

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2017-177671

(P2017-177671A)

(43) 公開日 平成29年10月5日(2017.10.5)

| | | |
|--------------------------------|---------------|-------------|
| (51) Int.Cl. | F I | テーマコード (参考) |
| B 2 9 C 45/00 (2006.01) | B 2 9 C 45/00 | 4 F 2 0 2 |
| B 2 9 C 45/80 (2006.01) | B 2 9 C 45/80 | 4 F 2 0 6 |
| B 2 9 C 45/26 (2006.01) | B 2 9 C 45/26 | |

審査請求 未請求 請求項の数 18 O L (全 23 頁)

| | | | |
|-----------|----------------------------|----------|---|
| (21) 出願番号 | 特願2016-71108 (P2016-71108) | (71) 出願人 | 504132272 国立大学法人京都大学 京都府京都市左京区吉田本町36番地1 |
| (22) 出願日 | 平成28年3月31日(2016.3.31) | (71) 出願人 | 000003137 マツダ株式会社 広島県安芸郡府中町新地3番1号 |
| | | (74) 代理人 | 100101454 弁理士 山田 卓二 |
| | | (74) 代理人 | 100081422 弁理士 田中 光雄 |
| | | (74) 代理人 | 100132263 弁理士 江間 晴彦 |
| | | (72) 発明者 | 大嶋 正裕 京都府京都市左京区吉田本町36番地1 国立大学法人京都大学内 |

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 発泡樹脂成形品の製造方法および発泡樹脂成形品

(57) 【要約】

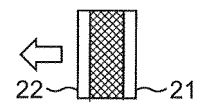
【課題】吸音性に十分に優れた発泡樹脂成形品の製造方法を提供すること。

【解決手段】物理発泡剤および熱可塑性樹脂を含有する熱可塑性樹脂組成物を溶融および混練し、固定型21と可動型22からなる金型内に射出した後、可動型を固定型の方向とは反対の方向にコアバック(k1)させることにより、熱可塑性樹脂組成物を発泡および繊維化させつつ成形する発泡樹脂成形品の製造方法であって、

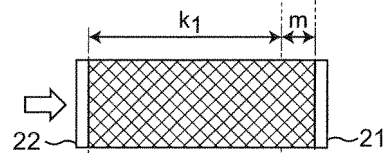
熱可塑性樹脂組成物の冷却速度19 /秒での結晶化温度をTccf()としたとき、コアバック(k1)を、熱可塑性樹脂組成物の温度がTccf - 10 ~ Tccf + 20 であるときに開始し、終了した後、可動型22を固定型21の方向に移動させて金型内の繊維化樹脂を圧縮する、発泡樹脂成形品の製造方法。

【選択図】 図2

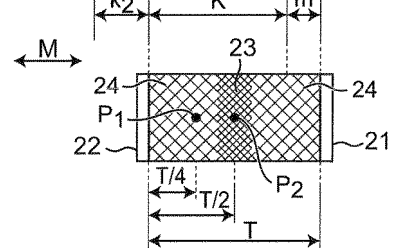
(A)



(B)



(C)



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

物理発泡剤および熱可塑性樹脂を含有する熱可塑性樹脂組成物を溶融および混練し、固定型と可動型からなる金型内に射出した後、可動型を固定型の方向とは反対の方向にコアバックさせることにより、熱可塑性樹脂組成物を発泡および繊維化させつつ成形する発泡樹脂成形品の製造方法であって、

熱可塑性樹脂組成物の冷却速度 19 / 秒 の結晶化温度を T_{ccf} () としたとき、コアバックを、熱可塑性樹脂組成物の温度が $T_{ccf} - 10 \sim T_{ccf} + 20$ であるときに開始し、終了した後、可動型を固定型の方向に移動させて金型内の繊維化樹脂を圧縮する、発泡樹脂成形品の製造方法。

10

【請求項 2】

前記コアバック終了後、前記繊維化樹脂の圧縮前に、可動型の移動を停止する保持時間を確保する、請求項 1 に記載の発泡樹脂成形品の製造方法。

【請求項 3】

前記保持時間が $0.1 \sim 4.0$ 秒間である、請求項 2 に記載の発泡樹脂成形品の製造方法。

【請求項 4】

前記コアバックにおけるコアバック量 k_1 が、可動型の最終的なコアバック量 K (mm) に対して、 $1.1 \times K \sim 2 \times K$ である、請求項 1 ~ 3 のいずれかに記載の発泡樹脂成形品の製造方法。

20

【請求項 5】

前記可動型の固定型方向への移動量 k_2 が以下の関係式を満たす、請求項 1 ~ 4 のいずれかに記載の発泡樹脂成形品の製造方法。

$$k_2 = \text{前記コアバックのコアバック量 } k_1 - \text{前記可動型の最終的なコアバック量 } K$$

【請求項 6】

前記発泡樹脂成形品において、前記可動型の固定型方向への移動により、繊維同士の接触が促進され、

前記発泡樹脂成形品が、コアバック方向に対する平行断面において、1 以上の繊維密領域およびその周囲の繊維疎領域を有し、

該 1 以上の繊維密領域が、前記平行断面において、前記繊維疎領域よりも繊維密度が相対的に高く、かつ繊維配向方向が異なる領域である、請求項 1 ~ 5 のいずれかに記載の発泡樹脂成形品の製造方法。

30

【請求項 7】

前記密領域の繊維が、前記平行断面において、非直線状に配向する形態を有し、

前記疎領域の繊維が、前記平行断面において、直線状に配向する形態を有する、請求項 6 に記載の発泡樹脂成形品の製造方法。

【請求項 8】

前記発泡樹脂成形品のコアバック方向の長さを T (mm) としたとき、

前記発泡樹脂成形品が、前記平行断面において、コアバック方向の端面から $T/4$ の位置または $T/2$ の位置の一方に前記密領域を有し、他方に前記疎領域を有する、請求項 6 または 7 に記載の発泡樹脂成形品の製造方法。

40

【請求項 9】

前記 $T/4$ の位置および前記 $T/2$ の位置における空隙長をそれぞれ $L_{T/4}$ (μm) および $L_{T/2}$ (μm) としたとき、

$L_{T/4} / L_{T/2}$ が 1.5 以上または 0.7 以下である、請求項 6 ~ 8 のいずれかに記載の発泡樹脂成形品の製造方法。

【請求項 10】

前記密領域が、前記平行断面において、 $20 \mu\text{m}$ 以下の空隙長を有し、

前記疎領域が、前記平行断面において、 $20 \mu\text{m}$ 超の空隙長を有する、請求項 6 ~ 9 のいずれかに記載の発泡樹脂成形品の製造方法。

50

【請求項 1 1】

前記密領域が、繊維配向方向に対する垂直断面において、 $10\ \mu\text{m}$ 以下の平均径および $40\ \text{個}/100\ \mu\text{m}^2$ 以上の繊維数を有し、

前記疎領域が、繊維配向方向に対する垂直断面において、 $8\ \mu\text{m}$ 以下の平均径および $20\ \text{個}/100\ \mu\text{m}^2$ 以上の繊維数を有する、請求項 6 ~ 10 のいずれかに記載の発泡樹脂成形品の製造方法。

【請求項 1 2】

前記熱可塑性樹脂組成物が、該熱可塑性樹脂組成物の冷却速度 $10\ \text{/分}$ での結晶化温度 T_{ccs} において $1 \times 10^3 \sim 5 \times 10^6\ \text{Pa}$ の貯蔵弾性率を有する、請求項 1 ~ 11 のいずれかに記載の発泡樹脂成形品の製造方法。

10

【請求項 1 3】

前記熱可塑性樹脂組成物が結晶核剤をさらに含有する、請求項 1 ~ 12 のいずれかに記載の発泡樹脂成形品の製造方法。

【請求項 1 4】

熱可塑性樹脂が、冷却速度 $10\ \text{/分}$ での結晶化温度 T_{cps} を $90 \sim 210$ に有し、かつ T_{cps} において $1 \times 10^3 \sim 1 \times 10^6\ \text{Pa}$ の貯蔵弾性率を有するポリマーである、請求項 1 ~ 13 のいずれかに記載の発泡樹脂成形品の製造方法。

【請求項 1 5】

熱可塑性樹脂組成物を金型内に射出した後、金型内で熱可塑性樹脂組成物を保圧し、可動型のコアバックを開始する、請求項 1 ~ 14 のいずれかに記載の発泡樹脂成形品の製造方法。

20

【請求項 1 6】

コアバック開始時において金型内の熱可塑性樹脂組成物中のセル径が $30\ \mu\text{m}$ 以下である、請求項 1 ~ 15 のいずれかに記載の発泡樹脂成形品の製造方法。

【請求項 1 7】

発泡を $3 \sim 8$ 倍の発泡倍率で行う、請求項 1 ~ 16 のいずれかに記載の発泡樹脂成形品の製造方法。

【請求項 1 8】

請求項 1 ~ 17 のいずれかに記載の発泡樹脂成形品の製造方法によって製造される、発泡樹脂成形品。

30

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、発泡樹脂成形品の製造方法および発泡樹脂成形品、詳しくは内部が繊維化された繊維質発泡樹脂成形品の製造方法および繊維質発泡樹脂成形品に関する。

【背景技術】

【0002】

自動車の内装品および家電の筐体および部品などの分野では、様々な樹脂成形品が使用されている。このような樹脂成形品は、従来では内部が中実のものが主流であったが、最近では成形品の軽量化と消費原料の節約の観点から、内部にセル構造を有する発泡樹脂成形品に置き換わっている。

40

【0003】

発泡樹脂成形品の製造方法としては、射出成形法に基づく方法が知られている。詳しくは、発泡剤および熱可塑性樹脂を含有する熱可塑性樹脂組成物を溶融および混練し、固定型と可動型からなる型内に射出した後、可動型をコアバックさせることにより、熱可塑性組成物を発泡させつつ成形する（特許文献 1, 2）。

