



(12) **Veröffentlichung**

der internationalen Anmeldung mit der
(87) Veröffentlichungs-Nr.: **WO 2023/074737**
in der deutschen Übersetzung (Art. III § 8 Abs. 2
IntPatÜbkG)
(21) Deutsches Aktenzeichen: **11 2022 003 653.2**
(86) PCT-Aktenzeichen: **PCT/JP2022/039917**
(86) PCT-Anmeldetag: **26.10.2022**
(87) PCT-Veröffentlichungstag: **04.05.2023**
(43) Veröffentlichungstag der PCT Anmeldung
in deutscher Übersetzung: **29.05.2024**

(51) Int Cl.: **C08J 9/28** (2006.01)
D04H 1/4382 (2012.01)
D04H 13/00 (2006.01)
D21H 13/24 (2006.01)

(30) Unionspriorität:
2021-177937 **29.10.2021** **JP**

(71) Anmelder:
MURATA MANUFACTURING CO., LTD.,
Nagaokakyo-shi, Kyoto-fu, JP

(74) Vertreter:
Lorenz Seidler Gossel Rechtsanwälte
Patentanwälte Partnerschaft mbB, 80538
München, DE

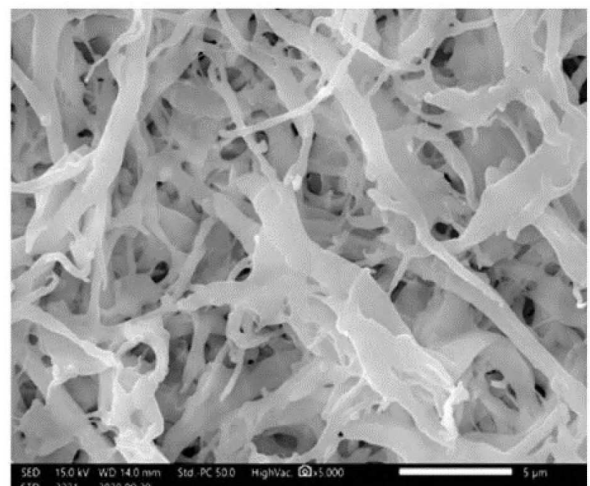
(72) Erfinder:
Ohata, Hiroyuki, Nagaokakyo-shi, Kyoto-fu, JP;
Masaki, Hiroyuki, Nagaokakyo-shi, Kyoto-fu, JP

Prüfungsantrag gemäß § 44 PatG ist gestellt.

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen.

(54) Bezeichnung: **PORÖSER KÖRPER UND VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG EINES PORÖSEN KÖRPERS**

(57) Zusammenfassung: Poröser Körper, der ein Flüssigkristallpolymer-Pulver enthält, wobei das Flüssigkristallpolymer-Pulver aus einem Flüssigkristallpolymer gebildete Faserpartikel enthält, die mittlere Größe der aus einem Flüssigkristallpolymer gebildeten Faserpartikel 2 µm oder weniger beträgt, der poröse Körper eine mittlere Porengröße von 10 µm oder weniger aufweist, gemessen durch Quecksilber-Intrusionsporosimetrie, und der poröse Körper eine Zugfestigkeit von 25 N/mm² oder mehr aufweist.



Beschreibung

TECHNISCHES GEBIET

[0001] Die vorliegende Erfindung betrifft einen porösen Körper und ein Verfahren zur Herstellung eines porösen Körpers.

TECHNISCHER HINTERGRUND

[0002] Zu den porösen Körpern aus Polymeren gehören im Allgemeinen faserbasierte Vliesstoffe und poröse Folien auf Grundlage von Folienherstellungsverfahren (Patentschrift 1 bis 7). Wenn ein poröser Körper aus einem Polymer unter Verwendung eines Flüssigkristallpolymers (liquid crystal polymer, LCP) gebildet wird, erhält man nur einen porösen Körper mit einem groben Faserdurchmesser und großen Poren, wenn ein Vliesstoff unter Verwendung von Fasern gebildet wird, die durch ein allgemeines Schmelzspinnverfahren erhalten wurden, und es ist notwendig, ein LCP mit feinen Fasern zu verwenden, um einen porösen Körper mit feinen Poren zu erhalten.

[0003] Beispiele für Verfahren zur Herstellung eines Vliesstoffs unter Verwendung eines LCP aus feinen Fasern umfassen ein Papierherstellungsverfahren und ein Schmelzblasverfahren. Beispiele für Verfahren zum Bilden einer porösen Folie umfassen ein Verfahren, bei dem eine LCP-Folie, die einen Füllstoff enthält, gezogen wird, sowie ein Phasentrennverfahren.

DRUCKSCHRIFTEN AUS DEM STAND DER TECHNIK

PATENTSCHRIFTEN

Patentschrift 1: Japanische Patentoffenlegung Nr. 2003-129392

Patentschrift 2: Japanische Patentoffenlegung Nr. 2000-119952

Patentschrift 3: Japanische Patentoffenlegung Nr. 2003-26866

Patentschrift 4: Japanische Patentoffenlegung Nr. 2005-120535

Patentschrift 5: Japanische Patentoffenlegung Nr. 2002-61063

Patentschrift 6: Japanische Patentoffenlegung Nr. 2017-514315

Patentschrift 7: Japanische Patentoffenlegung Nr. 2012-224692

DARSTELLUNG DER ERFINDUNG

Problem, das durch die Erfindung gelöst werden soll

[0004] Wird ein Vliesstoff jedoch mit Hilfe eines Papierherstellungsverfahrens geformt, gibt es Probleme wie etwa, das es nicht möglich ist, den Stoff bei hohen Temperaturen zu verwenden, dass der poröse Körper zerquetscht wird und die geringe Festigkeit. Wenn ein Vliesstoff mit Hilfe eines Schmelzblasverfahrens hergestellt wird, ist die Viskosität der Schmelze stark temperaturabhängig und die Fließfähigkeit ändert sich, wenn die Temperatur leicht erhöht oder gesenkt wird, und es gibt Probleme wie etwa die Notwendigkeit, den Stoff in einem engen Temperaturbereich herzustellen.

[0005] Wird eine poröse Folie durch ein Verfahren gebildet, bei dem eine LCP-Folie, die einen Füllstoff enthält, gezogen wird, wird nur eine Folie mit kleinen Durchgangslöchern gebildet, aber kein dichter poröser Körper. Wenn eine poröse Folie durch ein Phasentrennverfahren gebildet wird, kann nur ein LCP verwendet werden, das in einem Lösungsmittel löslich ist.

[0006] In Anbetracht dieser Probleme besteht ein Ziel der vorliegenden Offenbarung darin, einen porösen Körper mit hoher Festigkeit durch Verwendung eines LCP aus feinen Fasern bereitzustellen.

Mittel zum Lösen des Problems

[0007] Ein poröser Körper im Sinne der vorliegenden Offenbarung ist ein poröser Körper, der ein Flüssigkristallpolymer-Pulver enthält, wobei

das Flüssigkristallpolymer-Pulver aus einem Flüssigkristallpolymer gebildete Faserpartikel enthält, die mittlere Größe der aus einem Flüssigkristallpolymer gebildeten Faserpartikel 2 um oder weniger beträgt, der poröse Körper eine mittlere Porengröße von 10 um oder weniger aufweist, gemessen durch Quecksilber-Intrusionsporosimetrie, und der poröse Körper eine Zugfestigkeit von 25 N/mm² oder mehr hat.

Vorteilhafte Wirkung der Erfindung

[0008] Gemäß der vorliegenden Offenbarung ist es möglich, einen porösen Körper mit einer hohen Festigkeit durch Verwendung eines LCP aus feinen Fasern bereitzustellen.

KURZBESCHREIBUNG DER ZEICHNUNGEN

Fig. 1 ist ein Diagramm, das die Beziehung zwischen einer Erhitzungstemperatur in einem Erhitzungsschritt und einer Zugfestigkeit für die Beispiele 1 bis 3 und das Vergleichsbeispiel 1 veranschaulicht.

Fig. 2 ist ein Diagramm, das die Beziehung zwischen einer Erhitzungstemperatur in einem Erhitzungsschritt und einer Zugfestigkeit für die Beispiele 4 bis 6 und das Vergleichsbeispiel 2 veranschaulicht.

Fig. 3 ist eine Fotografie eines Schnitts eines porösen Körpers aus Beispiel 1.

Fig. 4 ist eine Fotografie eines Schnitts eines porösen Körpers aus Beispiel 2.

Fig. 5 ist eine Fotografie eines Schnitts eines porösen Körpers aus Beispiel 3.

Fig. 6 ist eine Fotografie eines Schnitts eines porösen Körpers aus Vergleichsbeispiel 1.

Fig. 7 ist eine Fotografie eines Schnitts eines porösen Körpers aus Referenzbeispiel 1.

Fig. 8 ist eine Fotografie eines Schnitts eines porösen Körpers aus Beispiel 7.

Fig. 9 ist ein Ablaufdiagramm, das ein Verfahren zur Herstellung eines porösen Körpers einer ersten Ausführungsform veranschaulicht.

Fig. 10 ist ein Ablaufdiagramm, das ein Verfahren zur Herstellung eines porösen Körpers einer zweiten Ausführungsform veranschaulicht.

AUSFÜHRUNGSFORMEN DER ERFINDUNG

[0009] Nachfolgend werden Ausführungsformen der vorliegenden Offenbarung beschrieben, die vorliegende Offenbarung ist jedoch nicht hierauf beschränkt.

[Erste Ausführungsform]

<Poröser Körper>

[0010] Der poröse Körper gemäß der vorliegenden Ausführungsform enthält ein Flüssigkristallpolymer-Pulver (LCP-Pulver), das Flüssigkristallpolymer-Pulver enthält aus einem Flüssigkristallpolymer gebildete Faserpartikel (Flüssigkristallpolymerfasern: LCP-Fasern), und der mittlere Durchmesser der LCP-Fasern beträgt 2 um oder weniger. Der poröse Körper hat eine mittlere Porengröße von 10 um oder weniger, gemessen durch Quecksilber-Intrusionsporosimetrie, und hat eine Zugfestigkeit von 25 N/mm² oder mehr.

(Flüssigkristallpolymer-Pulver)

[0011] Das Flüssigkristallpolymer ist nicht konkret beschränkt, und zu den Beispielen gehören thermotrope Flüssigkristallpolymere. Das thermotrope Flüssigkristallpolymer ist beispielsweise ein aromatischer Polyester, der hauptsächlich aus einem Monomer wie einem aromatischen Diol, einer aromatischen Dicarbonsäure oder einer aromatischen Hydroxycarbonsäure synthetisiert wird und beim Schmelzen eine Flüssigkristallinität zeigt.

