

(19) 日本国特許庁(JP)

## (12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第4271727号  
(P4271727)

(45) 発行日 平成21年6月3日(2009.6.3)

(24) 登録日 平成21年3月6日(2009.3.6)

(51) Int.Cl.

F21V 7/22 (2006.01)  
G02B 5/08 (2006.01)

F 1

F21V 7/22 100  
G02B 5/08 A

請求項の数 12 (全 17 頁)

(21) 出願番号	特願平9-512995
(86) (22) 出願日	平成8年10月9日(1996.10.9)
(65) 公表番号	特表2000-502489(P2000-502489A)
(43) 公表日	平成12年2月29日(2000.2.29)
(86) 國際出願番号	PCT/US1996/016142
(87) 國際公開番号	W01997/020882
(87) 國際公開日	平成9年6月12日(1997.6.12)
審査請求日	平成15年8月19日(2003.8.19)
審判番号	不服2007-7974(P2007-7974/J1)
審判請求日	平成19年3月19日(2007.3.19)
(31) 優先権主張番号	08/569,411
(32) 優先日	平成7年12月6日(1995.12.6)
(33) 優先権主張国	米国(US)

(73) 特許権者	391028362 ダブリュ. エル. ゴア アンド アソシエイツ, インコーポレイティド W. L. GORE & ASSOCIATES, INCORPORATED アメリカ合衆国, デラウェア 19714 , ニューアーク, ピー. オー. ボックス 9206, ペーパー ミル ロード 55 1
(74) 代理人	100099759 弁理士 青木 篤
(74) 代理人	100077517 弁理士 石田 敏
(74) 代理人	100087413 弁理士 古賀 哲次

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】光誘導チャンバー用の光反射面

## (57) 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

紫外線ランプを組み入れた光誘起チャンバーの、光の改良された反射能を提供する方法であって、

その中に微細多孔質の空隙を画定するフィブリルによって相互に接続されたポリマー結節を有する延伸膨張ポリテトラフルオロエチレンを含む反射材を提供し、

紫外線ランプからの光が反射材に衝突してそれから反射することができるよう反射材を装着する、

ことを含む方法。

## 【請求項 2】

光誘起チャンバーの中に、可視光スペクトルの波長を含む光を提供する請求項 1 に記載の方法。

## 【請求項 3】

前記反射材は、その表面に衝突する紫外線の 90 % より多くを反射する請求項 1 に記載の方法。

## 【請求項 4】

前記反射材は、その表面に衝突する紫外線の 95 % より多くを反射する請求項 1 に記載の方法。

## 【請求項 5】

前記反射材は、その表面に衝突する紫外線の 99 % より多くを反射する請求項 1 に記載の方法。

10

20

方法。

【請求項 6】

マイクロ波活性ランプを組み入れた光誘起チャンバーの、光の改良された反射能を提供する方法であって、

その中に微細多孔質の空隙を画定するフィブリルによって相互に接続されたポリマー結節を有する延伸膨張ポリテトラフルオロエチレンを含む反射材を提供し、

マイクロ波エネルギーが反射材を透過し、ランプの方に導かれ、それによってランプから光を放出させ、ランプからの光が反射材に衝突してそれから反射することができるよう反射材を装着する、

ことを含む方法。

10

【請求項 7】

前記反射材は、その表面に衝突する紫外線の 99 %より多くを反射する請求項 6に記載の方法。

【請求項 8】

光源、

光源からの光を誘導するように配向された反射面、

反射面の少なくとも一部の上に装着された反射材の層であって、フィブリルによって相互に接続されたポリマー結節を有する延伸膨張ポリテトラフルオロエチレンを含む反射材、を備えた光誘起チャンバー。

【請求項 9】

20

光源が紫外線を発し、反射材に衝突する紫外線の 95 %より多くがそれから反射される請求項 8に記載の光誘起チャンバー。

【請求項 10】

前記反射材は、その表面に衝突する紫外線の 99 %より多くを反射する請求項 9に記載の光誘起チャンバー。

【請求項 11】

光源、

光源からの光を誘導するように配向された反射面、

反射面の少なくとも一部の上に装着された反射材の層であって、フィブリルによって相互に接続されたポリマー結節を有する延伸膨張ポリテトラフルオロエチレンを含む反射材の層、

30

を備え、

光源が紫外線を発し、反射材に衝突する紫外線の 95 %より多くがそれから反射される光誘起チャンバー。

【請求項 12】

光源、

光源からの光を誘導するように配向された反射面、

反射面の少なくとも一部の上に装着された反射材の層であって、フィブリルによって相互に接続されたポリマー結節を有する延伸膨張ポリテトラフルオロエチレンを含む反射材の層、

40

を備え、

反射材がその表面に衝突する紫外線の 99 %より多くを反射する光誘起チャンバー。

【発明の詳細な説明】

発明の背景

1. 発明の分野

本発明は、光を反射させるために使用される表面に関するものであり、特には、チャンバー内に配置された材料及び／又は物体に変化を与えるために可視光及び／又は紫外線を用い、チャンバーの効率を高めるための、高度に光反射性の表面に関するものである。

2. 関連技術の説明

電磁スペクトルの紫外（UV）と可視における波長に係る光エネルギーは、様々な材料に

50

好都合な及び不都合な双方の変化を引き起こすことができる。本願では「光誘起 (photoinduction)」と称するこれらの光が引き起こす変化には、ポリウレタンの紫外線硬化のような化学変化（化学線の）、ポリマーの分解のような構造や色の変化、紫外線が引き起こす水の滅菌装置のような生物学的変化、殺菌ランプ、及び日焼けブースなどが挙げられる。

上記の光が誘起する物質の変化は、いずれも種々のタイプの特殊な光学装置によって引き起こされコントロールされることがある。この装置は、用途によって相異するが、いくつかの共通の構成部分を有し、例えば、一般に紫外線ランプの光源、サンプル物質に光の照射を導いて最大限にするレフレクター、光誘起プロセスを部分的又は完全に収納又は収容するチャンバーなどがある。場合により、レフレクターはチャンバー壁に取り込まれる。

反射材の材質は、システム効率を最大限にするのに重要なことがある。反射材の反射率が高い程、光誘起が生じることが望まれるサンプル物質に再び誘導される光エネルギーがより高くなる。

このような光誘起の応用の1つは、紫外線及び／又は可視光に曝すことによるポリマー樹脂の硬化である。紫外線硬化性の樹脂系は、光化学的相互作用が誘発する連鎖重合やエポキシ反応のような多くの仕方で液体から固体に変化する。多くの系は、物の生成の活性成分である光開始剤を有する。これは、紫外線に曝されたときに反応を開始させるエネルギー吸収剤である。これらのタイプの紫外線硬化系を利用する典型的な用途には、限定されるものではないが、紫外線硬化インク、木材、紙、プラスチック、及び金属の保護コーティング、ハンドマスクやフォトレジストのようなエレクトロニクス用途、及び広範囲な紫外線硬化接着剤が挙げられる。紫外線硬化系が一般に従来法を凌駕して与える長所は多数に上がる。一般に、これらの系は溶媒を使用せず、このことは、健康、安全、有害廃棄物の問題を解消する。また、これらの系は、硬化に必要なエネルギーが少なく、硬化装置に必要なスペースが狭く、迅速に硬化可能であり、このため、生産のライン速度を高めることができる。しかも、紫外線硬化は、従来の系に見られなかった高い機械的特性を基材に与えることができる。

