeste cải biến có khả năng phản ứng với hydro hoạt tính, và chất tạo màu trong dung môi hữu cơ, phản ứng tạo ra dung dịch hoặc hệ phân tán có chất liên kết chéo hoặc chất làm giãn nở trong môi trường hydro chứa chất phân tán, và loại dung môi ra khỏi hệ phân tán thu được.

Nhựa gốc polyeste phản ứng cải biến (RMPE) có khả năng phản ứng với hydro hoạt tính được sử dụng theo sáng chế bao gồm, ví dụ, chất tiền trùng hợp polyeste (A) có nhóm isoxyanat. Chất tiền trùng hợp (A) này bao gồm các chất là dạng đa ngưng tụ của rượu polyhydro (PO) và axit cacboxylic (PC) và trong đó polyeste có hydro hoạt tính được cho phản ứng tiếp với polyisoxyanat (PlC).

Nhóm này có chứa hydro hoạt tính mà polyeste nêu trên bao gồm các nhóm hydroxyl (nhóm rượu hydro và nhóm phenolic hydroxyl), các nhóm amin, các nhóm cacboxyl và các nhóm mercapto. Trong số chúng, nhóm rượu hydroxyl được ưu tiên.

Để làm chất liên kết chéo cho nhựa gốc polyeste phản ứng cải biến, các amin được sử dụng, và để làm chất làm giãn nở, các hợp chất đioxyanat (diphenylmetan đioxyanat) được sử dụng. Các amin được nêu chi tiết dưới đây có tác dụng làm chất liên kết chéo và chất làm giãn nở cho nhựa gốc polyeste cải biến có khả năng phản ứng với hydro hoạt tính.

Polyeste cải biến như ure-polyeste cải biến thu được bằng cách cho phản ứng các amin (B) với chất tiền trùng hợp polyeste (A) có nhóm isoxyanat là thuận tiện để đảm bảo chất hiện màu khô, đặc biệt là tính chất làm cố định không dầu ở nhiệt độ thấp (tính chất nhả rộng và tính chất làm cố định không có cơ cấu sử dụng dầu nhả để làm nóng môi trường để cố định) bởi vì phân tử lượng của thành phần đại phân tử của nó dễ kiểm soát. Cụ thể, ở chất tiền trùng hợp polyeste có dầu cùng được cải biến bằng ure, độ bám dính vào môi trường làm nóng để cố định có thể bị hạn chế mà vẫn giữ được độ chảy cao trong giới hạn nhiệt độ cố định và độ trong suốt của nhựa polyeste chưa cải biến.

Chất tiền trùng hợp polyeste được ưu tiên sử dụng theo sáng chế thu được bằng cách kết hợp nhóm chức như nhóm isoxyanat phản ứng với hydro hoạt tính vào polyeste có nhóm hydro hoạt tính như nhóm axit và nhóm hydroxyl ở đâu cũng. Polyeste cải biến (MPE) như ure-polyeste cải biến có thể được cảm ứng từ chất tiền trùng hợp này. Theo sáng chế, polyeste cải biến được ưu tiên sử dụng làm nhựa kết dính là ure-polyeste cải biến thu được bằng cách cho phản ứng các amin (B) làm chất liên kết chéo và/hoặc chất làm giãn nở với chất tiền trùng hợp polyeste (A) có nhóm isoxyanat. Chất tiền trùng hợp polyeste (A) có nhóm isoxyanat có thể thu được bằng cách cho phản ứng tiếp polyeste mà là dạng đa ngưng tụ của rượu polyhydric (PO) và axit polycacboxylic (PC) và có hydro hoạt tính với polyisoxyanat (PlC). Nhóm hydro hoạt tính mà polyeste nêu trên có bao gồm các nhóm hydroxyl (nhóm hydroxyl và nhóm phenolic hydroxyl), các nhóm

amin, các nhóm cacboxyl và các nhóm mercapto. Trong số chúng, nhóm rượu hydroxyl được ưu tiên.

Rượu polyhydric (PO) bao gồm diol (DIO) và rượu polyhydric hóa trị ba hoặc hơn (TO). DIO một mình hoặc hỗn hợp của DIO và TO với lượng nhỏ được ưu tiên. Diol (DIO) bao gồm alkylen glycol (etylen glycol, 1,2 propylen glycol, 1,3-propylene glycol, 1,4-butandiol, 1,6-hexandiol); alkylen ete glycol (dietylen glycol, trietylen glycol, dipropylen glycol, polyetylen glycol, polypropylene glycol, polytetramethylene ether glycol); diol vòng béo (1,4-xyclohexan dimetanol, bisphenol A đã hydro hóa); bisphenol (bisphenol A, bisphenol F, bisphenol S); các sản phẩm cộng alkylen oxit (etylen oxit, propylene oxit, butylene oxit) của vòng diol béo nêu trên; và các sản phẩm cộng alkylen oxit (etylen oxit, propylene oxit, butylene oxit) của bisphenol nêu trên. Trong số chúng, alkylen glycol có từ 2 đến 12 nguyên tử cacbon và các sản phẩm cộng alkylen oxit của bisphenol được ưu tiên, và được ưu tiên nhất là các sản phẩm cộng alkylen oxit của bisphenol và hỗn hợp của alkylen glycol có từ 2 đến 12 nguyên tử cacbon với chúng. Rượu polyhydric hóa trị ba hoặc hơn (TO) bao gồm rượu béo hóa trị ba đến hóa trị tám hoặc đa hóa trị hơn (glycerin, trimethylol etan, trimethylol propan, pentaerytritol, sorbitol); phenol hóa trị ba hoặc hơn (trisphenol PA, phenol novolac, cresol novolad và các sản phẩm cộng alkylen oxit của polyphenol hóa trị ba hoặc hơn nêu trên).

Axit polycarboxylic (PC) bao gồm axit dicarboxylic (DIC) và axit polycarboxylic hóa trị ba hoặc hơn (TC). DIC một mình hoặc hỗn hợp của DIC và TC với lượng nhỏ được ưu tiên. Axit dicarboxylic (DIC) bao gồm alkylen axit dicarboxylic (axit succinic, axit adipic, axit sebatic); axit alkenylen dicarboxylic (axit maleic, axit fumaric); và axit dicarboxylic thơm (axit phthalic, axit isophthalic, axit terephthalic, axit naphtalen dicarboxylic). Trong số chúng, ưu tiên là axit alkenylen dicarboxylic có từ 4 đến 20 nguyên tử cacbon và axit dicarboxylic thơm có từ 4 đến 20 nguyên tử cacbon. Các axit polycarboxylic hóa trị ba hoặc hơn bao gồm axit polycarboxylic có từ 9 đến 20 nguyên tử cacbon (axit trimellitic, pyromellitic axit). Để làm axit polycarboxylic, axit anhydrua hoặc alkyl este bậc thấp của chất nêu trên có thể được sử dụng và được cho phản ứng với rượu

polyhyđric (PO). Đối với tỷ lệ của rượu polyhyđric (PO) với axit polycacboxylic (PC), tỷ lệ của nhóm hydroxyl [OH] với nhóm cacboxyl [COOH] ( $[OH]/[COOH]$ ) thường nằm trong khoảng từ 2/1 đến 1/1, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1,5/1 đến 1/1 và tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 1,3/1 đến 1,02/1.

Polyisoxyanat (PIC) bao gồm polyisoxyanat béo (tetrametylen điiisoxyanat, hexametylen điiisoxyanat, 2,6 điiisoxyanatmethylcaproat); polyisoxyanat vòng béo (isoboron điiisoxyanat, xcyclohexylmetan điiisoxyanat); điiisoxyanat thơm (trilene điiisoxyanat, điphenylmetan điiisoxyanat); điiisoxyanat béo thơm (a,a,a',a'-tetrametylxylylen điiisoxyanat); isoxyanurat; các chất thu được bằng cách phong toả polyisoxyanat nêu trên bằng dẫn xuất phenol, oxim hoặc caprolactam; và hỗn hợp của chúng (hai hoặc hơn).

Về tỷ lệ của polyisoxyanat (PIC), tỷ lệ tương đương của nhóm isoxyanat [NCO] với nhóm hydroxyl [OH] của polyeste có nhóm hydroxyl [NCO]/[OH] thường nằm trong khoảng từ 5/1 đến 1/1, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 4/1 đến 1,2/1 và tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 2,5/1 đến 1,511. Khi  $[NCO]/[OH]$  lớn hơn 5, tính chất làm cố định ở nhiệt độ thấp bị suy giảm. Nếu tỷ lệ mol của [NCO] là nhỏ hơn 1, khi polyeste cải biến được sử dụng, hàm lượng của ure trong este trở nên thấp và khả năng chống di chuyển do nhiệt bị suy giảm. Hàm lượng của thành phần polyisoxyanat (3) trong chất tiền trùng hợp (A) có nhóm isoxyanat ở đầu cùng thường nằm trong khoảng từ 0,5% trọng lượng đến 40% trọng lượng, tốt hơn là nằm trong khoảng 1% trọng lượng đến 30% trọng lượng và tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 2% trọng lượng đến 20% trọng lượng. Khi hàm lượng này nhỏ hơn 0,5% trọng lượng, khả năng chống di chuyển do nhiệt bị suy giảm cũng như nó bất lợi đối với cả độ bền nhiệt khi bảo quản và tính chất làm cố định ở nhiệt độ thấp. Khi hàm lượng này vượt quá 40% trọng lượng, tính chất làm cố định ở nhiệt độ thấp bị suy giảm.

Số lượng của nhóm isoxyanat chứa trong mỗi một phân tử của chất tiền trùng hợp (A) có nhóm isoxyanat thường là một hoặc hơn, tốt hơn nếu trung bình là từ 1,5 đến 3 và tốt hơn nữa nếu trung bình là từ 1,8 đến 2,5. Khi nó là nhỏ hơn

một trong một phân tử, phân tử lượng của ure-polyeste cải biến trở nên thấp, và khả năng chống di chuyển do nhiệt bị suy giảm.

Các amin bao gồm điamin (B1), các polyamin hoá trị ba hoặc hơn (B2), rượu amino (B3), aminomercaptan (B4) các axit amin (B5) và các chất (B6) thu được bằng cách phong toả nhóm amino từ B1 đến B5. Điamin (B1) bao gồm các điamin thơm (phenylenđiamin, đietyltoluendđiamin, 4,4'-điaminođiphenylmetan); các điamin vòng béo (4,4'-điamino-3, 3'-đimetylđixyclohexylmetan, điaminxclohexan, isohorondđiamin); và các điamin béo (etylendđiamin, tetrametylendđiamin, hexametylendđiamin). Các polyamin hoá trị ba hoặc hơn (B2) bao gồm đietylentriamin và trietylentetraamin. Rượu amino (B3) bao gồm etanolamin và hydroxyetylanilin. Aminomercaptan (B4) bao gồm aminoethylmercaptan và aminopropylmercaptan. Các axit amin (B5) bao gồm axit amino propionic và axit amino caproic. Các chất (B6) thu được bằng cách phong toả nhóm amino từ B1 đến B5 bao gồm các hợp chất ketimin và các hợp chất oxazolidin thu được từ các amin từ B1 đến B5 nêu trên và các xeton (axeton, methyl etyl xeton, methyl isobutyl xeton). Trong số các amin (B) này, ưu tiên là B1 và hỗn hợp của B1 và B2 với lượng nhỏ.

Ngoài ra, bằng cách sử dụng chất kết thúc giãn nở nếu cần, có thể điều chỉnh phân tử lượng của polyeste. Chất kết thúc giãn nở bao gồm monoamin (đietylamin, đibutylamin, butylamin, laurylamin) và các chất (các hợp chất ketimin) thu được bằng cách phong toả chúng.

Về tỷ lệ của các amin (B), tỷ lệ tương đương của nhóm isoxyanat [NCO] trong chất tiền trùng hợp (A) có nhóm isoxyanat với nhóm amino [NHx] trong các amin (B)  $[NCO]/[NHx]$  thường nằm trong khoảng từ 1/2 đến 2/1, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1,5/1 đến 1/1,5 và tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 1,2/1 đến 1/1,2. Khi  $[NCO]/[NHx]$  vượt quá 2 hoặc là nhỏ hơn 1/2, phân tử lượng của polyeste trở nên thấp và khả năng chống di chuyển do nhiệt bị suy giảm.

Theo sáng chế, tốt hơn nếu nhựa gốc polyeste (polyeste) được sử dụng làm nhựa kết dính là ure-polyeste cải biến (UMPE), và liên kết uretan có thể được chúa cùng với liên kết ure trong polyeste này. Tỷ lệ mol của hàm lượng liên kết ure với

hàm lượng liên kết uretan thường nằm trong khoảng từ 100/0 đến 10/90, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 80/20 đến 20/80 và tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 60/40 đến 30/70. Khi tỷ lệ mol của hàm lượng liên kết ure là nhỏ hơn 10%, khả năng chống di chuyển do nhiệt bị suy giảm.

Polyeste cải biến như ure-polyeste cải biến (UMPE) được tạo ra bởi một phương pháp tạo hạt. Phân tử lượng trung bình theo trọng lượng là polyeste cải biến như ure-polyeste cải biến (UMPE) thường là 10000 hoặc hơn, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 20000 đến 10000000, và tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 30000 đến 1000000. Khi phân tử lượng trung bình nhỏ hơn 10000, khả năng chống di chuyển do nhiệt bị suy giảm. Phân tử lượng trung bình theo số lượng của polyeste cải biến như ure-polyeste cải biến là không bị giới hạn cụ thể khi polyeste chưa cải biến được nêu dưới đây được sử dụng, và có thể là phân tử lượng trung bình theo số lượng ở đó phân tử lượng trung bình theo trọng lượng nêu trên là dễ dàng thu được. Trong trường hợp chỉ có ure-polyeste cải biến (UMPE), phân tử lượng trung bình theo số lượng của nó thường nằm trong khoảng từ 2000 đến 15000, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 2000 đến 10000 và tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 2000 đến 8000. Khi phân tử lượng trung bình vượt quá 15000, tính chất làm cố định ở nhiệt độ thấp và độ bóng khi được dùng cho thiết bị đủ màu bị suy giảm.

Theo sáng chế, không chỉ polyeste cải biến như polyeste (UMPE) được cải biến bằng ure được sử dụng duy nhất mà còn cùng với polyeste chưa cải biến (PE) có thể được dùng làm nhựa kết dính. Bằng cách kết hợp PE, tính chất làm cố định ở nhiệt độ thấp và độ bóng khi được dùng cho thiết bị đủ màu được tăng cường, và trường hợp này được ưu tiên hơn trường hợp sử dụng một mình. PE bao gồm dạng đa ngưng tụ của rượu polyhydric (PO) và axit polycacboxylic (PC) là giống các thành phần polyeste trong UMPE nêu trên, và ưu tiên là giống với UMPE. Phân tử lượng trung bình theo trọng lượng (Mw) của PE nằm trong khoảng từ 10000 đến 300000 và tốt hơn là nằm trong khoảng từ 14000 đến 200000. Mn của nó (số phân tử lượng trung bình) là nằm trong khoảng từ 1000 đến 10000 và tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1500 đến 6000. Không chỉ polyeste chưa cải biến mà còn polyeste

được cải biến bằng liên kết hoá học khác ngoài liên kết ure, ví dụ, polyeste được cải biến bằng liên kết uretan có thể được kết hợp với UMPE. Nó được ưu tiên đối với tính chất làm cố định ở nhiệt độ thấp và khả năng chống di chuyển do nhiệt do UMPE và PE ít nhất là tương thích một phần. Vì vậy, tốt hơn nếu thành phần polyeste của UMPE và PE có thành phần tương tự. Trong trường hợp chứa PE, tỷ lệ trọng lượng của UMPE với PE thường nằm trong khoảng từ 5/95 đến 80/20, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 5/95 đến 30/70 và tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 5/95 đến 25/75. Đặc biệt được ưu tiên là nằm trong khoảng từ 7/93 đến 20/80. Khi tỷ lệ trọng lượng của UMPE là nhỏ hơn 5%, khả năng chống di chuyển do nhiệt bị suy giảm, cũng như bất lợi về cả độ bền nhiệt khi bảo quản lẩn tính chất làm cố định ở nhiệt độ thấp.

