



(21)申請案號：103132056 (22)申請日：中華民國 103 (2014) 年 09 月 17 日
 (51)Int. Cl. : C08J3/12 (2006.01) B32B38/10 (2006.01)
 (30)優先權：2013/09/18 日本 2013-192782
 (71)申請人：可樂麗股份有限公司(日本) KURARAY CO., LTD. (JP)
 日本
 (72)發明人：神田毅 KANDA, TSUYOSHI (JP)；善當利行 ZENTO, TOSHIYUKI (JP)；福原直
 人 FUKUHARA, NAOTO (JP)；中村英慈 NAKAMURA, EIJI (JP)
 (74)代理人：丁國隆
 申請實體審查：無 申請專利範圍項數：6 項 圖式數：6 共 25 頁

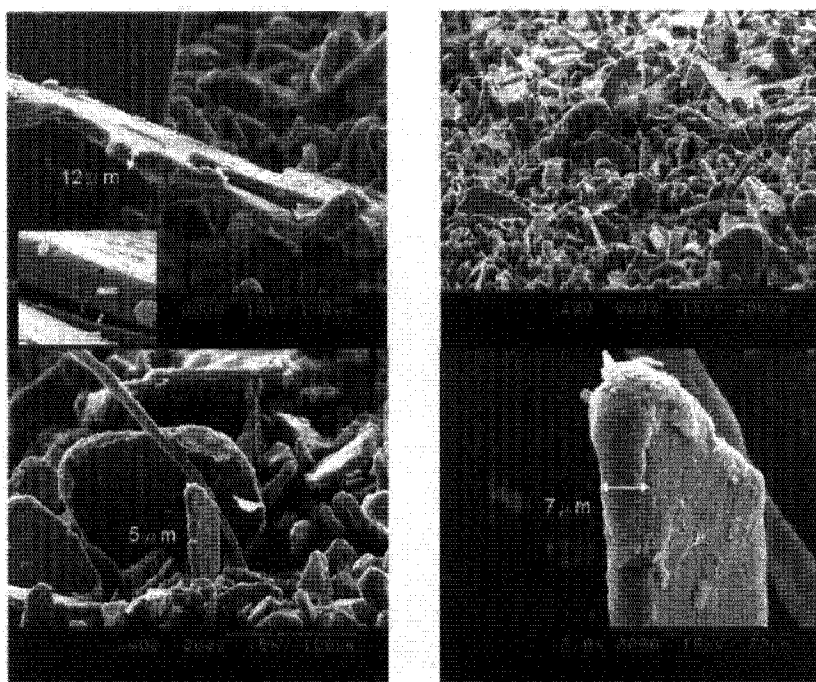
(54)名稱

微粉末的製造方法

(57)摘要

本發明係提供一種可容易地獲得厚度薄且厚度均勻性優越的鱗片狀粉末之聚合物微粉末的製造方法。

上述之課題係依照一種微粉末的製造方法而予以解決，其特徵係具備：交替積層 2 種樹脂(樹脂 A 與樹脂 B)，製作積層數為 16 層以上之多積層體的步驟；藉由粉碎而微粉末化的步驟；及分割所積層之界面(剝離)的步驟；尤其係使進行粉碎的步驟與進行分割的步驟一體化之微粉末的製造方法。



第3圖

發明摘要

※ 申請案號： 103/32056

※ 申請日： 103.9.17

※IPC 分類：

C08J 3/12 (2006.01)
B32B 38/10

【發明名稱】(中文/英文)

微粉末的製造方法

【中文】

本發明係提供一種可容易地獲得厚度薄且厚度均勻性優越的鱗片狀粉末之聚合物微粉末的製造方法。

上述之課題係依照一種微粉末的製造方法而予以解決，其特徵係具備：交替積層2種樹脂(樹脂A與樹脂B)，製作積層數為16層以上之多積層體的步驟；藉由粉碎而微粉末化的步驟；及分割所積層之界面(剝離)的步驟；尤其係使進行粉碎的步驟與進行分割的步驟一體化之微粉末的製造方法。

【英文】

無。

【代表圖】

【本案指定代表圖】：第 3 圖 。

【本代表圖之符號簡單說明】：

無 。

【本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式】：

無 。

發明專利說明書

(本說明書格式、順序，請勿任意更動)

【發明名稱】(中文/英文)

微粉末的製造方法

【技術領域】

【0001】本發明係關於一種由粒徑1至300 μm 、厚度0.1至50 μm 而成之鱗片狀微粉末的製造方法。

【先前技術】

【0002】於化妝品等有使用各種的粉體，例如使黏土礦物粉體化者及/或色材(例如，染料、顏料)。黏土礦物主要有以滑石、雲母等作為代表者。由於該等粉體具有作為化妝原料所必要的被覆力、延展性、附著性等，長久以來一直被使用，但由於人類之皮脂及化妝品中所含之油劑等，容易使微粉末之亮度、彩度降低，故容易成為粉體發黑或顏色暗沉現象之原因。另一方面，與無機系之微粉末比較，有機物之微粉末更柔軟且柔和感更高。又，與球狀之黏土礦物比較，則鱗片狀之微粉末的延展性優越(專利文獻1、專利文獻2)。由以上之理由，正期望提供一種適合於作為化妝品等使用之有機物、尤其是聚合物之鱗片狀微粉末。

【0003】作為鱗片狀微粉末的製造方法，提案有於常溫下為液體之液層液面上，使於有機溶劑中溶解有聚合物的聚合物溶液以膜狀展開，藉由去溶劑化而使薄膜形成，並將該薄膜粉碎之方法(專利文獻2)。然而，於此方法中，乾燥步驟為必要、生產性低、由於大量使用有機

溶劑而對環境或作業員之影響皆已成為問題。

【0004】又，提案有將聚合物溶液之微小液滴滴於平板上而使其固化之方法(專利文獻3)。然而，於此方法中，由於難以切削成作為目的之厚度的微粉末，或是不容易從基板剝離薄膜等之理由，未能容易地獲得適合作為化妝品等使用之鱗片狀聚合物的微粉末。

[先前技術文獻]

[專利文獻]

【0005】

[專利文獻1]日本專利第3963635號公報

[專利文獻2]日本特開2002-308996號公報

[專利文獻3]日本特開昭63-117040號公報

【發明內容】

[發明欲解決之課題]

【0006】於習知的製造方法中，難以粉碎成作為目的之厚度的鱗片狀微粉末、或難以獲得具有均勻厚度之微粉末，又即使可獲得用以製造微粉末之薄膜其生產性也低，又，需要排水處理，因此而無法容易地獲得。

