

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2019年1月10日(10.01.2019)



(10) 国際公開番号

WO 2019/009352 A1

(51) 国際特許分類:
C08J 9/06 (2006.01) B32B 27/00 (2006.01)
B32B 5/18 (2006.01)

(21) 国際出願番号: PCT/JP2018/025476

(22) 国際出願日: 2018年7月5日(05.07.2018)

(25) 国際出願の言語: 日本語

(26) 国際公開の言語: 日本語

(30) 優先権データ:
特願 2017-134166 2017年7月7日(07.07.2017) JP
特願 2017-217411 2017年11月10日(10.11.2017) JP

(71) 出願人: 積水化学工業株式会社 (SEKISUI CHEMICAL CO., LTD.) [JP/JP]; 〒5300047 大阪府大阪市北区西天満2丁目4番4号 Osaka (JP).

(72) 発明者: 高橋 克典 (TAKAHASHI, Katsunori); 〒5288585 滋賀県甲賀市水口町泉1259 積水化学工業株式会社内 Shiga (JP). 中山 和彦 (NAKAYAMA, Kazuhiko); 〒5288585 滋賀県甲賀市水口町泉1259 積水化学工業株式会社内 Shiga (JP). 増山 義和 (MASUYAMA, Yoshikazu); 〒5288585 滋賀県甲賀市水口町泉1259 積水化学工業株式会社内 Shiga (JP). 深谷 重一 (FUKATANI, Juichi); 〒6180021 大阪府三島郡島本町百山2-1 積水化学工業株式会社内 Osaka (JP). 肥田 知浩 (HIDA, Tomohiro); 〒5220314 滋賀県犬上郡多賀町大字四手字諏訪510-5 積水化学工業株式会社内 Shiga (JP).

(74) 代理人: 特許業務法人 安富国際特許事務所 (YASUTOMI & ASSOCIATES); 〒5320003

大阪府大阪市淀川区宮原3丁目5番36号 Osaka (JP).

(81) 指定国(表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(84) 指定国(表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

— 国際調査報告 (条約第21条(3))

(54) Title: RESIN FOAM, RESIN FOAM SHEET, ADHESIVE TAPE, VEHICLE MEMBER, AND BUILDING MEMBER

(54) 発明の名称: 樹脂発泡体、樹脂発泡体シート、粘着テープ、車両用部材及び建築部材

(57) Abstract: The purpose of the present invention is to provide: a resin foam that has exceedingly high sound-insulation performance; a resin foam sheet; an adhesive tape; a vehicle member; and a building member. The present invention is a resin foam that contains a thermoplastic resin and a plasticizer and that has numerous air bubbles. As measured by mechanical impedance measurement (MIM) in accordance with JIS G0602, the minimum value of the loss factor of a first anti-resonant frequency of the resin foam is at least 0.05 at 20 °C - 60 °C, and a second anti-resonant frequency is 300-800 Hz at 20°C-60°C.

(57) 要約: 本発明は、極めて高い遮音性能を発揮することができる樹脂発泡体、樹脂発泡体シート、粘着テープ、車両用部材及び建築部材を提供することを目的とする。本発明は、熱可塑性樹脂と可塑剤を含有し、多数の気泡を有する樹脂発泡体であって、JIS G0602に従って機械インピーダンス測定(MIM)により測定される20~60°Cの範囲における1次反共振周波数の損失係数の最小値が0.05以上、かつ、20~60°Cの範囲における2次反共振周波数が300~800Hzである樹脂発泡体である。



WO 2019/009352 A1

明 細 書

発明の名称：

樹脂発泡体、樹脂発泡体シート、粘着テープ、車両用部材及び建築部材

技術分野

[0001] 本発明は、極めて高い遮音性能を発揮することができる樹脂発泡体、樹脂発泡体シート、粘着テープ、車両用部材及び建築部材に関する。

背景技術

[0002] 音の伝達経路に設置し、音の伝達を阻害して遮音、防音する遮音材は、自動車や航空機、船舶等の車両用部材、建築部材、電子部品、カーペットの裏材等の生活部材、家庭用、業務用の電気製品等のあらゆる用途に用いられている。

このような遮音材としては、樹脂等からなる発泡体、不織布、ゲル状物質等が一般的である。なかでも、樹脂発泡体は、優れた遮音性能を発揮できるとともに、取り扱い性にも優れることから、種々の分野において採用されている（特許文献1等）。発泡体では、入射した音による空気振動が内部の孔部分の空気に伝わり、該孔部分において空気の粘性摩擦が生じ、音のエネルギーの一部が熱エネルギーに変換され、遮音性能が生じると考えられている。しかしながら、近年は遮音材に対する要求性能が更に厳しくなっている。従来の樹脂発泡体からなる遮音材では、音の伝達経路に設置したときに音の透過を充分には抑えられず、音源からの音が遮音材を経た裏面側でも僅かながらノイズとして感じられるという問題があった。

先行技術文献

特許文献

[0003] 特許文献1：特開2015-52726号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0004] 本発明は、上記現状に鑑み、極めて高い遮音性能を発揮することができる樹

脂発泡体、樹脂発泡体シート、粘着テープ、車両用部材及び建築部材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

[0005] 本発明1は、熱可塑性樹脂と可塑剤を含有し、多数の気泡を有する樹脂発泡体であって、JIS G0602に従って機械インピーダンス測定(MIM)により測定される20～60℃の範囲における1次反共振周波数の損失係数の最小値が0.05以上、かつ、20～60℃の範囲における2次反共振周波数が300～800Hzである樹脂発泡体である。