Giá trị hydroxyl (mg KOH/g) của PE tốt hơn nếu là 5 hoặc hơn, và độ axit (mg KOH/g) của PE thường nằm trong khoảng từ 1 đến 30 và tốt hơn là nằm trong khoảng từ 5 đến 20. Bằng cách làm cho PE có độ axit, PE là dễ dàng tích điện âm, hơn nữa ái lực của giấy với chất hiện màu là tốt khi cố định vào giấy, và tính chất làm cố định ở nhiệt độ thấp được nâng cao. Tuy nhiên, khi độ axit vượt quá 30, độ ổn định của điện tích có xu hướng giảm đối với sự thay đổi môi trường. Trong phản ứng trùng hợp, việc thay đổi độ axit dẫn đến làm thay đổi trong bước tạo hạt, và sẽ khó kiểm soát việc tạo nhũ tương.

#### Phương pháp xác định giá trị hydroxyl

Điều kiện của thiết bị đo là giống như trong phương pháp xác định độ axit nêu trên.

Mẫu (0,5) được cân chính xác và cho vào trong bình đo 100 ml, và 5 ml chất phản ứng axetyl hoá được thêm chính xác vào đó. Sau đó, bình được nhúng trong bể nước ở  $100^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ , và được làm nóng. Sau một đến hai giờ, bình được lấy ra khỏi bể nước. Sau khi làm nguội, nước được thêm vào và khuấy để phân huỷ axit axetic anhydrua. Để phân huỷ hoàn toàn hơn, bình được làm nóng tiếp trong bể nước trong thời gian 10 phút hoặc hơn, và sau khi làm nguội, thành bình được rửa kỹ bằng dung môi hữu cơ. Tiến hành chuẩn độ chiết áp trong dung dịch này bằng

cách sử dụng điện cực nêu trên cùng với N/2 dung dịch rượu kali hydroxit etyl để thu được chỉ số OH (theo JIS K0070-1966).

Theo sáng chế, nhiệt độ chuyển hóa thuỷ tinh (Tg) của nhựa kết dính thường nằm trong khoảng từ 40°C đến 70°C và tốt hơn là nằm trong khoảng từ 40°C đến 60°C. Khi nó là nhỏ hơn 40°C, độ bền nhiệt của chất hiện màu bị suy giảm. Khi nó vượt quá 70°C, tính chất làm cố định ở nhiệt độ thấp trở nên không đủ. Trong chất hiện màu khô theo sáng chế, ngay cả khi nhiệt độ chuyển hóa thuỷ tinh là thấp hơn nhiệt độ trong chất hiện màu gốc polyeste đã biết, độ bền nhiệt khi bảo quản có xu hướng tốt bởi sự đồng tồn tại của polyeste cải biến như ure-polyeste cải biến.

### Chất nhả

Đối với chất nhả (sáp) được sử dụng trong chất hiện màu theo sáng chế, sáp có nhiệt độ nóng chảy thấp nằm trong khoảng từ 50°C đến 120°C hoạt động hiệu quả hơn giữa con lăn cố định và giao diện chất hiện màu làm chất nhả trong hệ phân tán có nhựa kết dính, nhờ đó có tác dụng lên độ bền chống di chuyển ở nhiệt độ cao mà không cần sử dụng chất nhả như các chất dầu trên con lăn cố định.

Điểm nóng chảy của sáp theo sáng chế là đỉnh thu nhiệt lớn nhất bởi dụng cụ đo nhiệt lượng quét vi phân (DSC).

Để làm thành phần sáp có tác dụng làm chất nhả sử dụng được theo sáng chế, vật liệu sau đây có thể được sử dụng. Tức là, ví dụ cụ thể về các kim loại phụ gia hàn đồng và sáp bao gồm sáp thực vật như sáp cacnauba, sáp cây bông, sáp gỗ và sáp cây lúa; sáp động vật như sáp ong và sáp cừu; sáp khoáng như ozokerit và selsyn; và sáp dầu mỏ như parafin, vi tinh thể và vazolin. Ngoài các sáp tự nhiên này, sáp hydrocacbon tổng hợp như sáp Fischer-Tropsch và sáp polyetylen, và sáp tổng hợp của este, xeton và ete cũng được sử dụng. Ngoài ra, các axit amit béo như axit 12-hydroxystearic amit, axit stearic amit, imid phtalat anhydrua và hydrocacbon đã lo hoá, và các polyme dạng tinh thể có gốc alkyl dài ở mạch bên như các homopolyme hoặc copolyme (ví dụ, copolyme của n-stearyl acrylat-etyl metacrylat) của polyacrylat như poly n-stearyl metacrylat và poly n-lauryl metacrylat là nhựa polyme dạng tinh thể có phân tử lượng thấp cũng có thể được sử dụng.

## Chất tạo màu

Để làm chất tạo màu được sử dụng theo sáng chế, tất cả các thuốc nhuộm và sắc tố đã biết có thể được sử dụng. Ví dụ, muội cacbon, các thuốc nhuộm nigrosin, muội sắt, phẩm vàng naphtol S, phẩm vàng hanza (10G, 5G, G), phẩm vàng cađimi, sắt oxit vàng, phẩm vàng hồng, phẩm vàng crom, phẩm vàng titan, phẩm vàng polyazo, phẩm vàng dầu, phẩm vàng hanza (GR, A, RN, R), phẩm vàng sắc tố L, phẩm vàng benziđin (G, GR), phẩm vàng vĩnh cửu (NCG), phẩm vàng Balkan bền (5G, R), chất nhuộm màu đỏ tía tartrazin, chất nhuộm màu đỏ tía vàng quinolin, phẩm vàng anthrazan BGL, phẩm vàng isoindolinon, colcotha (oxit sắt đỏ), chì đỏ, chì đỏ điều, phẩm đỏ cađimi, phẩm đỏ cađimi thuỷ ngân, phẩm đỏ thuỷ ngân sulfua, phẩm đỏ vĩnh cửu 4R, phẩm đỏ para, phẩm đỏ faicer, phẩm đỏ paracloorthonitroanilin, bột đỏ điều lithol bền G, bột đỏ điều tươi bền, phẩm màu đỏ son tươi BS, phẩm đỏ vĩnh cửu (F2R, F4R, FRL, FRLL, F4RH), bột đỏ điều bền VD, phẩm màu đỏ rubi Balkan bền B, bột đỏ điều tươi G, phẩm màu đỏ rubi lithol GX, phẩm đỏ vĩnh cửu F5R, phẩm màu đỏ son tươi 6B, bột đỏ điều sắc tố 3B, Bordeaux 5B, phẩm màu nâu sẫm toluidin, Bordeaux vĩnh cửu F2K, helio Bordeaux BL, Bordeaux 1OB, phẩm màu nâu sẫm nhẹ bon, chất màu nâu sẫm bon, chất nhuộm màu đỏ tía eosin, chất nhuộm màu đỏ tía rođamin B, chất nhuộm màu đỏ tía rođamin Y, chất nhuộm màu đỏ tía alizarin, phẩm đỏ thioindigo B, phẩm màu nâu sẫm thioindigo, phẩm đỏ dầu, phẩm đỏ quinacridon, phẩm đỏ pyrazolon, phẩm đỏ polyazo, phẩm đỏ điều crom, phẩm màu da cam benziđin, phẩm màu da cam perinon, phẩm màu da cam dầu, phẩm xanh coban, phẩm xanh cerulean, chất nhuộm màu đỏ tía xanh dương kiềm, chất nhuộm màu đỏ tía xanh óng ánh, chất nhuộm màu đỏ tía xanh Victoria, phẩm xanh phtaloxyanin phi kim loại, phẩm xanh phtaloxyanin, phẩm xanh da trời bền, phẩm xanh indanthren (RS, BC), indigo, phẩm màu lơ biếc, phẩm lam phô, phẩm xanh anthraquinon, phẩm tím bền B, phẩm màu đỏ tía tím methyl, phẩm tím coban, phẩm tím mangan, phẩm tím đioxan, phẩm tím anthraquinon, phẩm lục crom, phẩm lục kẽm, crom oxit, pyridian, phẩm lục Pari, phẩm lục sắc tố B, phẩm lục naphtol B, phẩm vàng lục, chất nhuộm màu lục đỏ tía axit, phẩm lục malachit, phẩm lục phtaloxyanin, phẩm lục anthraquinon,

titan oxit, phầm màu kẽm, litopon và hỗn hợp của chúng có thể được sử dụng. Hàm lượng của chất tạo màu thường nằm trong khoảng từ 1% trọng lượng đến 15% trọng lượng và tốt hơn là nằm trong khoảng từ 3% trọng lượng đến 10% trọng lượng so với chất hiện màu.

Chất tạo màu được sử dụng theo sáng chế có thể được sử dụng làm hỗn hợp nước cái trong đó chất tạo màu đã tạo một phức hợp với nhựa,

Nhựa kết dính được dùng để hỗn hợp thu được nước cái hoặc phối trộn với hỗn hợp nước cái bao gồm, ngoài các nhựa polyeste cải biến và chưa cải biến nêu trên, các polyme của styren như polystyren, poly p-clostyren và polyvinyl toluen và các nhóm thế của nó; các copolymer gốc styren như các copolymer styren-p-clostyren, các copolymer styren-propylene, các copolymer styren-vinyl toluen, các copolymer styren-vinyl naphtalen, các copolymer styren methyl acrylate, các copolymer styren-ethyl acrylate, các copolymer styren-butyl acrylate, các copolymer styren-octyl acrylate, các copolymer styren-methyl methacrylate, các copolymer styren-ethyl methacrylate, các copolymer styren-butyl methacrylate, các copolymer styren-methyl or ethyl methacrylate; các copolymer styren-acrylonitrile, các copolymer styren-vinyl methyl ketone, các copolymer styrene-butadiene, các copolymer styrene-isoprene, các copolymer styrene-acrylonitrile-indene, các copolymer axit styrene-maleic và các copolymer styrene-maleic anhydride; polymethyl methacrylate, polybutyl methacrylate, polyvinyl chloride, polyvinyl acetate, polyethylene, polypropylene, polyester, epoxy, các nhựa epoxy polyhydroxylic, polyurethane, polyamide, polyvinyl butyrate, nhựa axit polyacrylic, colophane, colophane cải biến, nhựa terpen, nhựa hydrocarbon béo hoặc vòng béo, nhựa dầu mỏ thơm, paraffin đã lọc hóa và sáp paraffin, mà có thể được sử dụng một mình hoặc ở dạng hỗn hợp.

Hỗn hợp nước cái này có thể thu được bằng cách trộn và phối trộn nhựa cho hỗn hợp nước cái và chất tạo màu bằng lực cắt cao. Khi đó, dung môi hữu cơ có thể được sử dụng để tăng cường tương tác của chất tạo màu và nhựa. Phương pháp được gọi là phương pháp nhanh trong đó khói nhão gốc nước của chất tạo màu có chứa nước được trộn và phối trộn với nhựa và dung môi hữu cơ, chất tạo màu được chuyển sang phía nhựa và nước và các thành phần dung môi hữu cơ được loại bỏ

tốt hơn nếu được sử dụng bởi vì phần bã ướt của chất tạo màu có thể được sử dụng trực tiếp và không cần phải làm khô. Để trộn và phối trộn, tốt hơn nếu sử dụng thiết bị phân tán lực cắt cao như máy xay ba trực.

Để kết bám và làm cố định chất kiểm soát điện tích trên bề mặt hạt chất hiện màu, phương pháp sản xuất chất hiện màu cho máy ghi điện, trong đó các hạt có chứa chất tạo màu và nhựa và các hạt được tạo ra từ ít nhất các hạt chất kiểm soát điện tích được trộn với nhau trong bình bằng cách sử dụng thân quay là đã biết. Theo sáng chế, theo phương pháp này, bằng cách bao gồm bước trộn ở vận tốc ngoài rìa nằm trong khoảng từ 40 m đến 150 m/giây của thân quay trong bình không có thành phần cố định nhô ra từ thành trong của bình, có thể thu được các hạt chất hiện màu theo ý muốn.

Chất hiện màu theo sáng chế có thể chứa chất kiểm soát điện tích nếu cần. Các chất kiểm soát điện tích đã biết có thể được sử dụng, và bao gồm, ví dụ, các thuốc nhuộm nigrosin, các thuốc nhuộm triphenylmetan, các thuốc nhuộm crom chứa phức hợp kim loại, sắc tố axit molybdic chelat, các thuốc nhuộm gốc rođamin, amin gốc alkoxy, các muối amoni bậc bốn (bao gồm các muối amoni bậc bốn flo cải biến), alkylamit, dạng đơn hoặc các hợp chất của phospho, dạng đơn hoặc các hợp chất của tungsten, các chất hoạt tính gốc flo, các muối kim loại salixylat và các muối kim loại của các dẫn xuất axit salicylic. Cụ thể, Bontron 03 của thuốc nhuộm nigrosin, Bontron P 51 của muối amoni bậc bốn, Bontron S-34 của thuốc nhuộm azo chứa kim loại, E-82 của phức hợp kim loại gốc axit oxynaphthoic, E 81 của phức hợp kim loại gốc axit salicylic, E-89 của phần ngưng tụ gốc phenol (được cung cấp bởi hãng Orient Chemical Industries Ltd.); TP-302 và TP-415 của phức hợp molybden muối amoni bậc bốn (được cung cấp bởi hãng Hodogaya Chemical Co., Ltd.); Copy Charge PSY VP2038 của các muối amoni bậc bốn, Copy Blue PR của dẫn xuất triphenylmetan, Copy Charge NEG VP2036 và Copy Charge NX VP434 của các muối amoni bậc bốn (được cung cấp bởi hãng Hoechst); LRA-901, LA-147 mà là phức hợp boron (được cung cấp bởi hãng Japan Caclit Co., Ltd.) đồng phtaloxyanin, perylen, quinacridon, sắc tố gốc azo, và các

hợp chất gốc polyme có các nhóm chức như nhóm sulfonic axit, nhóm cacboxyl và muối amoni bậc bốn cũng được bao gồm.

Theo sáng chế, lượng chất kiểm soát điện tích cần được sử dụng được xác định tuỳ theo loại nhựa kết dính, sự có mặt hoặc không của chất phụ gia nếu cần và các phương pháp sản xuất chất hiện màu bao gồm phương pháp phân tán, và không bị giới hạn cụ thể, nhưng được sử dụng trong giới hạn nằm trong khoảng từ 0,1 phần trọng lượng đến 10 phần trọng lượng so với 100 phần trọng lượng của nhựa kết dính. Giới hạn nằm trong khoảng từ 0,2 phần trọng lượng đến 5 phần trọng lượng được ưu tiên. Khi nó vượt quá 10 phần trọng lượng, tính chất tích điện của chất hiện màu là quá lớn, tác dụng của chất kiểm soát điện tích chính bị giảm, và lực hút tĩnh điện với con lăn hiện ảnh tăng lên, dẫn đến việc giảm của tính chảy của thuốc hiện hình ảnh và việc giảm mật độ hình ảnh. Các chất kiểm soát điện tích và chất nhả này cũng có thể được làm nóng chảy và phô trộn với hỗn hợp nước cái và nhựa, và tất nhiên có thể được thêm vào dung môi hữu cơ khi hoà tan hoặc làm phân tán.