[0012] Ein Molekül des Flüssigkristallpolymers hat einen negativen linearen Ausdehnungskoeffizienten (CTE) in einer Axialrichtung einer Molekülachse und einen positiven CTE in einer Radialrichtung der Molekülachse.

[0013] Das Flüssigkristallpolymer weist bevorzugt keine Amidbindung auf. Beispiele für das thermotrope Flüssigkristallpolymer ohne Amidbindung sind ein Copolymer aus Parahydroxybenzoesäure, Terephthalsäure und Dihydroxybiphenyl (ein Blockcopolymer aus Parahydroxybenzoesäure und Ethylenterephthalat) mit einem hohen Schmelzpunkt und einem niedrigen CTE, das als Typ-1-Flüssigkristallpolymer bezeichnet wird, und ein Copolymer aus Parahydroxybenzoesäure und 2,6-Hydroxynaphthoesäure (ein Blockcopolymer) mit einem Schmelzpunkt zwischen einem Typ-1-Flüssigkristallpolymer und einem Typ-2-Flüssigkristallpolymer, das als Typ-1,5 (oder Typ-3) bezeichnet wird.

[0014] Die im LCP-Pulver enthaltenen LCP-Fasern sind nicht konkret beschränkt, solange sie einen faserigen Teil enthalten. Der faserige Teil kann linear sein oder Verzweigungen oder Ähnliches aufweisen.

[0015] Der mittlere Durchmesser der LCP-Fasern beträgt 2 µm oder weniger, bevorzugt 1 µm oder weniger. Außerdem beträgt das mittlere Aspektverhältnis der LCP-Fasern bevorzugt 10 oder mehr und 500 oder weniger, und noch bevorzugt 10 oder mehr und 300 oder weniger.

[0016] Es wird angemerkt, dass der mittlere Durchmesser und das mittlere Aspektverhältnis der LCP-Fasern gemäß dem nachstehenden Verfahren gemessen werden.

[0017] Das LCP-Pulver, das aus den zu messenden LCP-Fasern besteht, wird in Ethanol dispergiert, um eine Aufschlammung herzustellen, in der 0,01 Masse-% des LCP-Pulvers dispergiert sind. Zu diesem Zeitpunkt wurde die Aufschlammung so hergestellt, dass der Feuchtigkeitsgehalt der Aufschlammung 1 Massenprozent oder weniger betrug. Dann wurden 5 µl bis 10 µl dieser Aufschlammung auf einen Objektträger getropft, und anschließend wurde die Aufschlammung auf dem Objektträger natürlich getrocknet. Das LCP-Pulver wird durch natürliches Trocknen der Aufschlammung auf dem Objektträger aufgebracht.

[0018] Anschließend wird ein vorbestimmter Bereich des auf dem Objektträger befindlichen LCP-Pulvers mit einem Rasterelektronenmikroskop (REM) beobachtet, um 100 oder mehr Bilddaten der Partikel (der LCP-Fasern) zu sammeln, aus denen das LCP-Pulver besteht. Es wird angemerkt, dass bei der Sammlung der Bilddaten der Bereich entsprechend der Größe der LCP-Partikel festgelegt wurde, so dass die Anzahl der Bilddaten 100 oder mehr beträgt. Darüber hinaus wurden die Bilddaten für jedes LCP-Partikel gesammelt, indem die Vergrößerung des REM auf das 500-, 3000- oder 10.000-fache geändert wurde, um einen Verlust der Sammlung der Bilddaten und das Auftreten eines Messfehlers zu verhindern.

[0019] Anschließend werden anhand der gesammelten Bilddaten die Längsrichtung und die Breite jeder LCP-Faser gemessen.

[0020] Bei einer der LCP-Fasern, die in jedem Teil der Bilddaten fotografiert werden, wird die Richtung einer geraden Linie, die beide Enden eines längsten Weges auf einem Weg von einem Endabschnitt zu einem dem einen Endabschnitt gegenüberliegenden Endabschnitt durch im Wesentlichen die Mitte des Partikels verbindet, als Längsrichtung definiert. Dann wird eine Länge einer geraden Linie, die beide Enden des längsten Pfades verbindet, als die Abmessung der Längsrichtung gemessen.

[0021] Darüber hinaus wurde die Partikelabmessung eines Partikels des LCP-Pulvers in einer zur Längsrichtung orthogonalen Richtung an drei verschiedenen Punkten in Längsrichtung gemessen. Ein Mittelwert der an diesen drei Punkten gemessenen Abmessungen wurde als Breitenabmessung (Faserdurchmesser) pro Partikel des LCP-Pulvers genommen.

[0022] Darüber hinaus wird ein Verhältnis zwischen der Längsabmessung und dem Faserdurchmesser [Längsabmessung/Faserdurchmesser] berechnet und als Aspektverhältnis der LCP-Fasern verwendet.

[0023] Dann wird der Mittelwert der für 100 LCP-Fasern gemessenen Faserdurchmesser als mittlerer Durchmesser genommen.

[0024] Außerdem wird der Mittelwert der für 100 LCP-Fasern gemessenen Aspektverhältnisse als mittleres Aspektverhältnis verwendet.

[0025] Es wird angemerkt, dass die Faserpartikel im LCP-Pulver als Aggregat enthalten sein können, in dem die Faserpartikel zusammengeballt sind.

[0026] Darüber hinaus fallen in den Faserpartikel die axiale Richtung der LCP-Moleküle, aus denen die Faserpartikel gebildet sind und die Längsrichtung der Faserpartikel tendenziell zusammen. Es wird davon ausgegangen, dass dies darauf zurückzuführen ist, dass bei der Herstellung des LCP-Pulvers die axiale Richtung der LCP-Moleküle aufgrund des Bruchs zwischen einer Vielzahl von Domänen, die durch Bündelung der LCP-Moleküle gebildet werden, entlang der Längsrichtung der Faserpartikel ausgerichtet ist.

[0027] Im LCP-Pulver beträgt der Gehalt (das Zahlenverhältnis) an anderen Partikel als den Faserpartikel (massive Partikel, die im Wesentlichen nicht faserig sind) bevorzugt 20 % oder weniger. Wenn das LCP-Pulver beispielsweise auf eine Ebene gelegt wird, sind Partikel mit einer maximalen Höhe von 10 µm oder weniger Faserpartikel, und Partikel mit einer maximalen Höhe von mehr als 10 µm sind massive Partikel.

[0028] Das LCP-Pulver hat bevorzugt einen D50-Wert (mittlere Partikelgröße) von 13 µm oder weniger, gemessen durch Partikelgrößenmessung mit einer Vorrichtung zur Messung der Partikelgrößenverteilung mittels eines Laserbeugungsstreuungsverfahrens.

(Mittlere Porengröße)

[0029] Der poröse Körper der vorliegenden Ausführungsform hat eine mittlere Porengröße von 10 µm oder weniger. Dabei bezieht sich die „mittlere Porengröße“ auf die Porengröße, bei der die kumulative Porenverteilung der durch Quecksilber-Intrusionsporosimetrie gemessenen Porenverteilung 50 % des gesamten Porenvolumens beträgt. Wenn die mittlere Porengröße des porösen Körpers 10 µm übersteigt, können die Funktionen des porösen Körpers, wie z. B. die Filterleistung, nicht ausreichend erhalten werden. Die mittlere Porengröße des porösen Körpers beträgt bevorzugt 5,0 µm oder weniger. Die mittlere Porengröße des porösen Körpers kann 0,1 µm oder mehr, oder 0,3 µm oder mehr betragen.

(Zugfestigkeit)

[0030] Der poröse Körper der vorliegenden Ausführungsform hat eine Zugfestigkeit von 25 N/mm² oder mehr. Die Zugfestigkeit in der vorliegenden Ausführungsform ist der Wert (N/mm²), der erhalten wird, indem der Belastungswert, bei dem das Prüfstück geschnitten wird, wenn ein 5 mm × 25 mm großes Prüfstück, das dem porösen Körper entnommen wurde, bei einer Länge des Prüfstücks zwischen den Klammern von 13 mm und einer Zuggeschwindigkeit von 0,6 mm/min gedehnt wird, durch die Querschnittsfläche ohne den Porenanteil dividiert wird. Durch diese Definition der Zugfestigkeit wird die Zugfestigkeit nicht von der Schichtdicke beeinflusst, und es ist möglich, die Zugfestigkeiten selbst von porösen Körpern mit unterschiedlichen Schichtdicken zu vergleichen. Die Zugfestigkeit des porösen Körpers beträgt bevorzugt 40 N/mm² oder mehr, besonders bevorzugt 60 N/mm² oder mehr.

(Additive)

[0031] Der poröse Körper der vorliegenden Ausführungsform kann Additive enthalten. Durch das Einbringen von Additiven in den porösen Körper können die Funktionen der Additive, z. B. wasserabweisende, ölabweisende und wärmeableitende Eigenschaften, in den porösen Körper eingebracht werden. Beispiele für die Additive sind anorganische Füllstoffe, Polytetrafluorethylen (PTFE), Perfluoralkoxyalkane (PFA), feine Kohlenstoffpulver, feine Kohlenstofffasern, Metallpulver und Nitridpulver. Beispiele für Nitridpulver sind Bornitridpulver, Aluminiumnitridpulver und Siliziumnitridpulver.

[0032] Der poröse Körper der vorliegenden Ausführungsform enthält keinen Haftvermittler, um die LCP-Fasern aneinanderzubinden. Dies liegt daran, dass der poröse Körper der vorliegenden Ausführungsform die oben erwähnte Zugfestigkeit durch das Aneinanderbinden der LCP-Fasern durch Erhitzen erreicht. Dies liegt auch daran, dass ein Klebstoff Probleme verursachen kann, wie z. B. eine Abnahme der Hitzebeständigkeit und eine Zunahme der wasserabsorbierenden Eigenschaften.

<Verfahren zur Herstellung eines porösen Körpers>

[0033] Nachfolgend werden die einzelnen Schritte des Herstellungsverfahrens der vorliegenden Ausführungsform beschrieben.

[0034] Wie in **Fig. 9** dargestellt, umfasst das Verfahren zur Herstellung eines porösen Körpers gemäß der vorliegenden Ausführungsform einen Dispergierschritt (S1), einen Mattenbildungsschritt (S2) und einen Erhitzungsschritt (S3).

[0035] Zunächst wird das Verfahren zur Herstellung des im Dispergierschritt (S1) verwendeten LCP-Pulvers ausführlich beschrieben. Das LCP-Pulver kann z. B. durch Durchführen des nachstehenden Grobmahlschritts, Feinmahlschritts, Grobpartikelentfernungsschritts und Zerfaserungsschritts, in dieser Reihenfolge, hergestellt werden.