[0006] 本発明2は、熱可塑性樹脂と可塑剤を含有し、多数の気泡を有する樹脂発泡体であって、JIS K7391に従って機械インピーダンス測定(MIM)により測定される20～60℃の範囲における1次反共振周波数の損失係数の最小値が0.005以上、かつ、20～60℃の範囲における2次反共振周波数が300～800Hzである樹脂発泡体である。

[0007] 本発明3は、熱可塑性樹脂と可塑剤を含有し、多数の気泡を有する樹脂発泡体であって、ISO 16940に従って機械インピーダンス測定(MIM)により測定される0～50℃の範囲における1次反共振周波数の損失係数の最大値が0.20以上、かつ、0～30℃の範囲における2次反共振周波数が800Hz以下である樹脂発泡体である。

以下に本発明を詳述する。

[0008] 本発明1、本発明2及び本発明3（以下、本発明1、本発明2及び本発明3に共通する事項については、単に「本発明」ともいう。）の樹脂発泡体は、熱可塑性樹脂と可塑剤を含有する。

上記熱可塑性樹脂としては、例えば、ポリフッ化ビニリデン、ポリテトラフルオロエチレン、フッ化ビニリデン-六フッ化プロピレン共重合体、ポリ三フッ化エチレン、アクリロニトリル-ブタジエンスチレン共重合体、ポリエステル、ポリエーテル、ポリアミド、ポリカーボネート、ポリアクリレート、ポリメタクリレート、ポリ塩化ビニル、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリスチレン、ポリビニルアセタール、エチレン-酢酸ビニル共重合体等

が挙げられる。なかでも、ポリビニルアセタール、又は、エチレン-酢酸ビニル共重合体が好ましく、ポリビニルアセタールがより好ましい。

ポリビニルアセタールは、合わせガラス用中間膜の原材料として広く用いられている。合わせガラスの製造時においては、合わせガラス用中間膜をガラスと貼り合わせた際に、端部に余った合わせガラス用中間膜が切断され、大量の合わせガラス用中間膜が廃棄されている。本発明において、大量に発生する合わせガラス用中間膜の廃棄物を原料として用いれば、リサイクル等の観点からも極めて有意義である。

[0009] 上記ポリビニルアセタールは、ポリビニルアルコールをアルデヒドでアセタール化して得られるポリビニルアセタールであれば特に限定されないが、ポリビニルブチラールが好適である。また、必要に応じて2種以上のポリビニルアセタールを併用してもよい。

[0010] 上記ポリビニルアセタールのアセタール化度の好ましい下限は40モル%、好ましい上限は85モル%であり、より好ましい下限は60モル%、より好ましい上限は75モル%である。

上記ポリビニルアセタールは、水酸基量の好ましい下限が15モル%、好ましい上限が40モル%である。水酸基量がこの範囲内であると、可塑剤との相溶性が高くなる。

なお、上記アセタール化度及び水酸基量は、例えば、JIS K 6728「ポリビニルブチラール試験方法」に準拠して測定できる。

[0011] 上記ポリビニルアセタールは、ポリビニルアルコールをアルデヒドでアセタール化することにより調製することができる。

上記ポリビニルアルコールは、通常、ポリ酢酸ビニルを鹼化することにより得られ、鹼化度70~99.8モル%のポリビニルアルコールが一般的に用いられる。上記ポリビニルアルコールの鹼化度は、80~99.8モル%であることが好ましい。

上記ポリビニルアルコールの重合度の好ましい下限は500、好ましい上限は4000である。上記ポリビニルアルコールの重合度が500以上である

と、得られる樹脂発泡体の取り扱い性が優れるものとなる。上記ポリビニルアルコールの重合度が4000以下であると、樹脂発泡体の成形が容易になる。上記ポリビニルアルコールの重合度のより好ましい下限は1000、より好ましい上限は3600である。

[0012] 上記アルデヒドは特に限定されないが、一般には、炭素数が1～10のアルデヒドが好適に用いられる。上記炭素数が1～10のアルデヒドは特に限定されず、例えば、*n*-ブチルアルデヒド、イソブチルアルデヒド、*n*-バレールアルデヒド、2-エチルブチルアルデヒド、*n*-ヘキシルアルデヒド、*n*-オクチルアルデヒド、*n*-ノニルアルデヒド、*n*-デシルアルデヒド、ホルムアルデヒド、アセトアルデヒド、ベンズアルデヒド等が挙げられる。これらのアルデヒドは単独で用いられてもよく、2種以上を併用してもよい。なかでも、得られる樹脂発泡体の損失係数を高く設計しやすいという観点からは、炭素数が2～10のアルデヒドが好ましく、*n*-ブチルアルデヒド、*n*-ヘキシルアルデヒド、*n*-バレールアルデヒドがより好ましく、*n*-ブチルアルデヒドが特に好ましい。

[0013] 上記可塑剤は特に限定されず、例えば、一塩基性有機酸エステル、多塩基性有機酸エステル等の有機エステル可塑剤、有機リン酸可塑剤、有機亜リン酸可塑剤等のリン酸可塑剤等が挙げられる。上記可塑剤は液状可塑剤であることが好ましい。

[0014] 上記一塩基性有機酸エステルは特に限定されないが、例えば、グリコールと一塩基性有機酸との反応によって得られたグリコールエステル等が挙げられる。

上記グリコールとしては、例えば、トリエチレングリコール、テトラエチレングリコール、トリプロピレングリコール等が挙げられる。上記一塩基性有機酸としては、例えば、酪酸、イソ酪酸、カプロン酸、2-エチル酪酸、ヘプチル酸、*n*-オクチル酸、2-エチルヘキシル酸、ペラルゴン酸（*n*-ノニル酸）、デシル酸等が挙げられる。なかでも、トリエチレングリコールジカプロン酸エステル、トリエチレングリコールジ-2-エチル酪酸エステル