【0007】本發明係解決該課題者，其目的在於提供一種聚合物之微粉末的製造方法，其中用以製造微粉末之薄膜的製造為容易，且可容易地獲得厚度薄且具優越的厚度均勻性之鱗片狀粉末；並提供一種作為化妝品用粉末或是色材等之工業用粉體等為有用的聚合物之微粉末。

[解決課題之手段]

【0008】本發明之聚合物微粉末的製造方法係以具備下列步驟作為特徵之微粉末的製造方法：交替積層2種樹脂(樹脂A與樹脂B)，製作積層數為16層以上之多積層體的步驟；藉由粉碎而微粉末化的步驟；及分割所積層之界面(剝離)的步驟。若考量微粉末之生產量時，作為積層數必須為16層以上，較佳為32層以上。於此，藉由粉碎而微粉末化的步驟與分割所積層之界面(剝離)的步驟之順序可為前後，亦可同時進行兩步驟。

【0009】製作單一材料的微粉末之情形，藉由將一方之樹脂製作成由水溶性樹脂而成的多積層體，於粉碎步驟後溶解水溶性材料，而能獲得單一材料之微粉末。又，藉由在粉碎步驟前、溶解水溶性材料後進行粉碎而能獲得單一材料之粉末。

【0010】本發明之微粉末係平均厚度(t)在 $0.1\mu\text{m}$ 以上 $50\mu\text{m}$ 以下之範圍內，粒徑分布之中心值所代表的粒徑(d)在 $1\mu\text{m}$ 以上至 $300\mu\text{m}$ 以下之範圍內，且粒徑(d)與厚度(t)之比的縱橫比(d/t)為6以上300以下。

【0011】從積層界面剝離之觀點，作為進行積層的樹脂，較佳為聚甲基丙烯酸甲酯樹脂(PMMA)與聚苯乙烯樹脂(PS)、聚甲基丙烯酸甲酯樹脂(PMMA)與脂環式烯烴系樹脂(COP)或是脂環式烯烴系共聚物(COC)、以及聚甲基丙烯酸甲酯樹脂(PMMA)與聚醯胺樹脂(PA)之組合中任一種。

[發明之效果]

【0012】若根據本發明，能提供一種可容易地獲得厚

度薄且厚度均勻性優越的鱗片狀粉末之聚合物微粉末的製造方法，並提供一種作為化妝品用粉末或是色材等之工業用粉體等為有用的聚合物之微粉末。

【圖式簡單說明】

【0013】

第1圖係顯示本發明之積層體的製造方法之例的步驟圖。

第2圖係顯示本發明之實施例1所製作的積層薄膜之剖面構造之例的雷射顯微鏡照片。

第3圖係本發明之實施例1所製作的積層薄膜粉碎品的電子顯微鏡照片。

第4圖係顯示本發明之實施例1所製作的微粉末之粒徑分布測定結果之例的圖形。

第5圖係顯示於參考例2之PMMA/PC薄膜粉碎品的電子顯微鏡照片。

第6圖係顯示本發明之微粉末一例的斜視圖。

【實施方式】

[實施發明之形態]

【0014】 < 積層體的製造方法 >

本發明之積層體的製造方法，如第1圖所示，在將至少2個熔融樹脂積層成被稱為進料嵌段(feed block)之2種樹脂的步驟1，製作於橫向排列而鄰接的層流(laminated flow)(2種2層或2種3層)；在步驟2進行左右2分割；在步驟3同時進行沿寬度方向擴展的步驟與沿厚度方向壓縮的步驟；在步驟4使各自的層重疊；藉此製作17層之交替

積層體。藉由將該等步驟2至4設為1組而重複地進行，能增加積層數。如上所述，由2種3層之層流起始之情形，1組可製作5層、2組可製作9層、3組可製作17層之積層體，積層數能以 $2^{(N+1)}+1$ (於此，N係步驟2至4之組數)表示。由2種2層之層流起始之情形，1組可製作4層、2組可製作8層、3組可製作16層之積層體，積層數能以 $2^{(N+1)}$ (於此，N係步驟2至4之組數)表示。

【0015】經過形成積層體之各步驟後，於將樹脂C積層於最外層側後，藉由模頭而沿橫向擴展成形為薄膜形狀。於此，最外層(樹脂C)係用以防止積層體(B/A/... A/B)之構造於薄膜模頭內部倒塌而進行積層。成形為薄膜狀後之各層厚度係配合藉由後述粉碎步驟所得之粒子的厚度而適宜決定即可

【0016】作為有效地製造薄膜之方法，可舉出熔融擠壓方法。但是，利用相同方法製作作為目標之厚度為1至50 μm 的單層薄膜之情形，材料之強度不足而有在拉取或捲取的步驟中薄膜斷裂等之問題，難以穩定地製造。可穩定地製造之薄膜厚度經驗上為50至60 μm 以上。所得之薄膜於其後亦可進行拉伸。

【0017】於是，將接著性低的樹脂彼此藉由熔融擠壓方法而製作較作為目標之厚度薄且交替積層之多層薄膜，於將其粉碎的同時使層間剝離，能製作薄膜之鱗片狀微粉末。

【0018】所得之多層薄膜係藉由粉碎機予以粉碎而作成微粉末。作為粉碎方法，可舉出乾式粉碎、濕式粉碎

、冷凍粉碎等。該粉碎機之例，可舉出錘磨粉碎機、針式粉碎機(pin crusher)、衝擊式粉碎機、噴射磨粉碎機(jet mill crusher)、球磨粉碎機、衝擊微粉碎機、氣流式粉碎機、噴射粉碎機等。其中，由於乾式粉碎法不需要乾燥步驟，故較佳。

【0019】於粉碎步驟中，由於粉碎裝置會因摩擦熱等而成為高溫，可舉出將液化二氧化碳氣體、液體氮氣等之液化氣體等作為冷卻劑，將多層薄膜一面冷卻一面進行破碎的冷凍粉碎、或將冷卻介質通入裝置中而冷卻的方法等。藉此，即使因粉碎時之剪切熱(shearing heat)、摩擦熱等，也變得不會引起多層薄膜熔化膠合等，故可不損及薄膜之厚度而使薄膜微粉末化。作為微粉碎方法，考量製造成本之情形，較佳為將冷卻介質通入裝置中而冷卻的方法。

【0020】於粉碎過程中，可分為切削固體材料表面之表面粉碎、與使固體大幅度破裂而逐漸變小之體積粉碎。現實上，可認為係於組合表面粉碎與體積粉碎下進行粉碎。交替積層相互之親和性低的樹脂者，乍看之下雖然看起來似乎已接著，但可認為係能容易剝離之狀態。該積層薄膜在粉碎過程所發生的若干粉碎力成為誘因，而亦增進層間的剝離。