紫外線硬化装置は、強力な紫外線を発生させるために種々の方法を使用する。紫外線エネルギーを発生させる3つの通常の手段は、水銀アークランプ、パルスランプ（例えば、キセノン閃光）、無極ランプである。各場合において、紫外線は、金属蒸気、稀ガス、又は密閉石英管の中に収められたハロゲン化金属のプラズマより発する。事実上全ての場合において、米国特許第3 9 8 3 0 3 9号に記載のように、光源からの光の大半を、硬化されるべき基材に再度導くため、レフレクターが使用される。

一般に、紫外線ランプのレフレクターは、長円形と放物線形の2つの形状で使用可能である。長円形レフレクターは、“UV - Vis” の電磁スペクトル（即ち、紫外線及び／又は可視光）で硬化させるための基本的要件を達成するために使用され、最大の強度と最も効率的な硬化を与える。放物線形レフレクターは、大面積の硬化に有用な分散した照射又は広範なビーム光を形成することができる。アルミニウムが最も多く使用され、これは、紫外線波長において約86%～90%の反射能を有する最も効率的なレフレクター材料と考えられているためである。

光誘起技術を利用するもう1つの重要な応用は、殺菌ランプの使用による水その他のプロセス流体のような滅菌及び／又は消毒のプロセスである。これらのランプは、微生物の殺生に効率が高い約254ナノメートルの光を発する。紫外線照射は、塩素のような薬剤を使用せずに消毒／殺菌のために選ばれる方法に急速になりつつある。紫外線の大きな特長は、後に除去されなければならない物を流体の流れに導入しないことである。また、紫外線は水の物理的又は化学的特性に影響を与えず、このため、pH、色、臭い、温度、又は味覚に変化を生じさせない。紫外線浄化システムの用途には、限定されるものではないが、食物や飲み物に使用される水、発酵製品、化粧品、製薬、超高純度エレクトロニクスなどの浄化が挙げられる。浄化を必要とするプロセス流体には、写真処理用薬剤、イオン交換樹脂の床などを挙げることができる。

10

20

30

40

50

もう1つの滅菌用途は米国特許第5433920号に記載されており、食品カートンの内側の滅菌プロセスが、無菌パッケージにするためのものとして記載されている。この用途における中程度の圧力の水銀蒸気ランプは、240～370ナノメートルの波長の紫外線を発する。カートンに光を導くため、アルミニウムのレフレクターが使用される。

米国特許第5037618号に記載のもう1つの光誘起用途は、有害な分子をより簡単で完全な化合物に分解する目的で、過酸化水素のような酸化剤の存在下で強い紫外線を使用する。この酸化チャンバーは、ランプに平行な壁に付けた紫外線反射面を利用する。これらのパネルやコーティングの構成は、紫外線反射能、耐腐食性、耐磨耗性、施工や装着の容易性などのいくつかの特性に基づいて選択される。通常のポリテトラフルオロエチレン（PTFE）は上記の望ましい特性の多くを有することが認識されているが、割合に厚い横断面を用いると、現状では250～350ナノメートルの領域においてその反射性能は割合に乏しい。10

上記のレフレクター以外のものを利用した光誘起チャンバーには、多くのその他のタイプがある。1つの例は、「日焼けブース」として一般に知られているものであり、これは、肌の着色（色の変化）を生じさせるため、利用者の肌の方に紫外線を導く。もう1つの例は、プラスチックの色安定性のような紫外線安定性の促進試験のための、屋内の化学線テストチャンバーである。

認識されているはずのように、光誘起チャンバー内で紫外線及び／又は可視光を再誘導するためにレフレクターを利用する用途には多くのものがある。しかしながら、これらの用途に使用される殆どの反射材は、1以上の観点で欠点があると考えられる。20

上記の用途の殆どに使用される主な反射材は、研磨されたアルミニウムである。アルミニウムは、その他の公知の別な材料に比較して、その耐久性、低コスト、割合に高い反射能のため、選択される材料である。通常のPTFE（例えば、デラウェア州のウィルミントンにあるデュポン社より入手可能な商標TEFLON<sup>R</sup>のPTFE）は、腐食性の用途に使用されることがある。不都合なことに、通常のPTFEは、薄い横断面において割合に低い反射率が問題である。

もう1つの形体のPTFEは、ニューパンプシャー州のノースサットンにあるLabsphere社より商標SPECTRALONとして販売されている。米国特許第4912720号に記載のように、約30～50%の空隙体積を有するポリテトラフルオロエチレンの軽く充填された顆粒を含み、その空隙体積を維持するように、割合に硬い凝集性ブロックに焼結される。この材料は、割合に高いレベルの反射率を示すが、限られたレベルの紫外線反射率を示す。上記の用途のいずれかに使用されることは知られていない。この材料を使用することのいくつかの難点は、耐久性、可撓性、洗浄適性が不足していることであろう。また、この材料は割合に高価であると報告されており、このためコストが見合わない。30

従って、本発明の主な目的は、チャンバー内で紫外線と可視光を効率的に反射させるのに使用される改良された材料を提供することである。本発明のこの目的その他の目的は、以下の説明の再吟味より明らかになるはずである。

#### 発明の要旨

本発明は、紫外線及び／又は可視光ランプを備えた光誘起チャンバーの中で、紫外線及び／又は可視光の改良された反射能を提供するための改良された材料と方法である。本発明は、微細多孔質構造を画定するフィブリルによって相互に接続されたポリマー結節を有する延伸膨張ポリテトラフルオロエチレン（PTFE）を含む反射材を使用する。本反射材は、ランプからの光が反射材に衝突してそれから反射され、チャンバー内で光を有効且つ効率的に使用する仕方で、チャンバー内に装着される。本発明に使用される反射材のこの延伸膨張PTFE構造は、割合に薄い材料の横断面であっても、受けた光の95%の反射率よりもかなり上回る非常に高い拡散反射能を提供することが確認されている。事実、本発明に使用された材料は、現状で入手可能な最良の拡散反射材よりも高い拡散反射率を実証している。

同じく重要なことに、本発明で使用される材料は、光誘起チャンバーで反射性材料として50

使用することを特に望ましいものにする、多くのその他の特性を示す。第1に、本材料は、高度に可撓性であり、多数面キャビティや放物線形状のレフレクターが1つの材料片から容易に形成されることを可能にする。多数片の生産品に特有な継目を減らすことにより、全体の反射率がさらに高められることができる。第2に、本材料は容易に打ち抜かれるため、各片がクリーンで効率的な方法を用いて適当な寸法にされることを可能にする。第3に、本発明に使用される材料は、割合に薄い厚さ（例えば、1mm未満）であっても優れた反射特性を実証しており、材料をより計量にし、材料の体積を減らし、現状で入手可能な材料よりも使用をより安価にする。本発明の材料は、広範囲な環境条件において経時に非常に安定であり、厳しい環境条件下で長期の寿命安定性を必要とする用途に理想的に適するものにする。しかも、本発明の材料は、非常に低い紫外線と可視光の吸収を呈し、これにより、本材料が、これらの多くの場合に有害な波長に暴露されても事実上影響されないままでいることを可能にする。

