

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4547471号
(P4547471)

(45) 発行日 平成22年9月22日 (2010.9.22)

(24) 登録日 平成22年7月16日 (2010.7.16)

(51) Int.Cl.		F I	
B 2 9 C 67/20	(2006.01)	B 2 9 C	67/20 D
C 0 8 J 9/24	(2006.01)	C 0 8 J	9/24 C E S
B 2 9 K 101/12	(2006.01)	B 2 9 K	101:12

請求項の数 11 (全 8 頁)

<p>(21) 出願番号 特願平10-546324</p> <p>(86) (22) 出願日 平成10年4月23日 (1998.4.23)</p> <p>(65) 公表番号 特表2001-527474 (P2001-527474A)</p> <p>(43) 公表日 平成13年12月25日 (2001.12.25)</p> <p>(86) 国際出願番号 PCT/US1998/008154</p> <p>(87) 国際公開番号 W01998/047701</p> <p>(87) 国際公開日 平成10年10月29日 (1998.10.29)</p> <p>審査請求日 平成17年3月8日 (2005.3.8)</p> <p>(31) 優先権主張番号 60/044,238</p> <p>(32) 優先日 平成9年4月24日 (1997.4.24)</p> <p>(33) 優先権主張国 米国 (US)</p>	<p>(73) 特許権者 ポーレックス コーポレーション アメリカ合衆国 ジョージア州 3021 3-2828 フェアバーン ボハノン ロード 500</p> <p>(74) 代理人 弁理士 有我 軍一郎</p> <p>(72) 発明者 スミス マイケル ダブリュ. アメリカ合衆国 ジョージア州 3027 7 シャープスバーグ ロックランド ド ライブ 85</p> <p>(72) 発明者 フラートン ダニエル ジー. アメリカ合衆国 ジョージア州 3034 5 アトランタ レンジウッド コート 2627</p> <p style="text-align: right;">最終頁に続く</p>
--	--

(54) 【発明の名称】 焼結された多孔性プラスチック製品及びその製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

高速水冷法によって製造された最大直径が 3 . 2 ミリメートル (1 / 8 インチ) の熱可塑性高分子ペレットを含む多孔性素材において、前記ペレットが焼結加工されて形成される多孔性素材。

【請求項 2】

孔サイズが狭い範囲に分布する請求項 1 に記載の多孔性素材。

【請求項 3】

湾曲した上部表面を有する素材の多孔性基体を含む制汗剤用アプリケーションにおいて、前記多孔性基体は請求項 1 に記載の多孔性素材を含むことを特徴とする制汗剤用アプリケーション。

【請求項 4】

前記多孔性素材に含まれるペレットの最大直径が 1 . 5 ミリメートル (0 . 0 6 インチ) であることを特徴とする請求項 3 に記載の制汗剤用アプリケーション。

【請求項 5】

前記多孔性素材に含まれるペレットが均一な直径であることを特徴とする請求項 3 に記載の制汗剤用アプリケーション。

【請求項 6】

均一な直径の請求項 1 に記載の多孔性素材から造られた多孔性中空チューブを有することを特徴とする気泡発生器。

【請求項 7】

前記多孔性素材に含まれるペレットが、最大直径が 1.5 ミリメートル (0.06 インチ) のマイクロペレットを含むことを特徴とする請求項 6 に記載の気泡発生器。

【請求項 8】

高速水冷ペレタイジング法により最大直径が 3.2 ミリメートル (1/8 インチ) の熱可塑性高分子素材のペレットを形成するステップと、前記ペレットを焼結加工して多孔性素材を形成するステップとからなる多孔性素材の製造方法。

【請求項 9】

前記ペレットが、最大直径が 1.5 ミリメートル (0.06 インチ) のマイクロペレットであることを特徴とする請求項 8 に記載の多孔性素材の製造方法。

10

【請求項 10】

前記高速水冷ペレタイジング法により熱可塑性高分子素材のペレットを形成するステップが、均一な直径のペレットを形成することを特徴とする請求項 8 に記載の多孔性素材の製造方法。

【請求項 11】

前記ペレットが金型内で焼結加工され、多孔性素材の成型物に成形されることを特徴とする請求項 8 に記載の多孔性素材の製造方法。

【発明の詳細な説明】

[発明の背景]