【0021】作為親和性低的樹脂，例如，與聚甲基丙烯酸甲酯樹脂組合之情形，可舉出聚苯乙烯樹脂(PS)、脂環式烯烴系樹脂(COP)、脂環式烯烴系共聚物(COC)、聚醯胺樹脂(PA)等，該等之交替積層薄膜容易引起層間剝離。

【0022】第6圖顯示放大利用上述方法所得之微粉末一例之外觀的斜視圖。於該微粉末中，除了狹義的「板狀」之外，也包含依照粉碎之方法而產生的所謂「薄片狀」、「鱗片狀」等形狀之聚合物粒子。

【0023】將水溶性樹脂用於一方之樹脂之情形，可舉出Exceval(Kuraray股份有限公司註冊商標)或是在聚乙烯醇樹脂中含有水分之含水PVA樹脂等。將所得之多層薄膜粉碎後，藉由在 $98^{\circ}\text{C} \times 60$ 分鐘熱水中處理，水溶性樹脂成分會完全溶出，能獲得非水溶性樹脂成分(處理條件參照專利申請號碼：日本特願平11-247061、發明名稱：易分割性聚醯胺系複合纖維)。

【0024】於本發明所使用之微粉末中，一般而言，第6圖中以 t_1 所示之厚度，亦即一個粉體中之厚度能根據利用擠壓成形製作時的吐出量或拉取速度、粉碎條件而調整。又，圖中以 d_1 所示之粒徑也能根據所得之粉碎程度而調整。另外，針對厚度係根據利用電子顯微鏡觀察所求出的個別之 t_1 的算術平均而設為代表 t_1 之厚度(t)；針對粒徑，由於難以個別測定 d_1 ，以利用光繞射法所求出的粒徑分布中心值而設為代表 d_1 之粒徑(d)。再者，藉由該等之調整而能獲得各種縱橫比(d/t)之板狀聚合物粉體。

【0025】將本發明之微粉末作成摻合於化妝原料中的微粉末之情形，厚度(t)較佳為 $0.1\mu\text{m}$ 至 $50\mu\text{m}$ ，更佳約為 $0.1\mu\text{m}$ 至 $30\mu\text{m}$ ，特佳為 $0.5\mu\text{m}$ 至 $20\mu\text{m}$ 。又，微粉末之粒徑為 $1\mu\text{m}$ 至 $300\mu\text{m}$ ，更佳為 $1\mu\text{m}$ 至 $200\mu\text{m}$ 。又，微粉末之縱橫比(d/t)約為6以上300以下，更佳約為10以上200以下

。一般而言，認為附著性依存於微粉體之厚度，越薄者越容易附著。若微粉體之厚度過薄時，則有分散性或延展性差的傾向，由於聚集或是凝聚於毛孔或皮溝中，故不佳。又，若粉體之厚度過厚時，則延展性將會受損，對肌膚之附著性或粒子間之附著性降低，故不佳。

【0026】若使用上述範圍者作為摻合於化妝原料中的微粉末時，由於體積大的同時亦薄，且為透明性佳者，能獲得在化妝原料中之分散性優越、觸感柔軟且滑動性也佳、密著於肌膚、無隨時間經過的顏色暗沉且塗布膜之透明感持續、於化妝效果之高品質為良好者。

【0027】用於本發明之丙烯酸樹脂，係指甲基丙烯酸甲酯之單獨聚合物、或是以甲基丙烯酸甲酯作為主要成分而含有其他共聚合單體之單體混合物的共聚物，較佳使用聚合度3000以下者。再者，於需要透明性之情形，較佳為聚合度300至1000左右者，更佳為聚合度400至600且熔融流動速率(melt flow rate)為25至34g/10分鐘(200°C - 3.8Kg)左右者。

【0028】作為與甲基丙烯酸甲酯進行共聚合之單體，例如，可舉出丙烯酸甲酯、丙烯酸乙酯、丙烯酸丁酯、丙烯酸-2-乙基己酯等之丙烯酸酯類；甲基丙烯酸乙酯、甲基丙烯酸丁酯、甲基丙烯酸-2-羥乙酯、甲基丙烯酸縮水甘油酯、甲基丙烯酸環己酯等之甲基丙烯酸酯類；乙酸乙烯酯等之乙酸酯類；苯乙烯、 α -甲基苯乙烯等之芳香族乙烯化合物；順丁烯二酸酐、順丁烯二酸單及二烷基酯、N-苯基順丁烯二醯亞胺等之順丁烯二醯亞胺類、

丙烯酸、甲基丙烯酸、丙烯酸金屬鹽、甲基丙烯酸金屬鹽等。該等能使用1種以上，但與甲基丙烯酸甲酯之共聚合比率通常較佳在1至30重量%左右之範圍內使用。

【0029】苯乙烯樹脂係由苯乙烯系單體單元所構成，作為該苯乙烯系單體，例如，可舉出苯乙烯、 α -甲基苯乙烯、3-甲基苯乙烯、4-丙基苯乙烯、4-環己基苯乙烯、4-十二基苯乙烯、2-乙基-4-苄基苯乙烯、4-(苯基丁基)苯乙烯等。該等不僅能使用1種，也能併用2種以上。該等之中，較佳為苯乙烯系樹脂。

【0030】又，苯乙烯系樹脂亦可為含有橡膠質聚合物之含橡膠的聚苯乙烯樹脂。於此，所謂橡膠質聚合物係玻璃轉移溫度較佳為 0°C 以下，更佳為 -20°C 以下者，作為較佳者可舉出聚丁二烯、苯乙烯-丁二烯共聚物、含有最多至30重量%之(甲基)丙烯酸低級烷基酯之苯乙烯-丁二烯系共聚物、聚異戊二烯、聚氯丁二烯等之二烯系橡膠。作為其他適當的橡膠質聚合物之例，可舉出丙烯酸C1至C8烷基酯，尤其是以丙烯酸乙酯、丁酯及乙基環己酯作為主體之丙烯酸烷基酯橡膠。丙烯酸烷基酯橡膠可共聚合最多至30重量%之乙酸乙烯酯、甲基丙烯酸甲酯、苯乙烯、丙烯腈、乙烯醚等，進一步亦可共聚合5重量%以下之伸烷基二醇(甲基)丙烯酸酯、二乙烯苯、異三聚氰酸三烯丙酯等之交聯性不飽和單體。