#### 図面の説明

本発明の作用は、添付の図面と併せて考察する時、以下の説明から明らかになるはずである。

図1は、市販の反射材の光反射材の表面を示す5000倍に拡大された走査型電子顕微鏡写真（SEM）である。

図2は、本発明の光反射材の1つの態様の表面を示す5000倍に拡大されたSEMである。

図3は、本発明の光反射材のもう1つの態様の表面を示す5000倍に拡大されたSEMである。

図4は、本発明の反射材の半横向きの等角投影図であり、本材料の可撓性が実証されている。

図5は、本発明の反射材の、市販の材料と比較した、波長に対する反射率をプロットしたグラフである。

図6は、本発明の反射材の、市販の材料と比較した、波長に対する反射率をプロットしたグラフである。

図7は、本発明の反射材の種々の態様の構造の、波長に対する反射率をプロットしたグラフである。

図8は、本発明の種々の厚さの波長材について、波長に対する反射率をプロットしたグラフである。

図9は、屋内の化学線試験チャンバーの側面図である。

図10は、屋内の促進試験チャンバーのスペクトルエネルギー分布をプロットしたグラフである。

図11は、本発明の波長材を用いた紫外線硬化ランプ装置の側面図である。

図12は、紫外線硬化ランプ装置に使用される、通常の研磨されたアルミニウムレフレクターの上平面図である。

#### 発明の詳細な説明

本発明は、光を反射させるために使用される面、とりわけ、光誘起チャンバー用の紫外線と可視光における高度に光反射性の表面に関する。「光誘起チャンバー（photoinduction chamber）」とは、ある表面に衝突する光エネルギーによって、物理的、化学的、又は生物的变化をもたらすため、コントロールされた仕方で光エネルギーが反射される任意の体積のスペースを表すものとする。光誘起チャンバーは、一般に、1つ以上の紫外線及び/又は可視光源と、対象物の方に光を再誘導するレフレクターを備える。このチャンバーは、光エネルギーを収める又は誘導するため、部分的又は全体的に包囲されることができる。一般に、バッチ式のプロセスは全体的に包囲されたチャンバーを採用し、一方で、連続プロセスは通常部分的に包囲されたチャンバーを利用する。

本願における用語「光」は、任意の形態の電磁発光を包含するものであるが、特には紫外線 - 可視光（250 ~ 750 nmの波長）から赤外線（IR）（750 nmから2500 nm以上の波長）のスペクトルを有する電磁発光である。光誘起チャンバーを備えた本發

明に關し、紫外線と可視光の波長は最も重要と考えられる。本発明の材料は、コーティング、充填材又は同様な材料を使用することにより、特定の光エネルギー帯の反射率を改質するように調整され得ることを認識すべきである。

先に説明したように、現在市販の最も良好な拡散反射性材料は、ニューハンプシャー州のノースサットンにあるラブスクエア社による商標 S P E C T R A L O N として販売の材料である。この材料は、軽度に充填されて硬いブロックに成形された顆粒状ポリテトラフルオロエチレン材料を含んでなる。図1は、S P E C T R A L O N 材料の厚さ 1 / 2 インチの反射シートの表面の走査型電子顕微鏡写真 (S E M) である。この材料は、可視光と近赤外光について良好な反射率を提供し、325ナノメートル未満の紫外線波長でその反射率が低下し、この材料は、その用途を制約する多くの欠点を有する。この材料の認識されている問題には、特に非平面状の反射面が必要とされる場合のその剛性による加工上の難しさ、可視光と I R 光のスペクトルの中で効果的な光反射率が限られた範囲にあること、割合に厚い最小厚さ（即ち、効果的な反射率が、約 4 mm 未満の厚さでは低下する）、及び最適より低い拡散反射能が挙げられる。

本発明は、米国特許第 3 9 5 3 5 6 6 号、同 3 9 6 2 1 5 3 号、同 4 0 9 6 2 2 7 号、同 4 1 8 7 3 9 0 号、同 4 9 0 2 4 2 3 号にしたがって作成されたような、延伸膨張ポリテトラフルオロエチレン (P T F E) を含んでなる明確に従来と相違する材料を使用し、これらの特許はいずれも参考にして取り入れられている。この延伸膨張 P T F E 材料は、ポリマーの結節（即ち、それからフィブリルが延びる粒子）を相互に接続する微視的なポリマーのフィブリル（即ち、糸状のエレメント）の微細多孔質構造を含んでなる。この材料の二軸延伸膨張された例の構造は、図2の S E M に示されている。この材料 10 は、ポリマーの結節 12 と、その結節 12 から延びる多数のフィブリル 14 を含んでなる。理解できるように、多数の微細多孔性の空隙 16 が、その材料 10 の中に提供される。本願で用語「延伸膨張 P T F E」が使用された場合、結節とフィブリルの構造を有する全ての P T F E 材料を含むものとし、割合に大きいポリマー材料の結節から延びるフィブリルを有する軽度に延伸膨張された構造から、結節箇所で互いに単に交差するフィブリルを有する高度に延伸膨張された構造までを包含する。

延伸膨張 P T F E は、それを本発明の反射面として特に適切なものにする多くの重要な特性を有する。第 1 に、P T F E は、疎水性で高度に不活性の材料である。したがって、この材料は、一部の別な反射面であれば損傷を与える水や様々なその他の物質のいずれにも抵抗性である。また、米国特許第 3 9 5 3 5 6 6 号明細書によって教示される仕方で P T F E を延伸膨張させて結節とフィブリルの構造を形成することにより、この材料は、引張強度にかなりの向上を呈し、高度に可撓性となる。また、充填顆粒をベースとした P T F E 材料は良好な拡散反射性を提供するが、延伸膨張 P T F E の結節とフィブリルの構造は、それを大きく上回る拡散反射率特性を提供することが見出された。

本発明の好ましい反射材料は、以下の仕方で作成される。ファインパウダーの P T F E 樹脂が、配合物が形成されるまで、無臭ミネラルスピリットのような潤滑剤と配合される。使用される潤滑剤の体積は、押出の前に粒子の剪断変形の可能性を最少限にするため、P T F E 樹脂の一次粒子を潤滑するのに十分であることが必要である。

次いで配合物がビレットに圧縮され、次いで例えばラム式押出機を用いて押出され、凝集性の押出物シートを作成する。約 3 0 : 1 ~ 3 0 0 : 1 の縮小比が使用されることができる（即ち、縮小比 = 押出シリンダーの横断面積 ÷ 押出ダイの横断面積）。殆どの用途について、縮小比は 7 5 : 1 ~ 1 0 0 : 1 が好ましい。

次いで、例えば蒸発によって潤滑剤が除去できることで、乾燥した凝集性の押出物シートが、その元の長さの約 1.1 ~ 5.0 倍に少なくとも 1 つの方向に急速に延伸膨張される（約 1.5 ~ 2.5 倍が好ましい）。例えば米国特許第 3 9 5 3 5 6 6 号明細書に教示の方法によって、約 1 0 0 ~ 3 2 5 の一連の回転加熱ローラー又は加熱プレートの上に乾燥した凝集性押出物を通すことによって延伸膨張が達成されることがある。あるいは、押出シートは、潤滑剤の除去の前に、バシノ (Bacino) の米国特許第 4 9 0 2 4 2 3 号明細書に記載の仕方で延伸膨張されることもできる。

10

20

30

40

50

いずれの場合も、その材料は 1 : 1 . 1 ~ 5 0 : 1 の比でさらに延伸膨張され ( 5 : 1 ~ 3 5 : 1 の比が好ましい ) 、最終的な微細多孔質シートを作成することができる。好ましくは、シートは、その長手方向と横方向の双方の強度を高めるように、二軸延伸膨張される。最終的に、その材料は、 3 4 0 を超える温度にそれを曝すことによって、アモルファス固定工程に供されることができる。