【0004】

またコアバック工程の後、型開き前に、少なくとも成形型の一部をキャピティ容積が減少する方向に移動させてキャピティ内の発泡性樹脂を圧縮する技術が開示されている（特許文献 3）。これにより、コアバック中に成形品の内方へ減退した発泡性樹脂の縁部が押

50

し出され空隙側へ進出するため、形状不良および寸法精度の低下が抑制される。

【0005】

一方、成形品内部において発泡とともに繊維化することにより、成形品のさらなる軽量化および消費原料のさらなる節約を達成する技術が開示されている（特許文献4）。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0006】

【特許文献1】特開2008-299201号公報

【特許文献2】特開2012-20544号公報

【特許文献3】特開2009-196284号公報

【特許文献4】特開2015-223811号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0007】

しかしながら、上記のような繊維化技術では、吸音性に十分に優れた発泡樹脂成形品を得ることができなかった。

【0008】

本発明は、吸音性に十分に優れた発泡樹脂成形品およびその製造方法を提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0009】

本発明は、

物理発泡剤および熱可塑性樹脂を含有する熱可塑性樹脂組成物を溶融および混練し、固定型と可動型からなる金型内に射出した後、可動型を固定型の方向とは反対の方向にコアバックさせることにより、熱可塑性樹脂組成物を発泡および繊維化させつつ成形する発泡樹脂成形品の製造方法であって、

熱可塑性樹脂組成物の冷却速度 19 / 秒 での結晶化温度を $T_{ccf}(\quad)$ としたとき、コアバックを、熱可塑性樹脂組成物の温度が $T_{ccf} - 10 \sim T_{ccf} + 20$ であるときに開始し、終了した後、可動型を固定型の方向に移動させて金型内の繊維化樹脂を圧縮する、発泡樹脂成形品の製造方法、および該方法により製造される発泡樹脂成形品に関する。

【発明の効果】

【0010】

本発明に係る発泡樹脂成形品の製造方法によれば、吸音性に十分に優れた発泡樹脂成形品を製造できる。

【図面の簡単な説明】

【0011】

【図1】本発明で使用される発泡射出成形装置の一例を示す概略図である。

【図2】本発明の発泡樹脂成形品の製造方法におけるコアバック工程および圧縮工程を説明するための模式図であり、(A)はコアバック直前における、固定型、可動型および溶融物(射出物)を示す模式図であり、(B)はコアバック後、圧縮直前における、固定型、可動型および成形物を示す模式図であり、(C)は圧縮後の固定型、可動型および成形物を示し、当該成形物における繊維密度の勾配の一例を示す図である。

【図3】本発明の発泡樹脂成形品の製造方法により得られる成形品の一例における繊維密度の勾配を示す図である。

【図4】本発明の発泡樹脂成形品の製造方法により得られる成形品の一例における繊維密度の勾配を示す図である。

【図5】本発明の発泡樹脂成形品のコアバック方向に対する垂直断面の一例を示す概略図である。

【図6】実施例および比較例で得られた発泡樹脂成形品の幾つかの例についての吸音性の

10

20

30

40

50

評価結果を示すグラフである。

【図 7】実施例および比較例で得られた発泡樹脂成形品の幾つかの例についての吸音性の評価結果を示すグラフである。

【図 8 A】実施例 1 A の発泡樹脂成形品について、T / 4 位置でのコアバック方向に対する平行断面の顕微鏡写真 (SEM) を示す。

【図 8 B】実施例 1 A の発泡樹脂成形品について、T / 2 位置でのコアバック方向に対する平行断面の顕微鏡写真 (SEM) を示す。

【図 8 C】実施例 1 A の発泡樹脂成形品について、T / 4 位置でのコアバック方向に対する垂直断面の顕微鏡写真 (SEM) を示す。

【図 8 D】実施例 1 A の発泡樹脂成形品について、T / 2 位置でのコアバック方向に対する垂直断面の顕微鏡写真 (SEM) を示す。

【図 9 A】実施例 4 A の発泡樹脂成形品について、T / 4 位置でのコアバック方向に対する平行断面の顕微鏡写真 (SEM) を示す。

【図 9 B】実施例 4 A の発泡樹脂成形品について、T / 2 位置でのコアバック方向に対する平行断面の顕微鏡写真 (SEM) を示す。

【図 10 A】比較例 1 の発泡樹脂成形品について、T / 4 位置でのコアバック方向に対する平行断面の顕微鏡写真 (SEM) を示す。

【図 10 B】比較例 1 の発泡樹脂成形品について、T / 2 位置でのコアバック方向に対する平行断面の顕微鏡写真 (SEM) を示す。

【図 10 C】比較例 1 の発泡樹脂成形品について、T / 4 位置でのコアバック方向に対する垂直断面の顕微鏡写真 (SEM) を示す。

【図 10 D】比較例 1 の発泡樹脂成形品について、T / 2 位置でのコアバック方向に対する垂直断面の顕微鏡写真 (SEM) を示す。

【発明を実施するための形態】

【0012】

[発泡樹脂成形品の製造方法]

本発明に係る発泡樹脂成形品の製造方法を図面を用いて説明する。図面に示す各種の要素は、本発明の理解のために模式的に示したにすぎず、寸法比や外観などは実物と異なり得ることに留意されたい。尚、本明細書で直接的または間接的に用いる「上下方向」および「左右方向」は、図中における上下方向および左右方向に対応した方向に相当する。また特記しない限り、これらの図において、共通する符号は同じ部材、部位、寸法または領域を示すものとする。

【0013】

本発明に係る発泡樹脂成形品の製造方法を実施するのに適した発泡射出成形装置の一例として、図 1 に、発泡射出成形装置 1 の構成の概略全体図を示す。この装置 1 は、シリンダ 11 及びスクリー軸 12 が備えられたスクリーフィーダ 10 を有し、該フィーダ 10 の後端部 (図 1 における右側) 近傍に、原料を投入するためのホッパ 13 が設けられた構造を有している。前記スクリー軸 12 の先端部には、チェックリング 14 及び円錐形状のヘッド 15 が設けられ、前記シリンダ 11 の先端部は該ヘッド 15 の形状に呼応して円錐形状に絞られており、その先端にはノズル 16 が設けられている。シリンダ 11 におけるホッパ 13 からノズル 16 までの間にはガスを供給するための高圧ガス供給装置 17 が設けられており、シリンダ 11 内の熔融混練物にガス状の物理発泡剤を供給できるようになっている。

【0014】

前記シリンダ 11 の先端側には、金型装置 20 が配設されている。前記金型装置 20 は、固定型 21 と、該固定型 21 に対して移動可能とされた可動型 22 とからなる金型を有すると共に、可動型 22 を駆動させるための駆動機構 (図示しない) を有している。金型装置 20 の固定型 21 と可動型 22 との間には、型締めされたときに成形品の形状となるキャビティ 23 が形成される。可動型 22 には、キャビティ 23 内に射出された熱可塑性樹脂組成物の温度および圧力を測定するための温度圧力センサー 24 および固定型 21 と

可動型 2 2 を冷却するための冷却機構 2 5 が設けられている。前記固定型 2 1 には前記ノズル 1 6 が接続されていると共に、該ノズル 1 6 の接続部からキャビティ 2 3 に連通する通路（ホットランナー）2 1 a が形成されている。

【0015】

本発明に係る発泡樹脂成形品の製造方法は、溶融混練工程、射出工程、コアバック工程および圧縮工程を含む。

【0016】

（溶融混練工程）

本工程は、物理発泡剤および熱可塑性樹脂を含有する熱可塑性樹脂組成物を溶融および混練する工程である。詳しくは、物理発泡剤以外の原料、例えば、後述する熱可塑性樹脂および添加剤等を図 1 の発泡射出成型装置 1 のホッパ 1 3 からシリンダ 1 1 内に投入し、溶融および混練を行いながら、高圧ガス供給装置 1 7 により物理発泡剤を注入する。

10

【0017】

熱可塑性樹脂は、繊維化の観点から、物理発泡剤および熱可塑性樹脂などの発泡樹脂成形品を構成する全ての材料を含有する熱可塑性樹脂組成物が、該熱可塑性樹脂組成物の結晶化温度 T_{ccs} において $1 \times 10^3 \sim 5 \times 10^6$ Pa、特に $1 \times 10^4 \sim 1 \times 10^6$ Pa の貯蔵弾性率を有するように選択されることが好ましい。

【0018】

熱可塑性樹脂組成物の結晶化温度 T_{ccs} は以下の方法により測定することができる。

熱可塑性樹脂組成物を、融点以上の温度に加熱して 10 / 分にて冷却したときの熱流 - 温度曲線を、示差走査熱量計（パーキンエルマー社製）により求める。この熱流 - 温度曲線が吸熱ピークを示す温度を結晶化温度 T_{ccs} () とする。

20

【0019】

熱可塑性樹脂組成物の結晶化温度 T_{ccs} は好ましくは 100 ~ 220 であり、より好ましくは 100 ~ 210 である。熱可塑性樹脂が、後述するようにポリプロピレンの場合、熱可塑性樹脂組成物の結晶化温度 T_{ccs} は、さらに好ましくは 100 ~ 155 である。

【0020】

熱可塑性樹脂組成物の結晶化温度 T_{ccs} での貯蔵弾性率は以下の方法により測定することができる。

30

熱可塑性樹脂組成物を融点以上の温度に加熱して 2 / 分にて冷却するとき、 T_{ccs} での貯蔵弾性率を回転式粘度計（レオメトリック社製）により測定する。

【0021】

熱可塑性樹脂としては、90 ~ 210、好ましくは 90 ~ 200 の結晶化温度 T_{cps} を有し、かつ当該 T_{cps} において $1 \times 10^3 \sim 1 \times 10^6$ Pa、好ましくは $1 \times 10^4 \sim 5 \times 10^5$ Pa の貯蔵弾性率を有するポリマーが使用されることが好ましい。熱可塑性樹脂が、後述するようにポリプロピレンの場合、当該熱可塑性樹脂の結晶化温度 T_{cps} は、さらに好ましくは 95 ~ 135 である。熱可塑性樹脂の T_{cps} が高すぎたり、上記温度での貯蔵弾性率が高すぎたりすると、隣接するセル間のセル壁厚みが比較的大きな発泡体只得られるだけで、十分な繊維化は起こらない。熱可塑性樹脂の T_{cps} が低すぎたり、上記温度での貯蔵弾性率が低すぎたりすると、セルの合一が進んでセル径が比較的大きな発泡体只得られるだけで、十分な繊維化は起こらない。