【0031】作為苯乙烯系樹脂之較佳的具體例，可舉出聚苯乙烯、含橡膠之聚苯乙烯、丙烯腈-苯乙烯共聚物、含橡膠之丙烯腈-苯乙烯共聚物、苯乙烯-甲基丙烯酸甲

酯共聚物、含橡膠之苯乙烯-甲基丙烯酸甲酯共聚物、苯乙烯-丙烯酸丁酯共聚物、含橡膠之苯乙烯-丙烯酸丁酯共聚物、苯乙烯-丁二烯嵌段共聚物、苯乙烯-丁二烯-苯乙烯嵌段共聚物、苯乙烯-異戊二烯-苯乙烯嵌段共聚物等之苯乙烯-二烯嵌段共聚物及其氫化物。該等樹脂不僅能使用1種，也可摻合2種以上而使用。該等之中，從各種物性均衡面而言，作為較佳者可舉出聚苯乙烯及含橡膠之聚苯乙烯樹脂。

【0032】作為脂環式聚烯烴系樹脂，較佳可使用JSR(股)之Arton(註冊商標)、日本Zeon(股)之Zeonor(註冊商標)及Zeonex、三井化學(股)之Apel(註冊商標)、POLYPLASTICS(股)之Topas等。

【0033】所謂聚醯胺系樹脂，能使用3員環以上之內醯胺、可聚合之 ω -胺基酸、藉由二元酸與二胺等之聚縮合所得之聚醯胺樹脂。具體而言， ϵ -己內醯胺、胺基己酸、庚內醯胺、7-胺基庚酸、11-胺基十一酸、9-胺基壬酸、 α -吡咯啉酮、 α -哌啉酮等之聚合物；使六亞甲二胺、九亞甲二胺、十一亞甲二胺、十二亞甲二胺、間苯二甲胺(meta-xylenediamine)等之二胺類與對苯二甲酸、間苯二甲酸、己二酸、癸二酸、十二烷二酸、戊二酸等之二羧酸類縮聚所得之聚合物或共聚物，例如，可舉出耐綸4、6、7、8、11、12、6·6、6·10、6·11、6·12、6T、6/6·6、6/12、6/6T、6I/6T等。

其中，從所得之薄膜的熱、機械特性之面而言，特別適合使用耐綸6耐綸6/6·6共聚合樹脂。

【0034】在本發明所用之上述各樹脂可個別單獨使用，亦可摻合2種以上而使用。

[實施例]

【0035】〈鱗片狀微粉末之製作方法〉

使用雙泵葉輪(Twin Impeller)對向氣流乾式粉碎機(Dry Burst型號DB-180W、Sugino Machine製)進行。粉碎方法係藉由調整材料進料側之葉輪轉數與材料排出側之葉輪轉數而進行。粉碎條件係記載於表1。

【0036】〈鱗片狀微粉末之形狀測定〉

[粒徑(d)之測定]

針對藉由粉碎所得之微粉末，使用堀場製作所製之雷射繞射式粒度分布測定裝置(型號：LA-910)測定粒徑。於本發明中，粒徑係以利用該粒度分布測定裝置所得之粒徑分布的中心值(D50)設為粒徑(d)。

[平均厚度(t)之測定]

使用日立製作所製之掃描型電子顯微鏡(型號：S-2150)測定藉由粉碎所得之微粉末的厚度。厚度測定係設為隨機選出的5個粉末之測定結果的平均值。

【0037】〈實施例1〉

作為使用於材料A之樹脂係將聚甲基丙烯酸甲酯(PMMA樹脂、Parapet(註冊商標)HR-L、Kuraray製)作為樹脂A，將聚苯乙烯(PS樹脂、MT5D/G100C=50/50wt%、Toyo Styrol製)作為樹脂B。將樹脂A及樹脂B各自利用單軸擠壓機(PSV22mm：PLAENGI公司製)作成溫度230℃之熔融狀態，藉由齒輪泵以吐出比成為樹脂A/樹脂B=1/5

的方式計量、導入步驟1之模具。藉由重複進行3組步驟2至4而製作17層之積層體。接著，將低密度聚乙烯(LDPE樹脂、Novatec LC600、Japan Polyethylene製)被覆於積層體之最外層後，將通過300mm寬之薄膜模頭(模頭之間隙：約1mm)所吐出者，利用拉取速度6m/分鐘、溫度控制於40℃的3根金屬製之鏡面輥進行冷卻，製作合計19層之薄膜。將所得之薄膜的LDPE樹脂層經剝離者30g投入粉碎機內，以轉數 $8000 \times 9000 \text{ min}^{-1}$ (進×出)(IN×OUT)、處理時間2分30秒之條件製作微粉末。將粉碎前之積層體的雷射顯微鏡照片顯示於第2圖。將粉碎品之掃描型電子顯微鏡照片顯示於第3圖。將測定微粉末粒徑之結果顯示於第4圖。

【0038】 < 實施例 2 >

除了樹脂之投入量與轉數、處理時間以外，以與實施例1相同之條件製作微粉末。以投入量30g、轉數 $8000 \times 10000 \text{ min}^{-1}$ (IN×OUT)、處理時間2分50秒之條件製作微粉末。

【0039】 < 實施例 3 >

作為使用於材料A之樹脂係將聚甲基丙烯酸甲酯(PMMA樹脂、Parapet(註冊商標)HR-L、Kuraray製)作為樹脂A，將環烯烴共聚物(COP樹脂、Topas6013S、Ticona製)作為樹脂B。將樹脂A及樹脂B各自利用單軸擠壓機(PSV22mm：PLAENGI公司製)作成溫度250℃之熔融狀態，藉由齒輪泵以吐出比成為樹脂A/樹脂B=1/5的方式計量、導入步驟1之模具。藉由重複進行3組步驟2至4而製作

17層之積層體。

接著，將低密度聚乙烯(LDPE樹脂、Novatec LC600、Japan Polyethylene製)被覆於積層體之最外層後，將通過300mm寬之薄膜模頭(模頭之間隙：約1mm)所吐出者，利用拉取速度6m/分鐘、溫度控制於40℃的3根金屬製之鏡面輥進行冷卻，製作合計19層之薄膜。

將所得之薄膜的LDPE樹脂層經剝離者30g投入粉碎機內，以轉數 $8000 \times 9000 \text{min}^{-1}$ (IN×OUT)、處理時間2分30秒之條件製作微粉末。

【0040】<實施例4>

作為使用於材料A之樹脂係設為聚甲基丙烯酸甲酯(PMMA樹脂、Parapet(註冊商標)GF、Kuraray製)，將聚甲基丙烯酸甲酯-聚苯乙烯之共聚合樹脂(MS樹脂、Estyrene MS·200、新日鐵住金化學製)作為樹脂B。將樹脂A及樹脂B各自利用單軸擠壓機(PSV22mm：PLAENGI公司製)作成溫度230℃之熔融狀態，藉由齒輪泵以吐出比成為樹脂A/樹脂B=4/1的方式計量、導入步驟1之模具。藉由重複進行3組步驟2至4而製作17層之積層體。接著，將低密度聚乙烯(LDPE樹脂、Novatec LC600、Japan Polyethylene製)被覆於積層體之最外層，將通過300mm寬之薄膜模頭(模頭之間隙：約1mm)所吐出者，利用拉取速度3.6m/分鐘、溫度控制於40℃的3根金屬製之鏡面輥進行冷卻，製作合計19層之薄膜。

