

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 391 618**

51 Int. Cl.:
G02F 1/167 (2006.01)
H01G 7/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 96 Número de solicitud europea: **10002371 .2**
96 Fecha de presentación: **08.03.2010**
97 Número de publicación de la solicitud: **2362265**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **31.08.2011**

54 Título: **Procedimiento para la producción de polvo grueso de electreto**

30 Prioridad:
17.02.2010 JP 2010032868

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
28.11.2012

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
28.11.2012

73 Titular/es:
SAKURA COLOR PRODUCTS CORPORATION
(100.0%)
10-17 Nakamichi 1-chome Higashinari-ku
Osaka-shi, Osaka 537-0025, JP

72 Inventor/es:
YOSHITSUGI, TOMOTIKA y
INOUE, HIROSHI

74 Agente/Representante:
CURELL AGUILÁ, Mireia

ES 2 391 618 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Procedimiento para la producción de polvo grueso de electreto.

5 La presente invención se refiere a un procedimiento para la producción de un polvo grueso de electreto útil como partículas electroforéticas para un equipo de exposición electroforética en color (denominado "papel electrónico").

10 En los últimos años, el procedimiento de exposición electroforética, que utiliza la electroforesis de partículas cargadas (partículas de electreto), ha captado la atención por ser la tecnología más prometedora para los equipos de exposición de la próxima generación. Sin embargo, esta tecnología todavía presenta muchos problemas incluido la forma de las partículas cargadas, un potencial de carga pequeño e inestable (potencial ζ), la agregación secundaria o sedimentación de las partículas electroforéticas, la delección inadecuada de imágenes expuestas previamente, una velocidad de respuesta insatisfactoria, y similares.

15 Los documentos de patentes 1 y 2 dan a conocer polvos de electreto utilizados con el propósito anterior.

20 El documento de patente 1 da a conocer unas partículas finas cargadas negativamente, que se forman mediante la adición de una resina que sirve como una trampa para el electrón de cada núcleo de resina de partículas esféricas ultrafinas de 1 a 10 μm de diámetro producidas mediante la polimerización de un material polimérico de partícula fina, e irradiando las partículas esféricas ultrafinas con un haz de electrones de 10-300 kGy para obtener unas partículas de electreto, en el que las resinas del núcleo están coloreadas con un color arbitrario (reivindicación 1).

25 El documento de patente 2 da a conocer la utilización de partículas de color cargadas negativamente, que se forman mediante la adición de un pigmento, un material que sirve para atrapar el electrón, etc., en un material monómero de partículas poliméricas finas para formar unas partículas esféricas ultrafinas de 5 a 10 μm de diámetro mediante polimerización por suspensión, polimerización por emulsión, polimerización por dispersión o similares, e irradiando las partículas ultrafinas con un haz de electrones de 10-50 kGy antes de calentar las partículas a una temperatura desde 90°C hasta 110°C durante diez y varios minutos o irradiando la partículas ultrafinas con un haz de electrones de 10-50 kGy a una temperatura desde 90°C hasta 100°C, obteniendo de este modo partículas de electreto finas cargadas negativamente, en las que las partículas presentan un potencial ζ de -50 a -100 mV, y están coloreadas con un color arbitrario (reivindicación 10).

35 Sin embargo, cuando estas partículas de electreto preparadas mediante los procedimientos convencionales de polimerización se utilizan como partículas electroforéticas para un dispositivo de gran pantalla, el tamaño de sus partículas es demasiado pequeño para un dispositivo tan amplio y puede ser un inconveniente. Por ejemplo, cuando estas partículas tan pequeñas se utilizan para exponer una imagen, la imagen se expone en forma de puntos, y existe la posibilidad de que las partículas presenten espacios sobre la pantalla. Por este motivo, el polvo grueso es más adecuado que las partículas finas como partículas electroforéticas para su utilización en un dispositivo de gran tamaño. Sin embargo, el polvo grueso que garantiza un resultado de respuesta deseable todavía no se ha desarrollado.