、トリエチレングリコールジ-*n*-オクチル酸エステル、トリエチレングリコールジ-2-エチルヘキシル酸エステル等が好適である。

[0015] 上記多塩基性有機酸エステルは特に限定されないが、例えば、アジピン酸、セバシン酸、アゼライン酸等の多塩基性有機酸と、炭素数4~8の直鎖又は分岐構造を有するアルコールとのエステル化合物が挙げられる。なかでも、ジブチルセバシン酸エステル、ジオクチルアゼライン酸エステル、ジブチルカルビトールアジピン酸エステル等が好適である。

[0016] 上記有機エステル可塑剤は特に限定されず、トリエチレングリコールジ-2-エチルブチレート、トリエチレングリコールジ-2-エチルヘキサノエート、トリエチレングリコールジカプリレート、トリエチレングリコールジ-*n*-オクタノエート、トリエチレングリコールジ-*n*-ヘプタノエート、テトラエチレングリコールジ-*n*-ヘプタノエート、テトラエチレングリコールジ-2-エチルヘキサノエート、ジブチルセバケート、ジオクチルアゼレート、ジブチルカルビトールアジペート、エチレングリコールジ-2-エチルブチレート、1,3-プロピレングリコールジ-2-エチルブチレート、1,4-ブチレングリコールジ-2-エチルブチレート、ジエチレングリコールジ-2-エチルブチレート、ジエチレングリコールジ-2-エチルヘキサノエート、ジプロピレングリコールジ-2-エチルブチレート、トリエチレングリコールジ-2-エチルペンタノエート、テトラエチレングリコールジ-2-エチルブチレート、ジエチレングリコールジカプリエート、アジピン酸ジヘキシル、アジピン酸ジオクチル、アジピン酸ヘキシルシクロヘキシル、アジピン酸ジイソノニル、アジピン酸ヘプチルノニル、セバシン酸ジブチル、油変性セバシン酸アルキド、リン酸エステルとアジピン酸エステルとの混合物、アジピン酸エステル、炭素数4~9のアルキルアルコール及び炭素数4~9の環状アルコールから作製された混合型アジピン酸エステル、アジピン酸ヘキシル等の炭素数6~8のアジピン酸エステル等が挙げられる。

[0017] 上記有機リン酸可塑剤は特に限定されず、例えば、トリブトキシエチルホスフェート、イソデシルフェニルホスフェート、トリイソプロピルホスフェー

ト等が挙げられる。

[0018] 更に、上記可塑剤として、加水分解を起こしにくいため、トリエチレングリコールジ-2-エチルヘキサノエート(3GO)、トリエチレングリコールジ-2-エチルブチレート(3GH)、テトラエチレングリコールジ-2-エチルヘキサノエート(4GO)、ジヘキシルアジペート(DHA)を含有することが好ましい。テトラエチレングリコールジ-2-エチルヘキサノエート(4GO)、トリエチレングリコールジ-2-エチルヘキサノエート(3GO)を含有することがより好ましい。トリエチレングリコールジ-2-エチルヘキサノエート(3GO)を含有することが更に好ましい。

[0019] 本発明の樹脂発泡体における上記可塑剤の含有量は特に限定されないが、上記熱可塑性樹脂100重量部に対する好ましい下限が5重量部、好ましい上限が60重量部である。上記可塑剤の含有量がこの範囲内であると、特に高い遮音性を発揮することができ、樹脂発泡体から可塑剤がブリードアウトすることもない。上記可塑剤の含有量のより好ましい下限は20重量部、より好ましい上限は55重量部である。

なお、多くの合わせガラス用中間膜では、ポリビニルアセタール100重量部に対する可塑剤の含有量が20~55重量部程度であることから、廃棄された合わせガラス用中間膜をそのまま、本発明の樹脂発泡体の原料として利用することができる。

[0020] 本発明の樹脂発泡体は、更に粘着剤を含有することが好ましい。粘着剤を含有することにより、本発明の樹脂発泡体は粘着性を発揮することができ、取扱性が向上する。

上記粘着剤としては特に限定されず、例えば、アクリル系粘着剤、ウレタン系粘着剤、ゴム系粘着剤等の公知の粘着剤が挙げられる。

[0021] 本発明の樹脂発泡体は、上記熱可塑性樹脂と可塑剤の他に、例えば、接着剤調整剤、熱線吸収剤、紫外線遮蔽剤、酸化防止剤、光安定剤、帯電防止剤等の添加剤を含有してもよい。また、得られる樹脂発泡体の外観を調整するために、カーボンブラック等の顔料や染料等を含有してもよい。

[0022] 本発明1の樹脂発泡体は、JIS G0602に従って機械インピーダンス測定(MIM)により測定される20~60℃の範囲における1次反共振周波数の損失係数の最小値が0.05以上、かつ、20~60℃の範囲における2次反共振周波数が300~800Hzである。

JIS G0602は、被験物を2枚の鋼板の間に挟持した状態で機械インピーダンス測定(MIM)を行い、1次反共振周波数の損失係数及び2次反共振周波数を求める規格である。鋼板の間に挟持した状態で測定することから、樹脂発泡体を自動車等の内装と外装の空隙や、住宅の床下地材と表材の空隙や、住宅の外壁と内装の間の空隙や、複数枚のパネルからなる防音材の板間の空隙等に挟みこんで用いる制振材や遮音材等の用途に用いた場合に対応しているものと考えられる。