將所得之薄膜的LDPE樹脂層經剝離者268g投入粉碎機內，以轉數 $8000 \times 10000 \text{min}^{-1}$ (IN×OUT)、處理時間12

分12秒之條件製作微粉末。

【0041】 < 參考例 1 >

作為使用於材料A之樹脂係將聚甲基丙烯酸甲酯 (PMMA樹脂、Parapet(註冊商標)GF、Kuraray製)作為樹脂A，將聚丙烯 (PP樹脂、Novatec MA3、Japan Polypropylene製)作為樹脂B。將樹脂A及樹脂B各自利用單軸擠壓機 (PSV22mm：PLAENGI公司製)作成溫度230℃之熔融狀態，藉由齒輪泵以吐出比成為樹脂A/樹脂B=1/2的方式計量、導入步驟1之模具。藉由重複進行3組步驟2至4而製作17層之積層體。接著，將低密度聚乙烯 (LDPE樹脂、Novatec LC600、Japan Polyethylene製)被覆於積層體之最外層，將通過300mm寬之薄膜模頭 (模頭之間隙：約1mm)所吐出者，利用拉取速度6m/分鐘、溫度控制於40℃的3根金屬製之鏡面輥進行冷卻，製作合計19層之薄膜。將30g投入粉碎機內，以轉數 $8000 \times 9000 \text{min}^{-1}$ (IN×OUT)、處理時間2分30秒之條件製作微粉末。利用掃描型電子顯微鏡照片觀察粉碎品的層剝離狀態之結果，聚丙烯之熔融物與聚甲基丙烯酸甲酯之粉碎品混合存在，得不到良好之微粉末。

【0042】 < 參考例 2 >

作為使用於材料A之樹脂係將聚甲基丙烯酸甲酯 (PMMA樹脂、Parapet(註冊商標)GF、Kuraray製)作為樹脂A，將聚碳酸酯 (PC樹脂、Lexan 121R、SABIC製)作為樹脂B。將樹脂A及樹脂B各自利用單軸擠壓機 (PSV22mm：PLAENGI公司製)作成溫度250℃之熔融狀態，藉由齒

輪泵以吐出比成爲樹脂 A/樹脂 B=1/2 的方式計量、導入步驟 1 之模具。藉由重複進行 3 組步驟 2 至 4 而製作 17 層之積層體。接著，將低密度聚乙烯 (LDPE 樹脂、Novatec LC600、Japan Polyethylene 製) 被覆於積層體之最外層，將通過 300mm 寬之薄膜模頭 (模頭之間隙：約 1mm) 所吐出者，利用拉取速度 6m/分鐘、溫度控制於 40℃ 的 3 根金屬製之鏡面輥進行冷卻，製作合計 19 層之薄膜。將 30g 投入粉碎機內，以轉數 $8000 \times 9000 \text{ min}^{-1}$ (IN×OUT)、處理時間 2 分 30 秒之條件製作微粉末。利用掃描型電子顯微鏡照片觀察粉碎品的層剝離狀態之結果，雖然一部分看得到剝離，但大部分則未看到剝離。將粉碎品之觀察結果顯示於第 5 圖。

【0043】 < 參考例 3 >

作爲使用於材料 A 之樹脂係將聚甲基丙烯酸甲酯 (PMMA 樹脂、Parapet (註冊商標) HR-L、Kuraray 製) 作爲樹脂 A，將非晶性聚對苯二甲酸乙二酯 (PET 樹脂、SKYGREEN PETG S2008 SK Chemicals) 作爲樹脂 B。將樹脂 A 及樹脂 B 各自利用單軸擠壓機 (PSV22mm：PLAENGI 公司製) 作成溫度 230℃ 之熔融狀態，藉由齒輪泵以吐出比成爲樹脂 A/樹脂 B=1/1 的方式計量、導入步驟 1 之模具。藉由重複進行 3 組步驟 2 至 4 而製作 17 層之積層體。接著，將低密度聚乙烯 (LDPE 樹脂、Novatec LC600、Japan Polyethylene 製) 被覆於積層體之最外層，將通過 300mm 寬之薄膜模頭 (模頭之間隙：約 1mm) 所吐出者，利用拉取速度 6m/分鐘、溫度控制於 40℃ 的 3 根金屬製之鏡面輥進

行冷卻，製作合計19層之薄膜。

將30g投入粉碎機內，以轉數 $8000 \times 9000 \text{min}^{-1}$ (IN×OUT)、處理時間3分16秒之條件製作微粉末。利用掃描型電子顯微鏡照片觀察粉碎品的層剝離狀態之結果，雖然一部分看得到剝離，但大部分則未看到剝離。

【0044】 < 實施例5 >

作為使用於材料A之樹脂係將以20/80之重量比混合聚甲基丙烯酸甲酯(PMMA樹脂、Parapet(註冊商標)GF、Kuraray製)與聚苯乙烯(PS樹脂、MT5D/G100C=50/50wt%、Toyo Styrol製)者作為樹脂A，作為使用於材料B之樹脂係將聚甲基丙烯酸甲酯(PMMA樹脂、Parapet(註冊商標)GH-S、Kuraray製)作為樹脂B。將樹脂A及樹脂B各自利用單軸擠壓機(PSV22mm：PLAENGI公司製)作成溫度 230°C 之熔融狀態，藉由齒輪泵以吐出比成為樹脂A/樹脂B=4/1的方式計量、導入步驟1之模具。藉由重複進行3組步驟2至4而製作17層之積層體。

接著，將低密度聚乙烯(LDPE樹脂、Novatec LC600、Japan Polyethylene製)被覆於積層體之最外層，將通過300mm寬之薄膜模頭(模頭之間隙：約1mm)所吐出者，利用拉取速度3.6m/分鐘、溫度控制於 40°C 的3根金屬製之鏡面輥進行冷卻，製作合計19層之薄膜。將所得之薄膜的LDPE樹脂層經剝離者30g投入粉碎機內，以轉數 $8000 \times 9000 \text{min}^{-1}$ (IN×OUT)、處理時間2分30秒之條件製作微粉末。