本発明の材料はシートの形態に作成されることが好ましく、そのシートは、固有の可撓性のおかげで、チューブ、ストリップ、凸形又は凹形構造などの様々な所望の別な形状にされることができる。また、特定の用途に対処するため、本発明の材料は、同様にして押出その他の仕方で、連続したチューブ、ロッド ( 例えは、円柱 ) 、長方形、不規則形状、及びその他の目的とされる構造体にされることもできる。

上記の加工工程によって得られるシートは、限定されるものではないが、 0 . 0 1 mm ~ 1 2 mm 又はそれ以上の範囲の厚さに作成されることがある。次いでシートがそれら自身の上に層状に載置され、十分な圧力を与えながら約 3 0 0 ~ 4 0 0 の範囲の温度に曝すことによって、層を互いに接合させることができる。

延伸膨張 P T F E ( 特には 1 方向より多い方向に延伸膨張されたもの ) のようなポリマーの結節とフィブリルの微細多孔質表面を提供することによって、結節とフィブリルの構造から、非常に高い効率で且つ非常に均等な散乱分布 ( 即ち、拡散 ) で光が反射されることが確認された。図 2 の S E M は、 2 つの異なる方向に大きな延伸膨張を受けた延伸膨張 P T F E 材料 10 を示す。この構造は、割合に「微細な ( fine ) 」構造を示し、 x 方向と y 方向の両方に配向したフィブリル 14 と、フィブリルが交差する箇所での小さな結節 12 を有する。本発明のさらにもう 1 つの態様が、図 3 の S E M に示されている。この場合、延伸膨張 P T F E は、長手方向のみに延伸膨張された。この例において、比較的大きい結節 12 と比較的厚いフィブリル 14 を特徴とする「比較的粗い ( coarser ) 」構造が存在する。フィブリル 14 は、主として長手方向に配向されている。

下記により詳しく説明するように、本発明は、極めて高い拡散反射能を実証している。アルミニウムと比較した場合、光誘起チャンバーに本材料を選択すると、本発明の反射材料は、かなり上回る拡散反射能を示した。また、本材料は、広範囲な光スペクトルにわたって、非常に予測性のある変化の少ない反射応答を示す。

本発明のもう 1 つの重要な改良が図 4 に示されている。本発明の反射性材料 10 は、高度に可鍛性、成形性、及び可撓性があり、曲げ、捩じり、湾曲その他の仕方で任意の適切な形状にすることができる。この面において、本発明の反射性材料は、所望の形状に切削又は機械加工される必要のある研磨アルミニウムのようなこれまでに入手可能な高度に反射性の材料に勝る劇的な改良である。本発明の材料を用いると、多数のいろいろな非平面状の形状が、最少限の労力で作成されることがある。高い反射能 ( 例えは、 9 0 % , 9 5 % , 9 9 % 以上 ) を有するこれらのタイプの薄くて可撓性があつて成形適性のある材料は、種々の光誘起チャンバーの用途に大きな価値を有するはずである。

本発明のレフレクター材料のもう 1 つの価値ある特性は、 P T F E の基礎材料が、水分や化学成分によって腐食されないことである。これらの環境条件が存在すれば、研磨アルミニウムに勝るもう 1 つの長所である。

本発明は、延伸膨張 P T F E の単層又は多層を含むことができ、あるいは、 1 層以上の延伸膨張 P T F E と下地支持材料のラミネートを含むこともできる。延伸膨張 P T F E は、単独では伸長や変形を被り易いため、ある用途においては、例えは、使用中のイメージ層の形状を保持するのに役立つ可撓性のある織物材料又は不織材料にラミネートすることによって支持層に膜を取り付けることが好ましい場合がある。 1 つの適切な支持層は、水分硬化性ポリウレタン又は溶媒和ポリウレタンのような接着剤を延伸膨張 P T F E 膜に施し、次いでその接着剤をコーティングした延伸膨張 P T F E 膜を可撓性のある下地材料 ( 例えは、ポリエステル、ポリプロピレン、 M Y L A R <sup>®</sup> 、 K E V L A R <sup>®</sup> 、ナイロンなど ) に施すことによって適用される。次いでその 2 種の材料は、例えはニップローラーの 1 つ以上のペアの間にその材料を広げ、圧力を加えることによって互いに接合させることができる。水分硬化性ポリウレタン接着剤を用いてナイロンのような織布に延伸膨張

10

20

30

40

50

P T F E 膜を接合させる場合、その材料を相互に接合させるために、直線 1 メートルあたり 1 1 5 0 g の圧力が加えられる。次いでその材料は、使用の前に約 4 8 時間にわたって水分硬化に供される。

また、複雑な形状を作成するため、延伸膨張 P T F E シートを硬質支持材料に接合させ、放物線状や橿円体のドームのような形状の複合体にすることもできる。このような製造技術の 1 つの適切な方法は、真空成形装置を用いることを含む。

本発明の範囲を限定するものではないが、以下の例は、本発明が実施され、使用される仕方を例証する。

#### 例 1

本発明の反射性材料を次の仕方で調製した。

ファインパウダーの P T F E 樹脂と無臭ミネラルスピリット (E x x o n 社から入手可能な I S O P A R K ) を、配合物が得られるまで混合機の中で混合した。ファインパウダー P T F E 樹脂の 1 グラムあたりに使用したミネラルスピリットの体積は 0 . 2 7 5 c c / g であった。この配合物をビレットに圧縮し、ラム式押出機に取り付けられた 1 . 1 4 mm のギャップのダイを通して押出し、凝集性の押出物を作成した。4 7 : 1 の縮小比を使用した。

次いで無臭ミネラルスピリットを蒸発・除去させ、3 0 0 の温度に加熱した一連の回転ローラーの上にその乾燥した凝集性押出物を通すことによって、その乾燥凝集性押出物をその元の長さの 4 . 0 倍に長手方向に一軸延伸膨張した。次いで 3 8 5 の温度の回転する一連の加熱ローラーの上にそのシートを通し、その材料をローラーに約 1 2 秒間接触させることによって、そのシートをアモルファス固定工程に供した。

この材料は、図 3 に示されたような割合に粗い延伸膨張構造を呈する。

#### 例 2

本発明のもう 1 つのシートを、次の相違点を除き、例 1 と同じ仕方で作成した。

ファインパウダー P T F E 樹脂の 1 グラムあたりに使用したミネラルスピリットの体積は 0 . 2 9 7 c c / g であった。この配合物をビレットに圧縮し、ラム式押出機に取り付けられたギャップが 1 . 5 2 mm のダイを通して押出し、凝集性押出物を作成した。7 0 : 1 の縮小比を使用した。

次いで無臭ミネラルスピリットを蒸発・除去した。次いでこの乾燥凝集性押出物の 3 層を積み重ね、3 1 0 の温度に加熱した一連の回転ローラーの上にその乾燥凝集性押出物を通すことによって、その元の長さの 4 . 6 倍に長手方向に一軸延伸膨張した。次いで 3 8 5 の温度の回転する一連の加熱ローラーの上に約 4 0 秒間にわたってそのシートを通すことによって、そのシートをアモルファス固定工程に供した。

この材料は、やはり、図 3 に示されたような割合に粗い延伸膨張構造を呈する。

#### 例 3

本発明のシートを以下の仕方で作成した。

ファインパウダー P T F E 樹脂に無臭ミネラルスピリットを混合した。ファインパウダー P T F E 樹脂の 1 グラムあたりに使用したミネラルスピリットの体積は 0 . 2 7 5 c c / g であった。この混合物を室温より低い温度で静置し、ミネラルスピリットが P T F E ファインパウダー樹脂の中に均一に分散するようにした。この混合物をビレットに圧縮し、ラム式押出機に取り付けられたギャップが 0 . 7 1 mm のダイを通して約 8 3 0 0 k P a で押出し、凝集性押出物を作成した。7 5 : 1 の縮小比を使用した。