[0036] Beispiele für die Form eines LCP-haltigen Rohmaterials (LCP-Rohmaterial), das für die Herstellung des LCP-Pulvers verwendet wird, sind uniaxial orientierte Pellets, biaxial orientierte Folien und pulverförmiges LCP. Das LCP, aus dem das LCP-Rohmaterial gebildet ist, ist dem LCP ähnlich, aus dem die oben beschriebenen LCP-Fasern gebildet sind.

(Grobmahlschritt)

[0037] Beim Grobmahlschritt wird das LCP-Rohmaterial grob gemahlen. Zum Beispiel wird das LCP-Rohmaterial mit einer Schneidmühle grob gemahlen. Die Größe der Partikel des grob gemahlenen LCP ist nicht konkret beschränkt, solange die Partikel als Rohmaterial für den später beschriebenen Feinmahlschritt verwendet werden können. Die maximale Partikelgröße des grob gemahlenen LCP beträgt z. B. 3 mm oder weniger.

[0038] Es wird angemerkt, dass der Grobmahlschritt nicht unbedingt durchgeführt werden muss. Wenn das LCP-Rohmaterial beispielsweise als Rohstoff beim Feinmahlschritt verwendet werden kann, kann das LCP-Rohmaterial direkt als Rohstoff beim Feinmahlschritt verwendet werden.

(Feinmahlschritt)

[0039] Im Feinmahlschritt wird das LCP-Rohmaterial (nach dem Grobmahlschritt) in einem Zustand der Dispersion in flüssigem Stickstoff gemahlen, um ein körniges, fein gemahlenes Flüssigkristallpolymer (fein gemahlenes LCP) zu erhalten.

[0040] Im Feinmahlschritt wird der im Flüssigstickstoff dispergierte LCP-Rohstoff bevorzugt mit Hilfe eines Mediums gemahlen. Das Medium ist zum Beispiel eine Perle. Im Feinmahlschritt der vorliegenden Ausführungsform wird bevorzugt eine Perlmühle verwendet, die im Hinblick auf die Handhabung von flüssigem Stickstoff relativ wenig technische Probleme aufweist. Beispiele für Geräte, die beim Feinmahlschritt verwendet werden können, sind die „LNM-08“, eine von AIMEX CO., LTD. hergestellte Flüssigstickstoff-Perlmühle.

[0041] Das durch den Feinmahlschritt erhaltene körnige, fein gemahlene LCP hat bevorzugt eine D50 von 50 um oder weniger, wie mit einem Messgerät für die Partikelgrößenverteilung durch ein Laserbeugungsverfahren gemessen. Dadurch wird es möglich, das Verstopfen des granulären, fein gemahlenen LCP mit einer Düse im nachfolgenden Zerfaserungsschritt zu unterdrücken.

(Grobpartikelentfernungsschritt)

[0042] Als nächstes werden im Grobpartikelentfernungsschritt aus dem körnigen, fein gemahlenen LCP, das im Feinmahlschritt erhalten wurde, Grobpartikel entfernt. Zum Beispiel wird das körnige, fein gemahlene LCP mit einem Sieb gesiebt, um das körnige, fein gemahlene LCP unter dem Sieb zu erhalten, und die Grobpartikel, die in dem körnigen, fein gemahlenen LCP enthalten sind, können durch Entfernen des körnigen LCP auf dem Sieb entfernt werden. Die Art des Siebgewebes kann entsprechend ausgewählt werden, und Beispiele für das Siebgewebe umfassen ein Siebgewebe mit einer Öffnung von 53 um. Es wird angemerkt, dass der Grobpartikelentfernungsschritt nicht unbedingt durchgeführt werden muss.

(Zerfaserungsschritt)

[0043] Als nächstes wird beim Zerfaserungsschritt das körnige LCP mit einer Nass-Hochdruck-Zerkleinerungsvorrichtung zerkleinert, um LCP-Pulver zu erhalten. Beim Zerfaserungsschritt wird das fein gemahlene LCP zunächst in einem Dispergiermedium für den Zerfaserungsschritt dispergiert. Es kann sein, dass in dem zu dispergierenden fein gemahlenen LCP die Grobpartikel nicht entfernt werden, bevorzugt werden sie jedoch entfernt. Beispiele für das Dispergiermedium für den Zerfaserungsschritt sind Wasser, Ethanol, Methanol, Isopropylalkohol, Toluol, Benzol, Xylol, Phenol, Aceton, Methylethylketon, Diethylether, Dimethylether, Hexan und Gemische dieser.

[0044] Dann wird das fein gemahlene LCP in einem Zustand, in dem es in dem Dispergiermedium für den Zerfaserungsschritt dispergiert ist, d.h. das pastenartige oder das aufschlammungsartige fein gemahlene

LCP, durch die Düse in einem Zustand geleitet, in dem es unter hohem Druck steht. Durch das Passieren der Düse unter hohem Druck wirkt auf das LCP eine Scherkraft oder Kollisionsenergie aufgrund einer Hochgeschwindigkeitsströmung in der Düse, und das körnige, fein gemahlene LCP wird zerkleinert, so dass die Zerkleinerung des LCP voranschreitet und ein aus feinen LCP-Fasern bestehendes LCP-Pulver erhalten werden kann. Der Düsendurchmesser der Düse ist bevorzugt so klein wie möglich und liegt in einem Bereich, in dem ein Verstopfen des fein gemahlene LCP in der Düse unter dem Gesichtspunkt der Anwendung einer hohen Scherkraft oder einer hohen Kollisionsenergie nicht auftritt. Da das körnige, fein gemahlene LCP eine relativ kleine Partikelgröße hat, kann der Düsendurchmesser in der Nass-Hochdruck-Zerkleinerungsvorrichtung, die im Zerkleinerungsschritt verwendet wird, reduziert werden. Der Düsendurchmesser beträgt z. B. 0,2 mm oder weniger.

[0045] Es wird angemerkt, dass sich wie oben beschrieben, eine Vielzahl von feinen Rissen im körnigen, fein gemahlene LCP bildet. Daher tritt das Dispergiermedium durch feine Risse in das fein gemahlene LCP ein, indem es in einer Nass-Hochdruck-Zerkleinerungsvorrichtung mit Druck beaufschlagt wird. Wenn dann das pastenartige oder aufschlammungsartige, fein gemahlene LCP die Düse passiert und mit Normaldruck beaufschlagt wird, dehnt sich das in das fein gemahlene LCP eingedrungene Dispergiermedium in kurzer Zeit aus. Wenn sich das Dispergiermedium, das in das fein gemahlene LCP eingetreten ist, ausdehnt, schreitet die Zerstörung im Inneren des fein gemahlene LCP voran. Daher schreitet die Zerkleinerung in das Innere des fein gemahlene LCP voran, und die Moleküle des LCP werden in Domäneneinheiten aufgeteilt, die in einer Richtung angeordnet sind. Wie oben beschrieben, ist es in dem Zerkleinerungsschritt in der vorliegenden Ausführungsform möglich, durch Zerkleinerung des körnigen, fein gemahlene LCP, das in dem Feinmahlschritt in der vorliegenden Ausführungsform erhalten wurde, das LCP-Pulver zu erhalten, das einen geringen Gehalt an massiven Partikel aufweist und aus feinen LCP-Fasern besteht, verglichen mit dem LCP-Pulver, das durch Zerkleinern des körnigen LCP erhalten wurde, das durch ein herkömmliches Gefrierpulverisierungsverfahren erhalten wurde.

[0046] Es wird angemerkt, dass beim Zerkleinerungsschritt der vorliegenden Ausführungsform das fein gemahlene LCP in der vorliegenden Ausführungsform in der Nass-Hochdruck-Zerkleinerungsvorrichtung mehrmals zerkleinert werden kann, um das LCP-Pulver zu erhalten, aber unter dem Gesichtspunkt der Produktionseffizienz die Anzahl der Zerkleinerungsvorgänge in der Nass-Hochdruck-Zerkleinerungsvorrichtung bevorzugt gering ist und zum Beispiel 5 Mal oder weniger beträgt.

(Dispergierschritt: S1)

[0047] Im Dispergierschritt, der der erste Schritt im Verfahren zur Herstellung eines porösen Körpers ist, wird das oben beschriebene LCP-Pulver in einem Dispergiermedium dispergiert, um eine Paste oder eine Aufschlammung zu bilden. Wie oben beschrieben, kann das LCP-Pulver in der vorliegenden Ausführungsform in einem hochviskosen Dispergiermedium dispergiert werden, da das oben beschriebene LCP-Pulver in einer feinen Faserform verwendet wird.

[0048] Beispiele für das Dispergiermedium, das im Dispergierschritt verwendet wird, sind Butandiol, Wasser, Ethanol, Terpeneol und ein Gemisch aus Wasser und Ethanol. Wird zum Beispiel als Dispergiermedium Butandiol verwendet, erhält man ein pastenartiges LCP-Pulver. Wird als Dispergiermedium ein Gemisch aus Wasser und Ethanol verwendet, erhält man ein aufschlammungsartiges LCP-Pulver.

[0049] Bei der Herstellung eines porösen Körpers, der Additive enthält, werden das LCP-Pulver und die Additive in diesem Schritt gemischt, um ein pastenartiges oder aufschlammungsartiges Gemisch aus dem LCP-Pulver und den Additiven zu erhalten (im Folgenden wird das Gemisch aus einem LCP-Pulver und Additiven in einigen Fällen einfach als „Gemisch“ bezeichnet). Der Gemischanteil der Additive wird bevorzugt auf 50 Volumenprozent oder weniger, bezogen auf das Gemisch, eingestellt.

(Mattenbildungsschritt: S2)

[0050] Als nächstes wird im Mattenbildungsschritt ein pastenartiges oder aufschlammungsartiges LCP-Pulver oder - Gemisch getrocknet, um eine Flüssigkristallpolymerfasermatte (eine LCP-Fasermatte) zu bilden. In der vorliegenden Ausführungsform ist der Mattenbildungsschritt beispielsweise ein Papierherstellungsverfahren. Bei der Papierherstellung kann das im Dispergierschritt verwendete Dispergiermedium leicht zurückgewonnen und wiederverwendet werden, und die porösen Körper können kostengünstig hergestellt werden.

[0051] Im Mattenbildungsschritt unter Verwendung des Papierherstellungsverfahrens wird zunächst ein aufschlammungsartiges LCP-Pulver oder -Gemisch auf einem Netz, einer vliesartigen mikroporösen Folie oder einem Gewebe einer Papierherstellung unterzogen. Dann wird das auf das Netz aufgebrachte, aufschlammungsartige LCP-Pulver oder -Gemisch erhitzt und getrocknet, um eine LCP-Fasermatte zu erhalten.