Chất bổ sung ngoài được sử dụng để trợ giúp tính chảy, tính chất hiện ảnh và tính chất tích điện của các hạt màu thu được theo sáng chế. Đối với chất bổ sung ngoài, tốt hơn nếu các hạt vô cơ có thể được sử dụng. Đường kính hạt cơ bản của hạt vô cơ này tốt hơn nếu là nằm trong khoảng từ 5 µm đến 2 µm và đặc biệt tốt hơn là nằm trong khoảng từ 5 µm đến 500 µm. Diện tích bề mặt riêng của nó bởi phương pháp BET là nằm trong khoảng từ 20 m<sup>2</sup>/g đến 500 m<sup>2</sup>/g. Lượng các hạt vô cơ cần được sử dụng tốt hơn nếu là nằm trong khoảng từ 0,01% trọng lượng đến 5% trọng lượng và đặc biệt tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,01 % trọng lượng đến 2,0% trọng lượng so với chất hiện màu. Ví dụ cụ thể về các hạt vô cơ có thể bao gồm, ví dụ, oxit silic, alumin, titan oxit, bari titanat, magie titanat, canxi titanat, stronti titanat, kẽm oxit, thiếc oxit, cát thạch anh, đất sét, mica, đá vôi, diatomit, crom oxit, xeri oxit, colcota, antimon trioxit, magie oxit, zirconia oxit, bari sulfat, bari cacbonat, canxi cacbonat, silicon cacbua, và silicon nitrit. Trong số chúng, như là chất tạo tính chảy, ưu tiên là kết hợp các hạt mịn oxit silic kỹ nước với các hạt mịn titan oxit kỹ nước. Cụ thể, khi các hạt trong đó đường kính hạt

trung bình của cả hai các hạt là 50  $\mu\text{m}$  hoặc nhỏ hơn được sử dụng và khuấy/trộn, lực tĩnh điện và lực Van der Waals với chất hiện màu được cải thiện đáng kể. Như vậy, đã phát hiện được rằng ngay cả bằng cách khuấy trộn bên trong thiết bị này hiện ảnh được tiến hành để thu được mức điện tích mong muốn, thu được chất lượng hình ảnh tốt mà trên đó không có đóm đom đóm xuất hiện mà không nhả chất tạo tính chảy ra khỏi chất hiện màu và chất hiện màu còn lại sau khi chuyển được giảm.

Hạt mịn titan oxit có độ ổn định môi trường và độ ổn định mật độ hình ảnh tốt, nhưng có xu hướng giảm tính chất tăng điện tích ban đầu. Như vậy, khi lượng các hạt mịn titan oxit cần thêm vào là lớn hơn lượng các hạt mịn oxit silic cần thêm vào, tin rằng tác dụng phụ của nó sẽ trở nên lớn. Tuy nhiên, đã phát hiện được rằng khi lượng các hạt mịn oxit silic và các hạt mịn titan oxit cần thêm vào là nằm trong khoảng từ 0,3% trọng lượng đến 5% trọng lượng, tính chất tăng điện tích ban đầu là không bị kém đi nhiều, tính chất tăng điện tích mong muốn ban đầu thu được, có nghĩa là, ngay cả khi sao chép lặp lại, chất lượng hình ảnh ổn định thu được và việc loang chất hiện màu cũng có thể được ức chế.

Nhựa kết dính có thể được tạo ra bởi phương pháp sau đây. Rượu polyhydric (PO) và polyaxit cacboxylic (PC) được làm nóng ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 150°C đến 280°C trong sự có mặt của chất xúc tác este hoá đã biết như tetrabutoxy titanat hoặc dibutyltin oxit dưới áp suất giảm và chưng cất nước tạo ra nếu cần để tạo ra polyeste có nhóm hydroxyl. Sau đó, ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 40°C đến 140°C, polyisoxyanat (PlC) được cho phản ứng với chất này để tạo ra chất tiền trùng hợp polyeste (A) có nhóm isoxyanat. Hơn nữa, ở nhiệt độ nhiệt độ nằm trong khoảng từ 0°C đến 140°C, các amin (B) được cho phản ứng với chất tiền trùng hợp polyeste (A) để tạo ra polyeste (UMPE) được cải biến bằng liên kết ure. Phân tử lượng trung bình theo số lượng của polyeste cải biến này là nằm trong khoảng từ 1000 đến 10000 và tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1500 đến 6000. Khi phản ứng PIC và khi phản ứng A với B, dung môi cũng có thể được sử dụng nếu cần. Dung môi sử dụng được bao gồm dung môi thơm (toluen, xylen), các xeton (axeton, methyl etyl xeton, methyl isobutyl xeton), este (etyl axetat), các amit

(đimetylformamit, đimetylaxetamit), và ete (tetrahydrofuran), mà là trơ đối với isoxyanat (PlC). Khi polyeste (PE) mà chưa được cải biến bằng liên kết ure được kết hợp, PE được tạo ra theo cùng cách như đối với polyeste có nhóm hydroxyl và được hoà tan và được trộn trong dung dịch sau khi kết thúc phản ứng của UMPE.

Chất hiện màu theo sáng chế có thể được tạo ra bởi phương pháp sau đây, nhưng tất nhiên không bị giới hạn ở phương pháp đó.

#### Phương pháp trùng hợp tạo huyền phù

Theo phương pháp trùng hợp tạo huyền phù, chất hiện màu thu được bằng cách làm phân tán và/hoặc tạo nhũ tương pha monome có chứa ít nhất hợp phần chất hiện màu và/hoặc tiền hợp phần chất hiện màu trong môi trường gốc nước để tạo hạt.

Theo phương pháp này, các hạt chất hiện màu có cỡ thích hợp làm chất hiện màu, Cụ thể đường kính hạt nằm trong khoảng từ 3 µm đến 12 µm được tạo ra bằng bước tạo hạt làm phân tán hỗn hợp nguyên liệu gốc chất hiện màu chứa nhựa kết dính hoặc monome mà là nguyên liệu gốc của nó, vật liệu vô cơ nhiều lớp trong đó ít nhất một phần đã được trao đổi ion hữu cơ, chất tạo màu, thành phần sáp và chất kiểm soát điện tích trong môi trường gốc nước tạo ra các hạt hỗn hợp nguyên liệu gốc chất hiện màu, môi trường gốc nước được lấy ra khỏi các hạt chất hiện màu tạo thành và các hạt chất hiện màu được rửa và được làm khô để tạo ra chất hiện màu.

Theo một phương pháp trong đó các hạt chất hiện màu thu được trực tiếp bằng phương pháp trùng hợp tạo huyền phù, monome có thể được sử dụng để tạo nhựa kết dính, cụ thể là styren; các dẫn xuất styren như o- (m-, p-)metylstyren và m-(p-)ethylstyren; các monome gốc (met)acrylat este như methyl (met)acrylat, ethyl (met)acrylat, propyl (met)acrylat, butyl (met)acrylat, octyl (met)acrylat, đodecyl (met)acrylat, stearyl (met)acrylat, behenyl (met)acrylat, 2-ethylhexyl (met)acrylat, đimethylaminoethyl (met)acrylat và diethylaminoethyl (met)acrylat; các monome gốc en như butadien, isopren, cyclohexen, (met)acrylonitril và axit acrylic amit là tốt hơn nếu được sử dụng. Các chất này được sử dụng một mình hoặc bằng cách trộn thích hợp các monome để có nhiệt độ chuyển hóa thuỷ tinh theo lý thuyết (Tg)

nằm trong khoảng từ 40°C đến 75°C như thường được nêu trong tài liệu, Polymer Handbook phiên bản thứ hai III, các trang 139-192 (John Wiley & Son). Khi nhiệt độ chuyển hóa thuỷ tinh là thấp hơn 40°C, dễ xảy ra vấn đề về độ bền khi bảo quản và tính ổn định bền của chất hiện màu. Khi nhiệt độ vượt quá 75°C, điểm cố định của chất hiện màu tăng lên và tính chất làm cố định và khả năng tạo màu bị suy giảm. Ngoài ra, theo sáng chế, được ưu tiên nếu sử dụng chất liên kết chéo khi tổng hợp nhựa kết dính để tăng độ bền cơ học và khả năng tạo màu của chất hiện màu.

Chất liên kết chéo được dùng cho chất hiện màu theo sáng chế bao gồm divinyl benzen, bis(4 acryloxypolyethoxyphenyl)propan, etylen glycol diacrylat, 1,3 butylen glycol diacrylat, 1,4-butandiol diacrylat, 1,5-pentanediol diacrylat, 1,6-hexanediol diacrylat, neopentyl glycol diacrylat, dietylen glycol diacrylat, trietylen glycol diacrylat, tetraetylen glycol diacrylat, polyetylen glycol "200, #400 #600 diacrylat, dipropylen glycol diacrylat, diacrylat dạng polyeste (MANDA, Nippon Kayaku Co., Ltd.), và các chất trong đó acrylat nêu trên đã được thay thành metacrylat) làm các chất liên kết chéo hai nhóm chức.

Các chất liên kết chéo đa chức bao gồm pentaerytritol triacrylat, trimetyloletan triacrylat, trimetylolpropan triacrylat, tetrametylolmetan tetraacrylat, oligoeste acrylat và metacrylat của nó, 2,2-bis(4-metacryloxy, polyethoxyphenyl)propan, diallyl phtalat, triallyl xyanurat, triallyl isoxyanurat và triallyl trimeritat.

#### Phương pháp kết tụ trùng hợp tạo nhũ tương

Theo phương pháp kết tụ trùng hợp tạo nhũ tương, chất hiện màu thu được bằng cách làm phân tán và/hoặc tạo nhũ tương pha dầu hoặc pha monome có chứa ít nhất hợp phần chất hiện màu hoặc tiền hợp phần chất hiện màu trong môi trường gốc nước để tạo hạt.

Chất hiện màu để hiện hình ảnh nạp tĩnh điện theo sáng chế có thể dễ dàng tạo ra tác dụng theo sáng chế khi được tạo ra bởi phương pháp kết tụ trùng hợp tạo nhũ tương trong đó nhựa được tạo ra bằng cách trùng hợp tạo nhũ tương, được kết tụ \ cùng với hệ phân tán của vật liệu vô cơ nhiều lớp trong đó ít nhất một phần đã

được trao đổi ion hữu cơ, sắc tố và chất nhả, và sau đó chất hiện màu được tạo ra bởi phương pháp kết tụ trùng hợp tạo nhũ tương để làm nóng chảy và kết hợp.

Phương pháp kết tụ trùng hợp tạo nhũ tương bao gồm bước điều chế (còn được gọi là "bước kết tụ") của hệ phân tán hạt đã kết tụ, trong đó hệ phân tán hạt nhựa được tạo ra bằng cách trùng hợp tạo nhũ tương, hệ phân tán được điều chế tách riêng của vật liệu vô cơ nhiều lớp trong đó ít nhất một phần đã được trao đổi ion hữu cơ và chất tạo màu, và nếu cần hệ phân tán của chất nhả được trộn, và ít nhất các hạt nhựa, vật liệu vô cơ nhiều lớp trong đó ít nhất một phần đã được trao đổi ion hữu cơ và chất tạo màu được kết tụ để tạo thành các hạt kết tụ; và bước (được gọi là "bước làm nóng chảy") để tạo ra các hạt chất hiện màu bằng cách làm nóng và làm nóng chảy các hạt kết tụ.

Trong bước kết tụ, hệ phân tán hạt nhựa, vật liệu vô cơ nhiều lớp trong đó ít nhất một phần đã được trao đổi ion hữu cơ, hệ phân tán chất tạo màu và nếu cần hệ phân tán chất nhả được trộn qua lại và các hạt nhựa được kết tụ để tạo thành các hạt kết tụ. Các hạt kết tụ được tạo ra bằng cách kết tụ khác loại, và khi đó, có thể thêm vào các hợp chất có điện tích hoá trị đơn hoặc hơn, như các kim loại và chất hoạt động bề mặt dạng ion có khả năng phân cực khác nhau từ các hạt kết tụ để làm ổn định, và việc kiểm soát đường kính hạt/sự phân phôi cỡ hạt của các hạt kết tụ. Trong bước làm nóng chảy, việc làm nóng chảy được tiến hành bằng cách làm nóng đến nhiệt độ bằng hoặc lớn hơn nhiệt độ chuyển hoá thuỷ tinh của nhựa trong các hạt kết tụ.

Trước bước làm nóng chảy, bước làm kết dính có thể được tiến hành trong đó các hạt bám dính được tạo ra bằng cách thêm và trộn hệ phân tán hạt mịn khác vào hệ phân tán hạt đã kết tụ và làm kết dính đồng đều các hạt mịn vào bề mặt của các hạt kết tụ. Bước làm kết dính khác nữa có thể được tiến hành trong đó các hạt bám dính được tạo ra bằng cách thêm và trộn vật liệu vô cơ nhiều lớp trong đó ít nhất một phần đã được trao đổi ion hữu cơ vào hệ phân tán hạt đã kết tụ và làm kết dính đồng đều vật liệu vô cơ nhiều lớp trong đó ít nhất một phần đã được trao đổi ion hữu cơ trên bề mặt của các hạt kết tụ. Để kết dính chắc chắn vật liệu vô cơ nhiều lớp trong đó ít nhất một phần đã được trao đổi ion hữu cơ, bước làm kết dính

khác có thể được tiến hành trong đó các hạt bám dính được tạo ra bằng cách thêm và trộn hệ phân tán hạt mịn khác và làm kết dính đồng đều các hạt mịn trên bề mặt của các hạt kết tụ sau khi kết dính vật liệu vô cơ nhiều lớp trong đó ít nhất một phần đã được trao đổi ion hữu cơ. Các hạt bám dính này được làm nóng chảy bằng cách làm nóng đến nhiệt độ bằng hoặc lớn hơn nhiệt độ chuyển hóa thuỷ tinh của nhựa như trường hợp nêu trên để tạo thành các hạt nóng chảy.

Các hạt nóng chảy được làm nóng chảy trong bước làm nóng chảy có mặt dưới dạng hệ phân tán hạt nóng chảy có màu trong môi trường gốc nước. Các hạt nóng chảy được loại bỏ ra khỏi môi trường gốc nước trong bước rửa cũng như các tạp chất làm nhiễm bẩn được loại bỏ trong các bước này. Sau đó, các hạt nóng chảy được làm khô để tạo ra chất hiện màu để tạo ra điện tích tĩnh điện dưới dạng bột.

Trong bước rửa, nước axit, hoặc nước bazơ trong một số trường hợp được thêm vào và khuấy một vài lần so với các hạt nóng chảy, mà sau đó được lọc để thu được hàm lượng rắn. Nước được tinh chế một vài lần so với hàm lượng rắn được thêm vào đó, mà sau đó được lọc. Quy trình này được lặp lại một vài lần cho đến khi độ pH của phần lọc sau khi lọc bằng khoảng 7 để tạo ra các hạt chất hiện màu có màu. Trong bước làm khô, các hạt chất hiện màu thu được trong bước rửa được làm khô ở nhiệt độ thấp hơn nhiệt độ chuyển hóa thuỷ tinh. Khi đó, nếu cần, không khí làm khô được cho tuần hoàn hoặc thực hiện làm nóng trong điều kiện chân không.

Theo sáng chế, để làm ổn định khả năng phân tán của hệ phân tán hạt nhựa, hệ phân tán chất tạo màu và hệ phân tán chất nhả, hợp chất vòng béo này của muối kim loại hữu cơ là chất nhũ hoá theo sáng chế có thể được sử dụng trực tiếp. Tuy nhiên, khi do khả năng ổn định phụ thuộc độ pH của hệ phân tán chất tạo màu và hệ phân tán chất nhả, khả năng phân tán không luôn luôn ổn định trong điều kiện kiềm, chất hoạt động bề mặt với lượng nhất định có thể được sử dụng do khả năng ổn định theo thời gian của hệ phân tán hạt nhựa.

Chất hoạt động bề mặt bao gồm, ví dụ, chất hoạt động bề mặt anion như các chất hoạt động gốc muối sulfat este, gốc muối sulfonat, gốc phosphat este và gốc

xà phòng; các chất hoạt động bề mặt cation như các chất hoạt động bề mặt dạng muối amin và dạng muối amoni bậc bốn; chất hoạt động bề mặt không ion như các chất hoạt động bề mặt gốc glycol polyetylen, gốc sản phẩm cộng alkylphenoletylen oxit và gốc rượu đa hoá trị. Trong số chúng, chất hoạt động bề mặt dạng ion được ưu tiên, và chất hoạt động bề mặt anion và chất hoạt động bề mặt cation được ưu tiên hơn. Trong chất hiện màu theo sáng chế, chất hoạt động bề mặt anion có lực phân tán mạnh và khả năng phân tán các hạt nhựa và chất tạo màu tốt, và chất hoạt động bề mặt cation là được ưu tiên làm chất hoạt động bề mặt để phân tán chất nhả. Chất hoạt động bề mặt không ion tốt hơn nếu được kết hợp với chất hoạt động bề mặt anion hoặc chất hoạt động bề mặt cation. Chất hoạt động bề mặt có thể được sử dụng một mình hoặc ở dạng kết hợp của hai hoặc hon.