この押出物を、3 0 ~ 4 0 に加熱した 2 本の金属ロールの間でロール処理に供した。ロール処理の後の最終的な厚さは 0 . 2 0 mm であった。この材料を横方向に 3 : 1 の比で延伸膨張し、次いでこの材料を 2 4 0 (即ち、ミネラルスピリットが高度に揮発性となる温度) まで加熱することによって押出物からミネラルスピリットを除去した。乾燥押出物を 1 5 0 にて 3 . 5 : 1 の比で横方向に延伸膨張した。延伸膨張の後、3 4 0 を超える温度でこのシートをアモルファス固定し、室温まで冷却した。この材料は、図 2 に示されたような割合に微細な延伸膨張構造を呈する。

次いでこのシート材料は、多層を積み重ねることができ、圧力下で約 3 6 0 の温度に約

10

20

30

40

50

30分間曝し、事実上任意の所望の厚さの凝集性シートにその層を接合させることができる。

#### 例 4

上記の例 3 で説明したものに類似の層状延伸膨張 P T F E 材料は、メリーランド州のエルクトンにある W . L . G o r e & A s s o c i a t e s 社より商標 G O R E - T E X G R<sup>®</sup> シートガスケットティングの名称でシート状ガスケット材として市販されている。この材料はいろいろな厚さで入手可能である（即ち、いろいろな数の層で凝集性シートを構成）。市販の光反射性材料に比較した本発明の材料の有効性を試験するため、シートガスケット材料の種々の試験サンプルを次のようにして試験した。

サンプル 1 は、延伸膨張 P T F E シートの約 15 層を含む次の特性を有する複合シート

厚さ : 0 . 5 mm

密度 : 0 . 6 0 g / c c

サンプル 2 は、延伸膨張 P T F E シートの約 25 層を含む次の特性を有する複合シート

厚さ : 1 . 0 mm

密度 : 0 . 5 7 g / c c

サンプル 3 は、延伸膨張 P T F E シートの約 60 層を含む次の特性を有する複合シート

厚さ : 2 . 2 mm

密度 : 0 . 6 1 g / c c

サンプル 4 は、延伸膨張 P T F E シートの約 85 層を含む次の特性を有する複合シート

厚さ : 3 . 4 mm

密度 : 0 . 5 9 g / c c

サンプル 5 は、延伸膨張 P T F E シートの約 150 層を含む次の特性を有する複合シート

厚さ : 6 . 2 mm

密度 : 0 . 5 1 g / c c

また、上記の例 1 と例 2 で説明したものと類似の材料は、W . L . G o r e & A s s o c i a t e s 社より商標 G O R E - T E X<sup>®</sup> ガスケットテープの名称でガスケットテープとして市販されている。この材料もいろいろな厚さで入手可能である。この材料のサンプルを次のように試験した。

サンプル 6 は、割合に粗い延伸膨張 P T F E の単一層を含む次の特性を有するガスケットテープ

厚さ : 1 . 0 mm

密度 : 0 . 5 0 g / c c

サンプル 7 は、割合に粗い延伸膨張 P T F E の単一層を含む次の特性を有するガスケットテープ

厚さ : 3 . 3 mm

密度 : 0 . 6 6 g / c c

#### 例 5

例 3 に記載した単一層を、複数枚加圧せずにそれ自身に重ね、加熱して 2 枚、 3 枚、 4 枚の材料の層状材料を作成した。これらの例を、それぞれサンプル 8 、 9 、 10 と表示する。

サンプル 8 は、次の特性を有する延伸膨張 P T F E の 2 層を含む複合材シート

厚さ : 0 . 0 7 mm

密度 : 0 . 6 1 g / c c

サンプル 9 は、次の特性を有する延伸膨張 P T F E の 3 層を含む複合材シート

厚さ : 0 . 1 1 mm

密度 : 0 . 6 1 g / c c

サンプル 10 は、次の特性を有する延伸膨張 P T F E の 4 層を含む複合材シート

厚さ : 0 . 1 5 mm

密度 : 0 . 6 1 g / c c

サンプル 1 ~ 10 のそれぞれを次の仕方で試験し、それらの反射特性を定量した。

10

20

30

40

50

サンプル1～7の各々から採取した2インチ×2インチの小片を、*L a b s p h e r e* 積分球を備えたC A R Y 5 E 分光光度計の中に配置した。測定したスペクトル範囲は175 nm～2500 nmであった。250 nm未満のデータは、この値より低いときの標準材料の信頼性がないため、提示しない。全ての測定は、その球の参考反射部分で同じ作用標準を用いる二重ビームモードを行った。使用した反射標準は*L a b s p h e r e* シリーズ番号S R S - 99 - 010 - 8111 - AのS P E C T R A L O N材料製であった。800 nm未満では光電子増倍管での探知を使用し、800 nm以上では硫化鉛での探知を使用した。全ての測定値を、システムのベースラインに対して標準化した。次いでこのデータを、反射標準に備付けの補正係数を掛けることによって補正した。次いでこのデータを平均し、プロットした。

図5のグラフは、3種の市販の反射性材料に比較した、本発明の一つのサンプルの光波長に対する反射率を示す。線18は本発明のサンプル4の材料の性能である。線20は、ニューハンプシャー州のノースサットンにあるラブスフェア社より入手可能な厚さ3 mmのS P E C T R A L O Nと称される市販の反射材である。線22は、ニューヨーク州のフーシックホールズにあるアライドシグナル社から入手可能な厚さ3.2 mmのF L U O R O G L A S 513892 T100125と称されるもう1つのP T F E反射材である。線24は、メリーランド州のグレンバーニーにあるアクアリウムプロダクツ社から入手可能なB R I T E L I T Eと称される研磨アルミニウムの反射材である。理解できるように、試験した紫外線・可視光の全ての波長において、本発明の反射性材料は、市販の反射性材料よりも顕著に高い反射能を示した。

ここで報告された反射能の数値は、光の完全反射よりも高いことを主張しているのではなく、分光光度計の標準として使用されている現状の最高水準のS P E C T R A L O N反射性材料よりも反射性がかなり優れることを実証していると認識すべきである。

図6のグラフは、同等な厚さのS P E C T R A L O N反射性材料に比較した、本発明のいろいろな厚さの材料の光波長に対する反射率を示している。線26と28は、それぞれ本発明のサンプル1と2の性能を示している。比較のため、線30は、ラブスフェア社の技術文献に記載のS P E C T R A L O Nの厚さ1 mmの反射性能を示す。線32と34は、デラウェア州のウィルミントンにあるM c A r n o l d - D e s c o社から入手の厚さ1.6 mmと0.8 mmの通常の薄く切削したP T F Eの反射率を示す。線36は、メリーランド州のグレンバーニーにあるアクアリウムプロダクツ社から入手可能なB R I T E L I T Eと称される研磨アルミニウムの反射材である。このグラフは、割合に薄い横断面であっても、本発明の材料は、紫外線と可視光スペクトルのテストした全波長において、反射材アルミニウムと他の厚めの横断面のP T F E反射材よりも性能が良いことを実証している。

図7のグラフは、本発明の延伸膨張P T F E材料の同様な密度を有する4種のサンプルの光波長に対する反射率を示す。4種のサンプルは、2つの異なる厚さの水準があり、各水準で粗い及び微細な構造材料がある。線40と42は、それぞれサンプル6と7を示し、各々は大きい結節と太いフィブリルを特徴とする割合に粗い構造を有する。線44と46は、それぞれサンプル2と4を示し、各々は小さい結節と細いフィブリルを特徴とする割合に微細な構造を有する。