[0023] 本発明1の樹脂発泡体は、上記1次反共振周波数の損失係数(以下、単に「損失係数」ともいう。)の最小値が0.05以上であることにより、高い振動吸収性を発揮し、音のエネルギーを損失させて高い遮音性能を発揮することができる。上記1次反共振周波数の損失係数は0.06以上であることが好ましく、0.11以上であることがより好ましい。

[0024] 本発明1の樹脂発泡体は、上記2次反共振周波数が300~800Hzであることにより、組み合わせる材料との間で共振が生じる場合にでも、その共振の振動数が低いことから、人間の耳にノイズとして感じにくくさせることができる。上記2次反共振周波数の好ましい下限は320Hz、好ましい上限は720Hzであり、より好ましい下限は330Hz、より好ましい上限は630Hzである。

なお、上記2次反共振周波数が300~800Hzであるとは、2次反共振周波数の最小値が300Hz以上、最大値が800Hz以下であることを意味する。

[0025] なお、本発明1において20~60℃の範囲における上記1次反共振周波数の損失係数、2次反共振周波数を測定したのは、共振現象では1次共振の振幅が最も大きく振動の要素として最も問題になるためであり、また、自動車

や住宅など用途を問わず、実用上300～800Hzという中周波域の振動が問題になることが多いことから、この領域に反共振点を有していることが好ましいためである。

[0026] 本発明2の樹脂発泡体は、JIS K7391に従って機械インピーダンス測定(MIM)により測定される20～60℃の範囲における1次反共振周波数の損失係数の最小値が0.005以上、かつ、20～60℃の範囲における2次反共振周波数が300～800Hzである。

JIS K7391は、被験物の一方の面を1枚の鋼板に貼付し、他方の面は開放した状態で機械インピーダンス測定(MIM)を行い、1次反共振周波数の損失係数及び2次反共振周波数を求める規格である。一方の面を1枚の鋼板に貼付し、他方の面は開放した状態で測定することから、樹脂発泡体を自動車の内装や外装、住宅の外壁や内壁、遮音性能や防音性能を企図した壁等に、貼り付けて遮音性や防音性を得る遮音材、制振材等の用途に用いた場合に対応しているものと考えられる。

[0027] 本発明2の樹脂発泡体は、上記1次反共振周波数の損失係数の最小値が0.005以上であることにより、高い振動吸収性を発揮し、音のエネルギーを損失させて高い遮音性能を発揮することができる。上記1次反共振周波数の損失係数は0.006以上であることが好ましく、0.007以上であることがより好ましい。

[0028] 本発明2の樹脂発泡体は、上記2次反共振周波数が300～800Hzであることにより、組み合わせる材料との間で共振が生じる場合にでも、その共振の振動数が低いことから、人間の耳にノイズとして感じにくくさせることができる。上記2次反共振周波数の好ましい下限は440Hz、好ましい上限は740Hzであり、より好ましい下限は470Hz、より好ましい上限は720Hzである。

なお、上記2次反共振周波数が300～800Hzであるとは、2次反共振周波数の最小値が300Hz以上、最大値が800Hz以下であることを意味する。

[0029] なお、本発明2において20～60℃の範囲における上記1次反共振周波数の損失係数、2次反共振周波数を測定したのは、共振現象では1次共振の振幅が最も大きく振動の要素として最も問題になるためであり、また、自動車や住宅など用途を問わず、実用上300～800Hzという中周波域の振動が問題になることが多いことから、この領域に反共振点を有していることが好ましいためである。

[0030] 本発明3の樹脂発泡体は、ISO 16940に従って機械インピーダンス測定(MIM)により測定される0～50℃の範囲における1次反共振周波数の損失係数の最大値が0.20以上、かつ、0～30℃の範囲における2次反共振周波数が800Hz以下である。

ISO 16940は、被験物を2枚のガラス板の間に挟持した状態で機械インピーダンス測定(MIM)を行い、1次反共振周波数の損失係数及び2次反共振周波数を求める規格である。ガラス板の間に挟持した状態で測定することから、樹脂発泡体を壁面貼り付けミラーにおいてミラーガラスと壁面との間の空隙に挟み込んで振動を抑制する制振材や、テレビ、スマートフォン、タブレット、パーソナルコンピュータ等の前面板と筐体との間の空隙に挟みこんで用いる衝撃吸収材、制振材等の用途に用いた場合に対応しているものと考えられる。

[0031] 本発明3は、上記1次反共振周波数の損失係数の最大値が0.20以上であることにより、高い振動吸収性を発揮し、音のエネルギーを損失させて高い遮音性能を発揮することができる。上記1次反共振周波数の損失係数は0.24以上であることが好ましく、0.33以上であることがより好ましい。

[0032] 本発明3は、上記2次反共振周波数が800Hz以下であることにより、組み合わせる材料との間で共振が生じる場合にでも、その共振の振動数が低いことから、人間の耳にノイズとして感じにくくさせることができる。上記2次反共振周波数は、780Hz以下であることが好ましい。上記2次反共振周波数の下限は特に限定されないが、300Hz以上であることが好ましい。

なお、上記2次反共振周波数が800Hz以下であるとは、2次反共振周波数の最大値が800Hz以下であることを意味する。

[0033] なお、本発明3において0～50℃の範囲における上記1次反共振周波数の損失係数、0～30℃の範囲における上記2次反共振周波数を測定したのは、共振現象では1次共振の振幅が最も大きく振動の要素として最も問題になるためであり、また、自動車や住宅など用途を問わず、実用上300～800Hzという中周波域の振動が問題になることが多いことから、この領域に反共振点を有していることが好ましいためである。

