

公告本

發明專利說明書

(本說明書格式、順序及粗體字，請勿任意更動，※記號部分請勿填寫)

※申請案號：95149105

※申請日期：95.12.27

※IPC分類：C09J9/00, C08L101/16

一、發明名稱：(中文/英文)

利用生物分解回收料製作開孔發泡之方法

二、申請人：(共1人)

姓名或名稱：(中文/英文)

財團法人塑膠工業技術發展中心

代表人：(中文/英文) 蕭吉雄

住居所或營業所地址：(中文/英文)

臺中市西屯區協和里工業區三八路193號

國籍：(中文/英文) 中華民國

三、發明人：(共2人)

姓名：(中文/英文)

1. 吳易凡

2. 傅建中

國籍：(中文/英文)

1. 中華民國

2. 中華民國

四、聲明事項：

主張專利法第二十二條第二項第一款或第二款規定之事實，其事實發生日期為： 年 月 日。

申請前已向下列國家（地區）申請專利：

【格式請依：受理國家（地區）、申請日、申請案號 順序註記】

有主張專利法第二十七條第一項國際優先權：

無主張專利法第二十七條第一項國際優先權：

主張專利法第二十九條第一項國內優先權：

【格式請依：申請日、申請案號 順序註記】

主張專利法第三十條生物材料：

須寄存生物材料者：

國內生物材料 【格式請依：寄存機構、日期、號碼 順序註記】

國外生物材料 【格式請依：寄存國家、機構、日期、號碼 順序註記】

不須寄存生物材料者：

所屬技術領域中具有通常知識者易於獲得時，不須寄存。

五、中文發明摘要：

本發明旨在揭示一種利用生物分解回收料製作開孔發泡之方法，其主要係包括有調配步驟：依生物高分子材料之成份特性，與所欲達成之開孔程度，加入適當比例與適當M I 值之生分解回收料，以及發泡劑；混合步驟：將生物高分子純料、生分解回收料以及發泡劑及助劑均勻混合造粒；發泡步驟：利用生分解回收料材因存放過久不堪使用已裂解，或經過一次以上的熱履歷，而造成分子量驟降，容易在生物高分子材料體內因高溫造成相容卻分相的原理，在發泡過程中裂解形成汽相達到發泡又開孔之目的。

六、英文發明摘要：

七、指定代表圖：

(一)本案指定代表圖為：第（一）圖。

(二)本代表圖之元件符號簡單說明：

無

八、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：

九、發明說明：

【發明所屬之技術領域】

本發明係有關於一種利用生物分解回收料製作開孔發泡之方法，更詳而言之係關於一種生物高分子材料混合生分解回收料，可穩定控制並達到極高開孔率之發泡方法。

【先前技術】

多孔發泡料材係可藉其巨大的總表面積與相關特性，應用於多孔濾材、生物體內多孔支架、藥物多孔載體等各種領域，因用途廣泛故極具開發與實用價值；

生物高分子材料因分子量高而 M I (Melt Index，溶融指數) 低，故在高溫發泡過程中仍持續保持其溶融強度(Melt Strength)，因而不易產生開孔。因此習用方式只能選用少數材料如 P U (Polyurethane，聚氨酯)、P V C (PolyVinyl Chloride，聚氯乙烯) 等做為開孔材料，其它生物高分子材料在傳統熱壓製程上難以發泡，更難以做為開孔發泡材料之用，故在材料選用上受限較多，不易利用。

習知多孔材料製造技術如溶劑法或冷凍乾燥法，請參閱中華民國專利申請案號 089127293 號『非水溶性多醣類材料之製造方法』、090121452 號『製備具有交互連通孔洞之多孔性生物吸收性材料的方法』、091134292 號『植入材料及其製造方法』等相關前案，其主要係先經過溶融生物高分子材料後，再將溶劑揮發去除，因此實際高分子固成份約只有 10~15%，意即有 85% 以上的溶劑被抽出排入大氣層

中，如此將會造成生態環境嚴重的污染，在環保意識抬頭的今日，實不應在運用上述高污染之方法；再者，此種方法只是用以製作出多孔材料，並無發泡過程，意即無發泡倍率，仍有不切實用之缺失。