同様な厚さでの比較において、より微細な構造の材料は、試験した全ての波長においてより粗い構造の材料よりもはるかに高い反射能を示した。例えば、厚さ1.0 mmのサンプル2は、同じ厚さ1.0 mmのサンプル6よりもかなり反射能が高い。

図8のグラフは、本発明の種々の厚さの材料の反射率を示す。線50, 52, 54, 56は、それぞれ例4のサンプル1, 2, 3, 4の反射率を示す。線58, 60, 62は、それぞれ例5のサンプル8, 9, 10の反射率を示す。理解できるように、同様な構造の材料は、その厚さが増すと反射率が増加する。厚さが低下すると、大きい波長の方で(750～2500 ナノメートルの赤外領域)で反射率がかなり低下する。

紫外線硬化のようないくつかの用途において、硬化されようとする基材は、紫外線硬化ランプから放射されることがある割合に大きい赤外熱に耐えることができないことがある。これらのタイプの用途においては、紫外領域では高い反射能を呈するが赤外領域では低い

反射能を有する（即ち、赤外線吸収及び／又は透過する）レフレクターを有することが望ましい。従って、本発明のある割合に薄い材料がこれらの用途に適することがある。

また、本発明の材料は、ある領域の光スペクトルでは高い反射率を提供し、別な領域のスペクトルでは吸収を与えるように、プロセス条件又は付加的フィラー及び／又はコーティングによって改質されることもできる。いくつかの用途において、レフレクターから基材に放射される熱の形態の反射赤外線エネルギーを抑えるため、レフレクターにコーティング及び／又は吸収剤を取り入れることが当該技術で知られている。本発明の材料の反射特性を変化させるのに適切なフィラーの例には、炭素、二酸化チタン、及び広範囲な顔料が挙げられる。

本発明の反射材の放熱をコントロールするもう1つの方法は、本材料の熱伝導性を変化させるフィラー及び／又はコーティングの添加である。窒化ホウ素は、このようなフィラーの1つの例であり、熱伝導率を高めるために使用できるが、反射率への影響は殆どない。熱伝導率を高めるフィラーのその他の例には、二酸化ケイ素、アルミナ、亜鉛、グラファイト、酸化亜鉛などが挙げられる。

#### 例 6

本発明の材料のもう1つの応用は、屋内の化学線試験チャンバーである。これらの光誘起チャンバーは、種々のプラスチック材料に及ぼされる影響の促進試験を行うために利用される。典型的なチャンバー70が、ASTM試験法D 4694に記載されており、図9に示す。試験チャンバー70は、一般に、透明なクロメート転化コーティングを有する紫外線反射アルミニウム72で構成される。半径330mmのアーチ型レフレクター74が、チャンバーのルーフとして利用される。また、反射アルミニウムからなる試験ドロワー76が、センター球78の下側エッジから140mmに配置される。評価されるサンプルが、所定の曝露時間で、サンプルドロワ76の上に置かれる。屋内促進試験チャンバーの典型的な光源のスペクトルエネルギー分布を図10に示す。

例3と同様な仕方で作成した本発明の材料を、チャンバーのサンプルドロワ76の上を覆うために使用した。約20層の延伸膨張PTFEシートを含むこの複合シートは、約0.6g/ccの密度で0.8mmの厚さと測定された。紫外線と可視光レベルの測定を、本発明の材料を入れてサンプルトレーを覆う前後で行った。紫外線レベルは、最初のアルミニウム面よりも約24%増加した。可視光レベルの増加は30%と測定された。この実験操作を3回繰り返した。増加割合は、3回の実験でいずれも同じであった。

また、上記のように化学線チャンバーをライニングする本発明の材料について追加のテストを行った。本材料を、ビジネス／オフィス環境中の15年間に相当する光エネルギーに曝した。本材料は、ASTMのD 2244試験法にしたがって分光光度計を用い、試験期間を通じて周期的に色の変化についてテストした。色の変化は全く検出されなかった。一般に、殆どのポリマー材料は紫外線波長で分解し、このため、光エネルギーにこのような期間で曝すと何らかの物理的な色の変化を受ける。

#### 例 7

もう1つの例において、本発明の材料を、紫外線硬化ランプ装置に使用した。使用した装置は、メリーランド州のロックビルにあるフュージョンシステムズ社製のF 300型紫外線ランプ装置であった。この装置は、図11に示すように、マグネットロン80、研磨されたアルミニウム導波管とレフレクター82、無電極水銀蒸気ランプ84、及びコンベアーベルト86を備える。この用途における光誘起チャンバーは、レフレクターの下方の部分包囲された領域として画定できることができる、レフレクターと、レフレクターの下のコンベアーの部分を含む。この装置は次のようにして動作し、即ち、マグネットロン80はダイオードの真空管であり、その中で電子の流れが、マイクロ波周波数でパワーを発生する外部に設けられた磁場によってコントロールされる。マイクロ波のエネルギーは、無電極水銀蒸気ランプ84の方に導びかれる。ランプは、少量の水銀と易イオン化性の始動ガスを含む密閉石英管である。高周波数の形態のマイクロ波エネルギーと強力な電場が、バルブの内部ガスを極めて高いエネルギーレベルに励起し、水銀を蒸発させ、分子をそれによるプラズマにし、それらの特徴的な波長の光を放出させる。使用するランプのピーク波長は365ナノメ

10

20

30

40

50

ートルであった。ランプからの光は全方向に発し、レフレクターに衝突する一部が、光誘起チャンバー内のコンベアーベルトの領域の方に再誘導されて戻された。サンプルはコンベアーベルト上に配置され、このベルトは、サンプルを光誘起チャンバーの中を通して輸送する。サンプルの硬化速度は、サンプルに衝突する光エネルギーとコンベアーベルトの速度の関数である。

導波管／レフレクター82が、図12にさらに詳しく示されている。研磨されたアルミニウム導波管／レフレクター82は、孔90と溝92の形態の一連の開口部を備える。これらの開口部の主な目的は、マグネットロンからランプに、マイクロ波エネルギーを伝搬して案内することである。また、これらの開口部は、ランプの冷却のための付加的な空気循環を与えるために利用されることもできる。

このような目的のため、これらの開口部を設けることが必要であるが、紫外線ランプから発生する紫外線を反射するために使用できるレフレクターの表面積を最大限にするためには、これらの開口部を抑えることが望ましい。開口部がなければ、周知のようにアルミニウムはマイクロ波エネルギーを透過しないため、アルミニウムのレフレクターを通ってバルブまでマイクロ波エネルギーが伝搬することができない。また、延伸膨張PTEはマイクロ波エネルギーを非常に透過することが周知である。事実として、延伸膨張PTEは99.99%を上回るマイクロ波エネルギー透過率を有することが計算されている。従って、マイクロ波エネルギーで誘起される紫外線硬化装置用のレフレクターとして延伸膨張PTEに金属が組み合わされると、マイクロ波エネルギーの透過を可能にするために、延伸膨張PTEに開口部を設ける必要がない。延伸膨張PTEの反射面に開口部が少なければ、紫外線反射に利用できる表面積がより大きくなり、反射効率のより一層の増加を可能にする。