[0034] 上記損失係数や2次反共振周波数は、樹脂発泡体の発泡状態を調整することにより達成することができる。具体的には例えば、樹脂発泡体の連続気泡率を20%以上とすることが好ましい。連続気泡率が20%以上とすることにより、得られる樹脂発泡体の1次反共振周波数の損失係数や2次反共振周波数を所期の範囲に調整することができ、極めて高い遮音性を発揮させることができる。上記連続気泡率が30%以上であることがより好ましく、40%以上であることが更に好ましく、50%以上であることが特に好ましい。上記連続気泡率の上限は特に限定されないが、98%程度が実質的な上限である。

なお、本明細書において連続気泡とは、樹脂発泡体を形成する気泡がお互いにつながっているものを意味する。

また、上記連続気泡率は、寸法測定によって得られる樹脂発泡体の見掛け体積に対する、樹脂発泡体の外部にまで連結している気泡の容積割合で定義され、JIS K 7138記載のピクノメータ法などにより測定することができる。

[0035] 本発明の樹脂発泡体は、平均気泡径の好ましい下限が100μm、好ましい上限が1000μmである。上記平均気泡径がこの範囲内にあることにより、より高い遮音性を発揮することができる。上記平均気泡径のより好ましい下限は120μm、より好ましい上限は500μm、更に好ましい下限は200μmである。

なお、上記平均気泡径は、気泡の断面観察写真より気泡壁部と空隙部とを観察して、空隙部のサイズを測定する方法により測定することができる。

[0036] 本発明の樹脂発泡体は、気泡の平均アスペクト比が2以下であることが好ましい。上記気泡の平均アスペクト比が2以下であることにより、より高い遮音性を発揮することができる。上記気泡の平均アスペクト比は、1.5以下であることがより好ましい。

なお、上記気泡の平均アスペクト比は、気泡の断面観察写真より空隙部の長径と短径とを測定してその比を計算する方法により測定することができる。

[0037] 本発明の樹脂発泡体は、見掛け密度が 300 kg/m^3 以下であることが好ましい。上記見掛け密度が 300 kg/m^3 以下であることにより、より優れた衝撃吸収性、制振性と低流動性を発揮することができる。上記見掛け密度は、 200 kg/m^3 以下であることがより好ましい。上記見掛け密度の下限は特に限定されないが、 50 kg/m^3 程度が実質的な下限である。

[0038] 本発明の樹脂発泡体の厚みの上限は 10 mm 以下であることが好ましい。樹脂発泡体の厚みの上限が上記好ましい範囲であれば、得られる樹脂発泡体がせん断破断しにくくすることができる。本発明の樹脂発泡体の厚みの下限は $50\text{ }\mu\text{m}$ 以上であることが好ましい。樹脂発泡体の厚みの下限が上記好ましい範囲であれば、得られる樹脂発泡体の遮音性をより一層向上させることができる。

[0039] 本発明の樹脂発泡体を製造する方法は特に限定されないが、例えば、上記熱可塑性樹脂、可塑剤及び必要に応じて添加する添加剤に熱分解型発泡剤を配合して樹脂組成物を調製し、該樹脂組成物を発泡温度にまで加熱して熱分解型発泡剤を分解させる方法が好適である。

[0040] ここで、連続気泡率を20%以上とし、1次反共振周波数の損失係数や2次反共振周波数を所期の範囲に調整して極めて高い遮音性を発揮させるためには、熱可塑性樹脂と可塑剤の選択に加えて、製造時における熱分解型発泡剤の種類と配合量、及び、発泡温度の設定が極めて重要である。なかでも、発泡温度の設定は、高い連続気泡率を達成するために必須である。

上記発泡温度は、180℃以上であることが好ましい。180℃以上の温度では、発泡時に上記樹脂組成物が十分に軟化して気泡同士が連通しやすくなるため、連続気泡が発生し易くなるものと考えられる。

[0041] 上記熱分解型発泡剤としては、分解温度が120～240℃程度であるものであれば特に限定されず、従来公知のものを用いることができる。なお、上記連続気泡率をより高くできることから、発泡前の原料である樹脂組成物の成形温度に対して、分解温度が20℃以上高い熱分解型発泡剤を用いることが好ましく、50℃以上高い熱分解型発泡剤を用いることがより好ましい。

[0042] 上記熱分解型発泡剤としては、具体的には例えば、アゾジカルボンアミド、N, N' -ジニトロソペンタメチレンテトラミン、4, 4' -オキシビス（ベンゼンスルホニルヒドラジド）、尿素、炭酸水素ナトリウム、及び、これらの混合物等が挙げられる。

上記熱分解型発泡剤のうち市販のものとしては、例えば、セルマイクシリーズ（三協化成社製）やビニホールシリーズ、セルラーシリーズ、ネオセルボンシリーズ（以上、永和化成工業社製）等が挙げられる。

[0043] 上記樹脂組成物中の上記熱分解型発泡剤の配合量は特に限定されないが、上記熱可塑性樹脂100重量部に対する好ましい下限は4重量部、好ましい上限は20重量部である。上記熱分解型発泡剤の配合量がこの範囲内であれば、連続気泡率が10%以上の発泡体を製造することができる。上記熱分解型発泡剤の配合量のより好ましい下限は5重量部、より好ましい上限は15重量部である。

[0044] 本発明の樹脂発泡体は、上記構成を有することにより、従来の樹脂発泡体からなる遮音材では達成できなかった、極めて高い遮音性能を発揮することができる。このため、本発明の樹脂発泡体は、遮音材や防音材として極めて好適である。

具体的には例えば、自動車や航空機、船舶等の車両用部材、建築部材、電子部品、カーペットの裏材等の生活部材、家庭用、業務用の電気製品等のあらゆる用途に用いることができる。とりわけ、本発明の樹脂発泡体をシート状