Ví dụ cụ thể về chất hoạt động bề mặt anion bao gồm các xà phòng của axit béo như kali laurat, natri oleat và dầu thầu dầu natri; sulfat este như octyl sulfat, lauryl sulfat và nonylphenyl ete sulfat; natri alkyl naphtalen sulfonat như lauryl sulfonat, đodexylbenzen sulfonat, triisopropynaphtalen sulfonat, dibutynaphtalen sulfonat; các muối sulfonat như phần ngưng tụ naphtalen sulfonat formalin, monoocetyl sulfosucxinat, dioctyl sulfosucxinat, laurat amid sulfonat và oleat amid sulfonat; phosphat este như lauryl phosphat, isopropyl phosphat và nonylphenyl ete phosphat; các muối dialkyl sulfosucxinat như natri dioctyl sulfosucxinat; và các muối sulfosucxinat như lauryl dinatri sulfosucxinat.

Ví dụ cụ thể về chất hoạt động bề mặt cation bao gồm các muối amin như các muối amin hydroclorua lauryl, các muối stearyl amin hydroclorua, các muối oleyl amin axetat, các muối stearyl amin axetat và các muối stearylaminopropylamin axetat; các muối amoni bậc bốn như lauryltrimethyl amoni clorua, dilauryldimethyl monium clorua, distearyl amoni clorua, distearylaimetyl amoni clorua, lauryldihydroxydiethylmethyl amoni clorua, oleylbispolyoxyetylenmethyl amoni clorua, lauroylaminopropyldimetyletyl amoni ethosulfat, lauroylaminopropyldimethylhydroxyethyl amoni perchlorat, alkyl benzedimethyl amoni clorua và alkyl trimetyl amoni clorua.

Ví dụ cụ thể về chất hoạt động bề mặt không ion bao gồm alkyl ete như polyoxyetylen octyl ete, polyoxyetylen lauryl ete, polyoxyetylen stearyl ete và polyoxyetylen oleyl ete; alkyl phenyl ete như polyoxyetylen octylphenyl ete và polyoxyetylen nonylphenyl ete; alkyl este như polyoxyetylen laurat, polyoxyetylen stearat và polyoxyetylen oleat; các alkyl amin như polyoxyetylen laurylamino ete, polyoxyetylen stearyl amino ete, polyoxyetylen oleylamino ete, polyoxyetylen amino ete đậu tương và polyoxyetylen amino ete mỡ bò; các alkyl amit như polyoxyetylen laurat amit, polyoxyetylen stearat amit và polyoxyetylen oleat amit; các ete dầu thực vật như polyoxyetylen ete dầu thầu dầu và polyoxyetylen ete dầu cải dầu; các alkanol amit như laurat dietanol amit, stearat dietanol amit và oleat dietanol amit; sorbitan este ete như polyoxyetylen sorbitan monolaurat, polyoxyetylen sorbitan monopalmitat, polyoxyetylen sorbitan monostearat và polyoxyetylen sorbitan monooleat.

Hàm lượng của chất hoạt động bề mặt trong mỗi hệ phân tán có thể là lượng mà không ức chế đặc tính của chất hiện màu theo sáng chế, thường là lượng nhỏ, nằm trong khoảng từ 0,01% trọng lượng đến 1% trọng lượng, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,02% trọng lượng đến 0,5% trọng lượng và tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 0,1% trọng lượng đến 0,2% trọng lượng. Khi hàm lượng là nhỏ hơn 0,01% trọng lượng, việc kết tụ đôi khi xuất hiện đặc biệt là ở trạng thái trong đó pH của hệ phân tán hạt nhựa là không đủ kiềm. Trong trường hợp của hệ phân tán chất tạo màu và hệ phân tán chất nhả, hàm lượng của nó là nằm trong khoảng từ 0,01% trọng lượng đến 10% trọng lượng, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1% trọng lượng đến 5% trọng lượng và tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 0,5% trọng lượng đến 0,2% trọng lượng. Khi hàm lượng là nhỏ hơn 0,01% trọng lượng, các hạt cụ thể được nhả bởi vì độ ổn định khi kết tụ là khác nhau giữa các hạt. Khi nó vượt quá 10% trọng lượng, sự phân bố theo cỡ hạt của các hạt trở nên rộng và việc kiểm soát đường kính hạt trở nên khó khăn, mà là không được ưu tiên.

Trong chất hiện màu theo sáng chế, có thể thêm vào các hạt mịn khác như các chất bổ sung trong, các chất kiểm soát điện tích, các hạt vô cơ, các hạt hữu cơ, các chất làm tròn và các chất làm bóng khác nhựa, chất tạo màu và chất nhả.

Chất bồ sung trong được sử dụng với lượng mà không úc ché tính chất tích điện là tính chất của chất hiện màu, và bao gồm, ví dụ, các kim loại và hợp kim chứa sắt ferit, quặng sắt từ, sắt đã khử, coban, mangan và nikén, và vật liệu từ như các hợp chất chứa các kim loại này.

Chất kiểm soát điện tích là không bị giới hạn cụ thể, và trong chất hiện màu, tốt hơn nếu sử dụng các chất không màu hoặc ít màu. Ví dụ, các hợp chất muối amoni bậc bốn, các hợp chất gốc nigrosin, các thuốc nhuộm được tạo ra từ phức hợp với nhôm, sắt hoặc crom và sắc tố gốc triphenylmetan được sử dụng.

Các hạt vô cơ bao gồm, ví dụ, tất cả các hạt của oxit silic, titania, canxi cacbonat, magie cacbonat, tricanxi cacbonat và xeri oxit thường được sử dụng làm chất bồ sung ngoài cho bề mặt chất hiện màu. Các hạt hữu cơ bao gồm, ví dụ, tất cả các hạt của nhựa gốc vinyl, các nhựa polyeste và nhựa silicon thường được sử dụng làm chất bồ sung ngoài cho bề mặt chất hiện màu. Các hạt vô cơ và các hạt hữu cơ này có thể được sử dụng làm chất trợ giúp tinh chảy và chất trợ giúp làm sạch. Chất làm tròn bao gồm, ví dụ, axit amit béo như etylen bis-stearat amit và oleat amit, và các muối kim loại của axit béo như canxi stearat. Chất làm bóng bao gồm, ví dụ, oxit silic, alumin và xeri oxit nêu trên.

Khi hệ phân tán hạt nhựa, hệ phân tán của vật liệu vô cơ nhiều lớp trong đó ít nhất một phần đã được trao đổi ion hữu cơ, hệ phân tán chất tạo màu và hệ phân tán chất nhả được trộn như nêu trên, hàm lượng của chất tạo màu có thể là 50% trọng lượng hoặc nhỏ hơn và tốt hơn nếu là nằm trong khoảng từ 2% trọng lượng đến 40% trọng lượng. Hàm lượng của vật liệu vô cơ nhiều lớp trong đó ít nhất một phần đã được trao đổi ion hữu cơ tốt hơn nếu là nằm trong khoảng từ 0,05% trọng lượng đến 10% trọng lượng. Hàm lượng của thành phần khác có thể là lượng mà không úc ché chất hiện màu theo sáng ché, thường là lượng cực nhỏ, và cụ thể trong giới hạn từ 0,01 % trọng lượng đến 5% trọng lượng và tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,5% trọng lượng đến 2% trọng lượng.

Theo sáng ché, môi trường gốc nước được dùng làm môi trường phân tán của hệ phân tán hạt nhựa, hệ phân tán của vật liệu vô cơ nhiều lớp trong đó ít nhất một phần đã được trao đổi ion hữu cơ, hệ phân tán chất tạo màu, hệ phân tán chất

nhả và hệ phân tán thành phần khác. Ví dụ cụ thể về môi trường gốc nước bao gồm, ví dụ, nước như nước cất và nước trao đổi ion, và rượu. Các môi trường này có thể được sử dụng một mình hoặc ở dạng kết hợp của hai hoặc nhiều hơn hai.

Trong bước điều chế hệ phân tán hạt đã kết tụ theo sáng chế, các hạt kết tụ có thể được điều chế bằng cách điều chỉnh lực tạo nhũ tương của chất nhũ hoá với độ pH tạo ra việc kết tụ. Đồng thời, chất kết tụ có thể được thêm vào cho phương pháp để thu được các hạt kết tụ một cách ổn định và nhanh và thu được các hạt kết tụ có mức phân bố theo cỡ hạt hẹp hơn. Chất kết tụ tốt hơn nếu là hợp chất có điện tích hoá trị một hoặc hơn, và cụ thể bao gồm chất hoạt động bề mặt tan trong nước như chất hoạt động bề mặt không ion; các axit như axit clohyđric, axit sulfuric, axit nitric, axit axetic và axit oxalic; các muối kim loại của các axit vô cơ như magie clorua, natri clorua, nhôm sulfat, canxi sulfat, amoni sulfat, nhôm nitrat, bạc nitrat, đồng sulfat và natri cacbonat; các muối kim loại của các axit béo hoặc các axit thơm như natri axetat, kali fomat, natri oxalat, natri phtalat và kali salixylat; các muối kim loại của phenol như natri phenolat; các muối kim loại của các axit amin; các muối axit vô cơ của các axit béo hoặc các amin thơm như các muối trietanolamin hydroclorua và các muối anilin hydroclorua. Xét đến độ ổn định của các hạt kết tụ, độ ổn định với nhiệt và với thời gian của chất kết tụ và việc bị loại bỏ khi rửa, muối kim loại của axit vô cơ được ưu tiên về khả năng thực hiện và sử dụng.

Lượng của các chất kết tụ cần thêm vào thay đổi tùy theo hoá trị của điện tích, thường là lượng nhỏ, và là khoảng 3% trọng lượng hoặc nhỏ hơn trong trường hợp của điện tích hoá trị đơn, khoảng 1% trọng lượng hoặc nhỏ hơn trong trường hợp của điện tích hoá trị hai, khoảng 0,5% trọng lượng hoặc nhỏ hơn trong trường hợp của điện tích hoá trị ba. Lượng nhỏ hơn của chất kết tụ cần thêm vào được ưu tiên hơn, và hợp chất có hoá trị cao hơn là thích hợp hơn bởi vì lượng cần thêm vào có thể được giảm.

Phương pháp phân tán là không bị giới hạn cụ thể, và thiết bị đã biết như thiết bị có chế độ cắt tốc độ thấp, chế độ cắt tốc độ cao, chế độ ma sát, chế độ phun tia áp suất cao và chế độ nghiền siêu âm có thể được sử dụng. Chế độ cắt tốc độ

cao được ưu tiên để tạo ra đường kính hạt của hệ phân tán nằm trong khoảng từ 2 µm đến 20 µm. Khi máy phân tán có chế độ cắt tốc độ cao được sử dụng, tần số quay là không bị giới hạn cụ thể, thường là nằm trong khoảng từ 1000 vòng/phút đến 30000 vòng/phút và tốt hơn là nằm trong khoảng từ 5000 vòng/phút đến 20000 vòng/phút. Thời gian phân tán là không bị giới hạn cụ thể, và đối với hệ theo mẻ, thường là nằm trong khoảng từ 0,1 phút đến 5 phút. Nhiệt độ khi phân tán thường là nằm trong khoảng từ 0°C đến 150°C (tạo áp suất) và tốt hơn là nằm trong khoảng từ 40°C đến 98°C. Nhiệt độ cao hơn được ưu tiên bởi vì độ nhớt của hệ phân tán được tạo ra từ ure-polyeste cải biến và chất tiền trùng hợp (A) là thấp và làm phân tán dễ dàng.

Lượng môi trường gốc nước cần được sử dụng thường là nằm trong khoảng từ 50 phần trọng lượng đến 2000 phần trọng lượng và tốt hơn là nằm trong khoảng từ 100 phần trọng lượng đến 1000 phần trọng lượng so với 100 phần trọng lượng của thành phần hợp phần hiện màu có chứa polyeste như ure polyeste cải biến và chất tiền trùng hợp (A). Khi nó là nhỏ hơn 50 phần trọng lượng, trạng thái phân tán của hợp phần chất hiện màu là kém và các hạt chất hiện màu có đường kính hạt mong muốn là không thu được. Khi nó vượt quá 2000 phần trọng lượng, thì không kinh tế. Chất phân tán có thể được sử dụng nếu cần. Tốt hơn, nếu sử dụng chất phân tán bởi vì sự phân bố theo cỡ hạt trở nên rõ nét và hệ phân tán là ổn định.

Các chất phân tán khác nhau được sử dụng để nhũ hoá hoặc phân tán pha dầu trong đó hợp phần chất hiện màu đã được phân tán trong chất lỏng chứa nước. Chất phân tán này bao gồm chất hoạt động bề mặt, chất phân tán hạt mịn vô cơ và chất phân tán hạt mịn polyme.

Chất hoạt động bề mặt bao gồm chất hoạt động bề mặt anion như các muối alkylbenzen sulfonat, các muối α-olefin sulfonat và các muối phosphat, chất hoạt động bề mặt cation như các dạng muối amin như các muối alkylamin, các dẫn xuất rượu axit amino béo, các dẫn xuất axit polyamin béo và imidazolin, và muối dạng amoni bậc bốn như các muối amoni alkyltrimetyl, các muối amoni dialkyldimethyl, các muối amoni alkyldimethylbenzyl, các muối pyridinium, các muối alkyl isoquinolinium và benzethonium clorua, chất hoạt động bề mặt không ion như các

dẫn xuất axit amit béo và các dẫn xuất rượu đa hoá trị, và chất hoạt động bề mặt lưỡng tính như alanin, đodexyldi(aminoethyl) glyxin, đi(octylaminoethyl)glyxin và N-alkyl N,N-dimethylamoni betain.

Bằng cách sử dụng chất hoạt động bề mặt có nhóm floalkyl, có thể thu được tác dụng với các lượng cực nhỏ. Chất hoạt động bề mặt anion có nhóm floalkyl tốt hơn được sử dụng bao gồm axit floalkyl cacboxylic có từ 2 đến 10 nguyên tử cacbon và các muối kim loại của nó, perflooctansulfonyl dinatri glutamat, 3-[omega floalkyl(từ C6 đến C11)oxy]-1-alkyl(từ C3 đến C4) natri sulfonat, 3 [omega-floalkanoyl(từ C6 đến C8)-N-ethylamino]-1-propan natri sulfonat, floalkyl (từ C11 đến C20) axit cacboxylic và các muối kim loại của nó, axit perfloalkyl cacboxylic (từ C7 đến C13) và các muối kim loại của nó, các axit perfloalkyl (từ C4 đến C12) sulfonic và các muối kim loại của nó, axit perflooctan sulfonic dietanol amit, N-propyl-N-(2 hydroxyethyl)perfluoroactansulfonamit, các muối amoni perfluoroalkyl(từ C6 đến C10)sulfonamitpropyltrimetyl, các muối perfloalkyl(từ C6 đến C16)-N-ethylsulfonyl glyxin và monoperfloalkyl(từ C6 đến C16)etyl phosphat este.

Các tên thương phẩm bao gồm Surflon S-111, S-112, S-113 (được cung cấp bởi hãng Asahi Glass Co., Ltd.), Fullard FC-93, FC-95, FC-98, FC-129 (được cung cấp bởi hãng Sumitomo 3M Ltd.), Unidain DS-101, DS-102 (được cung cấp bởi hãng Daikin Industries, Ltd.), Megafac F-110, F-120, F-113, F-191, F 812, F-833 (được cung cấp bởi hãng Dainippon Ink And Chemicals, Incorporated), F-Top EF-102, 103, 104, 105, 112, 123A, 123B, 306A, 501, 201, 204 (được cung cấp bởi hãng Tohchem Products Co., Ltd.), Ftergent F-I00, F-150 (được cung cấp bởi hãng Neos Corporation).