習知之製造方式尚有利用超臨界流體來達成多孔之目的者，請參閱中華民國專利申請案號89118912號『多孔製品之製造方法』、093124998『微胞開孔聚苯乙烯發泡體之製備方法』等相關前案，其主要係利用如超臨界二氣化碳或氮氣來達成開孔之效，然而要將上述氣體穩定的控制於超臨界條件並不容易，需要較複雜之設備與步驟，且作成之成品極易因超臨界流體之高滲透力而破泡、回縮、變形，導致良率偏低，如此不穩定之製造方式亦不符工業化之需求，良率低成本高更難以提高市場競爭力。

鑑於目前尚未有關於生物高分子材料開孔發泡之有效方式可供產業界利用，因此本案發明人即針對上述習用方法之缺失與限制，積極研究改良，經長期努力試作，終於開發設計出本發明。

【發明內容】

本發明之主要目的係在於提供一種利用生物分解回收料製作開孔發泡之方法，其可改善習用之生物高分子材料應用於多孔發泡材料在製造上所面臨的環境污染、控制不易、成本偏高、設備複雜、良率偏低等各方面之缺失。

本發明之主要步驟係包括有下列各步驟：

調配步驟：依生物高分子材料之成份特性，與所欲達成之開孔程度，

加入適當重量比例與適當M I 值之再生分解回收料，以及發泡劑，該生物高分子材料所欲達成之開孔程度係介於開孔率平均值50%~95%，該生分解回收料主要為聚乳酸，其適當的重量比例係介於10%~90%，適當的M I 值係介於10~40g/10min，該發泡劑主要為吸熱型發泡劑；

混合步驟：將生物高分子材料、生分解回收料以及發泡劑、助劑均勻混合造粒；

發泡步驟：利用生分解回收料因存放過久不堪使用已裂解，或經過一次以上的熱履歷，而造成分子量驟降，容易在生物高分子材料體內因高溫造成相容卻分相的原理，在發泡過程中生分解回收料會造成分子量極劇驟降或因不耐高溫而溶融強度瞬時瓦解，部分溶融強度瞬時瓦解的汽相嚴如生物材料發泡體的致孔劑，達到發泡又開孔之目的。

續請參閱附件一，附件一係本發明利用生物分解回收料製作開孔發泡之方法成品與習用生物材料成品之比較，以及本發明成品開孔狀態之實際照片；

由附件一之附圖一以及附圖二做比較可知，本發明所製之成品，經直接目視即可看到開孔，顯見開孔率極高，反觀習用之成品則無法由目視直接看到開孔，故可知其開孔率較低；

再者，由附圖三之局部放大圖，以及附圖四、附圖五之電子顯微鏡觀查結果可知，本發明之成品開孔率確可達到90%以上，完全符合產業上之開孔發泡之需求。

綜觀上述之說明可知，本發明利用生物分解回收料製作開孔發泡之方

法具有下列優點：

- 1 · 不受限於生物高分子材料之種類，亦可選用 P U 聚乳酸、P V C 聚己內酯以外之生物高分子材料，適用範圍更廣。
- 2 · 不需配合大量之揮發性溶劑，以生分解回收料做為致孔劑，資源回收再利用，有助於環境保護且降低生產成本。
- 3 · 成品係經發泡而成，具有發泡倍率，容易製造與塑型。
- 4 · 不需配合超臨界流體之複雜設備、準確控制，生產條件較易達成。
- 5 · 成品無凹陷、回縮、變形、不穩定之缺失，良率較佳。

因此本發明實是一種相當具有實用性及進步性之發明，值得產業界來推廣，並公諸於社會大眾。

【實施方式】

本發明係有關於一種利用生物分解回收料製作開孔發泡之方法，請參閱第一圖所示，這種利用生物分解回收料製作開孔發泡之方法其主要包括下列步驟：

洗淨選別步驟：將生分解回收料清洗乾淨，並剔除非生分解材料之雜質，再測試M I 值並依M I 值做區分，進而將其除濕乾燥；
其中該生分解回收料係包括已裂解或經過至少一次熱履歷之下腳料 (o f f 料)，包括聚乳酸 (P L A，Poly(Lactic acid))、聚己二酸/對苯二甲酸丁二酯 (P B A T，Poly(Butylene Adipate/Terephthalate))、脂肪族聚酯共聚物 (Diphalic polyester)、聚乳酸—聚甘醇酸 (P L G A，Poly Lactic Glycol Copolymer)、聚琥珀酸丁酯 (P B S，Poly(Butylene