[0052] Beim Mattenbildungsschritt der vorliegenden Ausführungsform kann ein pastenartiges LCP-Pulver oder -Gemisch durch einen Aufbringungsschritt und einen Trocknungsschritt anstelle des Papierherstellungsverfahrens zu einer LCP-Fasermatte geformt werden.

[0053] Im Aufbringungsschritt wird ein pastenartiges LCP-Pulver oder -Gemisch auf ein Substrat aufgebracht. Der Begriff „Substrat“ bezieht sich hier auf das Material oder Trägermaterial zum Auftragen des pastenartigen LCP-Pulvers oder -Gemischs. Beispiele dafür sind Metallfolien wie eine Kupferfolie, eine Polyimidfolie, eine PTFE-Folie oder Verbundfolien aus Verstärkungsmaterialien wie Kohlenstofffasern und Glasfasern und hitzebeständigen Harzen.

[0054] Im nächsten Schritt wird das auf das Substrat aufgebrachte pastenartige LCP-Pulver oder -Gemisch erhitzt und getrocknet, um das Dispergiermedium zu verdampfen. Durch das Erhitzen und Trocknen wird auf dem Substrat die LCP-Fasermatte gebildet.

[0055] Da beim Trocknen das Dispergiermedium allmählich aus dem pastenartigen LCP-Pulver oder -Gemisch entfernt wird, nimmt die Gesamtdicke des pastenartigen LCP-Pulvers oder des Gemischs während des Trocknens allmählich ab. Daher ist die Dicke der LCP-Fasermatte im Vergleich zur Gesamtdicke des auf dem Produkt gebildeten pastenartigen LCP-Pulvers oder -Gemischs dünner.

[0056] Da die Gesamtdicke des pastenartigen LCP-Pulvers oder -Gemischs während des Trocknens allmählich abnimmt, ändert sich außerdem die Längsrichtung der Faserpartikel im LCP-Pulver. Insbesondere sind unter den Faserpartikel die Faserpartikel mit der Längsrichtung in der gesamten Dickenrichtung des pastenartigen LCP-Pulvers oder des Gemischs so geneigt, dass die Längsrichtung zur Innenseite der Hauptoberfläche des Substrats gerichtet ist. Daher gibt es eine Anisotropie in der Längsrichtung der Faserpartikel in der gebildeten LCP-Fasermatte.

[0057] Im Mattenbildungsschritt kann das Dispergiermedium verdampft werden, indem ein pastenartiges LCP-Pulver oder -Gemisch auf die im Trocknungsschritt auf dem Substrat gebildete LCP-Fasermatte aufgebracht und dieses anschließend getrocknet wird. Wie oben beschrieben, kann der Mattenbildungsschritt den Schritt des Auftragens und den Schritt des Trocknens wiederholt in dieser Reihenfolge umfassen. Im Ergebnis kann eine LCP-Fasermatte mit einem gewünschten Grammgewicht erhalten werden. In einem Fall, in dem der Aufbringungsschritt und der Trocknungsschritt wiederholt durchgeführt werden, kann eine Mischung verwendet werden, in der das Mischungsverhältnis des LCP-Pulvers zu den Additiven für jeden Aufbringungsschritt geändert wird. Auf diese Weise kann eine LCP-Fasermatte erhalten werden, die in der Lage ist, einen porösen Körper mit den gewünschten Eigenschaften zu bilden.

(Erhitzungsschritt: S3)

[0058] Als nächstes wird im Erhitzungsschritt die LCP-Fasermatte erwärmt, um einen porösen Körper zu erhalten. Im Erhitzungsschritt kann das Erhitzen in einer Inertgasatmosphäre durchgeführt werden. Auf diese Weise kann die Zugfestigkeit des porösen Körpers weiter verbessert werden.

[0059] Die Erhitzungstemperatur im Erhitzungsschritt liegt in einem Bereich, in dem die Erhitzungstemperatur um 60°C bis 5°C unterhalb des Schmelzpunkts des LCP-Pulvers liegt. Wenn die Erhitzungstemperatur mehr als 60°C unter dem Schmelzpunkt des LCP-Pulvers liegt, ist die Bindung zwischen den LCP-Fasern schwach und es kann kein poröser Körper mit einer für den praktischen Gebrauch geeigneten Festigkeit erhalten werden. Liegt die Erhitzungstemperatur weniger als 5°C unter dem Schmelzpunkt des LCP-Pulvers, werden die LCP-Fasern erweicht und verformt, und die poröse Struktur kann nicht erhalten werden. Die Erhitzungstemperatur liegt bevorzugt in einem Bereich, in dem die Erhitzungstemperatur um 50°C bis 10°C unter dem Schmelzpunkt des LCP-Pulvers liegt, besonders bevorzugt in einem Bereich, in dem die Erhitzungstemperatur um 40°C bis 20°C unterhalb des Schmelzpunkts des LCP-Pulvers liegt.

[0060] Die Haltezeit im Erhitzungsschritt ist nicht konkret beschränkt und kann z. B. 5 Minuten oder mehr oder 15 Minuten oder mehr betragen. Da durch Verlängern der Haltezeit ein poröser Körper mit höherer Fes-

tigkeit erzielt werden kann, kann die Haltezeit beispielsweise 30 Minuten oder mehr oder 60 Minuten oder mehr betragen.

[0061] In dem Mattenbildungsschritt wird in dem Fall, in dem eine LCP-Fasermatte auf dem Substrat durch den Aufbringungsschritt und den Trocknungsschritt gebildet wird, die LCP-Fasermatte zusammen mit dem Substrat erhitzt. Dadurch kann ein poröser Körper in einem Zustand, in dem er mit einem Substrat verbunden ist, zu geringen Kosten erhalten werden. Durch Auftragen eines pastenartigen LCP-Pulvers oder -Gemischs auf den gewünschten Teil des Substrats und Trocknen ist es auch möglich, einen porösen Körper auf einem Teil des Substrats zu bilden oder einen porösen Körper dreidimensional auf dem Substrat zu bilden.

[Zweite Ausführungsform]

<Poröser Körper>

[0062] Der poröse Körper der vorliegenden Ausführungsform unterscheidet sich von dem der ersten Ausführungsform dadurch, dass der poröse Körper eine mittlere Porengröße von 1,0 µm oder weniger aufweist. Poröse Körper mit feinen mittleren Porengrößen gelten als hervorragend in Bezug auf Festigkeit, Filtereigenschaften und dergleichen. Andere Punkte als diese sind die gleichen wie in der ersten Ausführungsform, und überflüssige Erklärungen werden weggelassen.

<Verfahren zur Herstellung eines porösen Körpers>

[0063] Wie in **Fig. 10** dargestellt, umfasst das Verfahren zur Herstellung eines porösen Körpers gemäß der vorliegenden Ausführungsform einen Dispergierschritt (S10), einen Mattenbildungsschritt (S20), einen Heißpressschritt (S30) und einen Erhitzungsschritt (S40). Nachfolgend wird jeder Schritt des Herstellungsverfahrens der vorliegenden Ausführungsform beschrieben. Beschreibungen, die sich mit denen der ersten Ausführungsform überschneiden, entfallen.

(Dispergierschritt: S10)

[0064] Im Dispergierschritt werden ein LCP-Pulver und ein Bindemittelharz in einem Dispergiermedium dispergiert, um ein pastenartiges oder aufschlammungsartiges Harzgemisch herzustellen. Durch das Mischen eines Bindemittelharzes im Dispergierschritt und die Bildung einer Folie im nachfolgend beschriebenen Heißpressschritt wird eine Verbesserung der Handhabungseigenschaften erwartet, so dass die Verarbeitung vor der Herstellung poröser Körper einfach durchgeführt werden kann.

[0065] Beispiele für das im Dispergierschritt verwendete Bindemittelharz sind Acrylharze, Butyralharze und Ethylcelluloseharze. Unter diesen sind Acrylharze unter dem Gesichtspunkt der Abbaubarkeit zu bevorzugen. Der Mischungsanteil des Bindemittelharzes wird bevorzugt auf 30 Volumenprozent oder mehr und 70 Volumenprozent oder weniger, bezogen auf die Harzmischung, eingestellt. Der mittlere Durchmesser des Bindemittelharzes beträgt bevorzugt 10 µm oder weniger.

[0066] Bei der Herstellung eines porösen Körpers, der Additive enthält, werden in diesem Schritt ein LCP-Pulver, ein Bindemittelharz und Additive gemischt.

(Mattenbildungsschritt: S20)

[0067] Als nächstes wird beim Mattenbildungsschritt ein pastenartiges oder aufschlammungsartiges Harzgemisch oder ein Harzgemisch mit Additiven getrocknet, um eine Harzgemischmatte zu bilden.

(Stufe Heißpressen: S30)

[0068] Im nächsten Schritt, dem Heißpressen, wird die Harzgemischmatte heißgepresst, um eine Harzgemischfolie zu erhalten.

[0069] Die Erhitzungstemperatur beim Heißpressen beträgt 20°C oder mehr und 100°C oder weniger. Liegt die Erhitzungstemperatur unter 20°C, wird das Bindemittelharz nicht erweicht und es ist schwierig, eine Folie zu bilden. Übersteigt die Erhitzungstemperatur 100°C, fließt das Bindemittelharz. Die Erhitzungstemperatur beträgt bevorzugt 40°C oder mehr und 80°C oder weniger.

[0070] Der Druck beim Heißpressschritt beträgt 0,3 MPa oder mehr und 3,0 MPa oder weniger. Bei einem Druck von weniger als 0,3 MPa ist der Druck unzureichend und es bleiben Blasen zurück. Liegt der Druck über 3,0 MPa, fließt das Bindemittelharz. Der Druck beträgt bevorzugt 0,5 MPa oder mehr und 1,0 MPa oder weniger.

[0071] Die Haltezeit beim Heißpressen ist nicht konkret beschränkt und kann z. B. 1 Minute oder mehr oder 10 Minuten oder mehr betragen.

(Erhitzungsschritt: S40)

[0072] Anschließend wird im Erhitzungsschritt mindestens ein Teil des in der Harzgemischfolie enthaltenen Bindemittelharzes durch Erhitzen entfernt, um einen porösen Körper zu erhalten. Der poröse Körper kann ein Bindemittelharz enthalten. Der Anteil des verbleibenden Bindemittelharzes wird durch die Erhitzungstemperatur und die Haltezeit im Erhitzungsschritt eingestellt.

BEISPIELE

[0073] Im Folgenden wird die vorliegende Offenbarung anhand von Beispielen näher beschrieben, die vorliegende Offenbarung ist jedoch nicht darauf beschränkt.