Các chất hoạt động bề mặt cation bao gồm các axit amin bậc một, bậc hai béo hoặc bậc hai, các muối amoni bậc bốn béo như các muối amoni perfloalkyl(từ C6 đến C10)sulfonamit propyltrimetyl, các muối benzalkonium béo, các muối benzethonium clorua, pyridinium và các muối imidazolium, như tên thương phẩm, Surflon S-121 (được cung cấp bởi hãng Asahi Glass Co., Ltd.), Fullard FC-135 (được cung cấp bởi hãng Sumitomo 3M Ltd.), Unidain DS-202 (được cung cấp bởi

hãng Daikin Industries, Ltd.), Megafac F-150, F-824 (được cung cấp bởi hãng Dainippon Ink And Chemicals, Incorporated), F-Top EF-132 (được cung cấp bởi hãng Tohchem Products Co., Ltd.) và Ftergent F-300 (được cung cấp bởi hãng Neos Corporation) .

Để làm các chất phân tán hợp chất vô cơ ít tan trong nước, tricacxi phosphat, cacxi cacbonat, titan oxit, silic oxit dạng keo và hydroxyapatit có thể được sử dụng.

Đã xác nhận rằng polyme hạt mịn có cùng tác dụng như chất phân tán vô cơ. Ví dụ, các hạt mịn MMA polyme 1 µm và 3 µm, các hạt mịn styren 5 µm và 2 µm, polyme hạt mịn styren-acrylonitril 1 µm (PB-200H [được cung cấp bởi hãng Kao Corporation], SGP [được cung cấp bởi hãng Soken], Technopolyme SB [được cung cấp bởi hãng Sekisui Chemical Co., Ltd.], SGP-3G [được cung cấp bởi hãng Soken], Micropearl [Sekisui Fine Chemical]) được sử dụng.

Đối với chất phân tán sử dụng được bằng cách kết hợp với chất phân tán vô cơ và polyme hạt mịn nêu trên, hệ phân tán các giọt lỏng có thể được làm ổn định bởi chất keo bảo vệ gốc polyme. Ví dụ, các axit như axit acrylic, axit metacrylic, axit  $\alpha$ -xyanoacrylic, axit  $\alpha$ -xyanometacrylic, axit itaconic, axit crotonic, axit fumaric, axit maleic và axit maleic anhydrua; hoặc (met)acrylic monome có nhóm hydroxyl, ví dụ,  $\beta$ -hydroxyethyl acrylat,  $\beta$ -hydroxyethyl metacrylat,  $\beta$ -hydroxypropyl acrylat,  $\beta$ -hydroxypropyl metacrylat,  $\gamma$ -hydroxypropyl acrylat,  $\gamma$ -hydroxypropyl metacrylt, 3-clo hydroxypropyl acrylat, 3-clo-hydroxypropyl metacrylat, dietylen glycol mono acrylat este, dietylen glycol monometacrylat este, glyxerin mono acrylat este, glyxerin monometacrylat este, N-metylol acrylamit và N-metylol metacrylamit; rượu vinyl hoặc ete với rượu vinyl, ví dụ, vinyl methyl ete, vinyl etyl ete và vinyl propyl ete, hoặc este của các hợp chất chứa rượu vinyl và nhóm cacboxyl, ví dụ, vinyl axetat, vinyl propionat và vinyl butyrat; các homopolyme hoặc các copolyme của các chất có nguyên tử nitơ hoặc dị vòng của nó, ví dụ, acrylamit, metacrylamit, điaxeton acrylamit hoặc các hợp chất methylol của nó, clorua như axit acrylic clorua và axit metacrylic clorua, vinyl pyridin, vinyl pyrrolidon, vinyl imidazol và etylen imin; các hợp chất gốc polyoxyetylen như

polyoxyetylen, polyoxypropylen, polyoxyetylen alkylamin, polyoxypropylen alkylamin, polyoxyetylen alkylamit, polyoxypropylen alkylamit, polyoxyetylen nonylphenyl ete, polyoxyetylen laurylphenyl ete, polyoxyetylen stearylphenyl ete và polyoxyetylen nonylphenyl este; và các xelluloza như metylxenluloza, hydroxyetylxeñluloza và hydroxypropylxeñluloza và dạng tương tự có thể được sử dụng.

Các hạt chất hiện màu thay đổi về hình dạng được tạo ra bằng cách khuấy và làm co hệ phân tán đã tạo nhũ tương thu được (chất phản ứng) ở giới hạn nhiệt độ không đổi thấp hơn nhiệt độ chuyển hóa thuỷ tinh của nhựa ở giới hạn nồng độ dung môi hữu cơ để tạo ra các hạt cộng sinh, sau đó, tăng dần nhiệt độ của toàn bộ hệ trong điều kiện khuấy dòng chảy nhiều tầng để loại dung môi hữu cơ, và tiến hành khử dung môi. Khi hợp chất như muối canxi phosphat mà được hoà tan trong axit hoặc kiềm được dùng làm chất ổn định phân tán, muối canxi phosphat được lấy ra khỏi các hạt mịn bằng cách hoà tan muối canxi phosphat trong axit như axit clohyđric và sau đó rửa bằng nước. Ngoài ra, muối cũng có thể được loại ra bằng cách phân giải bằng enzym.

Khi chất phân tán được sử dụng, chất phân tán có thể được giữ lại trên bề mặt của hạt chất hiện màu.

Ngoài ra, để giảm độ nhót của hệ phân tán chúa thành phần hợp phần hiện màu, có thể sử dụng dung môi trong đó polyeste như ure-polyeste cải biến và chất tiền trùng hợp (A) được hoà tan. Tốt hơn nếu nó được sử dụng làm dung môi bởi vì sự phân bố theo cỡ hạt trở nên rõ nét.

Tốt hơn, nếu dung môi có nhiệt độ sôi nhỏ hơn 100°C và là dễ bay hơi để dễ loại bỏ chúng. Để làm dung môi, ví dụ,toluen, xylen, benzen, cacbon tetrachlorua, metylen clorua, 1,2-đicloetan, 1,1,2-tricloetan, tricloetylen, cloform, monoclobenzen, đicloetyliden, methyl axetat, etyl axetat, methyl etyl xeton và methyl isobutyl xeton có thể được sử dụng một mình hoặc ở dạng kết hợp của hai hoặc hơn. Cụ thể, dung môi thơm như toluen và xylen, và hydrocacbon đã halogen hoá như metylen clorua, 1,2-đicloetan, cloform và cacbon tetrachlorua được ưu tiên. Lượng dung môi cần được sử dụng thường là nằm trong khoảng từ 0 phần đến 300

phần, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0 phần đến 100 phần và tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 25 phần đến 70 phần so với 100 phần của chất tiền trùng hợp (A). Khi dung môi được sử dụng, dung môi được loại bỏ ra khỏi chất phản ứng dưới áp suất khí quyển hoặc áp suất giảm dần sau khi phản ứng giãn nở và/hoặc liên kết chéo polyeste cải biến (chất tiền trùng hợp) với amin.

Thời gian phản ứng của phản ứng giãn nở và/hoặc liên kết chéo được chọn, ví dụ, tùy theo khả năng phản ứng bằng cách kết hợp cấu trúc nhóm isoxyanat trong chất tiền trùng hợp (A) với các amin (B), thường là nằm trong khoảng từ 10 phút đến 40 giờ và tốt hơn là nằm trong khoảng từ 2 giờ đến 24 giờ. Nhiệt độ phản ứng thường nằm trong khoảng từ 0°C đến 150°C và tốt hơn là nằm trong khoảng từ 40°C đến 98°C. Chất xúc tác đã biết có thể được sử dụng nếu cần. Cụ thể, dibutyl thiếc laurat và dioctyl thiếc laurat được sử dụng. Để làm chất làm giãn nở và/hoặc chất liên kết chéo, các amin (B) nêu trên được sử dụng.

Theo sáng chế, trước khi khử dung môi từ hệ phân tán (dung dịch phản ứng) sau khi phản ứng giãn nở và/hoặc liên kết chéo, tốt hơn nếu các hạt cộng sinh được tạo ra bằng cách khuấy và làm co hệ phân tán ở giới hạn nhiệt độ không đổi thấp hơn nhiệt độ chuyển hóa thuỷ tinh của nhựa ở giới hạn nồng độ dung môi hữu cơ, hình dạng được xác nhận, và sau đó khử dung môi được tiến hành ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 10°C đến 50°C. Chất hiện màu được thay đổi về hình dạng bằng cách khuấy chất lỏng trước khi loại dung môi. Điều kiện này không phải điều kiện tuyệt đối, và cần lựa chọn điều kiện một cách thích hợp. Khi nồng độ của dung môi hữu cơ chứa trong quá trình nghiên tạo hạt là cao, bằng cách giảm độ nhớt của chất lỏng được tạo nhũ tương, hình dạng hạt dễ trở thành dạng hình cầu khi các giọt lỏng được kết hợp. Khi nồng độ của dung môi hữu cơ chứa trong quá trình nghiên tạo hạt là thấp, độ nhớt của các giọt lỏng là cao và các giọt lỏng không tạo thành một hạt trọn vẹn để loại bỏ. Như vậy, không cần đặt điều kiện tối ưu, và hình dạng chất hiện màu có thể được kiểm soát một cách thích hợp bằng cách chọn điều kiện. Ngoài ra, có thể kiểm soát hình dạng bởi hàm lượng của vật liệu vô cơ nhiều lớp đã trao đổi hữu cơ. Tốt hơn nếu vật liệu vô cơ nhiều lớp đã trao đổi hữu cơ chiếm từ 0,05% đến 10% chất rắn trong dung dịch hoặc hệ phân tán. Khi hàm lượng của nó

là nhỏ hơn 0,05%, độ nhót đích của pha dầu là không thu được và hình dạng đích là không thu được. Do độ nhót thấp của các giọt lỏng, ngay cả khi các giọt lỏng được cộng sinh trong khi khuấy và làm co, hạt cộng sinh đích là không thu được và các giọt lỏng trở thành dạng hình cầu. Khi nó vượt quá 10%, tính chất sản xuất bị suy giảm, độ nhót của các giọt lỏng trở nên quá cao, hạt cộng sinh là không thu được và hơn nữa khả năng cố định bị suy giảm.

Ngoài ra, tỷ lệ Dv/Dn của đường kính hạt trung bình theo thể tích (Dv) với đường kính hạt trung bình theo số lượng (Dn) có thể được kiểm soát bằng cách điều chỉnh độ nhót lớp nước, độ nhót lớp dầu, các tính chất của các hạt nhựa mịn và lượng cần thêm vào. Dv và Dn có thể được kiểm soát bằng cách điều chỉnh các tính chất và lượng của các hạt nhựa mịn cần thêm vào.

Chất hiện màu theo sáng chế có thể được sử dụng làm thuốc hiện hình ảnh hai thành phần. Trong trường hợp này, chất hiện màu có thể được sử dụng bằng cách kết hợp với chất mang từ tính. Tỷ lệ của chất hiện màu với chất mang chứa trong thuốc hiện hình ảnh tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 1 phần trọng lượng đến 10 phần trọng lượng của chất hiện màu so với 100 phần trọng lượng của chất mang. Đối với chất mang từ tính, bột sắt, bột sắt ferit, bột quặng sắt từ và các chất mang nhựa có từ tính có đường kính hạt nằm trong khoảng từ 20  $\mu\text{m}$  đến 200  $\mu\text{m}$  mà là đã biết theo cách thông thường có thể được sử dụng. Vật liệu phủ bao gồm nhựa gốc amino, ví dụ, nhựa ure formaldehyd, nhựa melamin, nhựa benzoguanamin, nhựa ure, nhựa polyamit và nhựa epoxy. Tương tự, nhựa gốc polyvinyl và polyvinyliden, ví dụ, nhựa acryl, nhựa polymetyl metacrylat, nhựa polyacrylonitril, nhựa polyvinyl axetat, nhựa rượu polyvinyllic, nhựa polyvinyl butyral, nhựa gốc polystyren như nhựa polystyren và nhựa styren acryl copolyme, nhựa olefin đã halogen hoá như polyvinyl clorua, nhựa gốc các polyeste như nhựa polyetylen terephthalat và nhựa polybutylen terephthalat, nhựa gốc polycacbonat, nhựa polyetylen, các flo terpolyme như nhựa polyvinyl florua, polyvinyliden florua, nhựa poly trifloetylen, nhựa polyhexaflopropylene, copolyme của vinyliden florua và acryl monome, copolyme của vinyliden florua và vinyl florua và terpolyme của tetrafloetylen và vinyliden florua và monome không florua, và

silicon có thể được sử dụng. Nếu cần, bột dãnh có thể được chứa trong nhựa bao phủ. Để làm bột dãnh, bột kim loại, muội cacbon, titan oxit, thiếc oxit và kẽm oxit có thể được sử dụng. Tốt hơn là, bột dãnh này có đường kính hạt trung bình là 1 $\mu\text{m}$  hoặc nhỏ hơn. Khi đường kính hạt trung bình là lớn hơn 1 $\mu\text{m}$ , sẽ khó kiểm soát điện trở.

Chất hiện màu theo sáng chế cũng có thể được sử dụng làm chất hiện màu từ tính một thành phần không sử dụng chất mang hoặc làm chất hiện màu không từ tính.

Bằng cách sử dụng chất hiện màu theo sáng chế, có thể tiến hành việc làm sạch tốt.

Chất hiện màu khô theo sáng chế có tính chất làm cố định tốt ở nhiệt độ thấp, kiểm soát chính xác điện tích, được giữ lại với lượng nhỏ sau khi chuyển trong thiết bị nhờ sử dụng lưỡi làm sạch và tạo hình ảnh có chất lượng cao và độ phân giải cao.

#### Ví dụ

Sáng chế sẽ được mô tả tiếp bởi các ví dụ dưới đây, nhưng sáng chế không bị giới hạn ở các ví dụ này. Dưới đây, "phần" thể hiện "phần theo trọng lượng".

#### Ví dụ 1

Trong ngăn phản ứng được trang bị ống làm nguội, bộ phận khuấy và ống dãnh nitơ, 229 phần sản phẩm cộng bisphenol A etylen oxit 2 mol, 529 phần sản phẩm cộng bisphenol A propylen oxit 3 mol, 208 phần axit terephthalic, 46 phần axit adipic và 2 phần dibutyl thiếc oxit được thay thế, và được cho phản ứng ở 230°C trong 8 giờ dưới áp suất khí quyển. Sau đó, phản ứng được tiến hành dưới áp suất giảm dần từ 10 mmHg đến 15 mmHg trong 5 giờ. Sau đó, 44 phần axit trimetic anhydrua được thêm vào ngăn phản ứng và được cho phản ứng ở 180°C dưới áp suất khí quyển trong 2 giờ để tổng hợp polyeste chưa cải biến.

Nhựa polyeste chưa cải biến thu được có phân tử lượng trung bình theo số lượng là 2500, phân tử lượng trung bình theo trọng lượng là 6700, nhiệt độ chuyển hoá thuỷ tinh là 43°C và độ axit là 25 mg KOH/g.

Nước (1200 phần), 540 phần muội cacbon Printex 35 (được cung cấp bởi hãng Degussa; lượng dầu hấp thụ DBP = 42 mU100 mg, pH 9,5) và 1200 phần

nhựa polyeste chưa cải biến được trộn bằng cách sử dụng máy khuấy Henschel (được cung cấp bởi hãng Mitsui Mining Co., Ltd.). Hỗn hợp thu được được phơi trộn ở 150°C trong 30 phút bằng cách sử dụng hai con lăn, được làm giãn nở bằng cách áp dụng áp suất và làm nguội, sau đó phun bụi bằng thiết bị phun bụi để thu được hỗn hợp nước cái.

Bình phản ứng được trang bị thanh khuấy và nhiệt kế, 378 phần của polyeste chưa cải biến, 110 phần sáp cacnauba, 22 phần phức hợp kim loại salixylat E-84 (được cung cấp bởi hãng Orient Chemical Industries Ltd.) và 947 phần etyl axetat được đưa vào, và sau đó được làm nóng lên tới 80°C, được giữ ở nhiệt độ 80°C trong 5 giờ và làm nguội đến 30°C trong một giờ. Sau đó, 500 phần của hỗn hợp nước cái và 500 phần etyl axetat được đưa vào trong bình phản ứng và trộn trong một giờ để thu được dung dịch nguyên liệu gốc.