40

【0022】

熱可塑性樹脂の結晶化温度 T_{cps} は、熱可塑性樹脂を加熱すること以外、熱可塑性樹脂組成物の結晶化温度 T_{ccs} と同様の方法により測定することができる。

【0023】

熱可塑性樹脂の T_{cps} () での貯蔵弾性率は、熱可塑性樹脂を加熱すること、および貯蔵弾性率の測定温度を T_{cps} () とすること以外、熱可塑性樹脂組成物の結晶化温度 T_{ccs} での貯蔵弾性率と同様の方法により測定することができる。

【0024】

50

熱可塑性樹脂は、あらゆる種類のポリマーが使用され、例えば、ポリプロピレン、ポリエチレンテレフタレート（PET）、ポリブチレンテレフタレート（PBT）、ポリトリメチレンテレフタレート（PTT）、ポリ乳酸（PLA）などのポリエステル系樹脂、PA6、PA66、PA11、PA12、PA6T、PA9T、MXD6などのポリアミド系樹脂（PA）、ポリエーテルエーテルケトン（PEEK）、ポリフェニレンエーテル（PPE）などのポリエーテル系樹脂、ポリフェニレンサルファイド（PPS）が使用される。Tcps、貯蔵弾性率および組成（種類）等が異なる2種類以上の熱可塑性樹脂が含有されてもよく、その場合、それらの混合樹脂における各熱可塑性樹脂がそれぞれ上記結晶化温度および貯蔵弾性率を有していることが好ましい。好ましい熱可塑性樹脂は、ポリプロピレン、ポリアミド系樹脂（PA）、ポリフェニレンサルファイド（PPS）である。

10

【0025】

物理発泡剤は、熱可塑性樹脂中において、物理的に発泡を起こすものであり、例えば、窒素ガス、二酸化炭素ガス等が挙げられる。

【0026】

物理発泡剤の含有量は通常、熱可塑性樹脂100重量部に対して、0.1~3.0重量部であり、好ましくは0.1~2.0重量部である。

【0027】

熱可塑性樹脂組成物には、結晶核剤、補強用繊維等の添加剤をさらに含有させてもよい。繊維化の観点から、結晶核剤を含有させることが好ましい。

20

【0028】

結晶核剤とは、熱溶解および冷却することにより、かつ/または溶解混練、せん断流動を与えることにより、自己組織化による三次元網目構造を形成し得る有機化合物のことである。このような結晶核剤を熱可塑性樹脂に添加して熱溶解および冷却、かつ/または溶解混練およびせん断流動に供することにより、熱可塑性樹脂の微細で均一な結晶の成長が促進される。これに伴い、結晶化により生成する気泡も微細化されるため、コアバック式発泡射出成形時において当該気泡が起点となり、より一層、微細な繊維化が達成される。

【0029】

結晶核剤としては、自動車部品や家電部品の分野で使用されるあらゆる結晶核剤が使用可能である。結晶核剤は繊維化の観点から有機系結晶核剤が好ましく使用される。有機系結晶核剤の具体例としては、例えば、ソルビトール系化合物、特に芳香族環含有ソルビトール系化合物および脂肪族環含有ソルビトール系化合物など、が挙げられる。結晶核剤としては、ソルビトール系化合物が好ましく、芳香族環含有ソルビトール系化合物がより好ましい。

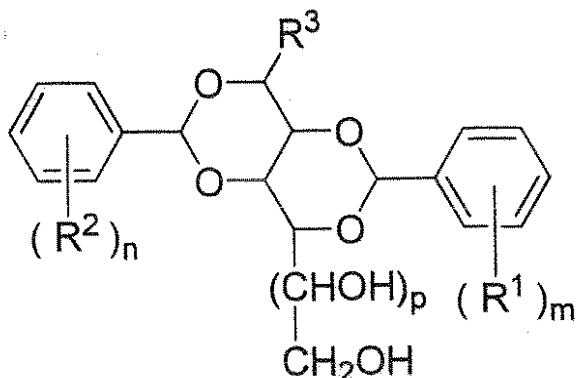
30

【0030】

芳香族環含有ソルビトール系化合物の好ましい具体例として、一般式(1)で表されるソルビトール系化合物が挙げられる。

【0031】

【化1】



(1)

40

50

【0032】

式(1)中、 R^1 および R^2 はそれぞれ独立して、水素原子、直鎖状または分岐鎖状の炭素原子数1~4のアルキル基、直鎖状または分岐鎖状の炭素原子数1~4のアルコキシ基、直鎖状または分岐鎖状の炭素原子数1~4のアルコシカルボニル基、またはハロゲン原子である。 R^1 および R^2 の、ベンゼン環における結合位置は特に限定されず、それぞれ独立して、例えば、オルト位、メタ位およびパラ位であってよい。ベンゼン環における R^1 および R^2 の結合位置は、それぞれ独立して、後述するmが1のときはパラ位が好ましく、mが2のときはメタ位およびパラ位が好ましい。

好ましい R^1 および R^2 はそれぞれ独立して、水素原子、または直鎖状または分岐鎖状の炭素原子数1~4のアルキル基(例えば、メチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基)であり、より好ましくは直鎖状または分岐鎖状の炭素原子数1~4のアルキル基(例えば、メチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基)である。

10

【0033】

R^3 は、水素原子、直鎖状または分岐鎖状の炭素原子数1~4のアルキル基、直鎖状または分岐鎖状の炭素原子数2~4のアルケニル基、または直鎖状または分岐鎖状の炭素原子数1~4のヒドロキシアルキル基である。

好ましい R^3 はそれぞれ独立して、水素原子、または直鎖状または分岐鎖状の炭素原子数1~4のアルキル基(例えば、メチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基)であり、より好ましくは水素原子である。

20

【0034】

mおよびnはそれぞれ独立して、1~5の整数であり、好ましくは1または2である。mが2以上の整数のとき、2つの R^1 は互いに結合してそれらが結合するベンゼン環と共にテトラリン環を形成してもよい。nが2以上の整数のとき、2つの R^2 は互いに結合してそれらが結合するベンゼン環と共にテトラリン環を形成してもよい。

【0035】

pは0または1であり、好ましくは1である。

【0036】

芳香族環含有ソルビトール系化合物として、市販のゲルオールMD(新日本化学社製)(式(1)において、 $R^1 = R^2 =$ メチル基($m = n = 1$ でパラ位)、 $R^3 =$ 水素原子、 $p = 1$)、ゲルオールD(新日本化学社製)(式(1)において、 $R^1 = R^2 =$ 水素原子、 $R^3 =$ 水素原子、 $p = 1$)、ゲルオールDXR(新日本化学社製)(式(1)において、 $R^1 = R^2 =$ メチル基($m = n = 2$ でメタ位およびパラ位)、 $R^3 =$ 水素原子、 $p = 1$)、ゲルオールE-200(新日本化学社製)、Millad NX8000(Milliken Chemical社製)(式(1)において、 $R^1 = R^2 =$ プロピル基($m = n = 1$ でパラ位)、 $R^3 =$ プロピル基、 $p = 1$)、RiKAFAST AC(新日本化学社製)が入手可能である。

30

【0037】

結晶核剤は、吸音性のさらなる向上の観点から、予め熱可塑性樹脂とともに溶融混練、冷却および粉碎されてなる結晶核剤マスターバッチ(ペレット)の形態で使用されることが好ましい。結晶核剤マスターバッチ中の結晶核剤の含有量は通常、当該マスターバッチ全量に対して1~40重量%である。

40

【0038】

熱可塑性樹脂組成物中における結晶核剤の含有量は通常、熱可塑性樹脂100重量部に対して、0.1~1.0重量部であり、好ましくは0.3~0.8重量部である。

【0039】

溶融混練温度、すなわちシリンダ温度、は熱可塑性樹脂組成物が十分に溶融する限り特に制限されず、好ましくは、後述する熱可塑性樹脂組成物の結晶化温度 T_{ccf} に対して、 $T_{ccf} + 70 \sim T_{ccf} + 130$ であり、より好ましくは $T_{ccf} + 80 \sim T_{ccf} + 120$ である。

【0040】

50

(射出工程)

本工程は、溶融混練工程で得られた熱可塑性樹脂組成物の溶融物を金型内に射出する工程である。詳しくは、溶融物を、図1の発泡射出成型装置1のノズル16から固定型21と可動型22からなる金型内のキャビティ23に射出する。図1中、キャビティ23は直方体形状を有しているが、これに限定されるものではなく、目的とする成形品形状に基づく所望の形状を有していればよい。

【0041】

金型温度は、後述する熱可塑性樹脂組成物の結晶化温度 T_{ccf} に対して、 $T_{ccf} - 70 \sim T_{ccf} - 20$ が好ましく、より好ましくは $T_{ccf} - 70 \sim T_{ccf} - 40$ である。

10

【0042】

射出速度は特に限定されず、通常 $20 \sim 200$ mm/秒であり、好ましくは $30 \sim 150$ mm/秒である。射出量は、キャビティ23が充満される量である。

【0043】

キャビティ23の初期厚み m (厚み方向の最大厚み)は通常 $1 \sim 10$ mmであり、好ましくは $1 \sim 5$ mmである。厚み方向とは、後述するコアバック工程における可動型22の移動方向、すなわちコアバック方向と平行な方向を意味する。

【0044】

(コアバック工程)