<<Test 1>>

<Beispiel 1>

(Herstellung des Flüssigkristallpolymer-Pulvers)

[0074] In Beispiel 1 wurden zunächst uniaxial orientierte Pellets aus LCP (zylindrisches Pellet mit einem Durchmesser von 3 bis 4 mm, Schmelzpunkt: 315°C) als LCP-Rohmaterial hergestellt. Das LCP-Material ist ein Copolymer aus Parahydroxybenzoesäure und 4,6-Hydroxynaphthoesäure.

[0075] Dieses LCP-Rohmaterial wurde mit einer Schneidmühle (MF10, hergestellt von IKA) grob zerkleinert. Das grob zerkleinerte LCP wurde durch ein Sieb mit einem Durchmesser von 3 mm am Auslassstutzen der Schneidmühle geleitet, um ein grob zerkleinertes LCP zu erhalten.

[0076] Anschließend wurde das grob gemahlene LCP mit einer Flüssigstickstoff-Perlmühle (LNM-08 von AIMEX CORPORATION, Fassungsvermögen: 0,8 l) fein gemahlen. Konkret wurden 500 ml des Mediums und 30 g grob gemahlenes LCP in ein Gefäß gegeben, und die Zerkleinerung wurde bei einer Rotationsgeschwindigkeit von 2000 U/min für 120 Minuten durchgeführt. Als Medium wurden Perlen aus Zirkondioxid (ZrO_2) mit einem Durchmesser von 5 mm verwendet. Es wird angemerkt, dass in der Flüssigstickstoff-Perlmühle die Nassmahlung in einem Zustand durchgeführt wird, in dem das grob gemahlene LCP im Flüssigstickstoff dispergiert ist. Wie oben beschrieben, wurde durch die Mahlung des grob gemahlenen LCP mit der Flüssigstickstoff-Perlmühle körniges, fein gemahlenes LCP erhalten.

[0077] Die Partikelgröße des fein gemahlenen LCP wurde gemessen. Das fein gemahlene, im Dispergiermedium dispergierte LCP wurde 10 Sekunden lang einer Ultraschallbehandlung unterzogen und dann in einem Gerät zur Messung der Partikelgrößenverteilung (LA-950, hergestellt von HORIBA Ltd.) mittels Laserbeugungsstreuung zur Messung der Partikelgröße eingesetzt. Als Dispergiermedium wurde Ekinen (eingetragenes Warenzeichen, Japan Alcohol Sales Co., Ltd.), ein gemischtes Lösungsmittel mit Ethanol als Hauptbestandteil, verwendet. Der gemessene Wert von D50 für das fein gemahlene LCP betrug 23 μm .

[0078] Anschließend wurde eine Dispersionsflüssigkeit, die durch Dispergieren des fein gemahlenen LCP in Ekinen erhalten wurde, mit einem Sieb mit einer Öffnung von 53 μm gesiebt, um die im fein gemahlenen LCP enthaltenen Grobpartikel zu entfernen, und das fein gemahlene LCP, das durch das Sieb hindurchging, wurde gewonnen. Die Ausbeute an fein gemahlenem LCP durch die Entfernung der Grobpartikel betrug 85 Massen-%.

[0079] Anschließend wurde das fein gemahlene LCP, aus dem die Grobpartikel entfernt worden waren, in einer wässrigen Lösung aus 20 Massenprozent Ethanol dispergiert. Eine Ethanolaufläufung, in der das fein gemahlene LCP dispergiert war, wurde mit einer Nass-Hochdruck-Zerkleinerungsvorrichtung unter Bedingungen mit einem Düsendurchmesser von 0,2 mm und einem Druck von 200 MPa wiederholt fünfmal

zerkleinert, um zu Fasern geformt zu werden. Als Nass-Hochdruck-Zerkleinerungsvorrichtung wurde eine Hochdruck-Zerkleinerungsvorrichtung (Nanoveta, hergestellt von Yoshida Kikai Kogyo Co., Ltd.) verwendet. Die Ethanolauflösung, in der das fein gemahlene LCP dispergiert wurde, wurde mit einem Sprühtrockner getrocknet, um das LCP-Pulver zu erhalten. Der für 100 LCP-Fasern im LCP-Pulver gemessene mittlere Faserdurchmesser betrug 0,8 µm.

(Herstellung des porösen Körpers)

[0080] Das oben erhaltene LCP-Pulver wurde in einer wässrigen Lösung mit 50 Massenprozent Ethanol als Dispergiermedium dispergiert, um eine Aufschlämmung zu bilden.

[0081] Anschließend wurde das aufschlämmungsartige LCP-Pulver auf einem Polyester-Mikrofaservlies (Grammgewicht: 14 g/m²), das auf einem 80-Mesh-Drahtgeflecht platziert war, unter Verwendung einer Querbogenmaschine (hergestellt von KUMAGAI RIKI KOGYO Co., Ltd.) zu Papier verarbeitet, um eine LCP-Fasermatte zu erhalten. Die Menge des LCP-Pulvers wurde so eingestellt, dass das Grammgewicht der LCP-Fasermatte 35 g/m² betrug. Die LCP-Fasermatte wurde mit einem Heißlufttrockner getrocknet und von dem Polyester-Mikrofaservlies abgezogen, um eine LCP-Fasermatte zu erhalten.

[0082] Anschließend wurde die LCP-Fasermatte auf eine Edelstahlwanne gelegt und in einem Heißluft-Inertofen (Inertgasofen INH-21CD, hergestellt von JTEKT THERMO SYSTEM CORPORATION) erhitzt. Konkret wurde eine Wärmebehandlung bei 260°C für 60 Minuten in einem Stickstoffstrom durchgeführt. Auf diese Weise wurde ein poröser Körper erhalten.

<Beispiel 2 und 3 und Vergleichsbeispiel 1>

[0083] In den Beispielen 2 und 3 sowie im Vergleichsbeispiel 1 wurden die Erhitzungstemperaturen im Heißluft-Inertofen auf 270°C, 280°C bzw. 250°C eingestellt. Die Herstellung von LCP-Pulvern und die Gewinnung von porösen Körpern erfolgte in der gleichen Weise wie in Beispiel 1, jedoch mit folgenden Ausnahmen.

<Beispiele 4 bis 6 und Vergleichsbeispiel 2>

[0084] In den Beispielen 4 bis 6 und dem Vergleichsbeispiel 2 wurden uniaxial orientierte LCP-Pellets (zylindrische Pellets mit einem Durchmesser von 3 bis 4 mm, Schmelzpunkt: 340°C) als LCP-Rohmaterial hergestellt. Das LCP-Material ist ein Copolymer aus Parahydroxybenzoesäure und 4,6-Hydroxynaphthoesäure. Das LCP-Pulver wurde auf die gleiche Weise wie in Beispiel 1 hergestellt, mit der Ausnahme, dass das LCP-Rohmaterial wie oben beschrieben verändert wurde. Der mittlere Faserdurchmesser, der für 100 im LCP-Pulver enthaltene LCP-Fasern gemessen wurde, betrug 0,9 µm.

[0085] In den Beispielen 4 bis 6 und dem Vergleichsbeispiel 2 wurden die Erhitzungstemperaturen im Heißluft-Inertofen auf 280°C, 290°C, 300°C bzw. 270°C eingestellt. Die porösen Körper wurden auf die gleiche Weise wie in Beispiel 1 erhalten, mit Ausnahme von:

<Beispiel 7>

[0086] In Beispiel 7 wurden uniaxial orientierte LCP-Pellets (zylindrische Pellets mit einem Durchmesser von 3 bis 4 mm, Schmelzpunkt: 430°C) als LCP-Rohmaterial hergestellt. Das LCP-Material ist ein Copolymer aus Parahydroxybenzoesäure, Terephthalsäure und Dihydroxyphenyl. Das LCP-Pulver wurde auf die gleiche Weise wie in Beispiel 1 hergestellt, mit der Ausnahme, dass das LCP-Rohmaterial wie oben beschrieben geändert wurde. Der mittlere Faserdurchmesser, der für 100 im LCP-Pulver enthaltene LCP-Fasern gemessen wurde, betrug 1,1 µm.

[0087] Das oben erhaltene LCP-Pulver und ein Acrylharzpulver (mittlere Partikelgröße: 2 µm) als Harzbinde-mittel wurden so eingewogen, dass das Volumenverhältnis 1:1 betrug, und in einer wässrigen Ethanol-lösung mit 50 Massenprozent als Dispergiermedium dispergiert, um eine Aufschlämmung zu bilden. Anschließend wurde das aufschlämmungsartige Harzgemisch in der gleichen Weise wie in Beispiel 1 behandelt, um eine Harzgemischmatte zu bilden.

[0088] Die oben erhaltene Harzgemischmatte wurde bei 60°C und 0,6 MPa heiß gepresst, um eine Harzge-mischfolie herzustellen. Die Folie aus dem Harzgemisch wurde dann auf eine Edelstahlwanne gelegt und in demselben inerten Heißluftofen wie in Beispiel 1 erhitzt. Konkret wurde eine Wärmebehandlung bei 380°C

für 60 Minuten in einem Stickstoffstrom durchgeführt. Auf diese Weise wurde ein poröser Körper gemäß Beispiel 7 erhalten.

<Beispiel 8>

[0089] In Beispiel 8 wurde ein poröser Körper auf die gleiche Weise wie in Beispiel 7 hergestellt, mit der Ausnahme, dass ein LCP-Pulver und ein Acrylharzpulver so abgewogen wurden, dass das Volumenverhältnis 1:3 betrug.

<Referenzbeispiel 1>

[0090] Als Referenzbeispiel 1 wurde ein handelsüblicher LCP-Schmelzblasvliesstoff mit einem Flächengewicht von 4 g/m² hergestellt.

[Beobachtung eines porösen Körpers]

[0091] Fig. 3 bis 8 sind Fotografien (REM-Bilder) von Schnitten der porösen Körper der Beispiele 1 bis 3 und 7, des Vergleichsbeispiels 1 und des Referenzbeispiels 1. Aus den Fotografien der Fig. 3 bis 8 ist ersichtlich, dass in den porösen Körpern der Beispiele im Vergleich zum porösen Körper des Vergleichsbeispiels eine größere Anzahl von Fasern mit einem dicken Faserdurchmesser enthalten ist und die Fasern miteinander verschmolzen sind. Es ist zu erkennen, dass in dem porösen Körper des Vergleichsbeispiels 1 eine große Anzahl von Fasern mit einem dünnen Faserdurchmesser enthalten ist und die Verschmelzung zwischen den Fasern unzureichend ist. Es ist zu erkennen, dass der poröse Körper des Referenzbeispiels 1 Fasern enthält, die deutlich dicker sind als die in den Beispielen und die Form der Poren ist auch einfacher als die in den Beispielen. In einem Fall, in dem ein poröser Körper durch Erhitzen bei einer Temperatur (über 280°C) erhalten wird, die höher ist als die Erhitzungstemperatur in den oben beschriebenen Beispielen, wurde bestätigt, dass eine große Anzahl von Fasern mit einem dicken Faserdurchmesser enthalten ist und die Fasern bis zu 310°C miteinander verschmolzen sind, d.h. die Temperatur ist um 5°C niedriger als der Schmelzpunkt des LCP-Rohmaterials, aber es wurde bestätigt, dass die Fasern erweicht sind und die poröse Struktur nicht aufrechterhalten werden kann, wenn die Temperatur 310°C überschreitet.