Succinate)）、聚羥基羧酸酯（P H A，Polyhydroxy-Alkanoates）、聚 β -羥基丁酯（P H B，Polyhydroxybutyrate）、聚己內酯（P C L，Poly(CaproLactone)）、聚 β -羥基丁酯酸戊酸酯（Polyhydroxypentarate）；或塑化之生質材料(Plastisized Biomass Materials)，包括塑化澱粉回收料(Recycle Plasticized Starch)、塑化木纖(Plasticized Wood Flour)或塑化植物纖維(Plasticized Plant Fibers)等。

● 調配步驟：依生物高分子材料之成份特性，與成品所欲達成之開孔程度，加入適當比例與M I 值之生分解回收料，以及發泡劑及其他助劑，該助劑於本實施例中係添加1 phr 之碳酸鈣；

其中該生物高分子材料本身之M I 值可為0.01~3 g/10min 之範圍，又以實驗中所採之M I 值0.05~2 g/10min 為較佳；該發泡劑可為吸熱型或放熱型，最好以吸熱型發泡劑為佳，如碳酸氫鈉(B I F、B I H)等；

● 上述生物高分子材料、生分解回收料與發泡劑之比例調配、M I 值等相關數據請參閱第二圖之實驗相關數據資料；

由該第二圖之實驗相關數據資料所示可知，生分解回收材料之M I 值為1~30 g/10min 以上（實驗中為40 g/10min）時，即具有開孔發泡之效果，其中以生分解回收材料M I 值10~30 g/10min 為較佳；

該生分解回收料之重量百分比例則可為10~90%範圍內，由第二圖之實驗相關數據資料可知，該生分解回收料之重量百分比以10~50

為較佳；

該發泡劑之添加比例可為 0.1 ~ 20 phr (per hundred resin)，參照實驗數據資料可知，該發泡劑之添加比例以 5 ~ 10 phr 為較佳；藉由上述之調配比例可令生物高分子材料在發泡後具有開孔之效，而配合較佳之比例調配更可控制開孔率平均值於 50% ~ 95%，故可針對生物高分子材料本身之特性，以及成品所需之型態可調整比例。

混合步驟：將高分子泡體、生分解回收料以及發泡劑以造粒機控制於 130 ~ 150°C 之造粒溫度均勻混合造粒。

發泡步驟：因生物高分子材料未裂解，分子量大、MI 值極低，溶融強度高，在發泡時會形成固相支撐泡體，不易開孔，故摻入生分解回收料已裂解或經一次或多次的熱履歷而分子量驟降，受高溫易裂解，利用高溫發泡令生物高分子材料與生分解回收料因相容卻分相的原理，使生分解回收料達到致孔劑之效，在發泡過程中因裂解形成汽相達到發泡又開孔之目的；

其中該發泡步驟係指利用具有外壓可與發泡內壓持平之持壓機構所達成，諸如模壓發泡、異形押出發泡等，利用油壓控制系統或押出機螺桿提供外壓之發泡方式。

後製步驟：係將成品以浸藥物或加入工業用添加劑之方式，再經適當之冷卻、烘乾、包裝、儲放等程序，以對其增濕調濕、外觀尺寸、泡孔大小稍做調整。

由上所述者僅為用以解釋本發明之較佳實施例，並非企圖據以對本發

明做任何形式上之限制，是以，凡有在相同之發明精神下所做有關本發明之任何修飾或變更者，皆仍應包括在本發明意圖保護之範疇內。

綜上所述，本發明利用生物分解回收料製作開孔發泡之方法在結構設計、使用實用性及成本效益上，確實是完全符合產業上發展所需，且所揭露之結構發明亦是具有前所未有的創新構造，所以其具有「新穎性」應無疑慮，又本發明可較之習知結構更具功效之增進，因此亦具有「進步性」，其完全符合我國專利法有關發明專利之申請要件的規定，乃依法提起專利申請，並敬請 鈞局早日審查，並給予肯定。