本発明は焼結法により熱可塑性高分子及び類似物（以下、熱可塑性高分子等と言う）から多孔質製品を製造する方法並びにその製造法により得られる多孔質製品に関する。 20

熱可塑性高分子等の多孔質製品は、一般に多孔性プラスチックと呼ばれ、指向性のない孔が相互に連結した（即ちオープンセルの）特徴を有する構造である。孔の大きさは典型的に 5 ~ 500 マイクロメートル である。この構造体はピッキング、ベンチング（通気）、フィルタリング（濾過）及びスパージング（散布）等の性能を伴った広範囲の製品となる。多孔性プラスチック製品は、ニップ（筆先）、カテーテルペント、圧縮処理されたエアフィルタ、水フィルタ、排水処理用ディフューザ等の物品を含む。

多孔性プラスチックは焼結体として製造される。焼結とは、圧力を加えるか或いは加えずに、熱により個々の粒子を熔融し、多孔性構造体に形成するプロセスを云う。この焼結プロセスは熱可塑性高分子等個々の粒子の形態からなる原料に適用される。 30

ある種の高分子には焼結加工が大層困難であると言う問題がある。例えば低密度ポリエチレン及びポリウレタンは従来から焼結加工は不可能であると思われて来ており、そのような「難焼結性」高分子が存在すると信じられてきている。更に、高分子は原則的にペレットの形態、直径が 3.2 から 6.4 ミリメートル (1/8 から 1/4 インチ) 程度の大きさの典型的には棒又はシリンダ様のナゲット形状のものとして販売されて来ている。もしもペレットが大き過ぎると、孔サイズが適切な用途に向くように焼結加工することが不可能となる。ペレットを原料として好ましい粒子サイズになるように粉碎することは可能であるが、そのような微細化は困難であり、しかも製造コストが嵩む。焼結用プラスチックの原料がフレーク又は粉末として市販されているプラスチックは僅かである。

使用されている製品であって、その機能が十分に満足できる多孔性プラスチック製品は少くない。例えば、クリーム、ゲル等を含む流体からなる制汗剤及び消臭剤のアプリケーションとして使用される多孔性プラスチックのアプリケーションヘッドは多少摩耗し易い。その結果、使用者は肌に掻き傷をつくる。別な例として、多孔性プラスチックは、排水処理における排水に酸素を供給する 気泡発生器 やディフューザとしてしばしば利用される。多孔性プラスチック壁を有する、水中に浸漬されている中空チューブの穴を通して空気が圧入される。空気は水中を浮上して外側の壁から泡として排気される。酸素は水中において個々の泡の回りに拡がる。従来の多孔質プラスチック 気泡発生器 は孔のサイズが広い範囲に及んだため、生じる泡も広範囲となっていた。ところが、大きな泡の放出はガス移動の効率を低下させてしまう。選択的濾過性の別の例を示す。孔サイズの分布が広い範囲に及ぶと性能が低減する場合である。選択的濾過性には、特定サイズの粒子を濾過するか又は濾別 40 50

するが、そのサイズよりも僅かに小さな粒子は濾別しないという条件が求められる。この濾過要件から孔サイズが広い範囲に分布する多孔性媒体は使用できないことになる。

【発明の概要】

本発明によれば、特定のサイズよりも小さい、即ち、直径が3.2ミリメートル(1/8インチ)よりも小さい球形のペレットを、殊に直径が1.5ミリメートル(0.06インチ)以下のマイクロペレットを、使用することにより、高分子の焼結加工性が改良される。好ましい実施態様として、本発明に供するペレットは高分子を水冷下で顆粒化して得られるものである。改良された実施例に示すように、低密度ポリエチレンを水冷下で顆粒化すると、このポリエチレンは極めて容易に焼結加工できることが判明した。

水冷下で顆粒化するプロセスにおいては、高分子の押出物はダイからダイに接触している水の中に移送され、そこで押出物はカットされ、冷却され、ほぼ瞬時に固化される。別な選択肢として、ペレットはウォーターリングペレタイジング法によって造られる。この顆粒化プロセスは水冷下における顆粒化プロセスと類似しているが、水がダイに直接接しないものである。むしろ、押出物はダイ面の回転刃によりカットされ、直ちにダイの近傍にあるウォーターリングで冷却される。水冷下における顆粒化プロセス及びウォーターリングペレタイジングプロセス共に、押出物は押出成形の特定な位置でカットされる。これら2つのプロセスは一般に高速水冷ペレタイジング(顆粒化)法と称される。