[Messung der Porenverteilung]

[0092] Die Porenverteilung in dem porösen Körper gemäß den Beispielen 1 bis 8, den Vergleichsbeispielen 1 und 2 und dem Referenzbeispiel 1 wurde mit einem Quecksilberintrusionsporosimeter (AutoPore V9605, hergestellt von Micromeritics Instrument Corporation) gemessen. Die Ergebnisse sind in den Spalten „mittlere Porengröße (µm)“, „kumulatives Porenvolumen (mL/g)“ und „kumulative spezifische Porenoberfläche (m²/g)“ in Tabelle 1 aufgeführt.

[Messung der ISO-Luftdurchlässigkeit]

[0093] Die ISO-Luftdurchlässigkeit des porösen Körpers gemäß den Beispielen 1 bis 8, den Vergleichsbeispielen 1 und 2 und dem Referenzbeispiel 1 wurde mit einem Gurley-Densometer gemessen (Gurley Type Air Permeability Tester, hergestellt von YASUDA SEIKI SEISAKUSHO, LTD.). Die Luftdurchlässigkeit ist die mittlere Durchflussrate von Luft, die pro Flächeneinheit, Druckdifferenz und Zeiteinheit durchdringt, und es bedeutet, dass die Luft leichter durchdringt, je höher dieser Wert ist. Die ISO-Luftdurchlässigkeit wurde in Übereinstimmung mit JIS P8117:2009 Papier und Pappe - Luftdurchlässigkeit und Luftwiderstandsprüfung (Zwischenbereich) - Gurley-Methode" gemessen. Die Ergebnisse sind in der Spalte „ISO-Luftdurchlässigkeit (µm/Pa-s)“ in Tabelle 1 aufgeführt. Wie oben erwähnt, dringt die Luft leichter ein, wenn der Wert der ISO-Luftdurchlässigkeit höher ist, aber die Dichte des porösen Körpers kann abnehmen und die Festigkeit kann unzureichend werden, wenn der Wert steigt. Daher wird in der vorliegenden Offenlegung eine ISO-Luftdurchlässigkeit von 40 µm/Pa-s oder weniger als vorteilhaft angesehen. In Bezug auf Referenzbeispiel 1 ist die ISO-Luftdurchlässigkeit ein Wert, der durch Stapeln von neun Lagen LCP-Schmelzblasvlies gemessen wurde.

[Messung der Zugfestigkeit]

[0094] Die Zugfestigkeit des porösen Körpers gemäß den Beispielen 1 bis 8, den Vergleichsbeispielen 1 und 2 und dem Referenzbeispiel 1 wurde mit einem dynamischen Viskoelastizitätsmessgerät (RSA-G2, hergestellt von TA Instruments) gemessen. Im Einzelnen wurde die Zugfestigkeit bestimmt, indem der Belastungswert, der sich ergibt, wenn ein 5 mm × 25 mm großes, dem porösen Körper entnommenes Prüfstück bei einer

Länge des Prüfstücks zwischen den Klammern von 13 mm und einer Zuggeschwindigkeit von 0,6 mm/min gedehnt und durch die Querschnittsfläche ohne den Porenanteil geschnitten wird, dividiert wird. Die Ergebnisse sind in den **Abb. 1** und **2** und in der Spalte „Zugfestigkeit (N/mm²)“ in Tabelle 1 dargestellt. Die n-Nummer jedes Prüfstücks war 3, und der Wert in Tabelle 1 ist ihr Mittelwert.

[Tabelle 1]

	Erhitzungs- Temperatur (°C)	Mittlere Porengröße (µm)	Kumulatives Porenvolumen (mL/g)	Kumulative spezifische Oberfläche der Poren (m ² /g)	ISO-Luft- durchlässig- keit (µm/Pa- s)	Zugfestigkeit (N/mm) ²
Beispiel 1	260	2,70	2,92	4,32	39,3	30,4
Beispiel 2	270	2,91	2,74	3,78	41,6	57,2
Beispiel 3	280	3,31	1,96	2,37	38,0	75,6
Beispiel 4	280	2,89	3,20	4,39	41,3	31,6
Beispiel 5	290	3,12	2,69	3,47	37,5	46,4
Beispiel 6	300	3,16	2,12	2,38	34,2	68,0
Beispiel 7	380	0,11	0,61	21,5	11,8	75,5
Beispiel 8	380	0,91	1,11	16,1	18,3	68,0
Vgl. - Bei- spiel 1	250	2,55	3,17	4,99	43,5	20,4
Vgl. - Bei- spiel 2	270	2,61	2,92	5,28	46, 7	20,8
Referenz- beispiel 1	-	21,1	4,51	0,85	1045,6	-

[0095] Wie in **Fig. 1** und **2** und Tabelle 1 dargestellt, ist zu erkennen, dass die porösen Körper gemäß den Beispielen 1 bis 8 eine höhere Zugfestigkeit aufweisen als die der Vergleichsbeispiele 1 bis 2. Wie auch aus den REM-Bildern der **Fig. 3** bis **7** zu erkennen ist, wird angenommen, dass dies darauf zurückzuführen ist, dass die Zugfestigkeit verbessert wird, wenn die dünnen Fasern bei einer Temperatur zu schmelzen beginnen, die etwa 60°C unterhalb des Schmelzpunkts des LCP-Pulvers liegt (255°C für die Beispiele 1 bis 3 und das Vergleichsbeispiel 1, 280°C für die Beispiele 4 bis 6 und das Vergleichsbeispiel 2) und die Menge der miteinander verschmolzenen Fasern zunimmt. In Referenzbeispiel 1 ist die mittlere Porengröße um fast das 10-fache größer und die Eigenschaften, wie z. B. die Filtereigenschaften, als poröser Körper sind deutlich schlechter.

[0096] Es ist zu erkennen, dass die porösen Körper gemäß den Beispielen 7 und 8 extrem feine mittlere Porengrößen von 1,0 µm oder weniger aufweisen. Poröse Körper mit solch feinen mittleren Porengrößen gelten als hervorragend in Bezug auf Festigkeit und Filtrationseigenschaften.

[0097] Obwohl in den **Fig. 1** bis **2** und in Tabelle 1 nicht dargestellt, erhöht sich in einem Fall, in dem ein poröser Körper durch Erhitzen bei einer Temperatur, die höher ist als die Erhitzungstemperatur in den oben beschriebenen Beispielen erhalten wird, die Zugfestigkeit bis zu einer Temperatur, die um 20°C bis 30°C unter dem Schmelzpunkt des LCP-Rohmaterials liegt, aber ein weiterer Anstieg der Zugfestigkeit wurde nicht bestätigt, wenn die Temperatur bis zu einer Temperatur erhöht wird, die um 5°C unter dem Schmelzpunkt des LCP-Rohmaterials liegt. Wenn die Temperatur 5°C unter dem Schmelzpunkt des LCP-Rohmaterials lag, traten Welligkeit und eine große Perforation auf, und die Folie konnte ihre Form nicht beibehalten, und die Zugfestigkeit konnte nicht gemessen werden.

<<Test 2>>

<Beispiel 9>

[0098] In Beispiel 9 wurde eine LCP-Fasermatte unter Verwendung desselben LCP-Pulvers wie in Beispiel 1 durch einen Aufbringungsschritt und einen Trocknungsschritt gebildet.

[0099] Zunächst wurde das gleiche LCP-Pulver wie in Beispiel 1 in Butandiol als Dispergiermedium dispergiert, um eine Paste zu bilden.

[0100] Anschließend wurde das pastenartige LCP-Pulver auf die aufgeraute Oberfläche einer elektrolytischen Kupferfolie (FWJ-WS-12, hergestellt von Furukawa Electric Co., Ltd.) mit einem Quadrat von 200 mm und einer Dicke von 12 µm unter Verwendung einer quadratischen Metallplatte von 160 mm aufgebracht. Dann wurde die mit dem pastenartigen LCP-Pulver beschichtete Elektrolytkupferfolie auf einer Heizplatte auf 180°C erhitzt, um Butandiol als Dispergiermedium zu verdampfen und das pastenartige LCP-Pulver auf der Elektrolytkupferfolie zu trocknen. Auf diese Weise wurde eine dünne LCP-Fasermatte auf einer elektrolytischen Kupferfolie gebildet.

[0101] Das pastenartige LCP-Pulver wurde weiter auf diese dünne LCP-Fasermatte aufgetragen. Das aufgetragene pastenartige LCP-Pulver wurde auf die gleiche Weise getrocknet wie das zuvor aufgetragene, pastenartige LCP-Pulver. Wie oben beschrieben, wurden das Auftragen und Trocknen mehrmals wiederholt, um eine LCP-Fasermatte zu bilden, die so eingestellt war, dass das Grammgewicht auf einer elektrolytischen Kupferfolie 15 g/m² betrug.

[0102] Die elektrolytische Kupferfolie, auf der eine LCP-Fasermatte gebildet wurde, wurde 60 Minuten lang bei 280°C in einem Stickstoffstrom unter Verwendung desselben Heißluft-Inertofens wie in Beispiel 1 erhitzt. Auf diese Weise wurde ein Kupferfolienverbundstoff erhalten, bei dem auf einem Teil einer Oberfläche einer Kupferfolie ein poröser Körper mit einer Dicke von etwa 70 µm gebildet wurde.

<Beispiel 10>

[0103] In Beispiel 10 wurde PTFE (amorph, mittlere Partikelgröße: 4,0 µm, Schmelzpunkt: 331°C) als Additiv hergestellt.

[0104] PTFE und das gleiche LCP-Pulver wie in Beispiel 1 wurden in Butandiol als Dispergiermedium dispergiert, um eine Paste zu bilden. Das Mischungsverhältnis von PTFE zum LCP-Pulver betrug im Volumenverhältnis 5 : 5. Ein Kupferfolienverbundstoff, bei dem ein poröser Körper mit einer Dicke von etwa 50 µm auf einem Teil einer Oberfläche einer Kupferfolie gebildet wurde, wurde durch dasselbe Herstellungsverfahren wie in Beispiel 9 erhalten, mit Ausnahme der oben genannten Punkte.