装置の光出力を最初に確立することにより、テストを行った。これは、マサチューセッツ州のニューバリーポートにあるインターナショナルライト社より入手可能なIL390B

LIGHT BUGのような光センサー94を用いて確立した。この光センサー94は、ミリジュール/cm<sup>2</sup>の単位の全累積光エネルギーの曝露量を記録する。光センサー94は、一定速度のコンベアーベルト上に置き、光誘起チャンバーの中を5回通し、装置のベースラインを求めた。次いで、例4のサンプル4に示したような本発明の材料を、レフレクター表面を効果的に置き換えるように、研磨されたアルミニウム導波管／レフレクター82の表面に取り付けた。本発明の材料88は、アルミニウム導波管／レフレクター82に比較して、開口の一部分を有するに過ぎなく、アルミニウムレフレクターの開口部の一部は、本発明の材料で覆われる。延伸膨張PTEレフレクターの開口部の割合に小さな画分が、専ら冷却用空気の循環のために存在する。光センサー94は、上記と同じ条件でさらに5回にわたって装置の中を走行した。次いで本発明の材料を取り出し、同じ条件で、光センサー94をさらに5回にわたって装置の中を走らせた。上記のテストで得られた全てのデータを下記の表に示す。

	研磨 アルミニウム (ミリジュール/cm <sup>2</sup> )	本発明の材料 (ミリジュール/cm <sup>2</sup> )	研磨 アルミニウム (ミリジュール/cm <sup>2</sup> )
テスト 1	3391.2	3892.1	3436.4
テスト 2	3443.9	3922.9	3447.5
テスト 3	3429.2	3884.7	3405.7
テスト 4	3394.5	3881.7	3383.1
テスト 5	3361.4	3894.7	3382.8
平均	3404.0	3895.2	3411.1
標準偏差	32.8	16.4	29.9

3つの実験での平均値を用いると、レフレクターとして本発明の材料を用いて測定した全累積エネルギーの計算された増加割合は、標準的な研磨アルミニウムレフレクターのそれよりも 14.3 % 高かった。

金属のようなマイクロ波導波材料に延伸膨張 P T F E レフレクターを組み合わせるのには、いろいろな方法がある。ある方法は、延伸膨張 P T F E 基材上に、真空堆積、スパークコーティング、ラミネーションなどによって薄いコーティングを施し、可撓性のある複合材料を提供することができる。別な態様は、接着剤や機械的具定手段を介して硬い金属導波管に延伸膨張 P T F E を組み合わせ、割合に硬い複合レフレクターを形成することができる。

本願において本発明の特定の態様を例示し、説明してきたが、本発明はこの例示や説明に限定されるべきではない。いろいろな変化や変更が、次の請求の範囲の中で本発明の一部として取り入れられ、具体化され得ることは明らかであろう。