Dung dịch nguyên liệu gốc thu được (1324 phần) được chuyển sang bình phản ứng, sử dụng Ultraviscomill (được cung cấp bởi hãng Imex) của máy xay bì, các hạt zircon 0,5 mm được làm dày đến 80% thể tích, cho đi qua ba lần trong điều kiện tốc độ chuyển chất lỏng ở 1 kg/giờ và vận tốc ngoài rìa đĩa là 6 m/giây để phân tán sắc tố đỏ C.L và sáp cacnauba để tạo ra hệ phân tán sáp.

Sau đó, 1324 phần etyl axetat dung dịch chứa 65% trọng lượng của nhựa polyeste chưa cải biến được thêm vào hệ phân tán sáp. Sau đó, 3 phần vật liệu vô cơ nhiều lớp montmorillonit (Clayton APA được cung cấp bởi hãng Southern Clay Products) trong đó ít nhất một phần đã được cải biến bằng muối amoni bậc bốn có nhóm benzyl được thêm vào 200 phần hệ phân tán thu được bằng cách cho đi qua một lần nhờ sử dụng Ultraviscomill trong cùng điều kiện như nêu trên, và khuấy bằng cách sử dụng T. K. Homodisper được cung cấp bởi hãng Tokushu Kika Kogyo Co. Ltd. trong 30 phút để tạo ra hệ phân tán của vật liệu chất hiện màu.

Độ nhót của hệ phân tán thu được của vật liệu chất hiện màu được xác định như sau.

Sử dụng lưu biến kế dạng song song AR200 (được cung cấp bởi hãng DA Instruments Japan) có chứa đĩa song song có đường kính là 20 mm, khe được đặt đến 30 μm, sau khi bỏ sung lực cắt ở tốc độ cắt là 30000 giây<sup>-1</sup> ở 25°C đến hệ phân

tán của vật liệu chất hiện màu, độ nhót (độ nhót A) được xác định khi tốc độ cắt được thay đổi từ  $0\text{ giây}^{-1}$  đến  $70\text{ giây}^{-1}$  trong 20 giây. Sử dụng lưu biến kế dạng song song AR200, độ nhót (độ nhót B) được xác định khi lực cắt được thêm vào ở tốc độ cắt là  $30000\text{ giây}^{-1}$  ở  $25^\circ\text{C}$  trong 30 giây vào hệ phân tán của vật liệu chất hiện màu. Kết quả này được thể hiện trong bảng 1.

Trong một bình phản ứng được trang bị ống làm nguội, bộ phận khuấy và ống dẫn nitơ, 628 phần sản phẩm cộng bisphenol A etylen oxit 2 mol, 81 phần sản phẩm cộng bisphenol A propylene oxit 2 mol, 283 phần axit terephthalic, 22 phần axit trimellitic và 2 phần dibutyl thiếc oxit được thêm vào, và được cho phản ứng ở  $230^\circ\text{C}$  trong 8 giờ dưới áp suất khí quyển. Sau đó, phản ứng được tiến hành dưới áp suất giảm dần nằm trong khoảng từ  $10\text{ mmHg}$  đến  $15\text{ mmHg}$  trong 5 giờ để tổng hợp nhựa polyeste trung gian.

Nhựa polyeste trung gian thu được có phân tử lượng trung bình theo số lượng là 2100, phân tử lượng trung bình theo trọng lượng là 9500, nhiệt độ chuyển hóa thuỷ tinh là  $55^\circ\text{C}$ , độ axit là  $25\text{ mg KOH/g}$ , và giá trị hydroxyl là  $51\text{ mg KOH/g}$ .

Sau đó, trong một bình phản ứng được trang bị ống làm nguội, bộ phận khuấy và ống dẫn nitơ, 410 phần của nhựa polyeste trung gian, 89 phần isophoron diisoxyanat và 500 phần etyl axetat được đưa vào, và được cho phản ứng ở  $100^\circ\text{C}$  trong 5 giờ để tổng hợp chất tiền trùng hợp. Hàm lượng của isoxyanat trong chất tiền trùng hợp thu được là 1,53% trọng lượng.

Trong một bình phản ứng được trang bị thanh khuấy và nhiệt kế, 170 phần isophoron diamin và 75 phần methyl etyl xeton được đưa vào, và được cho phản ứng ở  $50^\circ\text{C}$  trong 5 giờ để tổng hợp hợp chất ketimin. Hợp chất ketimin này có giá trị amin là  $418\text{ mg KOH/g}$ .

Trong một bình phản ứng, 749 phần của hệ phân tán của vật liệu chất hiện màu, 115 phần của chất tiền trùng hợp và 2,9 phần của hợp chất ketimin được đưa vào, và trộn bằng cách sử dụng máy trộn đồng nhất kiểu TK (được cung cấp bởi hãng Tokushu Kika) ở 5000 vòng/phút trong một phút để tạo ra hỗn hợp pha dầu.

Trong một bình phản ứng được trang bị thanh khuấy và nhiệt kế, 683 phần nước, 11 phần Eleminol RS-30 (muối natri của sulfat este của sản phẩm cộng etylen oxit của axit metacrylic) (được cung cấp bởi hãng Sanyo Chemical Industries, Ltd.), 83 phần styren, 83 phần axit metacrylic, 110 phần butyl acrylat và 1 phần amoni persulfat được đưa vào, và khuấy ở 400 vòng/phút trong 15 phút để tạo ra nhũ tương lỏng. Nhũ tương lỏng được làm nóng lên tới 75°C và được cho phản ứng trong 5 giờ. Sau đó, 30 phần dung dịch nước chứa 1 % trọng lượng amoni persulfat được thêm vào, và việc ủ được tiến hành ở 75°C trong 5 giờ để tạo ra hệ phân tán hạt nhựa.

Đường kính hạt và sự phân bố của đường kính của các hạt được phân tán của các hạt của thể phân tán trong chất hiện màu lỏng

Theo sáng chế, đường kính của các hạt của thể phân tán và sự phân bố của đường kính các hạt được phân tán trong chất hiện màu lỏng được xác định bằng cách sử dụng "Microtrack UPA-150" (được cung cấp bởi hãng Nikkiso), và được phân tích bằng cách sử dụng phần mềm phân tích, "Microtrack Particle Size Analyzed Ver. 10.1.3-016EE (được cung cấp bởi hãng Nikkiso). Cụ thể, chất hiện màu lỏng, sau đó dung môi được dùng để tạo ra chất hiện màu lỏng được thêm vào trong bình mẫu 30 ml làm bằng thuỷ tinh để tạo ra 10% theo hệ phân tán khối lượng. Hệ phân tán thu được được xử lý bằng cách sử dụng "Thiết bị làm phân tán siêu âm - Ultrasonic dispersing device W-113 MK-II" (được cung cấp bởi hãng Honda Electronics Co., Ltd.) trong 2 phút.

Nhờ sử dụng dung môi được dùng để tạo ra chất hiện màu lỏng, giá trị cơ bản được xác định, sau đó hệ phân tán được cho nhỏ giọt, và đường kính của hạt được phân tán được xác định trong điều kiện để cho giá trị của mẫu nạp trong thiết bị này là nằm trong khoảng từ 1 đến 10. Theo phương pháp xác định này, quan trọng là xác định trong điều kiện sao cho giá trị của mẫu nạp trong thiết bị này là nằm trong khoảng từ 1 đến 10 để có khả năng lặp lại việc xác định của đường kính của hạt được phân tán. Để thu được giá trị của mẫu nạp, không cần điều chỉnh lượng của hệ phân tán cần làm nhỏ giọt.

Các điều kiện xác định và phân tích được đặt như sau:

Hiển thị sự phân bố: lựa chọn phân chia thể tích, đường kính hạt: số lượng rãnh chuẩn: 44, thời gian xác định: giây, số lượng xác định: một lần, độ thẩm thấu hạt: thẩm được, hình dạng hạt: không phải dạng hình cầu, tỷ trọng: 1 g/cm<sup>3</sup>

Đối với giá trị của chỉ số khúc xạ dung môi, giá trị dung môi được dùng cho chất hiện màu lỏng trong số các giá trị được nêu trong "Hướng dẫn về các điều kiện đưa vào khi đo - Guideline for input conditions upon measurement" được công bố bởi Nikkiso được sử dụng.

Nước (990 phần), 83 phần của hệ phân tán hạt nhựa, 37 phần Eleminol MON-7 (được cung cấp bởi hãng Sanyo Chemical Industries, Ltd.), dung dịch nước chứa 48,5% trọng lượng của đodexyldiphenyl ete natri disulfonat, 135 phần Serogen BS-H-3 (được cung cấp bởi hãng Daiichi Kogyo Seiyaku Co., Ltd.), dung dịch nước chứa 1% trọng lượng của polyme chất phân tán, natri cacboxymetylxenluloza và 90 phần etyl axetat được trộn và khuấy để tạo ra môi trường gốc nước.

Hỗn hợp pha dầu (867 phần) được thêm vào 1200 phần của môi trường gốc nước, sau đó được trộn ở 3000 vòng/phút bằng cách sử dụng máy trộn đồng nhất kiểu TK trong 20 phút để thu được hệ phân tán (khối nhão đã được tạo nhũ tương).

Sau đó, trong một bình phản ứng được trang bị thanh khuấy và nhiệt kế, khối nhão đã được tạo nhũ tương được đưa vào, khử dung môi được tiến hành ở 30°C trong 8 giờ và việc ủ được tiến hành ở 45°C trong 4 giờ để tạo ra khối nhão phân tán.

Đường kính hạt trung bình theo thể tích (D<sub>v</sub>) và đường kính hạt trung bình theo số lượng (D<sub>n</sub>) của chất hiện màu theo sáng chế được xác định bằng cách sử dụng cơ cấu xác định cỡ hạt, "Multisizer III" được cung cấp bởi hãng Beckman Coulter ở đường kính lỗ hồng là 100 μm, và được phân tích bởi phần mềm phân tích (Beckman Coulter Multisizer 3 phiên bản 3.51). Cụ thể, 0,5 ml 100% trọng lượng chất hoạt động bề mặt (muối alkylbenzen sulfonat, Neogen SC-A: được cung cấp bởi hãng Daiichi Kogyo Seiyaku Co., Ltd.) được thêm vào bình loại 100ml làm bằng thuỷ tinh, sau đó 0,5 g mỗi chất hiện màu được thêm vào và trộn bằng cách sử dụng thanh đảo micro, và 80 ml nước trao đổi ion được thêm vào. Hệ

phân tán thu được được xử lý bằng cách sử dụng "Thiết bị phân tán siêu âm - Ultrasonic dispersing device W-113MK-II" (được cung cấp bởi hãng Honda Electronics Co., Ltd.) trong thời gian 10 phút. Hệ phân tán được xác định bằng cách sử dụng Multisizer III và sử dụng Isoton III (được cung cấp bởi hãng Beckman Coulter) làm dung dịch để xác định. Hệ phân tán mẫu chất hiện màu được làm nhỏ giọt sao cho nồng độ trong thiết bị xác định được là  $8 \pm 2\%$ . Theo phương pháp xác định này, quan trọng là tạo ra nồng độ  $8 \pm 2\%$  để có khả năng lặp lại việc xác định. Không có lỗi phát sinh trong đường kính hạt trong giới hạn này.

Khối nhão phân tán (100 phần trọng lượng) được lọc dưới áp suất giảm dần, sau đó 100 phần nước trao đổi ion được thêm vào phần bã lọc, và trộn ở tốc độ 12000 vòng/phút bằng cách sử dụng máy trộn đồng nhất kiểu TK trong thời gian 10 phút. Axit clohydric (10% trọng lượng) được thêm vào phần bã lọc thu được để điều chỉnh độ pH đến 2,8, và trộn ở tốc độ 12000 vòng/phút bằng cách sử dụng máy trộn đồng nhất kiểu TK trong thời gian 10 phút, và sau đó được lọc.

Nước trao đổi ion (300 phần) được thêm vào phần bã thu được sau, và trộn ở 12000 vòng/phút bằng cách sử dụng máy khuấy homo kiểu TK trong thời gian 10 phút, và bước này được lặp lại để thu được phần bã lọc cuối cùng.

Phần bã lọc cuối cùng thu được được làm khô bằng cách sử dụng cơ cấu làm khô dạng tẩm ở  $45^{\circ}\text{C}$  trong 48 giờ và rây bằng sàng có lỗ là  $75 \mu\text{m}$  để tạo ra các hạt chất hiện màu gốc.

Oxit silic ky nước (1,0 phần) và titan oxit ky nước (0,5 phần) làm các chất bổ sung ngoài được thêm vào 100 phần của các hạt chất hiện màu gốc thu được, và trộn bằng cách sử dụng máy khuấy Henschel (được cung cấp bởi hãng Mitsui Mining Co., Ltd.) để tạo ra chất hiện màu.

### Ví dụ 2

Chất hiện màu được tạo ra theo cùng cách như trong ví dụ 1, chỉ trừ là lượng vật liệu vô cơ nhiều lớp đã trao đổi (thương hiệu: Clayton APA) cần được thêm vào được thay đổi từ 3 phần đến 0,1 phần.

### Ví dụ 3

Chất hiện màu được tạo ra theo cùng cách như trong ví dụ 1, chỉ trừ rằng Clayton APA được thay thành vật liệu vô cơ nhiều lớp montmorillonit (Clayton HY được cung cấp bởi hãng Southern Clay Products) trong đó ít nhất một phần đã được cải biến bằng muối amoni có nhóm polyoxyetylen.

#### Ví dụ 4

Chất hiện màu được tạo ra theo cùng cách như trong ví dụ 1, chỉ trừ là lượng Clayton APA cần thêm vào được thay đổi từ 3 phần đến 1,4 phần.

#### Ví dụ 5

Chất hiện màu được tạo ra theo cùng cách như trong ví dụ 1, chỉ trừ là lượng Clayton APA cần thêm vào được thay đổi từ 3 phần đến 4 phần.

#### Ví dụ 6

Chất hiện màu được tạo ra theo cùng cách như trong ví dụ 1, chỉ trừ là lượng Clayton APA cần thêm vào được thay đổi từ 3 phần đến 6 phần.

#### Ví dụ 7

##### - Điều chế hệ phân tán chất tạo màu (1)

Muội cacbon (được cung cấp bởi hãng Degussa: Printex 35) 125 phần

Ajisper PB821 (được cung cấp bởi hãng Ajinomoto Fine Techno) 18,8 phần và

ethyl axetat (được cung cấp bởi hãng Wako Pure Chemical Industries Ltd.) 356,2 phần được hoà tan/được phân tán bằng cách sử dụng Ultraviscomill (được cung cấp bởi hãng Imex) để tạo ra hệ phân tán chất tạo màu (1) làm phân tán chất tạo màu (sắc tố đen).

##### Điều chế hệ phân tán chất nhả

##### - Điều chế hệ phân tán chất nhả (1) (thành phần sáp A)

Sáp cacnauba (nhiệt độ nóng chảy: 83°C, độ axit 8 mg KOH/g, mức xà phòng hoá: 80 mg KOH/g) 30 phần, và

ethyl axetat (được cung cấp bởi hãng Wako Pure Chemical Industries Ltd.) 270 phần được nghiền bột ướt bằng cách sử dụng Ultraviscomill (được cung cấp bởi hãng Imex) để tạo ra hệ phân tán chất nhả (1).

- Điều chế vật liệu vô cơ nhiều lớp trao đổi với cation hữu cơ (hệ phân tán chất thay đổi hình dạng A)

Clayton APA (được cung cấp bởi hãng Southern Clay Products) 30 phần và etyl axetat (được cung cấp bởi hãng Wako Pure Chemical Industries Ltd.) 270 phần được nghiền bột ướt bằng cách sử dụng Ultraviscomill (được cung cấp bởi hãng Imex) để tạo ra hệ phân tán chất thay đổi hình dạng A.