<Beispiel 11>

[0105] In Beispiel 11 wurde ein Bornitridpulver (schuppenartig, mittlere Partikelgröße: 0,5 µm) als Additiv hergestellt.

[0106] Das Bornitridpulver und das gleiche LCP-Pulver wie in Beispiel 1 wurden in Butandiol als Dispergiermedium dispergiert, um eine Paste zu bilden. Das Mischungsverhältnis des Bornitridpulvers zum LCP-Pulver betrug 5 : 5 im Volumenverhältnis. Ein Kupferfolienverbundstoffwerkstoff, bei dem ein poröser Körper mit einer Dicke von etwa 50 µm auf einem Teil einer Oberfläche einer Kupferfolie gebildet wurde, wurde durch dasselbe Herstellungsverfahren wie in Beispiel 9 erhalten, mit Ausnahme der oben genannten Punkte.

[Beobachtung eines Kupferfolienverbundstoffs]

[0107] Bei den Kupferfolienverbundstoffen der Beispiele 9 bis 11 war es, wie oben beschrieben, möglich, einen porösen Körper nicht auf der gesamten Oberfläche der Kupferfolie, sondern auf einem Teil davon zu bilden. Als die Kupferfolienverbundstoffe der Beispiele 9 bis 11 ebenfalls zu Rollen gewalzt wurden, lösten sich die porösen Körper nicht von den Kupferfolien ab, und es traten weder Verwerfungen noch Welligkeiten auf.

[Wasserabweisungstest]

[0108] Für die Beispiele 9 und 10 wurde ein Wasserabweisungstest durchgeführt. Konkret wurde Reinwasser oder eine wässrige Ethanollösung in jeder Konzentration (50 Massen-%, 60 Massen-%, 70 Massen-% oder 80 Massen-%) auf den Bereich getropft, in dem der poröse Körper jedes Kupferfolienverbundstoffs gebildet wurde, und das Vorhandensein oder Fehlen einer Saugwirkung wurde untersucht.

[0109] In Beispiel 9 wurde bestätigt, dass Reinwasser nicht in den porösen Körper gesaugt wird, wenn Reinwasser fallen gelassen wird, aber die wässrige Ethanollösung wird in den porösen Körper gesaugt, wenn eine wässrige Ethanollösung mit 50 Massenprozent fallen gelassen wird. In ähnlicher Weise wurde das Einsaugen auch bei wässrigen Ethanollösungen mit 60, 70 und 80 Massenprozent bestätigt.

[0110] Unterdessen wurde in Beispiel 10 bestätigt, dass Reinwasser nicht in den porösen Körper gesaugt wird, wenn Reinwasser getropft wird, und dass die wässrigen Ethanollösungen nicht in den porösen Körper gesaugt werden, wenn wässrige Ethanollösungen mit 50 Massenprozent, 60 Massenprozent und 70 Massenprozent getropft werden, die wässrige Ethanollösung jedoch in den porösen Körper gesaugt wird, wenn eine wässrige Ethanollösung mit 80 Massenprozent getropft wird.

[0111] Aus den Ergebnissen dieses Tests geht hervor, dass durch das Mischen von PTFE als Additiv mit einem LCP-Pulver zum Bilden eines porösen Körpers ein hohes Maß an wasserabweisenden Eigenschaften erzielt werden kann.

[Wärmeableitungseigenschaftstest]

[0112] Für die Beispiele 9 und 11 wurde ein Test der Wärmeableitungseigenschaften durchgeführt. Konkret wurde eine Kupferplatte auf eine auf 80°C erhitzte Heizplatte gelegt, jeder der Kupferfolien-Verbundwerkstoffe der Beispiele 9 und 11 wurde darauf angeordnet und die Oberflächentemperatur wurde thermografisch gemessen.

[0113] Die Oberflächentemperatur des Kupferfolienverbundstoffs aus Beispiel 11 war um 5°C höher als die Oberflächentemperatur des Kupferfolienverbundstoffs aus Beispiel 9. Aus den Ergebnissen dieses Tests ist ersichtlich, dass durch das Mischen eines Bornitridpulvers als Additiv mit einem LCP-Pulver zum Bilden eines porösen Körpers wärmeableitende Eigenschaften erzielt werden können.

[0114] In den vorliegenden Beispielen wurden ein Wasserabweisungstest und ein Wärmeableitungseigenschaftstest durchgeführt, aber es wird davon ausgegangen, dass die Funktionen der Additive einem porösen Körper zusätzlich zu den wasserabweisenden und Wärmeableitungseigenschaften verliehen werden können.

[0115] In den Beschreibungen der oben beschriebenen Ausführungsformen können die kombinierbaren Konfigurationen miteinander kombiniert werden.

[0116] Es wird angemerkt, dass die vorliegend offenbarten Ausführungsformen und Beispiele in jeder Hinsicht veranschaulichend und nicht beschränkend sind. Der Schutzzumfang der vorliegenden Offenbarung wird durch die Ansprüche angegeben, nicht aber durch die obige Beschreibung, und soll alle Modifizierungen innerhalb des Geistes und Schutzzumfangs umfassen, die den Ansprüchen entsprechen.

ZITATE ENTHALTEN IN DER BESCHREIBUNG

Diese Liste der vom Anmelder aufgeführten Dokumente wurde automatisiert erzeugt und ist ausschließlich zur besseren Information des Lesers aufgenommen. Die Liste ist nicht Bestandteil der deutschen Patent- bzw. Gebrauchsmusteranmeldung. Das DPMA übernimmt keinerlei Haftung für etwaige Fehler oder Auslassungen.

Zitierte Patentliteratur

- JP 2003129392 [0003]
- JP 2000119952 [0003]
- JP 200326866 [0003]
- JP 2005120535 [0003]
- JP 200261063 [0003]
- JP 2017514315 [0003]
- JP 2012224692 [0003]

Patentansprüche

1. Poröser Körper, der ein Flüssigkristallpolymer-Pulver aufweist, wobei das Flüssigkristallpolymer-Pulver aus einem Flüssigkristallpolymer gebildete Faserpartikel enthält, die mittlere Größe der aus einem Flüssigkristallpolymer gebildeten Faserpartikel 2 µm oder weniger beträgt, der poröse Körper eine mittlere Porengröße von 10 µm oder weniger aufweist, gemessen durch Quecksilber-Intrusionsporosimetrie, und der poröse Körper eine Zugfestigkeit von 25 N/mm² oder mehr hat.
2. Poröser Körper nach Anspruch 1, ferner aufweisend ein Additiv.
3. Poröser Körper nach Anspruch 2, wobei das Additiv mindestens eines ist, das ausgewählt ist aus der Gruppe bestehend aus Polytetrafluorethylen und einem Nitridpulver.
4. Poröser Körper nach einem der Ansprüche 1 bis 3, mit einer mittleren Porengröße von 1,0 µm oder weniger, gemessen durch Quecksilber-Intrusionsporosimetrie.
5. Verfahren zur Herstellung des porösen Körpers nach Anspruch 1, wobei das Verfahren umfasst: einen Dispergierschritt des Dispergierens eines Flüssigkristallpolymer-Pulvers in einem Dispergiermedium, um das Flüssigkristallpolymer-Pulver in Form einer Paste oder Aufschlämmung zu erhalten; einen Mattenbildungsschritt des Trocknens des pastenartigen oder aufschlämmungsartigen Flüssigkristallpolymer-Pulvers, um eine Flüssigkristallpolymerfasermatte zu bilden; und einen Erhitzungsschritt des Erhitzens der Flüssigkristallpolymerfasermatte, um einen porösen Körper zu erhalten, wobei eine Erhitzungstemperatur im Erhitzungsschritt in einem Bereich liegt, in dem die Erhitzungstemperatur um 60°C bis 5°C niedriger ist als ein Schmelzpunkt des Flüssigkristallpolymer-Pulvers.
6. Verfahren zur Herstellung eines porösen Körpers nach Anspruch 5, wobei dem Flüssigkristallpolymer-Pulver im Dispergierschritt außerdem ein Additiv zugesetzt wird.
7. Verfahren zur Herstellung eines porösen Körpers nach Anspruch 5 oder 6, wobei das aufschlämmungsartige Flüssigkristallpolymer-Pulver oder ein Gemisch aus dem aufschlämmungsartigen Flüssigkristallpolymer-Pulver und dem Additiv durch ein Papierherstellungsverfahren im Mattenbildungsschritt zu der Flüssigkristallpolymer-Fasermatte oder einer Gemischmatte geformt wird.
8. Verfahren zur Herstellung eines porösen Körpers nach Anspruch 5 oder 6, wobei der Mattenbildungsschritt einen Schritt des Auftragens des pastenartigen Flüssigkristallpolymer-Pulvers oder des Gemischs auf ein Substrat umfasst.
9. Verfahren zur Herstellung des porösen Körpers nach Anspruch 4, wobei das Verfahren umfasst: einen Dispergierschritt des Dispergierens eines Flüssigkristallpolymer-Pulvers und eines Bindemittelharzes in einem Dispergiermedium, um ein Harzgemisch in Form einer Paste oder Aufschlämmung aus dem Flüssigkristallpolymer-Pulver und dem Bindemittelharz zu erhalten; einen Mattenbildungsschritt des Trocknens des pastenartigen oder aufschlämmungsartigen Harzgemischs, um eine Harzgemischmatte zu bilden; einen Heißpressschritt des Heißpressens der Harzgemischmatte, um eine Harzgemischfolie zu erhalten; und einen Erhitzungsschritt, des Entferns von mindestens einem Teil des in der Harzgemischfolie enthaltenen Bindemittelharzes durch Erhitzen, um einen porösen Körper zu erhalten, wobei eine Erhitzungstemperatur im Erhitzungsschritt in einem Bereich liegt, in dem die Erhitzungstemperatur um 60°C bis 5°C niedriger ist als ein Schmelzpunkt des Flüssigkristallpolymer-Pulvers.