Por consiguiente, ha existido una demanda para el desarrollo de un procedimiento para producir eficazmente polvo grueso de electreto útil como partículas electroforéticas para un dispositivo de gran tamaño.

45 [PTL 1] Publicación de patente japonesa no examinada nº 2005-154705
[PTL 2] Publicación de patente japonesa no examinada nº 2007-102148

50 El documento EP-A-1 016 942 describe un dispositivo de fijación que comprende una capa de liberación tratada con electreto que es una capa de fluororesina que se irradia con un haz de electrones de baja potencia de 10 a 40 kV.

Un objetivo de la presente invención consiste en proporcionar un procedimiento para la producción de un polvo grueso de electreto que sea útil como partículas electroforéticas para un dispositivo de gran tamaño.

55 En el contexto de la presente invención se ha realizado un amplio estudio para resolver los problemas anteriores, y han descubierto que el objetivo anterior se puede conseguir mediante un procedimiento que en el que la lámina de la resina que contiene flúor se convierte en una lámina de electreto y después se pulveriza la lámina para obtener el polvo grueso de electreto. Con este hallazgo, se ha completado la presente invención.

60 Específicamente, la presente invención se refiere a los siguientes procedimientos para la producción de un polvo grueso de electreto.

65 Punto 1. El procedimiento para la producción de un polvo grueso de electreto, que comprende la irradiación de una lámina de una resina que contiene flúor con un haz de electrones o un rayo gamma de aproximadamente 1 a 15 kGy para convertir la lámina de una resina que contiene flúor en una lámina electreto, y la pulverización de la lámina electreto, para proporcionar el polvo grueso de electreto que presenta un diámetro medio de partícula de entre 0,5 a 3 mm.

Punto 2. El procedimiento según el Punto 1, en el que la lámina de una resina que contiene flúor es por lo menos un elemento seleccionado de entre en el grupo que consiste en una lámina de copolímero de tetrafluoroetileno-hexafluoropropileno (FEP), una lámina de copolímero de tetrafluoretileno-perfluoroalquilviniléter (PFA) y una lámina de politetrafluoroetileno (PTFE).

Punto 3. El procedimiento según el Punto 1 ó 2, en el que el polvo grueso de electreto contiene un pigmento.

Punto 4. El polvo grueso de electreto producido mediante el procedimiento según uno de los Puntos 1 a 3.

Punto 5. El procedimiento de electroforesis que comprende colocar el polvo grueso de electreto según el Punto 4 entre electrodos en el aire, y la aplicación de un voltaje externo entre los electrodos.

Punto 6. El procedimiento de electroforesis que comprende colocar el polvo grueso de electreto según el Punto 4 entre electrodos en aceite de silicona, y la aplicación de un voltaje externo entre los electrodos.

A continuación, se describe con mayor detalle el procedimiento para la producción de un polvo grueso de electreto según la presente invención.

El procedimiento para la producción de un polvo grueso de electreto según la presente invención comprende la irradiación de una lámina de una resina que contiene flúor con un haz de electrones o un rayo gamma para convertir la lámina en una lámina electreto, y la pulverización de la lámina electret.

Este procedimiento se caracteriza principalmente por la conversión de la lámina de resina que contiene flúor en una lámina de electreto antes de pulverizar la lámina, consiguiendo así una producción eficaz de un polvo grueso de un tamaño deseado y que presenta una propiedad electreto uniforme. Particularmente, la irradiación no sólo convierte la lámina en una lámina de electreto sino que también hace que la lámina sea más frágil, es decir, se puede romper fácilmente, aumentando de esta forma la eficacia de la producción. El polvo grueso de electreto resultante es especialmente útil como partículas electroforéticas para un dispositivo con gran pantalla. El polvo grueso de electreto también es útil como material para las fibras de electreto, telas no tejidas, materiales de filtración (filtros), bolsas para aspiradora al vacío, micrófonos de condensador de electreto, y similares.