直交する3軸に沿ったペレットの寸法は、それぞれ直径と考えることができるが、1つの稜は他の稜の長さとはほぼ等しく、しかもこれらのペレットは通常使用されている粒子より球形に近い。このペレットは実質的に同じサイズであって、形状も均一であるうえに、粉碎法の粒子よりも一層均一である。結果として、本発明の焼結加工法による多孔性プラスチック製品は、従来法で焼結された多孔性プラスチックよりも密度が高い。

熱可塑性高分子等の高速水冷ペレットを焼結加工した製品は、他の可塑性材料の粒子を焼結したものと比べて一層滑らかな表面を備える。結果として、高速水冷ペレットを焼結加工して得られた制汗剤用や消臭剤用のアプリケーションヘッドは使用者の肌を擦過することがない。このことは、本発明による個々の粒子の形状が従来法の焼結体の粒子に比べて一層真球状である事実に起因する。

ペレット、殊にマイクロペレット及び高速水冷法で得られるペレット、特に高速水冷法のマイクロペレットは孔サイズが極めて狭い範囲となる焼結部分を形成する。これはある種の用途に極めて有利な性能である。例えば、高速水冷法のマイクロペレットを焼結加工して得た多孔性プラスチックの気泡発生器において、均一な孔サイズ構造は効果のない大きな泡の発生を抑制し得る可能性を有する。他の例として、本発明による高速水冷法のマイクロペレットを焼結加工して得られる多孔性プラスチックフィルタは比較的狭い範囲の孔分布を備え、そして、特定のサイズの液体やガスを篩分け、しかも僅かに小さなサイズのものは排除しないという鋭い選択的濾過特性を有する好ましいものである。

高速水冷法のペレット、殊にマイクロペレットを焼結加工して得られる多孔性プラスチック材料の更なる利点は、従来法の方法と比べて引張強度が極めて高いことであり、従来法の方法と比べて荷重下におけるクリープが実質的に少ないことであり、従来の材料と較べて耐溶媒性に優れ、流体が流動する際の圧力損失が大きいことが挙げられ、更に従来の材料から造られる部品と較べて寸法の変動が少ないという点である。

【図面の簡単な説明】

【図1】図1は、本発明の熱可塑性高分子からなる高速水冷マイクロペレットを焼結加工して得た消臭剤用のアプリケーションヘッドの断面部分を示す正面図である。

【図2】図2は図1のアプリケーションヘッドの拡大図である。

【図3】図3は図1のアプリケーションヘッドの平面図である。

【図4】図4は図2の4-4線に沿った断面図である。

【図5】図5は本発明における高速水冷マイクロペレットの拡大図である。

【図6】図6は液体容器の中での高速水冷マイクロペレットから焼結形成された気泡発生器の模式図である。及び、

【図7】図7はフィルタとして用いられる高速水冷マイクロペレットを焼結加工して得た

10

20

30

40

50

濾過材料の模式図である。

[実施態様の説明]

本発明によれば、多孔性のプラスチック製品は熱可塑性高分子等からなるペレットを、常温よりも高い温度において、常圧よりも高い圧力下に置くか又は置かずに、焼結加工して造られる。ペレットは、その直径が3.2ミリメートル(1/8インチ)以下、通常直径は1.5ミリメートル(0.06インチ)以下であり、そして出発原料としての熱可塑性高分子等を、例えば水冷下の顆粒化法又はウォーターリングペレタイジング法のような高速水冷ペレタイジング法によって生産する。水冷下の顆粒化法の典型的な生産設備では、押出機はフィードスクリューが水平方向に装着され、加熱チャンパーの中で回転する構成である。スクリューが継続的に回転すると、加熱チャンパーを介してフィードホッパーからプラスチックが搬送されて、そこでプラスチック溶融体となり、そして溶融したプラスチックは押出機の末端に装着されたダイの穴を通して吐出される。プラスチックは押出工程において充分溶解しているが、なお高い粘性を有する。回転するフィードスクリューは充分な圧力を生じさせてダイの穴から溶融したプラスチックを押し出す。