に成形した樹脂発泡体シートは、取り扱い性に優れ、多くの用途に好適に用いることができる。

本発明の樹脂発泡体からなる樹脂発泡体シートもまた、本発明の1つである。

[0045] 本発明の樹脂発泡体シートの少なくとも一方の面に粘着剤層を形成した粘着テープは、極めて取り扱い性に優れる。

本発明の樹脂発泡体シートと、該樹脂発泡体シートの少なくとも一方の面に形成された粘着剤層とを有する粘着テープもまた、本発明の1つである。

[0046] 上記粘着剤層を構成する粘着剤としては特に限定されず、例えば、アクリル系粘着剤、ウレタン系粘着剤、ゴム系粘着剤等の公知の粘着剤が挙げられる。

ただし、本発明の樹脂発泡体シートは可塑剤を含有することから、上記粘着剤層へ可塑剤が移行することにより、粘着力の低下が生じる恐れがある。そこで、上記粘着剤層として、可塑剤耐性の高い粘着剤層を用いることが好ましい。

上記可塑剤耐性の高い粘着剤層としては、例えば、アクリル系重合体（X）、軟化点が140～160℃である粘着付与樹脂（Y）、及び、架橋剤（Z）を含む粘着剤組成物により形成された粘着剤層等が挙げられる。このような粘着剤組成物を用いることで、可塑剤の移行に由来する経時的な粘着力の低下が生じにくくなる。

以下、上記粘着剤組成物を構成する各成分について詳しく説明する。

[0047] 上記アクリル系重合体（X）は、アルキル基の炭素数が4以下の（メタ）アクリル酸アルキルエステルモノマー（a）を60重量%以上含む（メタ）アクリル酸アルキルエステルモノマー（A）100重量部に対して、カルボキシル基含有モノマー（B）を5～18重量部含むモノマー混合物を重合してなる重合体である。

なお、本明細書において、（メタ）アクリル酸はアクリル酸又はメタクリル酸を示し、（メタ）アクリレートはアクリレート又はメタクリレートを示す

。

[0048] 上記（メタ）アクリル酸アルキルエステルモノマー（A）は、アルキル基の炭素数が4以下の（メタ）アクリル酸アルキルエステルモノマー（a）を60重量%以上含むことが好ましい。アルキル基の炭素数が4以下の（メタ）アクリル酸アルキルエステルモノマー（a）の含有量が60重量%以上であると、得られる粘着剤層の可塑性耐性が高くなる。上記（メタ）アクリル酸アルキルエステルモノマー（a）の含有量は、軟質ポリ塩化ビニルに対する粘着力の低下を抑制する観点から、より好ましくは80重量%以上、更に好ましくは90重量%以上、特に好ましくは100重量%である。

[0049] 上記（メタ）アクリル酸アルキルエステルモノマー（a）としては、具体的には例えば、メチル（メタ）アクリレート、エチル（メタ）アクリレート、プロピル（メタ）アクリレート、イソプロピル（メタ）アクリレート、n-ブチル（メタ）アクリレート、イソブチル（メタ）アクリレート、t-ブチル（メタ）アクリレート等が挙げられる。これらの（メタ）アクリル酸アルキルエステルモノマー（a）は単独で用いてもよく、2種以上を併用してもよい。なかでも、n-ブチル（メタ）アクリレートを含むことが好ましく、n-ブチル（メタ）アクリレートのみを単独で含むことがより好ましい。

[0050] 上記（メタ）アクリル酸アルキルエステルモノマー（A）は、アルキル基の炭素数が5以上の（メタ）アクリル酸アルキルエステルモノマー（b）を含んでもよい。

上記（メタ）アクリル酸アルキルエステルモノマー（b）としては、具体的には例えば、2-エチルヘキシル（メタ）アクリレート、イソオクチル（メタ）アクリレート、イソノニル（メタ）アクリレート、ラウリル（メタ）アクリレート等が挙げられる。

上記（メタ）アクリル酸アルキルエステルモノマー（A）が上記（メタ）アクリル酸アルキルエステルモノマー（b）を含む場合の含有量は、好ましくは20重量%以下、より好ましくは10重量%以下である。

[0051] 上記カルボキシル基含有モノマー（B）は、分子内にカルボキシル基を含有

し重合可能なモノマーであり、好ましくはカルボキシル基を含有したビニル系モノマーである。

上記カルボキシル基含有モノマー（B）としては、具体的には例えば、（メタ）アクリル酸、イタコン酸、マレイン酸、フマル酸、クロトン酸等が挙げられる。これらのカルボキシル基含有モノマー（B）は単独で用いてもよく、2種以上を併用してもよい。なかでも、（メタ）アクリル酸が好ましく、アクリル酸がより好ましい。

[0052] 上記アクリル系重合体（X）の原料となるモノマー混合物は、上記（メタ）アクリル酸アルキルエステルモノマー（A）及びカルボキシル基含有モノマー（B）以外のその他のモノマーを更に含有してもよい。

上記その他のモノマーとしては、例えば、カルボキシル基以外の極性基を含有するモノマー、スチレン、 α -メチルスチレン、 o -メチルスチレン、及び p -メチルスチレン等のスチレン系モノマー等が挙げられる。

[0053] 上記アクリル系重合体（X）の原料となるモノマー混合物における上記（メタ）アクリル酸アルキルエステルモノマー（A）100重量部に対する上記カルボキシル基含有モノマー（B）の含有量の好ましい下限は5重量部、好ましい上限は18重量部である。上記カルボキシル基含有モノマー（B）を5重量部以上用いることにより、得られる粘着剤層の可塑剤耐性が高くなる。上記カルボキシル基含有モノマー（B）の含有量のより好ましい下限は6重量部、より好ましい上限は17重量部であり、更に好ましい下限は10重量部、更に好ましい上限は15重量部である。