La lámina de resina que contiene flúor no está limitada siempre y cuando funcione para atrapar electrones. Los ejemplos de láminas de resina que contienen flúor incluyen lámina de copolímero tetrafluoroetileno-hexafluoropropileno (FEP), lámina de copolímero tetrafluoretileno-perfluoroalquil-vinil-éter (PFA), lámina de politetrafluoroetileno (PTFE), lámina de copolímero tetrafluoroetileno-etileno (ETFE), lámina de polivinilideno fluoruro (PVDF), lámina de policloro trifluoro etileno (PCTFE), lámina de copolímero de clorotrifluoroetileno-etileno (ECTFE) y similares. Entre éstas, resulta especialmente preferido por lo menos un elemento de lámina FEP, lámina PFA y lámina PTFE.

La lámina de resina que contiene flúor puede contener un pigmento. Al contener un pigmento se obtiene polvo grueso de electreto que es útil como material para papel electrónico de color. Se puede utilizar uno de los pigmentos orgánicos o inorgánicos conocidos.

El pigmento inorgánico no está limitado. Por ejemplo, se pueden utilizar los pigmentos negros que contienen carbón como componente principal, como negro de carbón, negro de humo, negro de animal o negro vegetal. Como pigmentos blancos, se pueden utilizar óxido de titanio, óxido de zinc, carbonato de calcio, sulfato de bario y óxido de silicona. Los pigmentos blancos son útiles para la producción de partículas electroforéticas blancas o para ajustar la gravedad específica de las partículas.

El pigmento orgánico no está limitado. Los ejemplos de pigmentos orgánicos incluyen pigmentos azo como los pigmentos basados en β -naftol, pigmentos basados en naftol AS, pigmentos basados en ácido acetoacético, pigmentos basados en amida arilo, pigmentos basados en pirazolona, pigmentos basados en acetoacético-arilo amida, pigmentos basados en β -naftol, pigmentos basados en ácido β -oxinaftóico (pigmentos basados en ácido BON), pigmentos basados en naftol AS, o pigmentos basados en ácido acetoacético alílico; y pigmentos policíclicos, como los pigmentos basados en ftalocianina, pigmentos basados en antraquinona (threne), pigmentos basados en perileno o basados en perinona, pigmentos basados en índigo, pigmentos basados en tioíndigo, pigmentos basados en quinacridona, pigmentos basados en dioxazina, pigmentos basados en isoindolinona, pigmentos basados en quinoftalona, pigmentos de complejos metálicos, pigmentos basados en metino o basados en azo-metino, pigmentos basados en dicetopirrololpirrol, o similares. Además, también se pueden utilizar los pigmentos de azina, pigmentos fluorescentes a la luz solar (solución sólida de resina de tinción), pigmentos de resina hueca, pigmentos nitrosos, pigmentos nitro, pigmentos naturales, y similares.

El pigmento orgánico se puede seleccionar de entre marcas comerciales como Symuler Fast Yellow 4GO, Fasdtogen Super Magenta RG, Fasdtogen Blue TGR (DIC Corporation), Fuji Fast Red 7R3300E, Fuji Fast Carmine 527 (Fuji Shikiso K. K.), y similares.

El diámetro medio de la partícula de los pigmentos es preferentemente de aproximadamente 0,02 a 20 μm , más preferentemente de aproximadamente 0,02 a 3 μm . El diámetro medio de la partícula se calcula mediante la preparación de una solución diluida 5.000 veces de la dispersión del pigmento diluido con agua con intercambio de iones, y midiendo el diámetro medio de la solución diluida utilizando un dispositivo para la medición de la distribución del tamaño de partícula por dispersión de la luz (LB-500: comercializado por HORIBA).

El grosor de la lámina de resina que contiene flúor no está limitado; sin embargo, desde el punto de vista de la eficacia en el procedimiento de conversión de la lámina en una lámina de electreto o el diámetro medio de la partícula del polvo grueso obtenido mediante pulverización, el grosor es preferentemente de 100 a 3.000 μm , más preferentemente de 100 a 1.000 μm .