【圖式簡單說明】

第一圖係本發明利用生物分解回收料製作開孔發泡之方法流程圖。

第二圖係本發明實驗相關數據資料列表。

【主要元件符號說明】

無

十、申請專利範圍：

1. 一種利用生物分解回收料製作開孔發泡之方法，其主要係包括下列步驟：

調配步驟：依生物高分子材料之成份特性，與所欲達成之開孔程度，加入適當重量比例與適當M I 值之生分解回收料，以及發泡劑，該生物高分子材料所欲達成之開孔程度係介於開孔率平均值50%~95%，該生分解回收料主要為聚乳酸，其適當的重量比例係介於10%~90%，適當的M I 值係介於10~40g/10min，該發泡劑主要為吸熱型發泡劑；

混合步驟：將高分子泡體、生分解回收料以及發泡劑均勻混合造粒；

發泡步驟：藉高溫發泡令生物高分子材料與生分解回收料因相容卻分相的原理，達到發泡又開孔之目的。

2. 根據申請專利範圍第1項所述之利用生物分解回收料製作開孔發泡之方法，其中該生分解回收料係在調配步驟之前先經洗淨選別步驟，以剔除雜質並區分M I 值，再將其除濕乾燥。

3. 根據申請專利範圍第1項所述之利用生物分解回收料製作開孔發泡之方法，其中該生分解回收料之M I 值以10~30g/10min 為較佳。

4. 根據申請專利範圍第1項所述之利用生物分解回收料製作開孔發泡之方法，其中該生分解回收料之重量百分比例以10~50%為較佳。

5. 根據申請專利範圍第1項所述之利用生物分解回收料製作開孔發泡之方法，其中該生物高分子材料之M I 值範圍為0.01~3g/10min。

6. 根據申請專利範圍第1項所述之利用生物分解回收料製作開孔發泡之方法，其中該生物高分子材料之M I 值為0.05~2g/10min 為較佳。

7. 根據申請專利範圍第1項所述之利用生物分解回收料製作開孔發

泡之方法，其中該混合步驟之溫度以 $130\sim150^{\circ}\text{C}$ 為較佳。

8. 根據申請專利範圍第1項所述之利用生物分解回收料製作開孔發泡之方法，其中該發泡劑之添加比例為 $0.1\sim20\text{ phr}$ 。

9. 根據申請專利範圍第1項所述之利用生物分解回收料製作開孔發泡之方法，其中該發泡劑之添加比例以 $5\sim10\text{ phr}$ 為較佳。

10. 根據申請專利範圍第1項所述之利用生物分解回收料製作開孔發泡之方法，其中該生分解回收料係包括已裂解或經過至少一次熱履歷之下腳料。

11. 根據申請專利範圍第1項所述之利用生物分解回收料製作開孔發泡之方法，其中該生分解回收料亦可為聚己二酸/對苯二甲酸丁二酯、脂肪族聚酯共聚物、聚乳酸—聚甘醇酸、聚琥珀酸丁酯、聚羥基羧酸酯、聚 β -羥基丁酯、聚己內酯、聚 β -羥基丁酯酸戊酸酯。