【図1】



FIG.1

【図2】

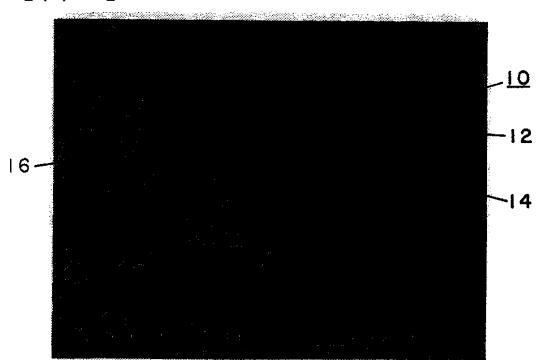


FIG.2

【図3】



FIG.3

【図4】

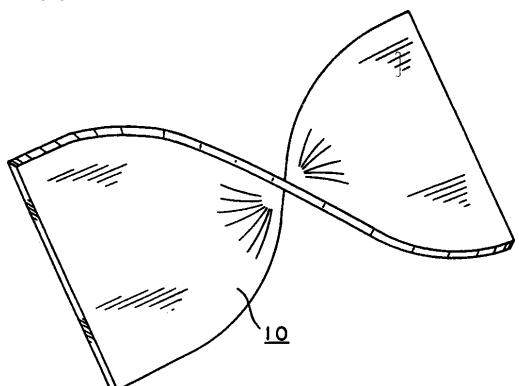


FIG. 4

【図5】

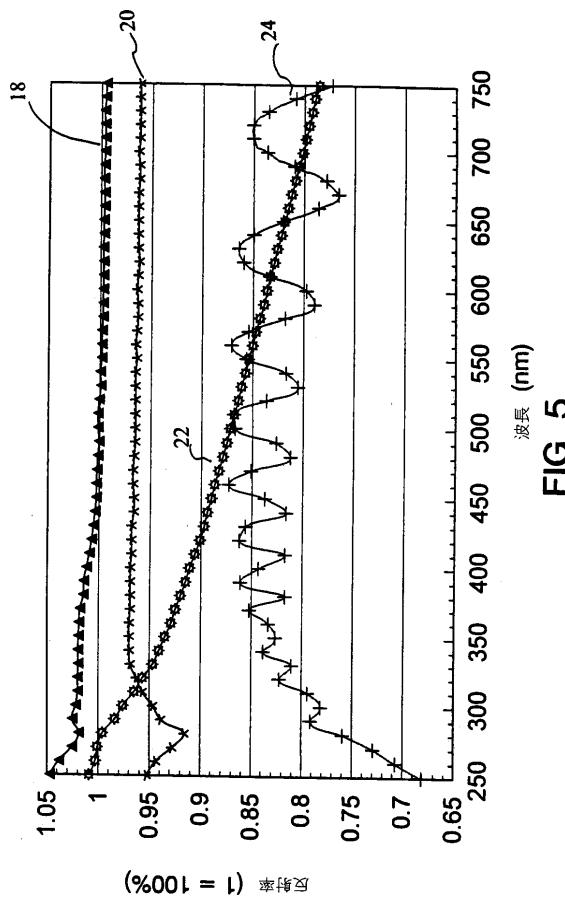


FIG. 5

【図6】

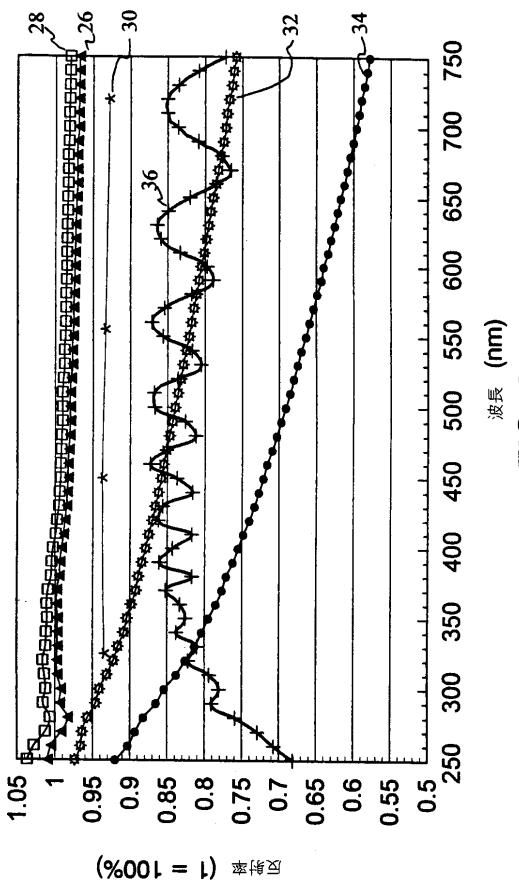


FIG. 6

【図7】

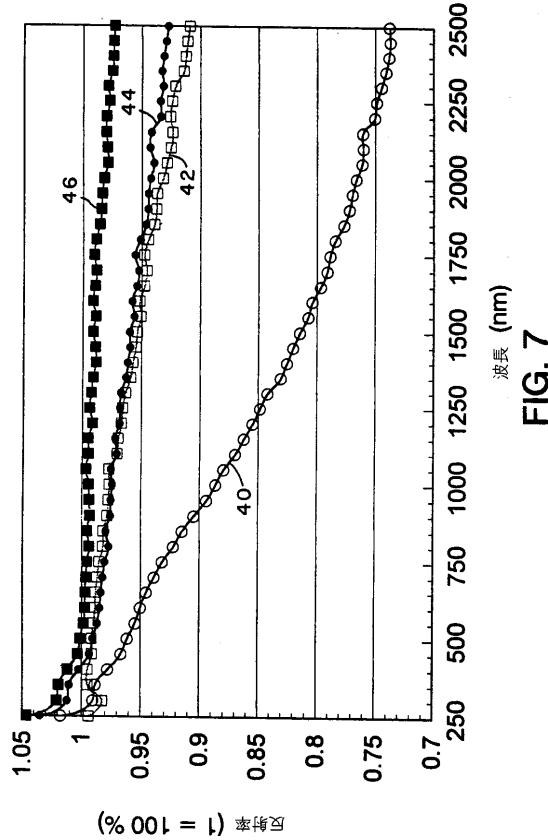


FIG. 7

【図8】

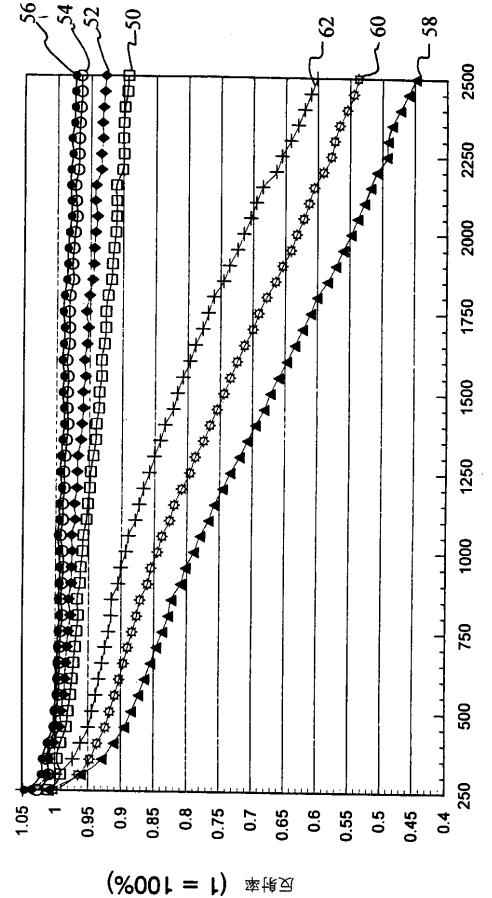


FIG. 8

【図9】

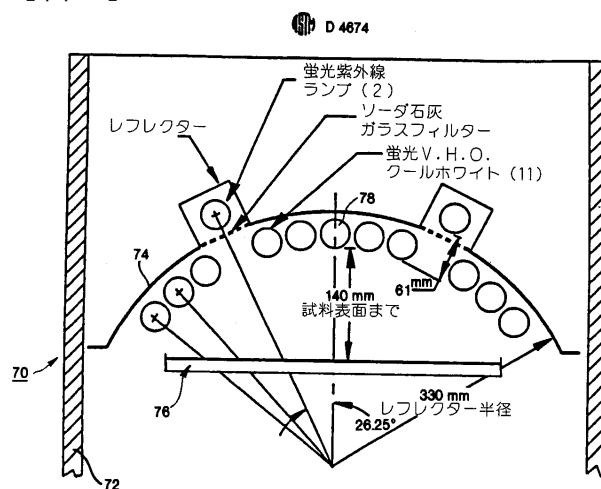


FIG. 9

【図10】

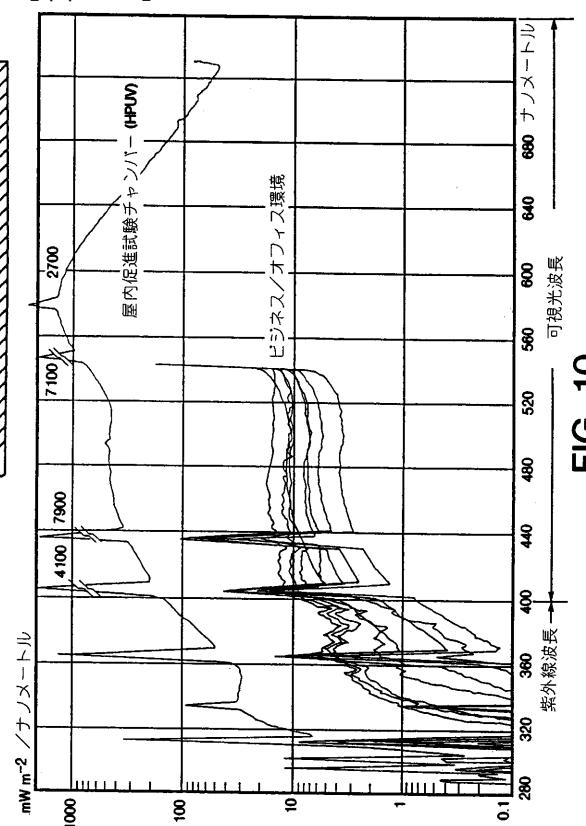


FIG. 10

【図 11】

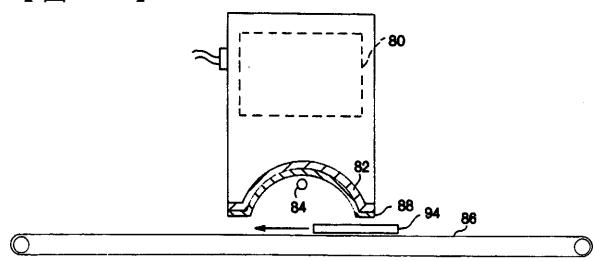


FIG. 11

【図 12】

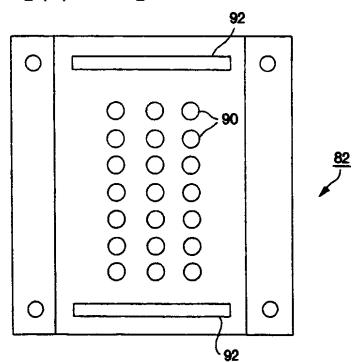


FIG. 12

---

フロントページの続き

(72)発明者 マクグレガー , ゴードン エル .  
アメリカ合衆国 , ペンシルバニア 19350 , ランデンバーグ , コッパー ビーチ コート 5  
(72)発明者 マイナー , レイモンド ビー .  
アメリカ合衆国 , メリーランド 21921 , エルクトン , グリーンヘイブン ドライブ 233  
(72)発明者 ハノン , グレゴリー イー .  
アメリカ合衆国 , デラウェア 19711 , ニューアーク , ブリストル レーン 26  
(72)発明者 ヘン , ロバート リオン  
アメリカ合衆国 , デラウェア 19810 , ウィルミングトン , ロングウッド ドライブ 264  
0

合議体

審判長 丸山 英行  
審判官 金丸 治之  
審判官 中川 真一

(56)参考文献 特開昭64-24752 (JP, A)  
特開平7-235714 (JP, A)  
特表平3-504876 (JP, A)  
特開平5-303086 (JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl. , DB名)

F21V 7/22