En el procedimiento de producción de la presente invención primero se irradia la lámina de resina que contiene flúor con un haz de electrones o un rayo gamma, convirtiendo de este modo, la lámina de resina que contiene flúor en una lámina electret. Las condiciones para la emisión de un haz de electrones o un rayo gamma no están limitadas siempre que la lámina de resina que contiene flúor se convierta en una lámina electret. Es preferible utilizar un dispositivo que sea capaz de irradiar uniforme y simultáneamente toda la lámina completamente con un haz de electrones o un rayo gamma desde una posición vertical.

La dosis de la exposición no está limitada, y se determina en función del material y del grosor de la lámina. Para una lámina de un gran grosor, el voltaje de aceleración y la dosis de exposición aumentan de forma que toda lámina por completo se convierte en una lámina de electreto más fácilmente. Por ejemplo, la irradiación se realiza emitiendo un haz de electrones de aproximadamente 10 a 2.000 kGy utilizando un acelerador de haz de electrones. En el caso de la irradiación con rayo gamma, se emite un rayo gamma de aproximadamente 1 a 15 kGy.

Después de convertir la lámina de resina que contiene flúor en una lámina electreto, la lámina se pulveriza utilizando un pulverizador. El pulverizador no está limitado. Por ejemplo, se puede utilizar un pulverizador de película de plástico conocido. El diámetro medio de la partícula del polvo grueso obtenido es de 0,5 a 3 mm, preferentemente de 1 a 2 mm. El polvo grueso que presenta un diámetro medio de partícula como el anterior garantiza una velocidad de respuesta deseable cuando se utiliza como partículas electroforéticas para un dispositivo de gran pantalla. A través de los procedimientos anteriores, se obtiene un polvo grueso de electreto que está cargado uniformemente a un voltaje negativo. El diámetro medio de la partícula es un diámetro aritmético medio de partícula de 10 partículas seleccionadas aleatoriamente que se miden utilizando un microscopio óptico.

El polvo grueso de electreto se coloca entre las placas del electrodo. La aplicación de voltaje externo entre las placas del electrodo provoca que el polvo grueso de electreto sufra una electroforesis. El medio para la electroforesis no está limitado. El medio puede ser aire o un líquido. Los ejemplos de un medio líquido incluyen etilenglicol (EG), propilenglicol (PG), glicerina, aceite de silicona, aceite con flúor, y aceite de petróleo. Los ejemplos de aceite de silicona incluyen aceite de dimetil silicona y similares. Los ejemplos de aceite con flúor incluyen aceite perfluoropolietileno y similares. Entre ellos, se prefiere especialmente el aceite de silicona.

El polvo grueso de electreto es un polvo atípico. Por consiguiente, al contrario que las partículas finas esféricas existentes que son sólo capaces de una exposición a base de puntos, las partículas atípicas son capaces de una exposición en base plana. Por consiguiente, el área de exposición aumenta y el hueco entre cada partícula de polvo grueso se reduce.

El procedimiento para la producción de polvo grueso de electreto según la presente invención se caracteriza principalmente por comprender la irradiación de una lámina de resina que contiene flúor con un haz de electrones o un rayo gamma para convertir la lámina en una lámina electreto, y la pulverización de la lámina. Este procedimiento aumenta la eficacia de la producción ya que la irradiación convierte la lámina en electreto y también hace que la lámina sea frágil, es decir, fácilmente rompible. El polvo grueso de electreto resultante es especialmente útil como partículas electroforéticas para un dispositivo de gran pantalla. El polvo grueso de electreto también es útil como material para fibras de electreto, telas no tejidas, medios de filtración (filtros), bolsas para aspiradoras, micrófonos de condensadores de electreto, y similares.

La figura 1 muestra una forma de realización de un polvo grueso obtenido mediante pulverización de una lámina de electreto de PTFE.

La presente invención se describe más específicamente haciendo referencia a los siguientes ejemplos de preparación y a los ejemplos de prueba. Sin embargo, la presente invención no se limita a estos ejemplos.