本工程は、可動型22をコアバックさせることにより、射出工程で射出された溶融物を発泡および繊維化させる工程である。詳しくは、図2(A)に示すように、熱可塑性樹脂組成物の溶融物を射出した後、金型内で保圧し、図2(B)に示すように、コアバックを特定のタイミングで行い、発泡および繊維化を行う。コアバックとは、キャビティ23の体積を増大させるために、可動型22を固定型21の方向とは反対方向に移動させることをいう。これにより、キャビティ23内の圧力が低減され、溶融物の発泡が促進され、結果として繊維化が達成される。繊維化とは、セル壁がコアバック方向に延伸されつつ、コアバック方向に対する垂直方向で破断され、繊維が形成されるという意味である。繊維化は、形成される繊維がコアバック方向に対して平行に配向するように達成される。このため、繊維の配向方向から、コアバック方向を検知することができる。繊維の配向方向はまた発泡樹脂成形品の厚み方向とも平行である。本明細書中、平行とは、2つの方向のなす角度が厳密に 0° でなければならないというわけではなく、 $\pm 5^\circ$ 程度の範囲は許容される。図2は、本発明の発泡樹脂成形品の製造方法におけるコアバック工程および圧縮工程を説明するための模式図である。詳しくは、図2(A)はコアバック直前における、固定型、可動型および溶融物(射出物)を示し、図2(B)はコアバック後、圧縮直前における、固定型、可動型および成形物を示し、図2(C)は圧縮後の固定型、可動型および成形物を示し、当該成形物における繊維密度の勾配を示す。

20

30

【0045】

本工程において、コアバックは、熱可塑性樹脂組成物の冷却速度 19 /秒での結晶化温度を T_{ccf} ()としたとき、射出された熱可塑性樹脂組成物(溶融物)の温度が $T_{ccf} - 10 \sim T_{ccf} + 20$ 、好ましくは $T_{ccf} - 5 \sim T_{ccf} + 20$ 、好ましくは $T_{ccf} \sim T_{ccf} + 20$ であるときに開始する。このようなタイミングでコアバックを開始することにより、コアバック初期において、発泡によりセルを十分に形成しつつ、形成されたセルの合一を防止することができる。このため、コアバック初期に十分な数のセルの微分散が達成されるので、その後のコアバックにより、セル壁をコアバック方向に延伸させつつ、コアバック方向に対する垂直方向で破断させることができる。これらの結果として、繊維化が達成されるものと考えられる。コアバック開始温度が低すぎると、コアバック初期においてセルを十分に形成できないので、隣接するセル間のセル壁厚みが比較的大きな発泡体を得られるだけで、十分な繊維化は起こらない。コアバック開始温度が高すぎると、コアバック初期においてセルの合一が進むので、セル径が比較的大きな発泡体を得られるだけで、十分な繊維化は起こらない。

40

50

【0046】

本発明において、コアバックのタイミングを、比較的遅い冷却速度で測定された結晶化温度に基づいて決定しても、十分な繊維化は達成されない。コアバック初期の十分な数のセルの微分散は、熱可塑性樹脂組成物の結晶化に基づくものと考えられる。そこで、例えば、100 /分以下の冷却速度で測定された結晶化温度に基づいてコアバックのタイミングを表しても、冷却速度がコアバックを伴う発泡射出成形の実情に全く合っていないために、結晶化は十分に起こらず、結果として繊維化は十分に達成されないものと考えられる。

【0047】

熱可塑性樹脂組成物の結晶化温度 T_{ccf} は以下の方法により測定することができる。

熱可塑性樹脂組成物を、融点以上の温度に加熱して19 /秒にて冷却したときの熱流 - 温度曲線を、高速示差走査熱量計 (METTLER TOLDO社製) により求める。この熱流 - 温度曲線が吸熱ピークを示す温度を結晶化温度 T_{ccf} () とする。

【0048】

熱可塑性樹脂組成物の結晶化温度 T_{ccf} は好ましくは80 ~ 190 であり、より好ましくは80 ~ 180 である。熱可塑性樹脂がポリプロピレンの場合、熱可塑性樹脂組成物の結晶化温度 T_{ccf} は、さらに好ましくは80 ~ 135 である。

【0049】

保圧時において、熱可塑性樹脂組成物の温度を温度圧力センサー24により観測しておくことにより、コアバック開始のタイミングを計ることができる。

保圧の圧力および保圧の時間は、コアバックを上記タイミングで開始できれば特に限定されない。保圧の圧力は通常、10 ~ 80 MPa であり、好ましくは20 ~ 60 MPa である。保圧の時間は通常、1 ~ 10 秒であり、好ましくは2 ~ 7 秒である。

【0050】

コアバック開始時において、熱可塑性樹脂組成物中のセル径は、微細繊維化の観点から、30 μm 以下であることが好ましく、20 μm 以下であることがより好ましい。

【0051】

コアバック開始時における熱可塑性樹脂組成物中のセル径は、コアバックさせないこと以外、本発明に係る発泡樹脂成形品の製造方法と同様の方法により、溶融混練工程および射出工程を実施した後、金型内において熱可塑性樹脂組成物の溶融物をそのまま冷却して得られた試料を用いて測定することができる。詳しくは、上記試料を、コアバック方向に対して垂直方向で切断し、得られた断面の顕微鏡写真を撮影する。当該写真において、スキン層から500 μm 以上離れた領域において、任意の100個のセルの直径 (最大径) を測定し、最大値を求める。

【0052】

可動型22を固定型21の方向とは反対方向に移動させる距離 (すなわち、コアバック量) k_1 (図2 (B) 参照) は、可動型の最終的なコアバック量 K (mm) に対して、通常は $1.1 \times K \sim 2 \times K$ であり、特に高周波音 (周波数1000 Hz 以上5000 Hz 以下) の吸音性のさらなる向上の観点から好ましくは $1.1 \times K \sim 1.6 \times K$ 、より好ましくは $1.3 \times K \sim 1.45 \times K$ である。中周波音 (周波数500 Hz 以上1000 Hz 未満) および低周波音 (周波数200 Hz 以上500 Hz 未満) の吸音性のさらなる向上の観点から、コアバック量 k_1 は好ましくは $1.3 \times K \sim 1.6 \times K$ である。中周波音の吸音性のさらなる向上の観点から、コアバック量 k_1 は好ましくは $1.4 \times K \sim 1.6 \times K$ である。可動型の最終的なコアバック量 K (mm) とは、後述の圧縮工程において可動型22が固定型の方向に移動した後の最終的な可動型22の位置と、本工程でコアバックを行う直前の可動型22の初期位置との距離のことである。

【0053】

コアバックにかかる時間は通常、0.1 ~ 2 秒であり、好ましくは0.2 ~ 1 秒である。

【0054】

コアバック工程において金型温度は、射出工程時と同様の温度範囲内において維持することが好ましい。

【0055】

(圧縮工程)

本工程は、可動型22を固定型21の方向に移動させることにより、金型内の繊維化樹脂を圧縮する工程である。通常は、上記コアバックを終了し、可動型22の移動を停止する保持時間を確保した後、図2(B)～図2(C)に示すように、移動型22を固定型21の方向に移動させる。これにより、繊維同士の接触が促進され、図2(C)に示すように、コアバック方向に対する平行断面(以下、単に「平行断面」ということがある)において、繊維密領域23が形成される。繊維密領域とは、平行断面において、その周囲の繊維疎領域(隣接する繊維疎領域)24よりも繊維密度が相対的に高く、かつ繊維配向方向が異なる領域である。このような繊維密領域23において、繊維は、平行断面で、非直線状に配向する形態を有し、具体的には、湾曲して配向する形態、ランダムに配向する形態、またはそれらの複合形態を有する。他方、当該密領域の周囲の疎領域24においては、繊維密度が相対的に低く、繊維は、平行断面において、略一方向に配向しており、詳しくは略直線状に配向し、より具体的にはコアバック方向に平行に配向している。直線状とは、厳密に直線の形状を意味するものではなく、全体として直線状であればよい。平行とは、2つの方向のなす角度が厳密に0°でなければならないというわけではなく、±5°程度の範囲は許容される、という意味である。繊維が略一方向に配向するとは、厳密に全ての繊維が一方向に配向していなければならないというわけではなく、全体として一方向に配向していればよいという意味である。このように、発泡樹脂成形品の内部で、上記のような繊維密領域がその周囲の疎領域とともに一体的に形成され、それらの境界で共鳴器効果が発現するため、十分な吸音性が得られるものと考えられる。圧縮工程を行わなかった場合には、繊維密度がコアバック方向の全長にわたって略一様で、かつ繊維配向方向がコアバック方向の全長にわたって略一様な成形品が得られ、十分な吸音性は得られない。

10

20

【0056】

繊維密度は、繊維の密集の程度のことであり、平行断面における空隙長を指標として判断される。空隙長が大きいほど、繊維密度は小さく、当該領域は疎であることを意味する。他方、空隙長が小さいほど、繊維密度は大きく、当該領域は密であることを意味する。

【0057】

空隙長は、発泡樹脂成形品を平行断面の顕微鏡写真(SEM)から算出することができる。詳しくは、当該写真において任意の100個の空隙について各空隙のコアバック方向の最大長を測定し、それらの平均値を求める。空隙は繊維間に相対的に低い明度で存在し、当該写真において周囲の繊維(高い明度)との明度の差により容易に識別できる。

30

【0058】

保持時間は通常、0.1～4.0秒間であり、好ましくは0.3～3.5秒間である。

【0059】

可動型22の固定型方向への移動量(圧縮量)k2(図2(B)～図2(C)参照)は、本発明の吸音性の向上効果が得られる限り限定されず、通常は以下の関係式を満たす。

$$k2 = \text{前記コアバックのコアバック量 } k1 - \text{前記可動型の最終的なコアバック量 } K$$

40

【0060】

可動型22の固定型方向への移動にかかる時間(移動時間)は通常、0.05～1秒であり、好ましくは0.05～0.5秒である。

【0061】

発泡倍率は、可動型22の最終的なコアバック量Kとキャピティの初期厚みmに基づいて算出される値「 $(K + m) / m$ 」であり、通常は3～8倍であり、より好ましくは4～6倍である。