溶融したプラスチックは、押し出物と称され、ダイの穴の大きさに対応してロッドやストランド(紐)の形状でダイから吐出される。水冷下顆粒化法はしばしばマイクロペレットを造るに際し採用されるが、これはペレットが約1.5ミリメートル(0.06インチ)以下の直径となるからである。例を示すと、商業的に直径が1.25ミリメートル(0.05インチ)のマイクロペレットを得るには、生産仕様として3900穴を持ち、各穴径が0.75ミリメートル(0.03インチ)程度のダイを使用するとよい。材料の膨張に因りダイ穴の径よりも幾分直径の大きいマイクロペレットが得られる。今日では商業的に0.25ミリメートル(0.01インチ)径のマイクロペレットが造られているが、将来的には更に微細なものが直ぐにも造られるようになることが期待される。押し出物はダイ面で所定の長さにカットされ、切断刃がダイの面を横切ることによって押し出物が排出される。ペレットが個々に切断刃と粘着することを避けるため、水流がダイ面を継続的に流れるように、切断刃とダイとは水中に漬けられる。その結果、ペレットはカットされると瞬時に固化され、ダイ及び切断刃から水流によって運び出され、その後遠心分離乾燥機で水が分離される。

本発明によれば、焼結された多孔性プラスチック製品のため、ペレットはその軸長が直径にほぼ等しくなるようにカットされる。個々のペレットの相互に直交する3軸に沿った寸法が、その軸の1つは直径と想定され、他の軸長とほぼ等しくなる時、製品の性能から最も適用性が広い。別な用途では、個々のペレットの3軸長をほぼ等しくする必要はなからう。

ペレットは互いに隣接するペレット同士がその外表面で接触するように凝集する。ペレット間に生じる間隙が孔を形成する。所望の形状及び寸法からなる金型キャビティの中にペレットを収容することによってペレットは凝集する。ペレットをキャビティに充填する技術は部分的形態とペレットの固体(粉体)としての流動特性によって変化する。キャビティにペレットが充填されると、個々のペレット表面の分子が他の凝集可能なペレット表面の分子と機械的な交絡が起こるような分子運動が十分に可能な加熱温度域及び圧力に置かれ、ペレット間に結合が形成される。所望の焼結状態になるまでペレットは適切な温度及び圧力に維持される。熱可塑性高分子は加熱すると軟化する性質及び溶融する性質を有し、しかも冷却すると硬化して強固になることから本発明が適用できる。適切な処理時間の後、ペレットの成型物を室温まで冷却し、キャビティから外す。多孔質の構造を有し特定の製品形状を備えた製品(成型物)が得られる。

ある種の素材からなるペレットでは流れ易いことからキャビティに充填するに際し重力のみを利用すればよいものがある。もっとも、殆どの場合、金型キャビティ又はペレット、或いはその両者を振動させながら充填することになる。殆どの素材及び製品に最適な熱的变化(プロファイル)がある。本発明による方法を熱的プロファイルに採択することから最適な結果を得ることができる。金型のペレットは所望の処理時間適切な速度において適切な加熱温度及び圧力が加えられ、制御された速度で雰囲気温度(常温)に戻される。こ

10

20

30

40

50

の点に関し、マイクロペレットは大きなペレットに較べて優れていて（処理時間を時折り調理時間と呼ぶことがあるが）、これは短くなり、何倍も（何分の1かに）短縮されることがある。その結果、個々の金型で生産される部品の数が増す。本発明に適する熱的プロファイルの例を示すと、直径7.75ミリメートル（0.31インチ）の低密度ポリエチレンのマイクロペレットでは金型温度29.4（85°F）又は常温から160（320°F）まで5分間以上を要して昇温し、また7分間以上を要して29.4（85°F）に冷却する。マイクロペレットよりも大きいペレットでは、ペレットを160（320°F）に2乃至4分間保持する点を除けば他の条件は同一である。

図1から判るように、本発明による製品の一つは多孔性アプリケーションヘッドであって、符号10によって指定されている制汗剤及び/又は消臭剤用のアプリケータ12となるが、このアプリケータは内容物薬液をアプリケータヘッドに送るためのピストン13や他の部材を含む。本発明の実施例である図1乃至4に示すように、アプリケータヘッド10の外表面14は使用者の肌に契合するような曲面である。