Es folgen 4 Seiten Zeichnungen

Anhängende Zeichnungen

FIG. 1

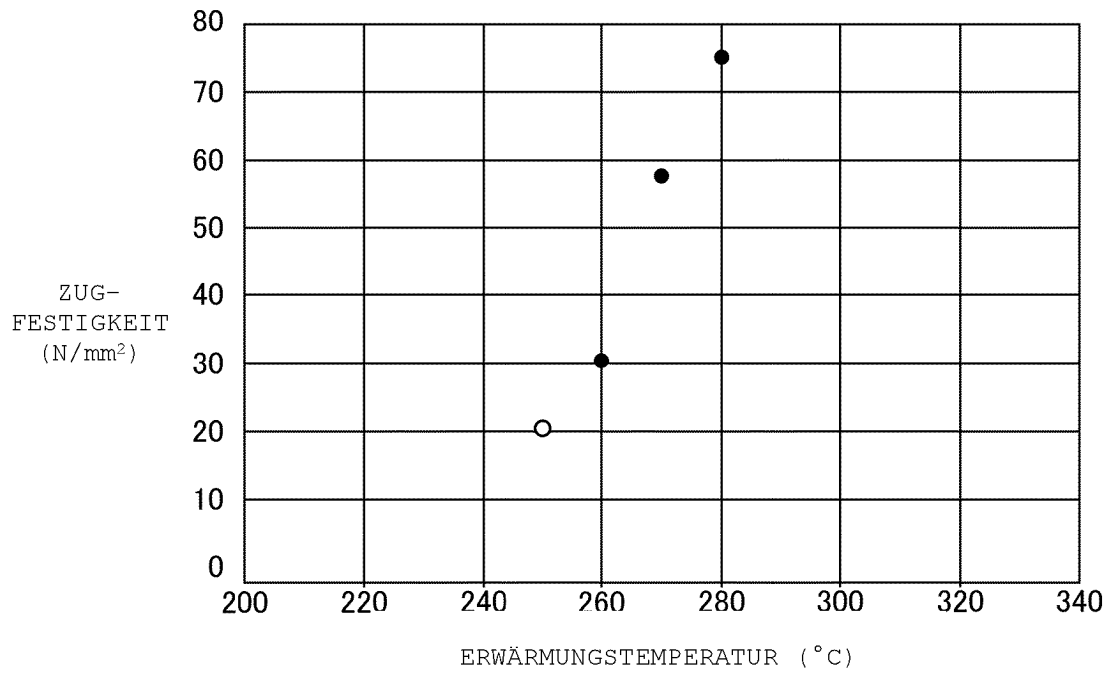


FIG. 2

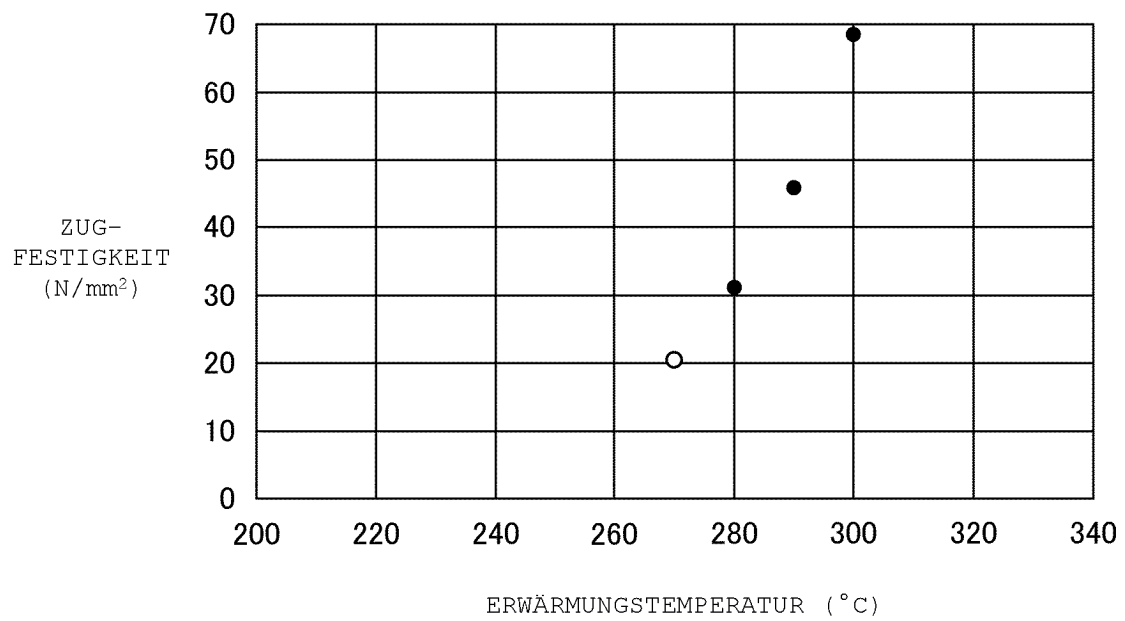


FIG. 3

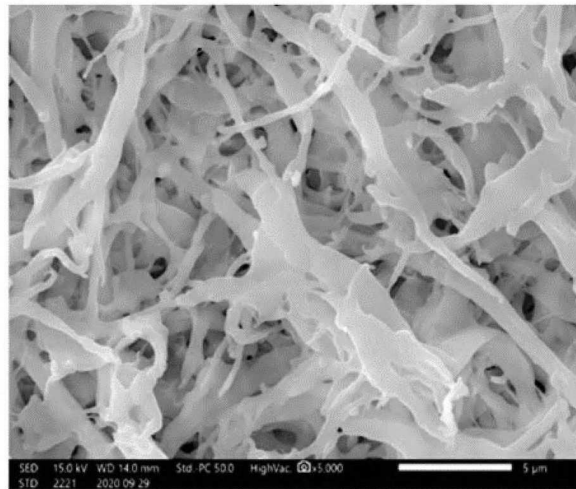


FIG. 4

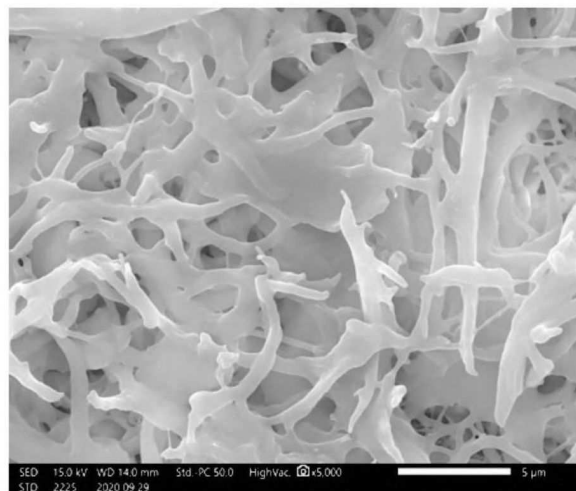


FIG. 5

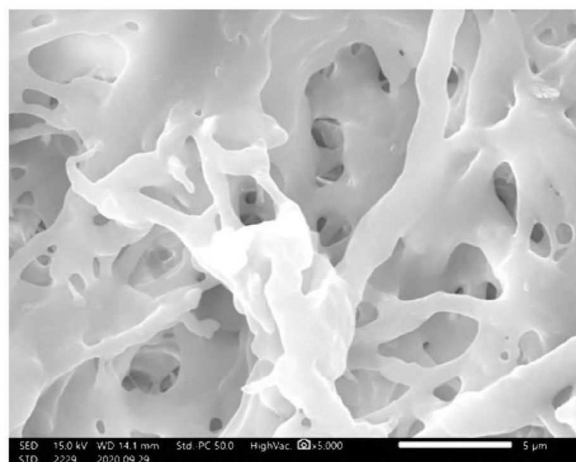


FIG. 6

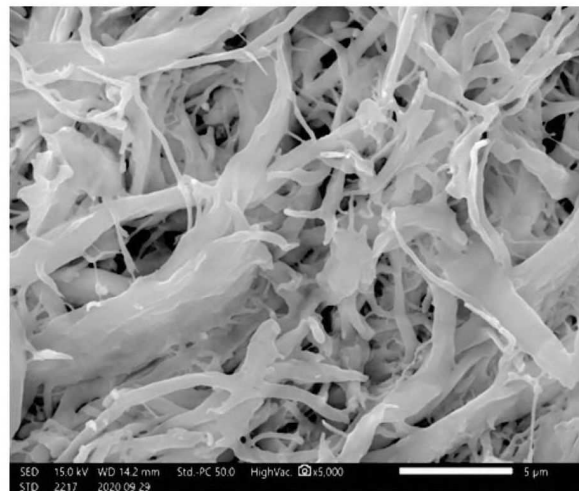


FIG. 7

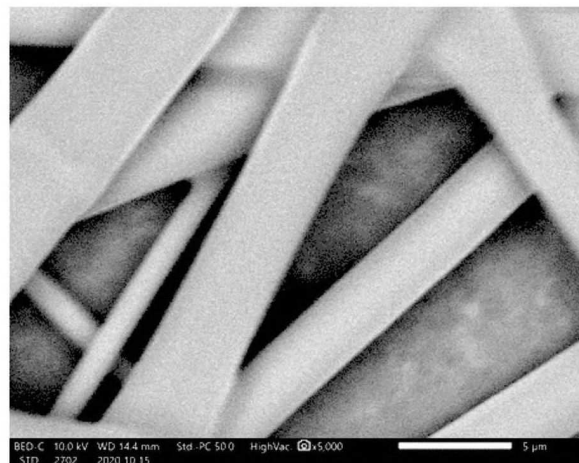


FIG. 8

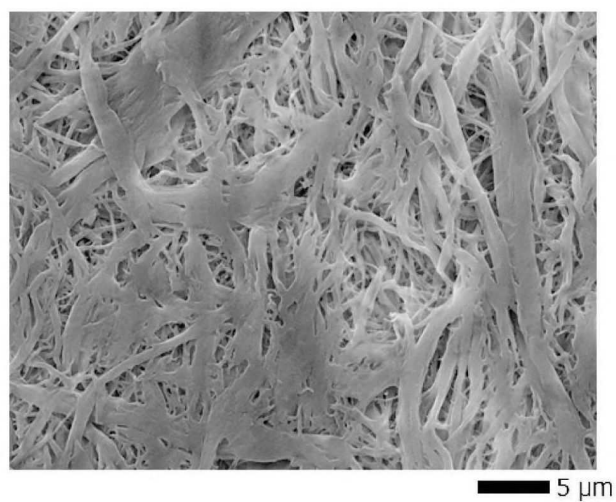


FIG. 9

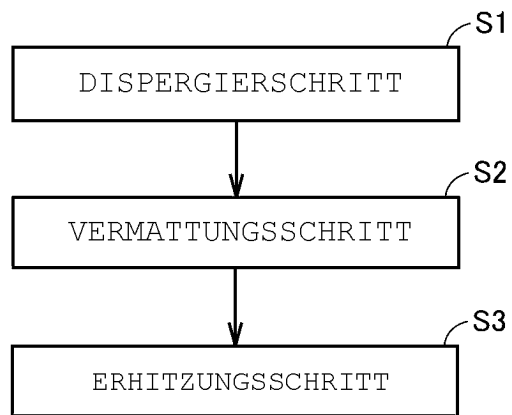


FIG. 10