[0054] 上記アクリル系重合体（X）の重量平均分子量の好ましい下限は55万、好ましい上限は100万である。重量平均分子量が55万以上であれば、得られる粘着剤層の可塑剤耐性が高くなる。重量平均分子量が100万以下であれば、粘着剤層が硬くなりすぎることを抑制でき、複雑な形状の被着体に対する粘着力を発揮することができる。上記重量平均分子量のより好ましい下限は60万、より好ましい上限は80万であり、更に好ましい下限は65万、更に好ましい上限は75万である。

[0055] 上記アクリル系重合体（X）は、上記モノマー混合物を重合することにより得られる。

上記重合方法は特に限定されないが、例えば、上記モノマー混合物を重合開始剤の存在下にてラジカル重合させる方法等が挙げられる。より具体的には、溶液重合、乳化重合、懸濁重合、塊状重合等の従来公知の重合方法を採用できる。

[0056] 上記重合開始剤としては特に限定されないが、例えば、有機過酸化物系重合開始剤、アゾ系重合開始剤等が挙げられる。

上記有機過酸化物系重合開始剤としては、例えば、クメンヒドロパーオキシド、ベンゾイルパーオキシド、ラウロイルパーオキシド、オクタノイルパーオキシド、ステアロイルパーオキシド、 α -クロロベンゾイルパーオキシド、アセチルパーオキシド、*t*-ブチルヒドロパーオキシド、*t*-ブチルパーオキシアセテート、*t*-ブチルパーオキシイソブチレート、3, 5, 5-トリメチルヘキサノイルパーオキシド、*t*-ブチルパーオキシ-2-エチルヘキサノエート又はジ-*t*-ブチルパーオキシド等が挙げられる。

上記アゾ系重合開始剤としては、例えば、2, 2'-アゾビスイソブチロニトリル、2, 2'-アゾビス（2, 4-ジメチルバレロニトリル）、4, 4'-アゾビス（4-シアノペンタン酸）、2, 2'-アゾビス（2-メチルブチロニトリル）等が挙げられる。

これらの重合開始剤は単独で用いてもよく、2種以上を併用してもよい。なかでも、得られるアクリル系重合体（X）の臭気低減の観点から、ラウロイルパーオキシド、オクタノイルパーオキシド、ステアロイルパーオキシド、3, 5, 5-トリメチルヘキサノイルパーオキシドが好ましい。

上記重合開始剤の量は特に限定されないが、上記モノマー混合物100重量部に対して、好ましくは0.01~10重量部、より好ましくは0.05~2重量部程度用いる。

[0057] 上記粘着付与樹脂（Y）の軟化点の好ましい下限は140℃、好ましい上限

は160℃である。軟化点が上記範囲内であれば、得られる粘着剤層の経時的な粘着力の低下を抑制できる。経時的な粘着力低下を更に抑制する観点から、軟化点のより好ましい上限は150℃である。

なお、上記粘着付与樹脂(Y)の軟化点は、JIS K2207に準拠して測定することができる。

[0058] 上記粘着付与樹脂(Y)としては、例えば、石油樹脂系粘着付与樹脂、水添石油樹脂系粘着付与樹脂、ロジンジオール系粘着付与樹脂、ロジンエステル系粘着付与樹脂等のロジン系樹脂、テルペン樹脂、フェノール樹脂、キシレン樹脂、クマロン樹脂、ケトン樹脂、及びこれらの変性樹脂等が挙げられる。これらの粘着付与樹脂は単独で用いてもよく、2種以上を併用してもよい。なかでも、経時的な粘着力を抑制する観点から、ロジン系粘着付与樹脂が好ましく、ロジンエステル系粘着付与樹脂がより好ましい。

上記ロジンエステル系粘着付与樹脂としては、不均化ロジンエステル、重合ロジンエステル、水添ロジンエステル、ロジンフェノール系等が挙げられる。

[0059] 上記粘着付与樹脂(Y)は、分子量600以下の成分の含有量が13重量%以下であることが好ましい。このような粘着付与樹脂を用いれば、粘着性を維持しつつ、粘着付与樹脂より発生する揮発成分を低く抑えることができる。更に、低分子量成分が少ないことにより、粘着剤層の粘度を相対的に高くでき、粘着剤層への可塑剤の移動が阻害されやすくなり、経時的な粘着力の低下が生じにくくなる。

粘着付与樹脂から分子量600以下の成分を除去する方法としては、例えば、粘着付与樹脂を軟化点以上に加熱溶解する方法、水蒸気を吹き込む方法等が挙げられる。

なお、上記粘着付与樹脂の分子量及びその含有量はゲルパーミエーションクロマトグラフィー(GPC)により測定し、ポリスチレン換算値及び面積比により算出できる。

[0060] 上記粘着剤組成物中の粘着付与樹脂(Y)の配合量は、アクリル系重合体(

X) 100重量部に対する好ましい下限が3重量部、好ましい上限が9重量部である。粘着付与樹脂の配合量が3重量部以上であれば、難被着体に対する粘着力が向上する。粘着付与樹脂の配合量が9重量部以下であれば、粘着剤層への可塑剤の移動を抑制しやすくなり、経時的な粘着力の低下を防止できる。難被着体への粘着力を高め、かつ、粘着力を維持する観点から、粘着付与樹脂(Y)の配合量のより好ましい下限は4重量部、より好ましい上限は8重量部であり、更に好ましい上限は7重量部である。