【0062】

本工程において圧縮は1段階で行ってもよいし、または多段階で行ってもよい。圧縮を多段階で行うことにより、吸音性をさらに向上させることができる。圧縮を多段階で行う

50

とは、可動型 2 2 が最終的なコアバック量 K (「発泡樹脂成形品において目標とする最終厚み T」 - 「キャピティの初期厚み m」) に達するまで、圧縮のための移動を連続的に行うのではなく、断続的に行うという意味である。換言すると、可動型 2 2 が圧縮移動を開始した後、最終的なコアバック量 K に達する途中で圧縮移動を停止する保持時間を 1 回以上、確保し、当該保持の後には圧縮移動を続行する。圧縮移動の段階の数は、2 以上であれば特に限定されず、最終的なコアバック量に応じて適宜決定すればよい。

【0063】

本工程において金型温度は、射出工程時と同様の温度範囲内において維持することが好ましい。

【0064】

(冷却工程)

圧縮完了後は、繊維化樹脂をそのまま金型内で保持することにより、冷却し、その後、金型を開いて発泡樹脂成形品を得ることができる。

【0065】

[発泡樹脂成形品]

本発明の上記方法により製造された発泡樹脂成形品は、内部において、上記したように繊維化が達成されており、かつ、図 2 (C) に示すように、平行断面において、繊維密領域 2 3 が形成されている。内部とは、成形品表面のスキン層から 100 μm 以上、好ましくは 200 μm 以上離れた領域である。

【0066】

本発明において繊維は、発泡樹脂成形品のコアバック方向に対する垂直断面(以下、単に「垂直断面」ということがある)を示す図 5 に示されるように、繊維状物 3 0 だけでなく、セル壁が破断されてなる非環状のセル壁痕 3 1 および 3 2 を包含するものとし、破断されることなく残存する環状のセル壁 3 3 を包含するものではない。本発明において繊維状物 3 0 および非環状のセル壁痕 3 1 および 3 2 は、発泡樹脂成形品の垂直断面において中実であり、中空のものではない。

【0067】

本発明の発泡樹脂成形品は、内部の全てが必ずしも繊維化されていなければならないというわけではなく、例えば、図 5 に示されるように、一部に環状のセル壁 3 3 を有することを妨げるものではない。発泡樹脂成形品をコアバック方向に対して垂直に切断した任意の断面の顕微鏡写真(倍率 500 倍) 100 枚において、環状のセル壁 3 3 の合計数は 10 個以下であればよい。

【0068】

図 2 (C) において、密領域 2 3 はコアバック方向 M において略中央部に形成されているが、これに限定されるものではなく、密領域 2 3 およびその周囲の疎領域 2 4 が形成される限り、あらゆる位置に形成されてもよい。具体的には、密領域 2 3 は、例えば、当該中央部よりも、図 3 に示すように可動型 2 2 に近い位置で形成されてもよいし、または固定型 2 1 に近い位置で形成されてもよい。

【0069】

本発明の発泡樹脂成形品において、密領域 2 3 は、図 2 (C) および図 3 において、1 つずつ形成されているが、密領域 2 3 の数は、密領域 2 3 およびその周囲の疎領域 2 4 が形成される限り特に限定されず、例えば図 4 に示すように 2 つであってもよいし、または 3 つ以上であってもよい。

【0070】

本発明の発泡樹脂成形品において、周囲の疎領域 2 4 は、図 2 (C)、図 3 および図 4 において、密領域 2 3 の両側に形成されているが、密領域 2 3 の一方の側のみに形成されていてもよい。

【0071】

本発明の発泡樹脂成形品において、密領域 2 3 が形成される位置および数は様々であって、予測がつかず、しかも繊維密領域 2 3 とその周囲の疎領域 2 4 との境界は必ずしも明

10

20

30

40

50

確ではない。このため、本発明の発泡樹脂成形品をその構造または特性により直接特定することは非実際的であると言えるが、本発明の製造方法で得られた一実施態様に係る発泡樹脂成形品を以下に示す。

【0072】

本実施態様の発泡樹脂成形品は、当該発泡樹脂成形品のコアバック方向の長さを T (mm)としたとき、平行断面において、コアバック方向の端面から $T/4$ の位置または $T/2$ の位置の一方の位置に密領域23を有し、他方に疎領域24を有する。本実施態様の発泡樹脂成形品は、例えば、図2(C)に示すように $T/2$ の位置(P_2)に密領域23を1つだけ有する発泡樹脂成形品(I)および図3に示すように $T/4$ の位置(P_1)に密領域23を1つだけ有する発泡樹脂成形品(II)を包含する。

10

【0073】

P_1 はコアバック方向の端面から $T/4$ の距離にあつて、成形品の中央(例えば図2(C)および図3上、上下方向および表裏方向ともに中央)に相当する測定点である。

P_2 はコアバック方向の端面から $T/2$ の距離にあつて、成形品の中央(例えば図2(C)および図3上、上下方向および表裏方向ともに中央)に相当する測定点である。

【0074】

(発泡樹脂成形品(I))

発泡樹脂成形品(I)は、当該成形品のコアバック方向の長さを T (mm)、コアバック方向の端面から $T/4$ の位置(P_1)および $T/2$ の位置(P_2)における空隙長をそれぞれ $L_{T/4}$ (μm)および $L_{T/2}$ (μm)としたとき、 $L_{T/4}/L_{T/2}$ が1.5以上、特に1.5~5、であり、好ましくは1.5~3、より好ましくは1.8~3である。発泡樹脂成形品(I)は、 $T/4$ の位置(P_1)では疎領域24で構成され、 $T/2$ の位置(P_2)では密領域23で構成されている。

20

【0075】

本明細書中、空隙長 $L_{T/4}$ (μm)および $L_{T/2}$ (μm)は、各位置における平行断面から、上記した方法により算出することができる。

【0076】

発泡樹脂成形品(I)において、 $L_{T/4}$ は通常、 $20\mu\text{m}$ 超、特に $25\sim 100\mu\text{m}$ であり、吸音性のさらなる向上の観点から好ましくは $25\sim 80\mu\text{m}$ 、より好ましくは $25\sim 50\mu\text{m}$ である。

30

$L_{T/2}$ は通常、 $20\mu\text{m}$ 以下、特に $1\sim 20\mu\text{m}$ であり、吸音性のさらなる向上の観点から好ましくは $5\sim 20\mu\text{m}$ 、より好ましくは $10\sim 20\mu\text{m}$ である。

【0077】

発泡樹脂成形品(I)においては、 $T/4$ の位置(P_1)および $T/2$ の位置(P_2)における繊維の平均径をそれぞれ $D_{T/4}$ および $D_{T/2}$ としたとき、以下の通りである：

$D_{T/4}$ は通常、 $8\mu\text{m}$ 以下、特に $0.05\sim 8\mu\text{m}$ であり、吸音性のさらなる向上の観点から好ましくは $0.1\sim 6\mu\text{m}$ 、より好ましくは $0.5\sim 5\mu\text{m}$ である。

$D_{T/2}$ は通常、 $10\mu\text{m}$ 以下、特に $0.1\sim 10\mu\text{m}$ であり、吸音性のさらなる向上の観点から好ましくは $0.5\sim 8\mu\text{m}$ 、より好ましくは $1\sim 5\mu\text{m}$ である。

40

【0078】

本明細書中、 $T/4$ の位置(P_1)および $T/2$ の位置(P_2)における繊維の平均径 $D_{T/4}$ および $D_{T/2}$ は、各位置における垂直断面の顕微鏡写真から算出された値を用いている。詳しくは、当該写真において任意の100個の繊維における繊維径を測定し、それらの平均値を求める。繊維径は、繊維が、図5に示すように、繊維状物30の場合は、最長径 d_1 であり、繊維が非環状セル壁痕31および32の場合は、当該セル壁痕の最大厚み d_2 、 d_3 である。

【0079】

発泡樹脂成形品(I)においては、 $T/4$ の位置(P_1)および $T/2$ の位置(P_2)における繊維の数をそれぞれ $N_{T/4}$ および $N_{T/2}$ としたとき、以下の通りである：

50

$N_{T/4}$ は通常、 20 個/ $100\mu\text{m}^2$ 以上、特に $20\sim 400$ 個/ $100\mu\text{m}^2$ であり、吸音性のさらなる向上の観点から好ましくは $40\sim 300$ 個/ $100\mu\text{m}^2$ 、より好ましくは $40\sim 200$ 個/ $100\mu\text{m}^2$ である。

$N_{T/2}$ は通常、 40 個/ $100\mu\text{m}^2$ 以上、特に $40\sim 500$ 個/ $100\mu\text{m}^2$ であり、吸音性のさらなる向上の観点から好ましくは $50\sim 400$ 個/ $100\mu\text{m}^2$ 、より好ましくは $50\sim 200$ 個/ $100\mu\text{m}^2$ である。

【0080】

本明細書中、 $T/4$ の位置(P_1)および $T/2$ の位置(P_2)における繊維の数 $N_{T/4}$ および $N_{T/2}$ は、各位置におけるコアバック方向に対して垂直断面の顕微鏡写真に基づく値を用いている。詳しくは、図5に示すように、任意の領域において繊維30, 31および32の総数を求め、当該総数を当該領域の面積で除することにより求める。本発明においては、10個の任意の領域における「単位面積あたりの繊維の数」の平均値を用いている。

10

【0081】

(発泡樹脂成形品(II))