12. 根據申請專利範圍第1項所述之利用生物分解回收料製作開孔發泡之方法，其中該生分解回收料包括塑化之生質材料。

13. 根據申請專利範圍第12項所述之利用生物分解回收料製作開孔發泡之方法，其中該塑化之生質材料係可為塑化澱粉回收料、塑化木纖或塑化植物纖維。

14. 根據申請專利範圍第1項所述之利用生物分解回收料製作開孔發泡之方法，其中該發泡劑亦可為放熱型發泡劑。

15. 根據申請專利範圍第1項所述之利用生物分解回收料製作開孔發泡之方法，其中該吸熱型發泡劑為BIF或BIH。

16. 根據申請專利範圍第1項所述之利用生物分解回收料製作開孔發泡之方法，其中該混合步驟係配合造粒機以均勻混合。

17. 根據申請專利範圍第1項所述之利用生物分解回收料製作開孔發泡之方法，其中該發泡步驟係為模壓發泡或異形押出發泡。

18. 根據申請專利範圍第1項所述之利用生物分解回收料製作開孔發泡之方法，其中該發泡步驟係配合利用具有外壓可與發泡內壓持平之持壓機構所達成。

19. 根據申請專利範圍第18項所述之利用生物分解回收料製作開孔發泡之方法，其中該持壓機構係藉由油壓控制系統或押出機螺桿提供外壓。

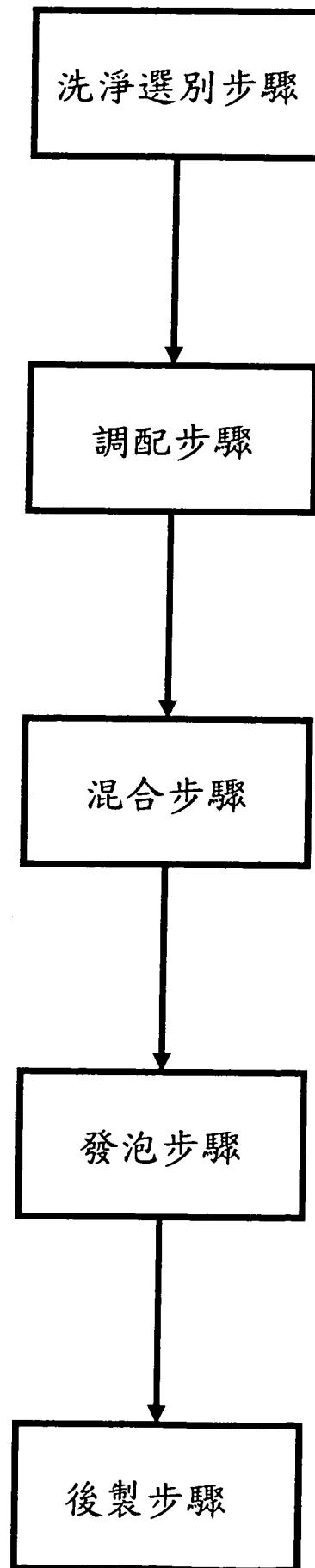
20. 根據申請專利範圍第1項所述之利用生物分解回收料製作開孔發泡之方法，其中該發泡步驟後係可再經後製步驟，以對增濕調濕、外觀尺寸、泡孔大小做調整。

21. 根據申請專利範圍第20項所述之利用生物分解回收料製作開孔發泡之方法，其中該後製步驟係包括浸藥物或加入工業用添加劑。

22. 根據申請專利範圍第20項所述之利用生物分解回收料製作開孔發泡之方法，其中該後製步驟係包括冷卻、烘乾、包裝或儲放程序。

23. 根據申請專利範圍第1項所述之利用生物分解回收料製作開孔發泡之方法，其中該調配步驟係可加入助劑。

24. 根據申請專利範圍第23項所述之利用生物分解回收料製作開孔發泡之方法，其中該助劑為碳酸鈣。



第一圖

	例 1-3 MI<5	例 4-6 MI<10	例 7-9 MI<10	10-12 MI<20	13-15 MI<20	16-18 MI<30	19-21 MI<30	22-24 MI>30	25-28 MI>30
回收生分 解材料	10% 25% 50%	10% 25% 50%	10% 25% 50%						
未裂解之 PLA	90% 75% 50%	90% 75% 50%	90% 75% 50%						
發泡劑	5phr	5phr	10phr	5phr	10phr	5phr	10phr	5phr	10phr
碳酸鈣	1phr	1phr	1phr						
開孔率平 均值	<10% <50% <10%	<50% <50% <50%	<50% <70% <70%	<70% >75% >75%	>90% >90% >90%	>90% >90% >90%	>95% >95% >95%	>95% 發爛 發爛	發爛 -- --
泡體外觀	泡體完 整，略 見開孔	泡體完 整，開 孔良好	泡體完 整，開 孔良好	泡體完 整，開 孔良好	泡體完 整，開 孔良好	泡體完 整，開 孔良好	泡體完 整，開 孔良好	成品略 呈塌陷	成品已 呈塌陷

第二圖