高速水冷マイクロペレット16からなる層（図4）はその外表面14の輪郭を詳細に示すが、何れのペレットもその外表面から突出していない。マイクロペレット16からなる別の1つ又は多くの層も外表面14の外郭線内にある。アプリケータヘッド10はアプリケータ12に対する付属部品としての周回状フランジ17を備えることができる。図4に見られるように、内側表面18はアプリケータヘッド10において大きな中心的キャビティを形成する。図2, 3, 6及び7において、図面を簡略したためマイクロペレット16は製品の一部として図示されているに過ぎないが、これは製品全体に及ぶものであると理解されるべきである。

低密度ポリエチレンからなる高速水冷マイクロペレット16は多孔性アプリケータヘッド10を造るため焼結処理される。図示された実施態様では、アプリケータヘッド10におけるペレット16は水冷ペレタイジング法により得られたマイクロペレットであって、そのマイクロペレットは全体が実質的に同じ大きさであり、しかも形状も均一である。その典型的な形状は、環状フランジ16'を伴うガムドロップのようなものであって、図5に示される。クリーム、ゲル、その他原料が液状を呈する消臭剤はアプリケータヘッド10の孔20を通して使用者の肌と接触する外表面14に達する。アプリケータヘッド10の外表面14は、従来の多孔性熱可塑性高分子等から作ったアプリケータヘッドよりも一層滑らかである。ここではアプリケータヘッド10を曲面として図示しているが、本発明によるアプリケータヘッドは他の形状のもの、例えば大半がフラットな形状のものも含まれる。

金型を用いる例を既述したが、金型なしでも数々の多孔性プラスチック製品を造り得るのであるから本発明はこの例に限られず、シート形状の製品の場合もある。さらに、出発原料の適切な例として低密度ポリエチレンを開示したが、ポリウレタン及び他の原料も同様に適する。さらにまた、可塑性高分子の混合物のような混合物についても本発明が適用できる。

本発明による高速水冷ペレットの焼結体は、例えば排水処理の用途に気泡発生器の形態で使用できる。図6から判るように、高速水冷マイクロペレット16の焼結体素材は排水貯水槽24に沈められた中空チューブ22の壁材となる。加圧下で空気が導入されるが、空気は先ず中空チューブの中心に沿った空間に入り、その後チューブ22の壁材の多孔質部を介して水中を上昇する泡25の形態で排水に侵入する。酸素が泡の周囲の排水に拡散する。均一なサイズのペレットを使用すると、マイクロペレット16の場合、個々のペレットはその直交3軸に沿ってほぼ等長であり、狭い孔分布を形成するチューブ22用の素材が得られる。結果的に、比較的効果のない大きな孔の形成が避けられ、有効なサイズの泡25が形成される。

孔サイズの狭い分布の特性は、僅かに小さいサイズの粒子の通過を許容するだけで、気体又は液体から所定のサイズの粒子を濾過できる鋭い選択濾過性を備える。相互に直交する3軸に沿った寸法がほぼ等しいような、均一なサイズの焼結されたペレット28から造られたフィルタ素材の1枚が図8の符号30によって示めされている。ペレット16はこの

10

20

30

40

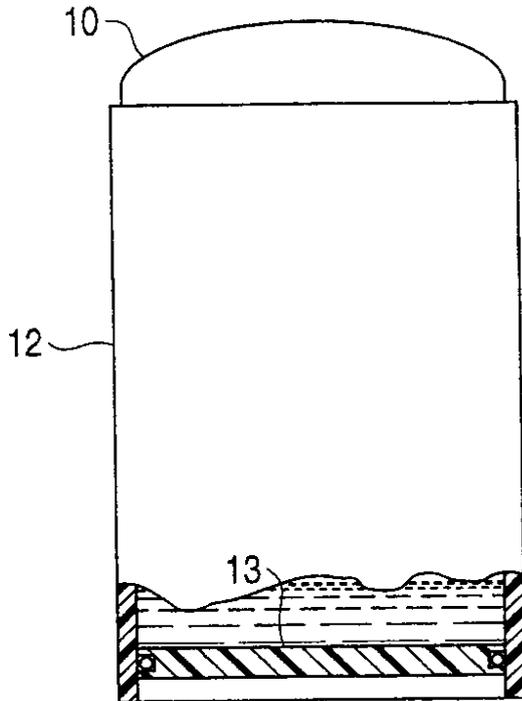
50

明細書に記載された他の製品のマイクロペレット 16 としての性能と同様な性能を備えており、ペレットのサイズの違いはそれぞれの用途に応じて適切に選択されると理解すべきである。