発泡樹脂成形品(II)は、当該成形品のコアバック方向の長さを T (mm)、コアバック方向の端面から $T/4$ の位置(P_1)および $T/2$ の位置(P_2)における空隙長をそれぞれ $L_{T/4}$ (μm)および $L_{T/2}$ (μm)としたとき、 $L_{T/4}/L_{T/2}$ が 0.7 以下、特に $0.01\sim 0.7$ 、であり、好ましくは $0.1\sim 0.7$ 、より好ましくは $0.3\sim 0.7$ である。発泡樹脂成形品(II)は、 $T/4$ の位置(P_1)では密領域23で構成され、 $T/2$ の位置(P_2)では疎領域24で構成されている。

20

【0082】

発泡樹脂成形品(II)において、 $L_{T/4}$ は発泡樹脂成形品(I)の $L_{T/2}$ と同様の範囲内である。

$L_{T/2}$ は発泡樹脂成形品(I)の $L_{T/4}$ と同様の範囲内である。

【0083】

発泡樹脂成形品(II)においては、 $T/4$ の位置(P_1)および $T/2$ の位置(P_2)における繊維の平均径をそれぞれ $D_{T/4}$ および $D_{T/2}$ としたとき、以下の通りである：

$D_{T/4}$ は発泡樹脂成形品(I)の $D_{T/2}$ と同様の範囲内である。

$D_{T/2}$ は発泡樹脂成形品(I)の $D_{T/4}$ と同様の範囲内である。

30

【0084】

発泡樹脂成形品(II)においては、 $T/4$ の位置(P_1)および $T/2$ の位置(P_2)における繊維の数をそれぞれ $N_{T/4}$ および $N_{T/2}$ としたとき、以下の通りである：

$N_{T/4}$ は発泡樹脂成形品(I)の $N_{T/2}$ と同様の範囲内である。

$N_{T/2}$ は発泡樹脂成形品(I)の $N_{T/4}$ と同様の範囲内である。

【0085】

[用途]

本発明の発泡樹脂成形品は、上記した製造方法により製造されることにより、少なくとも高周波音(周波数 1000Hz 以上 5000Hz 以下)の吸音性に優れている。このような発泡樹脂成形品の、例えば 4000Hz での吸音率は通常は 0.60 以上であり、好ましくは 0.65 以上、より好ましくは 0.73 以上、さらに好ましくは 0.80 以上である。

40

【0086】

本発明の発泡樹脂成形品はまた、上記した製造方法においてコアバック量を所定範囲内で増大させて製造されることにより、高周波音(周波数 1000Hz 以上 5000Hz 以下)の吸音性だけでなく、低周波音(周波数 200Hz 以上 500Hz 未満)の吸音性にも優れている。このような発泡樹脂成形品の、例えば 200Hz での吸音率は通常は 0.07 以上であり、好ましくは 0.09 以上、より好ましくは 0.12 以上である。

【0087】

50

本発明の発泡樹脂成形品はまた、上記した製造方法においてコアバック量を所定範囲内でさらに増大させて製造されることにより、高周波音（周波数1000Hz以上5000Hz以下）および低周波音（周波数200Hz以上500Hz未満）の吸音性だけでなく、中周波音（周波数500Hz以上1000Hz未満）の吸音性にも優れている。このような発泡樹脂成形品の、例えば800Hzでの吸音率は通常は0.18以上であり、好ましくは0.20以上、より好ましくは0.22以上である。

【0088】

本発明の発泡樹脂成形品が吸音する高周波音、中周波音および低周波音は自動車用途において以下の音に相当する：

高周波音 - エンジン放射音；

中周波音 - ロードノイズ；

低周波音 - エンジン振動、吸排気音。

10

【実施例】

【0089】

[実施例1A]

(結晶核剤マスターバッチ)

熱可塑性樹脂としてのポリプロピレンペレット(NBX04G；日本ポリプロ社製；MFR36g/10分(230)、Tcps124)100重量部および結晶核剤としてのゲルオールMD(新日本化学社製)5.0重量部を溶融混練、冷却および粉碎して結晶核剤マスターバッチを得た。ポリプロピレンペレットの結晶化温度Tcpsでの貯蔵弾性率は 1×10^5 Paであった。

20

【0090】

(溶融混練工程)

結晶核剤マスターバッチおよびポリプロピレンペレット(NBX04G；日本ポリプロ社製；MFR36g/10分(230)、Tcps124)を、ポリプロピレン：結晶核剤の重量比率が100：0.5となる割合でドライブレンドし、図1の発泡射出成型装置1のホッパ13からシリンダ11内に投入した。これらの混合物をシリンダ11内で185(=Tccf+92)にて溶融および混練しながら、高圧ガス供給装置17により物理発泡剤としての窒素ガスを熱可塑性樹脂100重量部に対して0.132重量部注入した。得られた熱可塑性樹脂組成物の結晶化温度TccfおよびTccsを測定したところ、それぞれ93および124であり、Tccsでの貯蔵弾性率は 1×10^5 Paであった。

30

【0091】

(射出工程)

シリンダ11内の溶融物を、固定型21および可動型22からなる金型間のキャビティ23内に射出した。金型温度は40(=Tccf-53)であり、射出速度は40mm/秒であり、キャビティの厚みは2mmであった。

【0092】

(コアバック工程)

射出後、金型キャビティ内で溶融物を40MPaで5.8秒保圧した後、可動型22を10mm(k1)だけ0.5秒かけて固定型21の方向とは反対方向にコアバックさせることにより、発泡および繊維化させ、次いで、繊維化物を0.5秒間保持した。コアバック開始時において、溶融物の温度は94(=Tccf+1)であり、溶融物中のセル径は20μm以下であった。本工程において金型は40に維持した。

40

【0093】

(圧縮工程)

その後、可動型22を2mm(k2)だけ0.1秒かけて固定型21の方向に移動させることにより、繊維化物を圧縮した。最終的なコアバック量(K)は8mmであり、発泡倍率は5倍であった。本工程において金型は40に維持した。

【0094】

50

(冷却工程)

コアバック終了後、繊維化物をそのまま40の金型内で保持することにより、冷却した。その後、金型を開いて繊維質発泡樹脂成形品を得た。

【0095】

[実施例2A～4Aおよび比較例1]

表1に示す成形条件を採用したこと以外、実施例1Aと同様の方法により、発泡樹脂成形品を製造した。

比較例1では、表1に示す条件でコアバック工程を行い、圧縮は行わなかった。

【0096】

[比較例2および3]

コアバック開始時の熔融物の温度を $T_{ccf} - 11$ または $T_{ccf} + 22$ としたこと以外、実施例1Aと同様の方法により、発泡樹脂成形品を製造した。

比較例2($T_{ccf} - 11$)では発泡できなかった。比較例3($T_{ccf} + 22$)ではコア層が中空化(空洞化)し、発泡樹脂成形品は得られなかった。

【0097】

[吸音性]

発泡樹脂成形品の垂直入射吸音率を測定した。詳しくは、成形品を、そのコアバック方向が吸音率測定のための垂直方向に平行になるように用いた。測定条件を以下に示し、結果を図6～図7および表1に示す。

測定装置：(直径)40mmの音響インピーダンス管装置(日東紡音響エンジニアリング(株))

測定条件：試料サイズ；(直径)40mm、音波入射側のスキン層を除去

(4000Hzでの吸音率)

；0.80以上；

；0.73以上；

；0.65以上；

；0.60以上(実用上問題なし)；

x；0.60未満(実用上問題あり)。

(800Hzでの吸音率)

；0.22以上；

；0.20以上；

；0.18以上(実用上問題なし)；

x；0.18未満(実用上問題あり)。

(200Hzでの吸音率)

；0.12以上；

；0.09以上；

；0.07以上(実用上問題なし)；

x；0.07未満(実用上問題あり)；

【0098】

(断面撮影)

実施例1Aおよび4Aならびに比較例1で得られた発泡樹脂成形品をコアバック方向に対して平行および垂直に切断し、それらの断面の顕微鏡写真を撮影した。それらの撮影は、成形品のコアバック方向長さ T (mm)について、可動型から $T/4$ の位置と、 $T/2$ の位置とにおいて行った。

実施例1Aの発泡樹脂成形品について、 $T/4$ 位置および $T/2$ 位置でのコアバック方向に対する平行断面の顕微鏡写真(SEM)をそれぞれ図8Aおよび図8Bに示し、コアバック方向での空隙長を上記した方法により測定した。 $T/4$ 位置および $T/2$ 位置でのコアバック方向に対する垂直断面の顕微鏡写真(SEM)をそれぞれ図8Cおよび図8Dに示し、繊維の平均径および繊維の数を上記した方法により測定した。

実施例4Aの発泡樹脂成形品について、 $T/4$ 位置および $T/2$ 位置でのコアバック方

10

20

30

40

50

向に対する平行断面の顕微鏡写真 (SEM) をそれぞれ図 9 A および図 9 B に示し、コアバック方向での空隙長を上記した方法により測定した。

比較例 1 の発泡樹脂成形品について、 $T/4$ 位置および $T/2$ 位置でのコアバック方向に対する平行断面の顕微鏡写真 (SEM) をそれぞれ図 10 A および図 10 B に示し、コアバック方向での空隙長を上記した方法により測定した。 $T/4$ 位置および $T/2$ 位置でのコアバック方向に対する垂直断面の顕微鏡写真 (SEM) をそれぞれ図 10 C および図 10 D に示し、繊維の平均径および繊維の数を上記した方法により測定した。

【0099】

[測定]

溶融物の結晶化温度 T_{ccs} および T_{ccf} 、溶融物の T_{ccs} () での貯蔵弾性率、熱可塑性樹脂の結晶化温度 T_{cps} 、熱可塑性樹脂の T_{cps} での貯蔵弾性率、コアバック開始時における溶融物の温度、コアバック開始時における溶融物の貯蔵弾性率、コアバック開始時における溶融物中のセル径、繊維の平均径、繊維の数は、前記した方法により測定した。

全ての実施例で得られた発泡樹脂成形品について、コアバック方向に対して垂直に切断した任意の断面の顕微鏡写真 (倍率 500 倍) 100 枚において、環状のセル壁 33 の内部の奥行に孔がなく、独立気泡であるセルの合計数は 0 個であった。