【0045】 < 參考例4 >

作為使用於材料A之樹脂係將以20/80之重量比混合聚甲基丙烯酸甲酯(PMMA樹脂、Parapet(註冊商標)EH、Kuraray製)與聚碳酸酯(PC樹脂、Lexan 121R、SABIC製)者作為樹脂A，將聚甲基丙烯酸甲酯(PMMA樹脂、Parapet(註冊商標)GF、Kuraray製)作為樹脂B。將樹脂A及樹脂B各自利用單軸擠壓機(PSV22mm：PLAENGI公司製)作成溫度250℃之熔融狀態，藉由齒輪泵以吐出比成為樹脂A/樹脂B=4/1的方式計量、導入步驟1之模具。藉由重複進行3組步驟2至4而製作17層之積層體。接著，將低密度聚乙烯(LDPE樹脂、Novatec LC600、Japan Polyethylene製)被覆於積層體之最外層，將通過300mm寬之薄膜模頭(模頭之間隙：約1mm)所吐出者，利用拉取速度3.6m/分鐘、溫度控制於40℃的3根金屬製之鏡面輥進行冷卻，製作合計19層之薄膜。

將所得之薄膜的LDPE樹脂層經剝離者30g投入粉碎機內，以轉數 $8000 \times 9000 \text{ min}^{-1}$ (IN×OUT)、處理時間2分30秒之條件製作微粉末。利用掃描型電子顯微鏡照片觀察粉碎品的層剝離狀態之結果，雖然一部分看得到剝離，但大部分則未看到剝離。

【0046】將上述之實施例及參考例之結果顯示於表1。另外，參考例1至4之樹脂的組合，雖然以該參考例之試驗條件無法分割，但若條件適切則具有能分割之可能性，因此本發明並不排除該參考例之樹脂的組合。

【0047】 < 實施例6 >

作為使用於材料A之樹脂係使用聚甲基丙烯酸甲酯

(PMMA樹脂、Parapet(註冊商標)GF、Kuraray製)，將水溶性樹脂(Exceval(註冊商標)CP-410、Kuraray製)作為樹脂B。將樹脂A及樹脂B各自利用單軸擠壓機(PSV22mm：PLAENGI公司製)作成溫度220℃之熔融狀態，藉由齒輪泵以吐出比成為樹脂A/樹脂B=1/5的方式計量、導入步驟1之模具。藉由重複進行3組步驟2至4而製作17層之積層體。接著，將低密度聚乙烯(LDPE樹脂、Novatec LC701、Japan Polyethylene製)被覆於積層體之最外層後，將通過300mm寬之薄膜模頭(模頭之間隙：約1mm)所吐出者，利用拉取速度6mm/分鐘、溫度控制於40℃的3根金屬製之鏡面輥進行冷卻，製作合計19層之薄膜。

將所得之薄膜的LDPE樹脂層經剝離者30g投入粉碎機內，以轉數 $8000 \times 9000 \text{ min.}^{-1}$ (IN×OUT)、處理時間2分30秒之條件製作微粉末。

接著，藉由將所得之微粉末在95℃之溫水中攪拌2小時而僅使水溶性樹脂溶解後，藉由過濾而僅獲得聚甲基丙烯酸甲酯之微粉末。

【0048】[表1]

	材料構成	積層數 (層)	粉碎條件		粉碎後之剝離性
	樹脂A/樹脂B		IN×OUT[min.^{-1}]	D50[μm]	
實施例1	PMMA樹脂/PS樹脂	17	8000×9000	39	○：剝離性良好
實施例2	PMMA樹脂/PS樹脂	17	8000×10000	30	○：剝離性良好
實施例3	PMMA樹脂/COP樹脂	17	8000×9000	43	○：剝離性良好
實施例4	PMMA樹脂/MS樹脂	17	8000×10000	26	○：剝離性良好
參考例1	PMMA樹脂/PP樹脂	17	8000×9000	-	×：剝離不佳 (PP樹脂熔化膠合)
參考例2	PMMA樹脂/PC樹脂	17	8000×9000	40	×：剝離不佳
參考例3	PMMA樹脂/PET樹脂	17	8000×9000	35	×：剝離不佳
實施例5	(PMMA樹脂+PS樹脂=20/80wt%)/PMMA樹脂	17	8000×10000	40	○：剝離性良好
參考例4	(PMMA樹脂+PC樹脂=20/80wt%)/PMMA樹脂	17	9000×10000	50	×：剝離不佳
實施例6	PMMA樹脂/水溶性樹脂	17	8000×9000*	40	○：剝離性良好