Ejemplos de preparación 1 a 11

Después de irradiar la lámina de resina que contiene flúor con un haz de electrones para convertir la lámina en una lámina electreto, la lámina de electreto se pulverizó para preparar el polvo grueso de electreto.

La Tabla 1 muestra los tipos de láminas de resina que contienen flúor, el voltaje de aceleración del haz de electrones, las cantidades de radiación, el grosor de las láminas de resina que contienen flúor y el diámetro medio de la partícula de polvo grueso.

5

Tabla 1

	Lámina de resina que contiene flúor	Voltaje de aceleración (V)	Dosis de exposición (kGy)	Grosor (µm)	Diámetro medio de la partícula (µm)
Ejemplo de preparación 1	PTFE	800	50	1000	1000
Ejemplo de preparación 2			300		
Ejemplo de preparación 3			500		
Ejemplo de preparación 4			1000		
Ejemplo de preparación 5			2000		
Ejemplo de preparación 6	FEP		500	100	
Ejemplo de preparación 7			1000		
Ejemplo de preparación 8			2000		
Ejemplo de preparación 9	PFA		500	100	
Ejemplo de preparación 10			1000		
Ejemplo de preparación 11			2000		

Ejemplo de prueba 1 (prueba de electroforesis)

10 Los once tipos de polvo grueso de electreto obtenidos en los ejemplos de preparación 1 a 11 se dispersaron separadamente en un líquido blanco de aislamiento (aceite de silicona, KF96L-0,65, Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.).

15 Se envolvieron 2 cc de cada dispersión con dos películas de PET de 7 cm x 7 cm (Mylar 850, de 15 a 30 µm de grosor: fabricado por Tijin) y las cuatro esquinas de las películas en capas se sellaron mediante calor. El grosor total fue de 0,5 a 1 µm. Se obtuvieron once tipos de muestras de dispersiones de polvo grueso de electreto.

Para comparar, se prepararon otras once muestras sin irradiación de electrones.

20 Las puntas de cada muestra y de las muestras comparativas se sujetaron a un terminal de fuente de energía de alto voltaje. Se aplicaron 200 V a través de las puntas de ambos lados, y se observó la electroforesis. Las muestras que se procesaron en partículas de electreto experimentaron una migración electroforética regular a alta velocidad, y todas las partículas se desplazaron hacia el electrodo positivo. Por el contrario, las muestras de partículas sin electreto experimentaron una migración electroforética irregular, y las partículas se separaron del electrodo positivo y

25

REIVINDICACIONES

- 5 1. Procedimiento para la producción de polvo grueso de electreto, que comprende irradiar una lámina de resina que contiene flúor con un haz de electrones o un rayo gamma de aproximadamente 1 a 15 kGy para convertir la lámina de resina que contiene flúor en una lámina de electreto, y pulverizar la lámina de electreto para proporcionar el polvo grueso de electreto que presenta un diámetro medio de partícula de 0,5 a 3 mm.
- 10 2. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que la lámina de resina que contiene flúor es por lo menos un elemento seleccionado de entre el grupo que consiste en láminas de copolímero de tetrafluoroetileno-hexafluoropropileno (FEP), láminas de copolímero de tetrafluoroetileno-perfluoroalquilviniléter (PFA) y láminas de politetrafluoroetileno (PTFE).
- 15 3. Procedimiento según la reivindicación 1 o 2, en el que el polvo grueso de electreto contiene un pigmento.
4. Polvo grueso de electreto producido mediante procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3.
5. Procedimiento de electroforesis que comprende disponer el polvo grueso de electreto según la reivindicación 4 entre electrodos en el aire, y aplicar un voltaje externo entre los electrodos.
- 20 6. Procedimiento de electroforesis que comprende disponer el polvo grueso de electreto según la reivindicación 4 entre electrodos en aceite de silicona, y aplicar un voltaje externo entre los electrodos.

[FIG. 1]