本技術分野における修熟者にとって明白となること、及び本発明を逸脱しない範囲で本明細書に説明され記載された実施態様を変化させ及び/又は更改させることは、本発明の実施と同様と解されよう。従って、既述された事項は単なる説明であって、何ら発明を限定するものではなく、また本発明の精神及び趣旨は付記した特許請求の範囲に基づいて決められるべきものである。

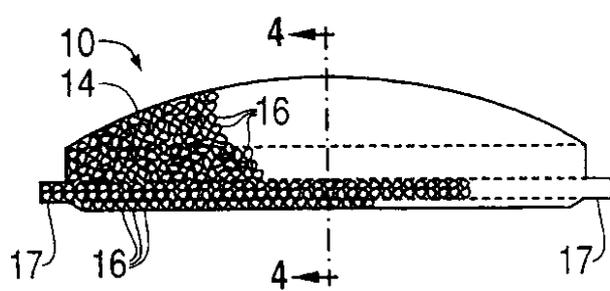
【図 1】

FIG. 1



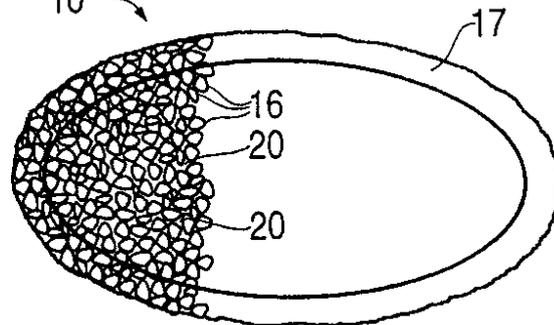
【図 2】

FIG. 2



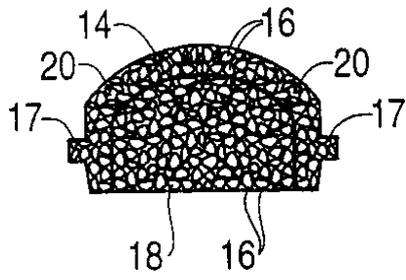
【図 3】

FIG. 3



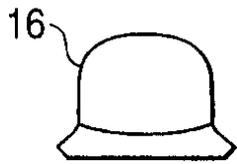
【 図 4 】

FIG. 4



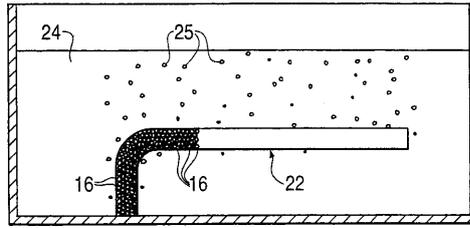
【 図 5 】

FIG. 5



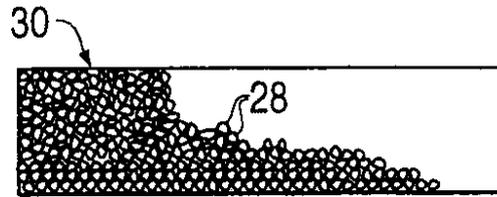
【 図 6 】

FIG. 6



【 図 7 】

FIG. 7



フロントページの続き

審査官 田口 昌浩

- (56)参考文献 特開平02 - 289333 (JP, A)
特開昭58 - 177329 (JP, A)
特開昭62 - 142629 (JP, A)
特開昭61 - 278545 (JP, A)
特開昭55 - 025305 (JP, A)
特表昭61 - 501695 (JP, A)
特開平03 - 086504 (JP, A)
特開昭61 - 195808 (JP, A)
特開平05 - 301218 (JP, A)
特開平06 - 182760 (JP, A)
特開昭57 - 081307 (JP, A)
特開平07 - 052263 (JP, A)
米国特許第03970731 (US, A)
米国特許第03051993 (US, A)
米国特許第03029466 (US, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

B29C 67/04, 67/20

C08J 9/24

B29B 9/06