#### Polyeste (1)

Nhựa polyeste được tạo ra từ sản phẩm cộng bisphenol A propylen oxit, sản phẩm cộng bisphenol A etylen oxit và dẫn xuất axit terephthalic (Mw 50000, Mn 3000, độ axit mg KOH/g, giá trị hydroxyl 27 mg KOH/g, Tg 55°C và điểm làm mềm 112°C) 350 phần

hệ phân tán chất tạo màu (1) 237 phần

hệ phân tán chất thay đổi hình dạng A 72 phần

hệ phân tán chất nhả (1) 304 phần và

các hạt mịn silicon oxit kỵ nước (R972 được cung cấp bởi hãng Aerosil) 17,8 phần

được trộn và khuấy kỹ cho đến khi đồng đều (dung dịch này tạo thành dung dịch A).

Ngoài ra, 100 phần hệ phân tán canxi cacbonat trong đó 40 phần các hạt canxi cacbonat đã được phân tán trong 60 phần nước và 200 phần dung dịch nước chứa 1 % Serogen BS-H (được cung cấp bởi hãng Daiich Kogyo Seiyaku Co., Ltd) và 157 phần nước được khuấy bằng cách sử dụng máy trộn đồng nhất TK kiểu F (được cung cấp bởi hãng Primix) (dung dịch này tạo thành dung dịch B). Ngoài ra, bằng cách sử dụng máy trộn đồng nhất TK kiểu Mark 2 F (được cung cấp bởi hãng Primix), 345 phần dung dịch B và 250 phần dung dịch A được khuấy ở tốc độ 10000 vòng/phút trong 2 phút để tạo huyền phù cho hỗn hợp, và sau đó khuấy ở nhiệt độ trong phòng ở áp suất khí quyển bằng cách sử dụng bộ phận khuấy dạng chân vịt trong 48 giờ để loại dung môi. Sau đó, axit clohyđric được thêm vào để loại canxi cacbonat, sau đó hỗn hợp được rửa bằng nước, được làm khô và phân

loại để tạo ra chất hiện màu. Đường kính hạt trung bình của chất hiện màu là 6,2  $\mu\text{m}$ .

### Ví dụ 8

#### Điều chế nhựa không có dung môi

Dung dịch monome đã trộn trong đó 100 phần trọng lượng của styren và 0,7 phần trọng lượng của đi-tertiary-butyl-peroxit đã được trộn đồng đều được bô sung liên tục trong 30 phút vào thiết bị thanh trùng có chứa bộ phận khuấy được kiểm soát ở  $215^\circ\text{C}$  và bộ phận làm nóng và bộ phận làm nguội, và giữ trong 30 phút với nhiệt độ giữ ở  $215^\circ\text{C}$  để tạo ra nhựa không có dung môi. Nhựa không có dung môi thu được có phân tử lượng đỉnh  $M_p$  là 4150 và phân tử lượng trung bình theo trọng lượng  $M_w$  là 4800.

#### Điều chế hệ phân tán nhựa đã tạo nhũ tương

Trong một bình được trang bị bộ phận khuấy và bơm tâm sai, 27 phần trọng lượng nước cát và một phần trọng lượng của chất nhũ hoá anion (thương hiệu: Neogen SC-A được cung cấp bởi hãng Daiichi Kogyo Seiyaku Co., Ltd.) được đưa vào, khuấy và được hoà tan, và sau đó dung dịch monome đã trộn được tạo ra từ 75 phần trọng lượng của styren, 25 phần trọng lượng của butyl acrylat và 0,05 phần trọng lượng của đivinyl benzen được khuấy và làm nhỏ giọt để tạo ra hệ phân tán monome đã tạo nhũ tương.

Sau đó, trong một bình phản ứng chịu áp suất được trang bị bộ phận khuấy, bộ phận hiển thị áp suất, nhiệt kế và bơm tâm sai, 120 phần trọng lượng của nước cát được đưa vào bình, bên trong bình được thay thế bằng khí nitơ, sau đó nhiệt độ được nâng lên tới  $80^\circ\text{C}$ , 5% trọng lượng của hệ phân tán monome đã tạo nhũ tương nêu trên được thêm vào bình phản ứng chịu áp suất, tiếp theo 1 phần trọng lượng của dung dịch nước chứa 2% trọng lượng kali persulfat được thêm vào để tiến hành trùng hợp ban đầu ở  $80^\circ\text{C}$ . Sau khi kết thúc trùng hợp ban đầu, nhiệt độ được nâng lên tới  $85^\circ\text{C}$ , hệ phân tán monome đã tạo nhũ tương còn lại và 4 phần 2% trọng lượng kali persulfat được thêm vào trong 3 giờ, sau đó, được giữ ở cùng nhiệt độ để tạo ra dung dịch nhựa gốc styren đã tạo nhũ tương có đường kính hạt là 15  $\mu\text{m}$  và nồng độ chất rắn là 40%. Hệ phân tán nhựa đã tạo nhũ tương thu được có

tốc độ chuyển hoá trùng hợp cao và có thể được trùng hợp một cách ổn định. Nhờ việc tách riêng nhựa bằng cách làm ly tâm hệ phân tán nhựa đã tạo nhũ tương và phân tích phân tử lượng, phân tử lượng trung bình theo trọng lượng Mw là 950000 và phân tử lượng đỉnh Mp là 700000.

Nhờ sử dụng thiết bị trộn liên tục (thương hiệu: thiết bị trộn KRC được cung cấp bởi hãng Kurimoto Ltd.), 100 phần trọng lượng của nhựa không có dung môi và 135 phần trọng lượng của hệ phân tán nhựa đã tạo nhũ tương được trộn liên tục và nước được loại ra bằng cách làm nóng ở nhiệt độ áo bao là 215°C để tạo ra sản phẩm trộn đã loại nước bằng cách làm bay hơi trong đó hàm lượng nước là 0,1% hoặc nhỏ hơn. Hàm lượng của monome còn lại trong sản phẩm trộn đã loại nước bằng cách làm bay hơi là 80 ppm. Sau khi làm nguội, sản phẩm trộn đã loại nước bằng cách làm bay hơi được nghiền thành bột khô bằng cách sử dụng thiết bị nghiền búa, và sau đó được nghiền thành bột mịn bằng cách sử dụng thiết bị nghiền phun để tạo ra nhựa styren acryl (1).

Thủ tục thao tác được thực hiện theo cùng cách như trong ví dụ 7, chỉ trừ rằng polyeste (1) trong ví dụ 7 được thay thành nhựa styren acryl (1).

#### Ví dụ 9 (tham khảo)

Na<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> (5 phần theo khối lượng) được đưa vào 500 phần theo khối lượng, mà sau đó được làm nóng ở nhiệt độ 60°C, và sau đó khuấy bằng cách sử dụng bộ phận khuấy Clearmix tốc độ cao (được cung cấp bởi hãng M technique, vận tốc ngoài rìa là 22 m/s). Dung dịch nước trong đó 2 phần theo khối lượng của CaCl<sub>2</sub> đã được hoà tan trong 15 phần theo khối lượng của nước trao đổi ion được bổ sung nhanh vào đó để tạo ra môi trường gốc nước chứa Ca<sub>3</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>.

monome styren trùng hợp được	85 phần theo khối lượng
n-Butyl acrylat	20 phần theo khối lượng
phẩm lục sắc tố chất tạo màu C.I. 15:3	7,5 phần theo khối lượng
Chất kiểm soát điện tích (được cung cấp bởi hãng Orient Chemical Industries Ltd.)	1 phần theo khối lượng
Nhựa polyeste có cực bão hòa (độ axit 10 mg KOH/g, phân tử lượng đỉnh 7500)	5 phần theo khối lượng

Chất nhả, sáp este (nhiệt độ đỉnh toả nhiệt tối đa trong DSC, 72°C) 15 phần theo khối lượng

Clayton APA (được cung cấp bởi hãng Southern Clay Products) 15 phần theo khối lượng

Ngoài ra, vật liệu nêu trên được làm nóng ở nhiệt độ 60°C, khuấy và vật liệu tương ứng được hoà tan hoặc được phân tán đồng đều trong monome trùng hợp được. 2,2'-Azobis(2,4-đimethylvaleronitril là chất khởi mào trùng hợp được thêm vào đó để tạo ra hợp phần monome trùng hợp được.

Hợp phần monome trùng hợp được được đưa vào môi trường gốc nước, mà sau đó được khuấy ở 60°C trong môi trường khí nitơ trong 15 phút bằng cách sử dụng bộ phận khuấy Clearmix tốc độ cao (được cung cấp bởi hãng M technique, vận tốc ngoài rìa 22 m/s) để tạo ra các hạt hợp phần monome trùng hợp được trong môi trường gốc nước. Sau khi phân tán, bộ phận khuấy được dừng, và hợp phần được đưa vào thiết bị để trùng hợp có chứa cánh khuấy nguyên vùng (được cung cấp bởi hãng Shinko Pantec). Monome trùng hợp được được cho phản ứng ở 60°C trong môi trường khí nitơ trong 5 giờ trong điều kiện khuấy cánh khuấy ở vận tốc ngoài rìa lớn nhất là 3 m/s trong thiết bị trùng hợp 11. Sau đó, nhiệt độ được nâng lên tới 80°C, và monome trùng hợp được được cho phản ứng trong 5 giờ. Sau khi kết thúc phản ứng trùng hợp, sản phẩm được rửa, được làm khô và phân loại để tạo ra chất hiện màu. Đường kính hạt trung bình của các hạt chất hiện màu là 5,8 µm.

#### Ví dụ so sánh 1

Chất hiện màu được tạo ra theo cùng cách như trong ví dụ 1, chỉ trừ rằng Clayton APA (được cung cấp bởi hãng Southern Clay Products) là không được thêm vào.

#### Ví dụ so sánh 2

Chất hiện màu được tạo ra theo cùng cách như trong ví dụ 1, chỉ trừ là lượng Clayton APA (được cung cấp bởi hãng Southern Clay Products) được thay thành MEK-ST-UP (Nissan Chemical Industries, Ltd.).

#### Ví dụ so sánh 3

Chất hiện màu được tạo ra theo cùng cách như trong ví dụ 1, chỉ trừ rằng Clayton APA (được cung cấp bởi hãng Southern Clay Products) được thay thành vật liệu hữu cơ nhiều lớp đã trao đổi montmorillonit (thương hiệu: Kunipia được cung cấp bởi hãng Kunimin Industries Co., Ltd.).

#### Ví dụ so sánh 4

Trong 1300 phần nước trao đổi ion, 100 phần hợp chất hydroxalxit này có công thức chung A và 4 phần chất hoạt động bề mặt anion (Neogen SC-A được cung cấp bởi hãng Daiichi Kogyo Seiyaku Co., Ltd.) được đưa vào và được tạo nhũ tương và được phân tán bằng cách sử dụng máy trộn đồng nhất T.K. MARKII2,5 (được cung cấp bởi hãng Primix). Sau đó, hỗn hợp được làm nóng tới 130°C và tạo áp suất ở 500 kg/cm<sup>2</sup> trong dạng PANDA 2K được hoạt động trong 30 phút. Sau đó, hỗn hợp được làm nguội và được loại bỏ để tạo ra hệ phân tán vật liệu vô cơ nhiều lớp A. Vật liệu này được làm khô dưới áp suất giảm dần để loại nước để thu được vật liệu vô cơ nhiều lớp A.

Chất hiện màu được tạo ra theo cùng cách như trong ví dụ 1, chỉ trừ rằng Clayton APA (được cung cấp bởi hãng Southern Clay Products) được thay thành vật liệu vô cơ nhiều lớp A.

Công thức A: Mg<sub>0,7</sub> Al<sub>0,3</sub>(OH)<sub>2</sub>(CO<sub>3</sub>)<sub>0,15</sub> · 0,57H<sub>2</sub>O

#### Ví dụ so sánh 5

##### - Ví dụ về tổng hợp nhựa polyeste

Axit terephthalic (TPA) và axit isophthalic (IPA) làm axit cacboxylic hoá trị hai, polyoxypropylen(2,4)-2,2-bis(4-hydroxyphenyl)propan (BPA-PO) và polyoxyetylen-(2,4)-2,2-bis(4 hydroxydiphenyl)propan (BPA-EO) làm diol thơm, và etylen glycol (EG) làm diol béo được sử dụng theo tỷ lệ hợp phần được thể hiện trong bảng 2, 0,3% trọng lượng của tetrabutyl titanat làm chất xúc tác trùng hợp được thêm vào tất cả các monome trong bình tách riêng được, và được cho phản ứng trong bình được trang bị nhiệt kế, thanh khuấy, bộ phận ngưng và ống dẫn nitơ trong bộ phận làm nóng vỏ bằng điện trong dòng nitơ ở áp suất khí quyển ở 220°C trong 15 giờ, và áp suất được giảm lần lượt và phản ứng được tiếp tục ở 10 mmHg. Phản ứng được tiếp theo bởi điểm làm mềm tùy theo ASTM E28- 517, và phản

ứng được chấm dứt bằng cách ngắt chân không khi điểm làm mềm trở thành nhiệt độ nhất định để tạo ra nhựa polyeste mạch thăng A. Hợp phần và các giá trị tính chất vật lý (giá trị tính chất) của nhựa được tổng hợp được chỉ ra.

Bảng 2

TPA	[mol%]	34
IPA	[mol%]	9
SPA-PO	[mol%]	20,5
SPA-EO	[mol%]	12,5
EG	[mol%]	24
T <sub>1/2</sub>	[°C]	105
Độ axit [KOHmg/g]		7,2
T <sub>g</sub>	[°C]	56
M <sub>w</sub>		6200

- Ví dụ về điều chế chất nhả và hệ phân tán chất nhả

Sáp cacnauba đã tinh chế số 1 (được cung cấp bởi hãng CERARICA NODA Co., Ltd.) (105 phần), 45 phần của nhựa polyeste A và 280 phần bởi các hạt zircon 0,5 mm trong methyl etyl xeton được đưa vào trong máy xay bi (DynoMill được cung cấp bởi hãng Shinmaru Enterprises), được phân tán trong 2 giờ, sau đó được lấy ra từ máy xay, và hàm lượng rắn được điều chỉnh đến 20% trọng lượng để tạo ra hệ phân tán mịn của chất nhả.

- Ví dụ về điều chế hệ phân tán chất tạo màu

Chất tạo màu C.I.PIGMENT RED 57:1; Symuler Brilliant Cacmin 6B 285 (được cung cấp bởi hãng Dainippon Ink And Chemicals, Incorporated), nhựa và các hạt zircon 0,5 mm trong methyl etyl xeton được điều chỉnh hàm lượng rắn đến từ 35% đến 50% được đưa vào trong máy xay bi (DynoMill được cung cấp bởi hãng Shinmaru Enterprises), được phân tán trong 2 giờ, sau đó được lấy ra từ máy xay, và hàm lượng rắn được điều chỉnh đến 20% trọng lượng để tạo ra hệ phân tán chất tạo màu.

- Hệ phân tán của vật liệu vô cơ nhiều lớp

Vật liệu vô cơ nhiều lớp montmorillonit (15 phần) (Clayton APA được cung cấp bởi hãng Southern Clay Products) trong đó ít nhất một phần đã được cải biến bằng muối amoni bậc bốn có nhóm benzyl được phân tán trong 135 phần methyl

etyl xeton, và được đưa vào với các hạt zircon 0,5 mm trong máy xay bi (DynoMill được cung cấp bởi hãng Shinmaru Enterprises), được phân tán trong 2 giờ, sau đó được lấy ra từ máy xay, và hàm lượng rắn được điều chỉnh đến 20% trọng lượng để tạo ra hệ phân tán của vật liệu vô cơ nhiều lớp.

#### - Điều chế pha dầu

Hệ phân tán chất tạo màu nêu trên, nhựa polyeste và methyl etyl xeton được trộn bằng cách sử dụng Homodisper (được cung cấp bởi hãng Primix), và hàm lượng rắn được điều chỉnh đến 50% để tạo ra pha dầu.

Pha dầu nêu trên (600 phần), 100 phần hệ phân tán chất nhả, 15 phần hệ phân tán vật liệu vô cơ nhiều lớp, 57,5 phần methyl etyl xeton, 29,0 phần rượu isopropyl làm chất tăng tốc đảo pha và 25,8 phần dung dịch nước chứa amoniac được đưa vào trong bình hình trụ và khuấy kỹ. Sau đó, 230 phần nước được thêm vào, và nhiệt độ chất lỏng được đưa về 30°C, và sau đó việc đảo pha tạo nhũ tương được thực hiện bằng cách cho chảy nhỏ giọt 44 phần nước trong điều kiện khuấy. Vận tốc ngoài rìa khi đó là 1,2 m/s. Sau khi tiếp tục khuấy trong 30 phút, chuyền động quay được làm giảm, và 400 phần nước được thêm vào.