*粉碎後溶解處理

【符號說明】

【0049】

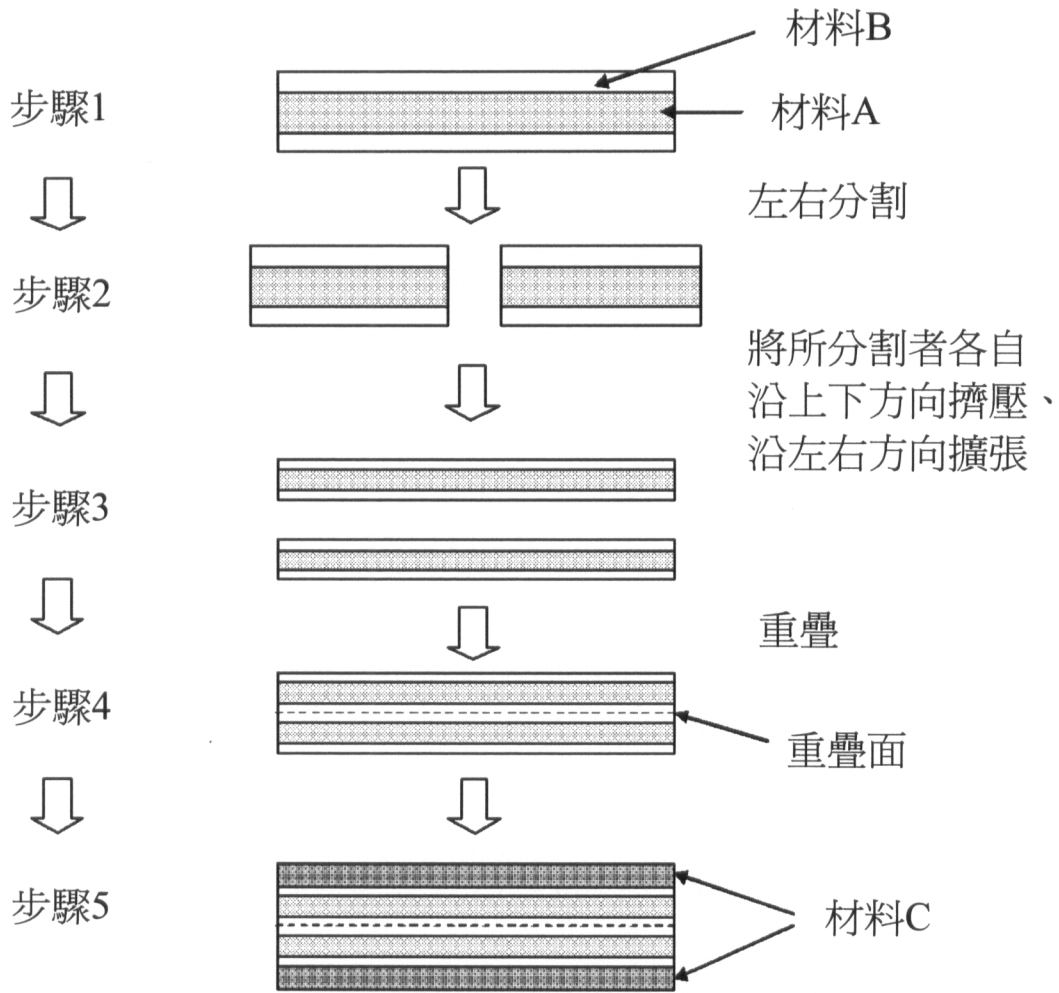
d1 粒徑

t1 厚度

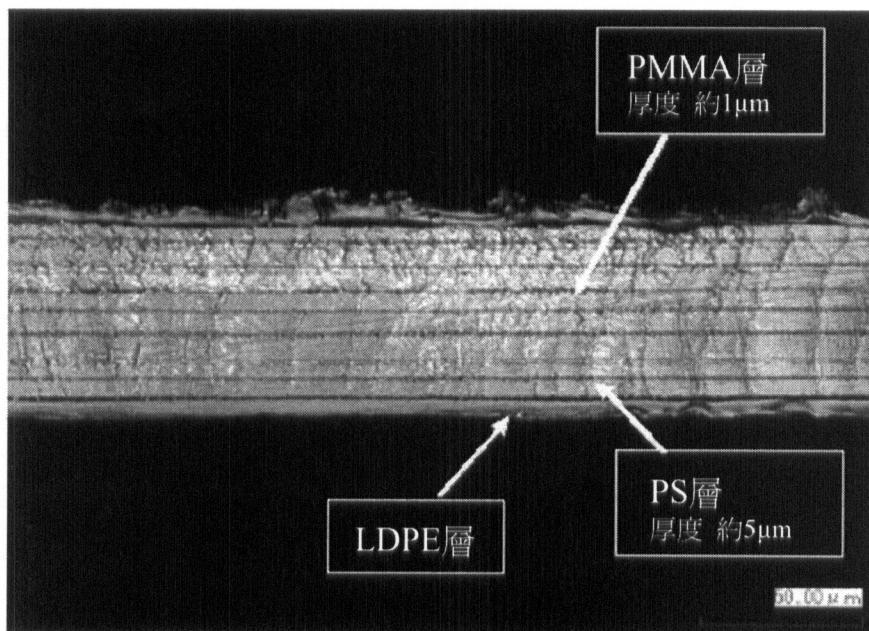
申請專利範圍

1. 一種微粉末的製造方法，其特徵係具備：
至少熔融2種樹脂而交替積層，製作樹脂層之層數為16層以上之多積層體的步驟；
粉碎該多積層體的步驟；及
分割所積層之層的步驟。
2. 如請求項1之微粉末的製造方法，其中使進行粉碎的步驟與進行分割的步驟一體化。
3. 如請求項1或2之微粉末的製造方法，其中進行積層的樹脂係由聚甲基丙烯酸甲酯樹脂(PMMA)與聚苯乙烯樹脂(PS)、聚甲基丙烯酸甲酯樹脂(PMMA)與脂環式烯烴系樹脂(COP)或是脂環式烯烴系共聚物(COC)、以及聚甲基丙烯酸甲酯樹脂(PMMA)與聚醯胺樹脂(PA)之組合中任一種而成。
4. 如請求項1之微粉末的製造方法，其中該進行分割的步驟係藉由溶解至少一樹脂而進行。
5. 如請求項4之微粉末的製造方法，其中於該進行分割的步驟所溶解的樹脂為水溶性樹脂。
6. 如請求項1或4之微粉末的製造方法，其中該微粉末係以粒徑分布之中心值所代表的粒徑(d)為 $1\mu\text{m}$ 以上 $300\mu\text{m}$ 以下、平均厚度(t)為 $0.1\mu\text{m}$ 以上 $50\mu\text{m}$ 以下、且縱橫比(d/t)為6以上300以下。