【0100】

【表 1】

| | 実施例 1A | 実施例 2A | 実施例 3A | 実施例 4A | 比較例 1 | |
|-----------------------------------|-----------------------------------|------------------------------|----------------|--------------|------------|-----|
| 成形条件 | キャビティへのコアック方向の初期厚み | | | | | |
| | 発泡倍率 | | | | | |
| | 2.0mm | 2.0mm | 2.0mm | 2.0mm | 2.0mm | |
| | 5倍 | 5倍 | 5倍 | 5倍 | 5倍 | |
| | 最終コアック量(=K) | | | | | |
| | 8.0mm | 8.0mm | 8.0mm | 8.0mm | 8.0mm | |
| | コアック量(=k1) | | | | | |
| | 10mm (=1.25K) | 10mm (=1.25K) | 11mm (=1.375K) | 12mm (=1.5K) | 8.0mm (=K) | |
| | コアック時間 | | | | | |
| | 0.5秒 | 0.5秒 | 0.55秒 | 0.6秒 | 0.4秒 | |
| コアック直後の保持時間 | | | | | | |
| 0.5秒 | 3秒 | 0.5秒 | 0.5秒 | — | | |
| 可動型の固定型方向への移動量(=k2) | | | | | | |
| 移動時間 | | | | | | |
| 評価 | 移動時間 | | | | | |
| | 平行断面 | T/4位置 | — | — | 40 | 30 |
| | | T/2位置 | — | — | 15 | 25 |
| | 垂直断面 | $L_{T/4}/L_{T/2}$ | | | | |
| | | 繊維の平均径 $D_{T/4}$ (μm) | | | | |
| | | T/4位置 | — | — | — | 3 |
| | | T/2位置 | — | — | — | 140 |
| | 繊維の数 $N_{T/4}$ (個/ $100\mu m^2$) | | | | | |
| | T/4位置 | — | — | — | — | |
| | 繊維の平均径 $D_{T/2}$ (μm) | | | | | |
| T/2位置 | — | — | — | — | | |
| 繊維の数 $N_{T/2}$ (個/ $100\mu m^2$) | | | | | | |
| 4000Hz吸音率 | | | | | | |
| 0.69○ | | | | | | |
| 800Hz吸音率 | | | | | | |
| — | | | | | | |
| 200Hz吸音率 | | | | | | |
| — | | | | | | |
| 密領域の形成位置 | | | | | | |
| 図3 | | | | | | |
| — | | | | | | |
| 図2(C) | | | | | | |
| — | | | | | | |

10

20

30

40

【産業上の利用可能性】

【0101】

本発明に係る射出成形法に基づく繊維質発泡樹脂成形品の製造方法により製造される発泡樹脂成形品は、衝撃吸収材、断熱材、吸音材として有用である。

【符号の説明】

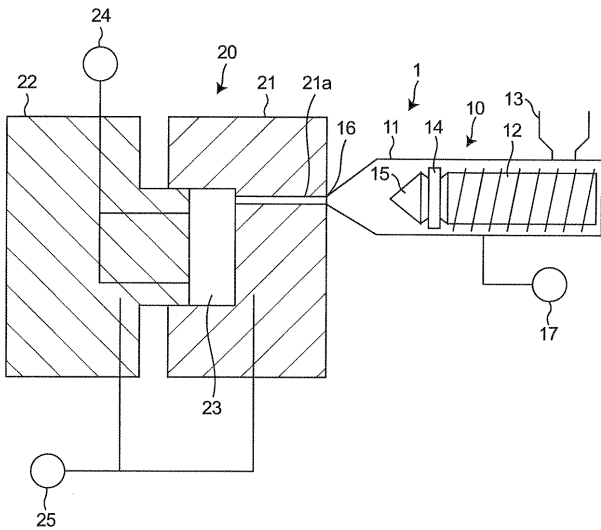
【0102】

- 1 : 発泡射出成形装置
- 10 : スクリューフィーダ
- 11 : シリンダ
- 12 : スクリュー軸

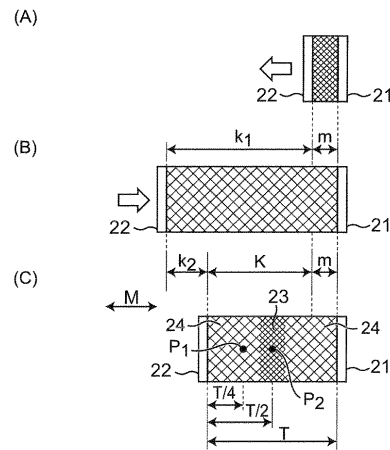
50

- 13 : ホッパ
- 14 : チェックリング
- 15 : 円錐形状のヘッド
- 16 : ノズル
- 17 : 高圧ガス供給装置
- 20 : 金型装置
- 21 : 固定型
- 22 : 可動型
- 23 : キャビティ
- 24 : 温度圧力センサー
- 25 : 冷却機構
- 30 : 繊維状物
- 31 : 32 : 非環状セル壁痕
- 33 : 環状セル壁