Sau đó, dung môi được loại ra bằng cách chưng cất dưới áp suất giảm, và rửa bằng nước được tiến hành bằng cách lọc. Sau đó, phần bã ướt thu được được tái phân tán trong nước, dung dịch nước chứa 1 N axit clohyđric được thêm vào cho đến khi độ pH của hệ phân tán bằng khoảng 4, và sau đó rửa bằng nước được tiến hành bằng cách lọc. Phần bã ướt thu được theo phương pháp này được làm khô nhanh và phân loại bằng cách sử dụng thiết bị phân loại hệ thống dòng khí để tạo ra các hạt chất hiện màu có đường kính hạt trung bình theo thể tích là 6,5  $\mu\text{m}$  và độ tròn trung bình là 0,978.

Kết quả đánh giá của chất hiện màu nêu trên được thể hiện trong bảng 1

Bảng 1

	Đường kính hạt trung bình theo thể	Đường kính hạt trung bình theo số	Sự phân bố theo cỡ hạt	Độ tròn trung bình	SF1

	tích	lượng			
Ví dụ 1	5,1	4,9	1,04	0,947	151
Ví dụ 2	4,6	4,3	1,07	0,958	128
Ví dụ 3	5,5	5,0	1,10	0,953	133
Ví dụ 4	5,8	5,2	1,12	0,950	138
Ví dụ 5	5,2	4,8	1,08	0,938	158
Ví dụ 6	5,9	5,2	1,13	0,927	195
Ví dụ 7	6,2	5,0	1,24	0,958	128
Ví dụ 8	5,7	4,7	1,21	0,964	131
Ví dụ 9	5,8	4,4	1,32	0,961	130
Ví dụ so sánh 1	6,8	5,6	1,21	0,962	110
Ví dụ so sánh 2	4,8	4,3	1,12	0,958	128
Ví dụ so sánh 3	5,8	4,4	1,32	0,981	128
Ví dụ so sánh 4	5,4	4,7	1,15	0,982	112
Ví dụ so sánh 5	6,5	5,1	1,28	0,978	124
	Tính chất làm sạch			Tính chất làm cố định ở nhiệt độ thấp	dịch chuyển do nhiệt
	Ban đầu	1000 tờ	100000 tờ		
Ví dụ 1	B	B	B	A	A
Ví dụ 2	B	B	B	B	A
Ví dụ 3	B	B	B	B	A
Ví dụ 4	B	B	B	A	A
Ví dụ 5	B	B	B	A	A
Ví dụ 6	B	B	B	A	B
Ví dụ 7	B	B	B	B	A
Ví dụ 8	B	B	B	C	A
Ví dụ 9	B	B	B	B	A
Ví dụ so sánh 1	D	N.E.	N.E.	B	D

Ví dụ so sánh 2	D	N.E.	N.E.	D	C	
Ví dụ so sánh 3	B	B	B	E	A	
Ví dụ so sánh 4	D	N.E.	N.E.	A	A	
Ví dụ so sánh 5	D	N.E.	N.E.	D	C	

Ví dụ 9 là ví dụ tham khảo

N.E: không thể đánh giá

Từ các kết quả này, đã tìm ra rằng chất hiện màu trong các ví dụ có tính chất làm sạch tốt từ pha ban đầu cho đến sau một thời gian dài. Chất hiện màu của ví dụ so sánh 1 có khiếm khuyết trong việc làm sạch trong pha ban đầu, và có thể không đánh giá được một thời gian dài.

Phương pháp đánh giá và kết quả đánh giá chất hiện màu

Về chất hiện màu thu được, đường kính hạt trung bình theo thể tích Dv, đường kính hạt trung bình theo số lượng Dn, sự phân bố theo cỡ hạt Dv/Dn, độ tròn trung bình, hình dạng SF1 và tính chất làm sạch được xác định như sau. Dv và Dn được xác định bằng cách sử dụng thiết bị phân tích cỡ hạt, Multisizer III (được cung cấp bởi hãng Beckman Coulter) ở đường kính lỗ hồng là 100 µm. Dv/Dn được tính từ các kết quả thu được.

Theo sáng chế, thiết bị phân tích hình ảnh hạt dạng dòng chảy (FPIA-2100 được cung cấp bởi hãng Sysmex) được sử dụng để xác định chất hiện màu siêu mịn, và việc phân tích được tiến hành bằng cách sử dụng phần mềm phân tích (FPIA-2100 chương trình xử lý dữ liệu cho FPIA phiên bản 00-10). Cụ thể, từ 0,1 ml đến 0,5 ml 10% trọng lượng của chất hoạt động bề mặt (muối alkylbenzen sulfonat, Neogen SC-A: được cung cấp bởi hãng Daiichi Kogyo Seiyaku Co., Ltd.) được thêm vào bình loại 100ml làm bằng thuỷ tinh, sau đó từ 0,1 g đến 0,5 g mỗi chất hiện màu được thêm vào và trộn bằng cách sử dụng thanh đảo micro, và 80 ml

nước trao đổi ion được thêm vào. Hệ phân tán thu được được xử lý bằng cách sử dụng thiết bị làm phân tán siêu âm - Ultrasonic dispersing device (được cung cấp bởi hãng Honda Electronics Co., Ltd.) trong 3 phút. Nhờ sử dụng FPIA-2100, hình dạng chất hiện màu và sự phân bố của chúng được xác định trong hệ phân tán cho đến khi thu được nồng độ nằm trong khoảng từ 5000 hạt/ $\mu\text{l}$  đến 15000 hạt/ $\mu\text{l}$ . Theo phương pháp xác định này, quan trọng là nồng độ của hệ phân tán là nằm trong khoảng từ 5000 hạt/ $\mu\text{l}$  đến 15000 hạt/ $\mu\text{l}$  để có khả năng xác định lặp lại độ tròn trung bình. Để thu được nồng độ của hệ phân tán nêu trên, không cần thay đổi điều kiện của hệ phân tán, tức là, lượng chất hoạt động bề mặt và chất hiện màu cần thêm vào. Lượng chất hoạt động bề mặt cần thiết thay đổi tùy theo tính ký nước của chất hiện màu như trường hợp của phương pháp xác định đường kính hạt chất hiện màu. Khi lượng chất hoạt động bề mặt là lớn, tiếng ồn do các bọt xuất hiện. Khi nó là nhỏ, hệ phân tán trở nên không đủ bởi vì chất hoạt động bề mặt có thể không làm ẩm đủ chất hiện màu. Lượng chất hiện màu cần thêm vào thay đổi tùy theo đường kính hạt. Trong trường hợp đường kính hạt nhỏ, cần lượng chất hiện màu nhỏ. Trong trường hợp đường kính hạt lớn, cần lượng chất hiện màu lớn. Khi đường kính hạt chất hiện màu nằm trong khoảng từ 3  $\mu\text{m}$  đến 7  $\mu\text{m}$ , bằng cách thêm từ 0,1 g đến 0,5 g chất hiện màu, có thể điều chỉnh nồng độ phân tán đến từ 5000 hạt/ $\mu\text{l}$  đến 15000 hạt/ $\mu\text{l}$ .

SF1 được xác định như sau. Sau khi làm lắng chất hiện màu, 100 hoặc hơn các hạt chất hiện màu được quan sát thấy trong điều kiện điện thế tăng là 2,5 Ke V bằng cách sử dụng thiết bị có độ phân giải cực cao FE-SEM S-5200 (được cung cấp bởi hãng Hitachi Ltd.). Sau đó, SF1 được tính bằng cách sử dụng thiết bị phân tích hình ảnh Luzex AP (được cung cấp bởi hãng Nicole) và phần mềm để xử lý hình ảnh.

Tính chất làm sạch được xác định như sau. Ở pha ban đầu và sau khi in 1000 tờ và 100000 tờ, chất hiện màu còn lại trên chất dẫn quang đã đi qua bước làm sạch được chuyển sang giấy trắng bằng cách sử dụng băng Scotch (được cung cấp bởi hãng Sumitomo 3M Ltd.), và được xác định bằng cách sử dụng thiết bị đo mật độ khúc xạ Macbeth loại RD514. Kết quả là, những tờ thẻ hiện sự sai khác là 0,01

hoặc nhỏ hơn từ giấy trắng được xác định là tốt "B", và những tờ thẻ hiện sự sai khác là lớn hơn 0,01 được xác định là tồi "D".

Tính chất làm cỗ định của chất hiện màu được xác định như sau. Trong máy tái tạo mẫu (a) mà là Imago Neo 450 được trang bị cơ cấu cỗ định làm nóng băng tải được thể hiện trên Fig.1, đánh giá giống nhau được tiến hành. Chất nền của băng tải là polyimit dày 100  $\mu\text{m}$ , lớp đàm hồi trung gian là cao su silicon dày 100  $\mu\text{m}$ , lớp chống dịch chuyển trên bề mặt là PFA dày 15  $\mu\text{m}$ , con lăn cỗ định là bột silicon, ống trụ kim loại của con lăn ép là SUS có độ dày là 1mm, lớp chống dịch chuyển của con lăn ép là ống PFA + cao su silicon có độ dày là 2 mm, con lăn làm nóng là nhôm có độ dày là 2 mm và áp suất bề mặt là  $1 \times 10^5 \text{ Pa}$ .

Tiêu chí đánh giá mỗi tính chất là như sau

(1) tính chất làm cỗ định ở nhiệt độ thấp (năm bậc đánh giá)

A: thấp hơn 120°C, B: từ 120°C đến 130°C, C: từ 130°C đến 140°C, D: từ 140°C đến 150°C, và E: 150°C hoặc hơn.

(2) Tính chất dịch chuyển do nhiệt (năm bậc đánh giá)

A: 201°C hoặc hơn, B: từ 200°C đến 191°C, C: từ 190°C đến 181°C, D: từ 180°C đến 171 °C và E: 170°C hoặc thấp hơn.

Mức độ (nhiệt độ giới hạn dưới cỗ định) và nhiệt độ dịch chuyển do nhiệt (nhiệt độ chống dịch chuyển do nhiệt) thu được. Nhiệt độ giới hạn dưới cỗ định của chất hiện màu thông thường được cỗ định ở nhiệt độ thấp là nằm trong khoảng từ 140°C đến 150°C. Các điều kiện đánh giá việc cỗ định ở nhiệt độ thấp được đặt đến vận tốc thẳng là nằm trong khoảng từ 120 mm/giây đến 150 mm/giây để cấp giấy, bề mặt áp suất là 1,2 Kgf/cm<sup>2</sup> và chiều rộng kẹp là 3 mm. Trong điều kiện đánh giá việc dịch chuyển ở nhiệt độ cao, vận tốc thẳng để cấp giấy là 50 mm/giây, bề mặt áp suất là 20 Kgf/cm<sup>2</sup> và chiều rộng khe kẹp là 4,5 mm.

## YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Chất hiện màu được điều chế bằng cách làm phân tán và/hoặc tạo nhũ tương pha dầu trong môi trường gốc nước và sau đó loại bỏ dung môi để tạo hạt chất hiện màu,

trong đó pha dầu bao gồm trong dung môi hữu cơ ít nhất là nhựa kết dính, chất tạo màu, vật liệu vô cơ nhiều lớp trao đổi, trong đó ít nhất một phần các ion của lớp xen giữa trong vật liệu vô cơ nhiều lớp đó đã được trao đổi với các ion hữu cơ,

trong đó chất hiện màu có độ tròn trung bình nằm trong khoảng từ 0,925 đến 0,970.

2. Chất hiện màu theo điểm 1, trong đó vật liệu vô cơ nhiều lớp trao đổi là vật liệu vô cơ nhiều lớp trong đó ít nhất một phần của các ion của lớp xen giữa trong vật liệu vô cơ nhiều lớp đã được trao đổi với các cation hữu cơ.

3. Chất hiện màu theo điểm 1 hoặc 2, trong đó chất hiện màu này chứa ít nhất hai loại nhựa kết dính.

4. Chất hiện màu theo điểm 3, trong đó nhựa kết dính thứ nhất được chứa trong nhựa kết dính là nhựa có cốt polyeste.

5. Chất hiện màu theo điểm 4, trong đó nhựa có cốt polyeste là nhựa polyeste.

6. Chất hiện màu theo điểm 5, trong đó nhựa polyeste nêu trên là nhựa polyeste chưa được cải biến.

7. Chất hiện màu được điều chế bằng cách làm phân tán và/hoặc tạo nhũ tương pha dầu trong môi trường gốc nước và sau đó loại bỏ dung môi để tạo hạt chất hiện màu,

trong đó pha dầu bao gồm trong dung môi hữu cơ ít nhất là nhựa kết dính và/hoặc tiền chất nhựa kết dính, chất tạo màu, và vật liệu vô cơ nhiều lớp trao đổi trong đó ít nhất một phần của các ion của lớp xen giữa trong vật liệu vô cơ nhiều lớp đã được trao đổi với các ion hữu cơ,

trong đó chất hiện màu có độ tròn trung bình nằm trong khoảng từ 0,925 đến 0,970,

trong đó nhựa kết dính thứ nhất được chứa trong nhựa kết dính là nhựa có cốt polyeste, và

trong đó chất hiện màu được tạo hạt bằng cách hòa tan hoặc phân tán ít nhất nhựa kết dính thứ nhất, tiền chất nhựa kết dính, hợp chất được mở rộng hoặc được liên kết chéo với tiền chất nhựa kết dính, chất tạo màu, chất nhả và vật liệu vô cơ nhiều lớp trao đổi trong dung môi hữu cơ, việc liên kết chéo và/hoặc mở rộng các thành phần ở trên được chứa trong dung dịch hoặc phân tán trong môi trường gốc nước, và loại bỏ dung môi khỏi hệ phân tán thu được.

8. Chất hiện màu theo điểm 7, trong đó tiền chất nhựa kết dính là nhựa gốc polyeste đã được cải biến.

9. Chất hiện màu theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 8, trong đó tỉ số ( $D_v/D_n$ ) của đường kính hạt trung bình theo thể tích ( $D_v$ ) trên đường kính hạt trung bình theo số lượng ( $D_n$ ) nằm trong khoảng từ 1,00 đến 1,30, và các hạt chất hiện màu có độ tròn là 0,950 hoặc nhỏ hơn chiếm từ 20% đến 80% toàn bộ các hạt chất hiện màu.

10. Chất hiện màu theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 9, trong đó vật liệu vô cơ nhiều lớp trao đổi được chứa với lượng nằm trong khoảng từ 0,05% theo trọng lượng đến 10% theo trọng lượng trong pha dầu dựa trên hàm lượng rắn.

11. Chất hiện màu theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 10, trong đó các hạt chất hiện màu có đường kính là 2  $\mu\text{m}$  hoặc nhỏ hơn chiếm từ 1 % theo số lượng đến 20% theo số lượng của toàn bộ các hạt chất hiện màu.

12. Chất hiện màu theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 4 đến 11, trong đó hàm lượng thành phần nhựa polyeste được chứa trong nhựa kết dính thứ nhất nằm trong khoảng từ 50% theo trọng lượng đến 100% theo trọng lượng.

13. Chất hiện màu theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 12, trong đó chất hiện màu có đường kính hạt trung bình theo thể tích ( $D_v$ ) nằm trong khoảng từ

3,0 $\mu\text{m}$  đến 7,0  $\mu\text{m}$ , và tỉ số ( $Dv/Dn$ ) của đường kính hạt trung bình theo thể tích ( $Dv$ ) trên đường kính hạt trung bình theo số lượng ( $Dn$ ) của chất hiện màu nằm trong khoảng từ 1,00 đến 1,20.

14. Thuốc hiện hình ảnh chứa chất hiện màu theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 13.

15. Thiết bị tạo hình ảnh bao gồm chất hiện màu theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 13, trong đó hình ảnh được tạo nên nhờ sử dụng chất hiện màu.