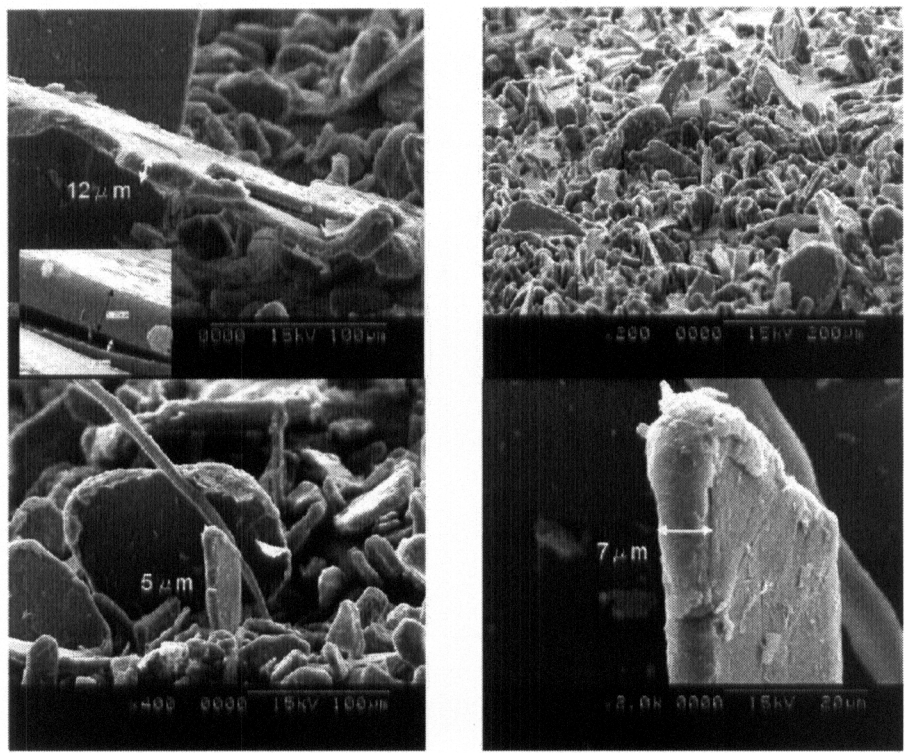
圖式



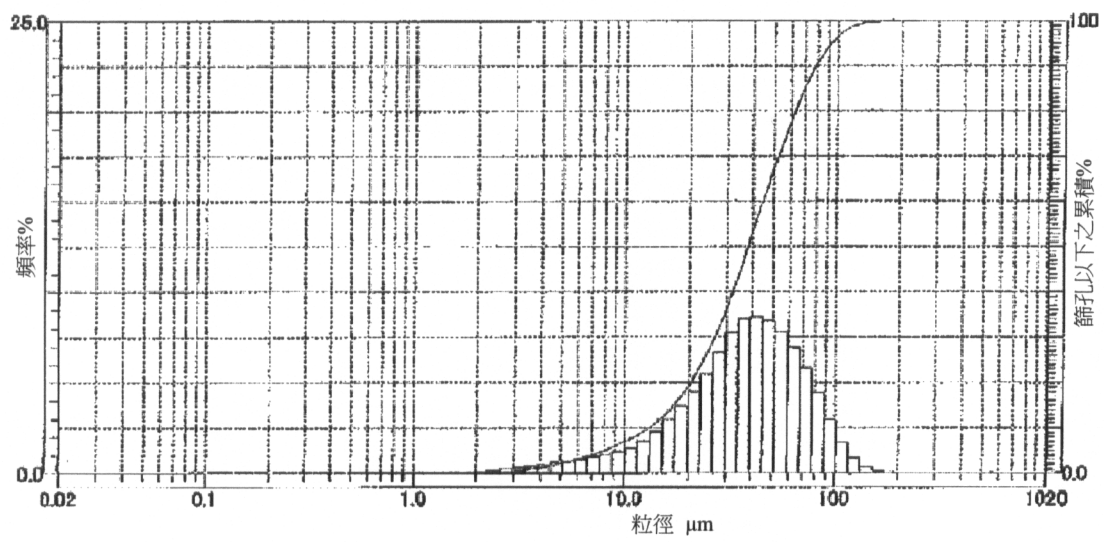
第1圖



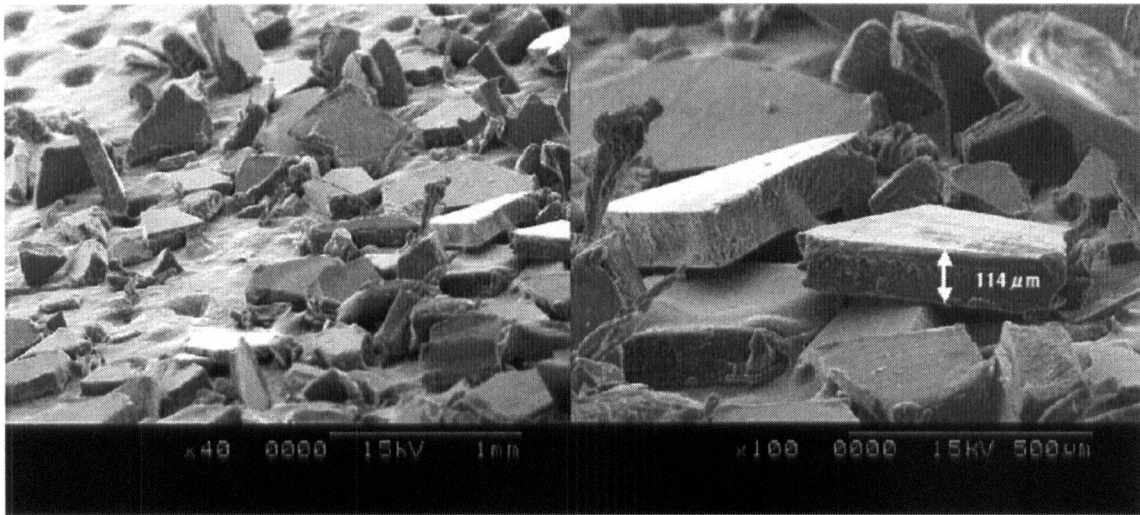
第2圖



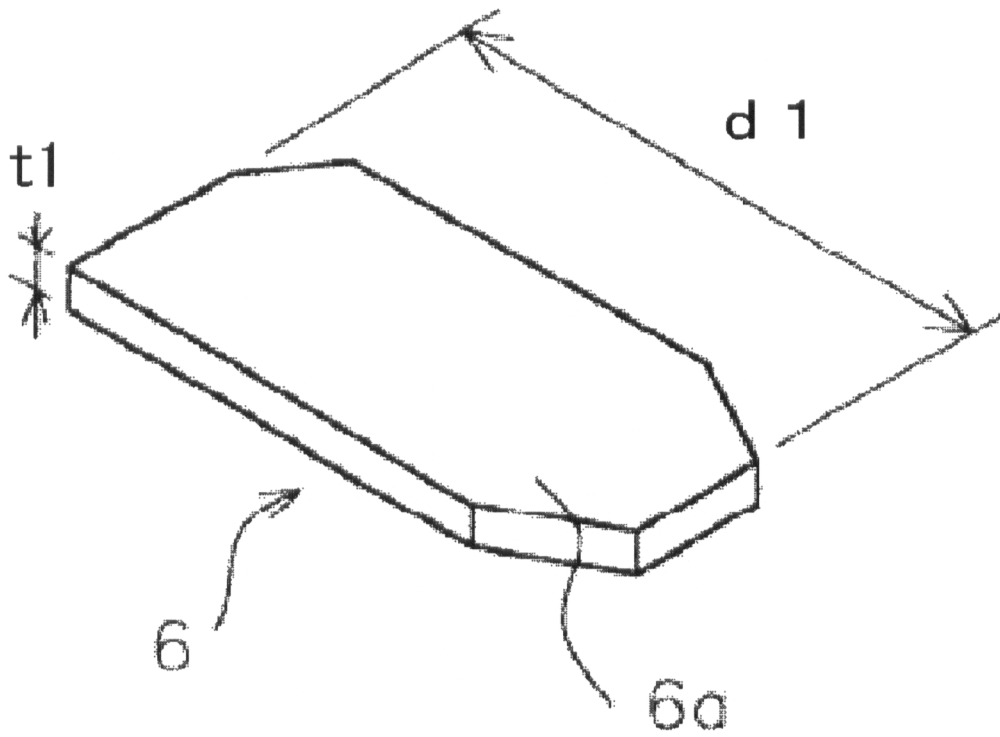
第3圖



第4圖



第5圖



第6圖