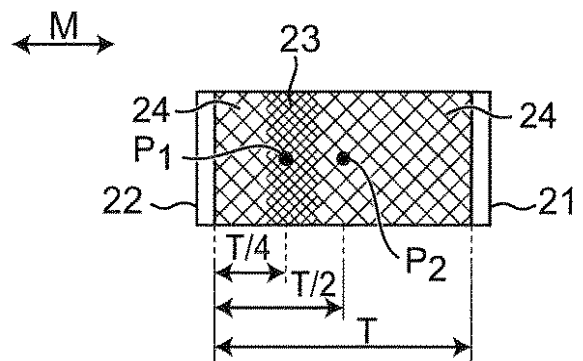
【 図 1 】



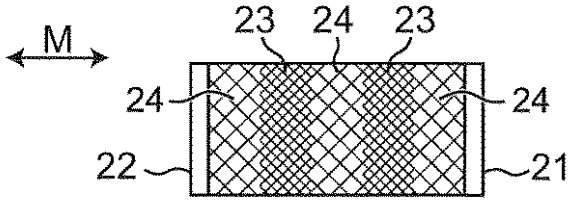
【 図 2 】



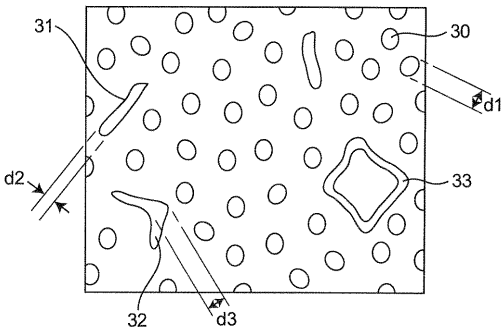
【 図 3 】



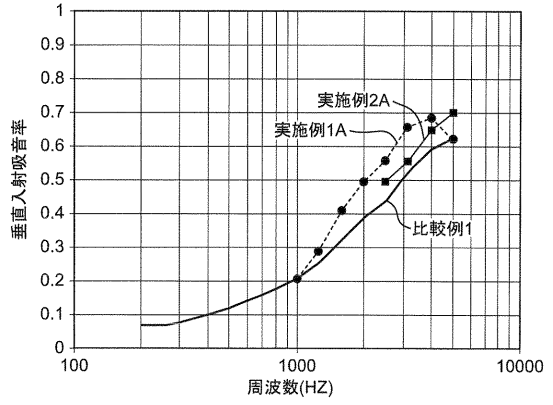
【 図 4 】



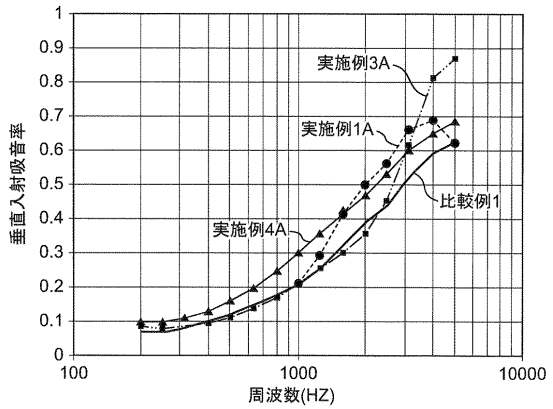
【 図 5 】



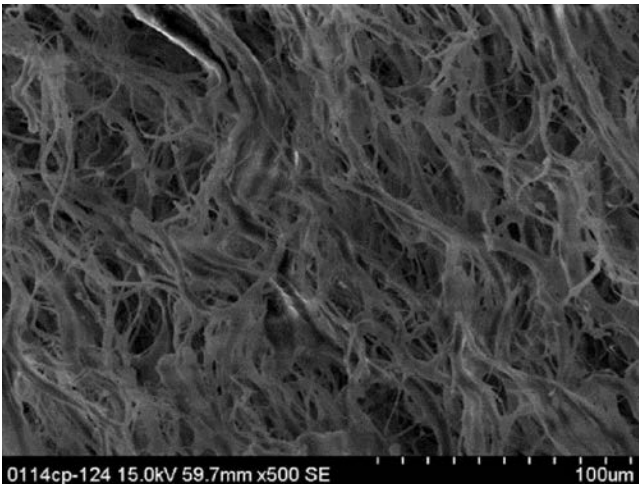
【 図 6 】



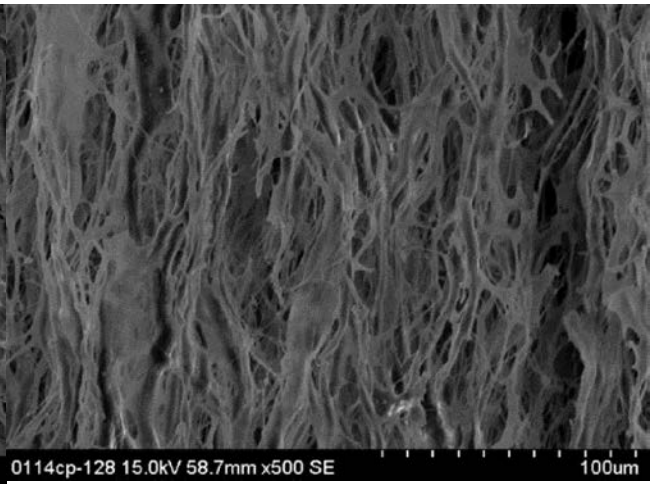
【 図 7 】



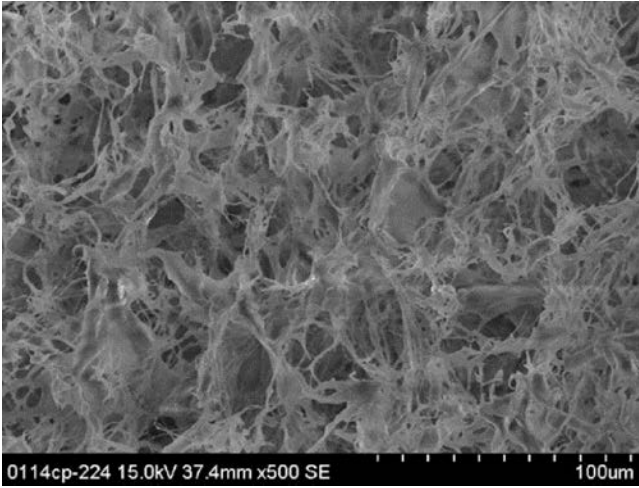
【 図 8 A 】



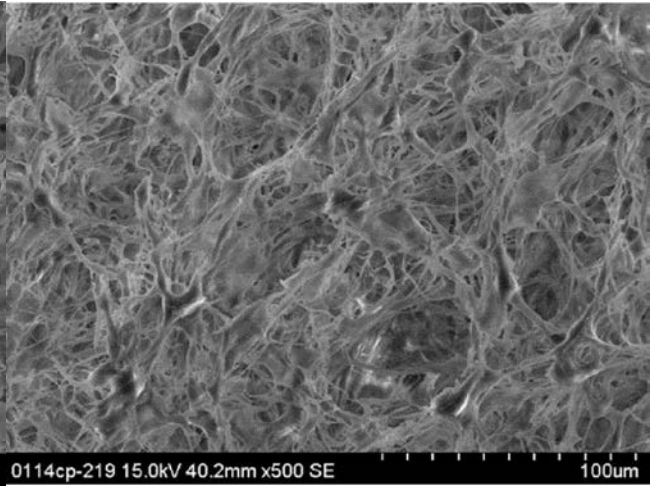
【 図 8 B 】



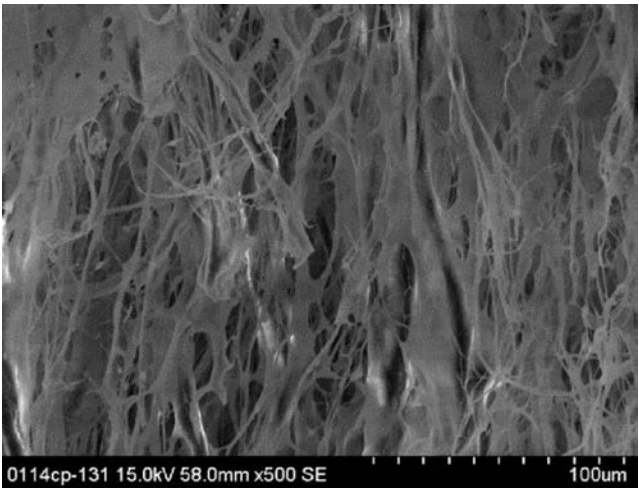
【 図 8 C 】



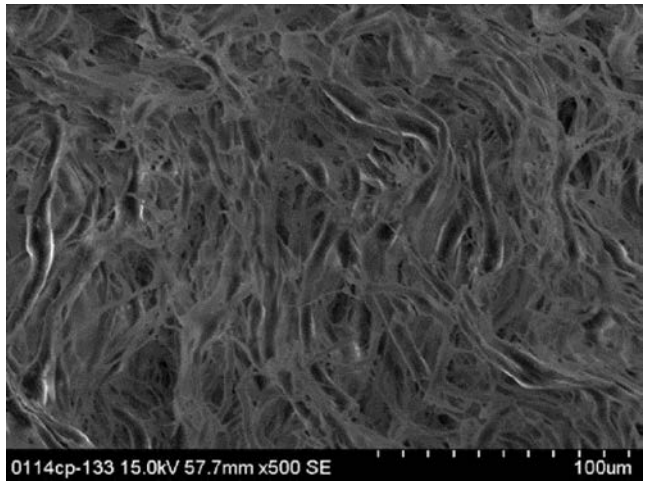
【 図 8 D 】



【 図 9 A 】

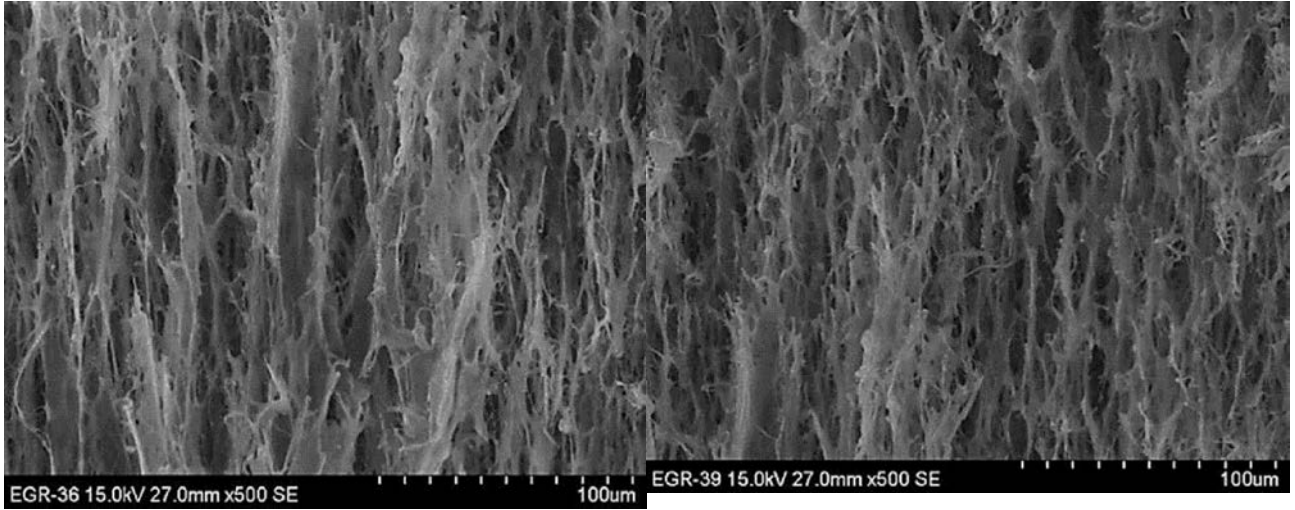


【 図 9 B 】



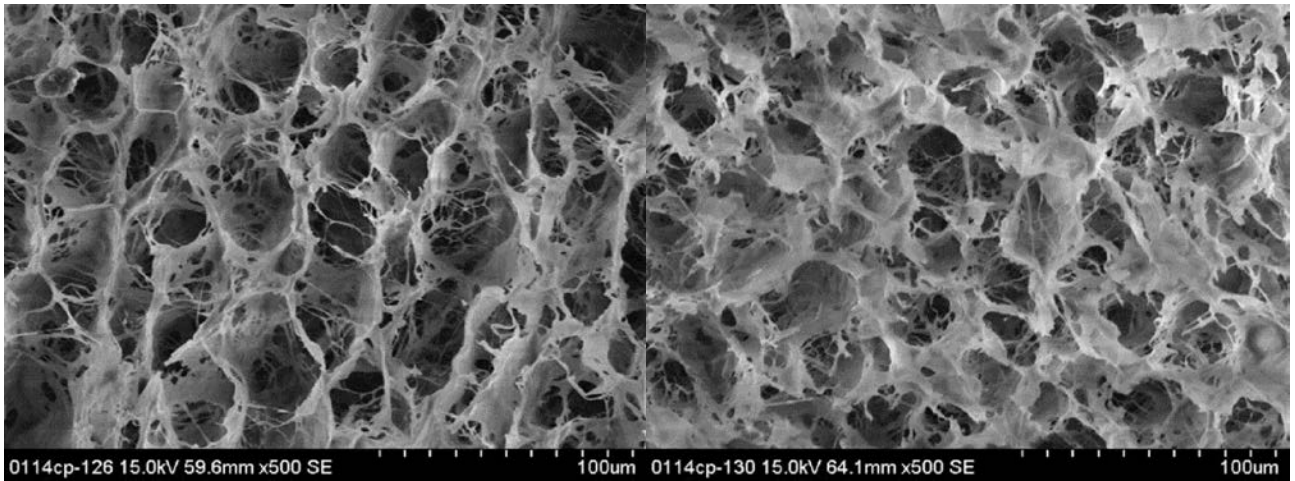
【 図 1 0 A 】

【 図 1 0 B 】



【 図 1 0 C 】

【 図 1 0 D 】



フロントページの続き

(72)発明者 宮本 嗣久

広島県安芸郡府中町新地3番1号 マツダ株式会社内

(72)発明者 小林 めぐみ

広島県安芸郡府中町新地3番1号 マツダ株式会社内

(72)発明者 金子 満晴

広島県安芸郡府中町新地3番1号 マツダ株式会社内

Fターム(参考) 4F202 AA11 AB02 AB08 AB25 AE06 AG20 AR06 AR07 AR11 AR12
AR20 CA11 CB01 CK19
4F206 AA11 AB02 AB08 AB25 AE06 AG20 AR065 AR074 AR11 AR12
AR20 JA04 JF02 JL02 JM05 JN25 JQ81