[0061] 上記架橋剤(Z)は、得られる粘着剤層の凝集力を高め、粘着テープとしての物性を向上させる役割を有する。

上記架橋剤(Z)としては特に限定されないが、例えば、イソシアネート系架橋剤、エポキシ系架橋剤、アジリジン系架橋剤、金属キレート系架橋剤等が挙げられる。なかでも、イソシアネート系架橋剤又は金属キレート系架橋剤が好ましい。

[0062] 上記イソシアネート系架橋剤としては、具体的には例えば、トリレンジイソシアネート、ナフチレン-1,5-ジイソシアネート、ジフェニルメタンジイソシアネートが挙げられる。また、市販品としては、例えば、日本ポリウレタン社製のコロネートL等が挙げられる。

上記金属キレート系架橋剤としては、具体的には例えば、金属原子がアルミニウム、ジルコニウム、チタニウム、亜鉛、鉄、スズ等であるキレート化合物が挙げられる。なかでも、中心金属がアルミニウムであるアルミニウムキレートが好ましい。市販品としては、川研ファインケミカル株式会社製のアルミキレートA、アルミキレートM等が挙げられる。

上記粘着剤組成物中の架橋剤(Z)の含有量は特に限定されないが、上記アクリル系重合体(X)100重量部に対する好ましい下限は0.005重量部、好ましい上限は5重量部であり、より好ましい下限は0.01重量部、より好ましい上限は1重量部であり、更に好ましい下限は0.02重量部、更に好ましい上限は0.1重量部である。

[0063] 上記粘着剤組成物は、上記アクリル系重合体(X)、粘着付与樹脂(Y)、

及び架橋剤（Z）以外にも、酢酸エチル、ジメチルスルホキシド、エタノール、アセトン、ジエチルエーテル等の溶剤を含んでもよい。なかでも、揮発成分を低く抑える観点から、酢酸エチルが好ましい。

上記粘着剤組成物には、更に必要に応じて、充填剤、顔料、染料、酸化防止剤等の添加剤を含有してもよい。

[0064] 上記粘着剤層の厚みの好ましい下限は5 μm 、好ましい上限は200 μm である。粘着剤層の厚みがこの範囲内であると、十分な粘着性を発揮することができる。粘着剤層の厚みのより好ましい下限は7 μm 、より好ましい上限は150 μm であり、更に好ましい下限は10 μm 、更に好ましい上限は100 μm である。

[0065] 本発明の樹脂発泡体シートの少なくとも一方の面に粘着剤層を形成して本発明の粘着テープを製造する方法としては特に限定されないが、例えば、樹脂発泡体シートの少なくとも一方の面に、コーター等の塗工機を用いて粘着剤を塗布する方法、スプレーを用いて粘着剤を噴霧、塗布する方法、刷毛を用いて粘着剤を塗布する方法等が挙げられる。また、樹脂発泡体シートの少なくとも一方の面に、両面粘着テープを貼り付ける方法により粘着剤層を形成してもよい。

[0066] 本発明の樹脂発泡体、樹脂発泡体シート、粘着テープは、極めて高い遮音性能を発揮することができることから、遮音材や防音材として優れた性能を発揮できる。このため、自動車や航空機、船舶等の車両用部材、建築部材、電子部品、カーペットの裏材等の生活部材、家庭用、業務用の電気製品等のあらゆる用途に用いることができる。

上記生活部材としては、例えば、カーペット裏材、カーテン素材、壁紙等の、振動、衝撃、音等の緩和を目的とした部材が挙げられる。

上記電気部材としては、例えば、携帯電話、タブレット、パソコン等の電子部品や、オーディオ、ヘッドフォン、テレビ、冷蔵庫、洗濯機、掃除機等の家電製品等、或いは業務用電気製品において、振動、衝撃、音等の緩和を目的として用いられる部材が挙げられる。

上記その他の用途の部材としては、例えば、室内外運動施設における床、マット、壁等の、追突時の衝撃緩和を目的として用いられる部材が挙げられる。

[0067] 本発明の樹脂発泡体、樹脂発泡体シート、粘着テープは、車両用部材、建築部材として特に好適である。

本発明の樹脂発泡体、樹脂発泡体シート又は粘着テープを用いた車両用部材もまた、本発明の1つである。

本発明の樹脂発泡体、樹脂発泡体シート又は粘着テープを用いた建築部材もまた、本発明の1つである。

[0068] 上記車両用部材としては、例えば、自動車や航空機、船舶等の車両の天井材、内装材、内装裏打ち材等の、振動、衝撃、音等の緩和を目的とした部材が挙げられる。

より具体的には例えば、自動車等の車両の天井やドアパネル、床板等の鋼板部材に直接貼り付けて用いるデッドニング材や、外装や躯体を構成する鋼板部材と内装の樹脂部材との間に挟んで用いるダンピング材、クッション材等が挙げられる。

[0069] 上記建築部材としては、例えば、床下地材、防音壁用材料、天井材、樹脂製及び金属製瓦の裏打ち材等の、振動、衝撃、音等の緩和を目的とした部材が挙げられる。

より具体的には例えば、ガルバリウム鋼板（登録商標）からなる金属瓦に雨音対策として直接貼り付けるデッドニング材や、住宅床のフローリング材と下地材との間に挟み込んで使用する遮音マット等が挙げられる。

発明の効果

[0070] 本発明によれば、極めて高い遮音性能を発揮することができる樹脂発泡体、樹脂発泡体シート、粘着テープ、車両用部材及び建築部材を提供することができる。

発明を実施するための形態

[0071] 以下に実施例を挙げて本発明の態様を更に詳しく説明するが、本発明はこれ

ら実施例にのみ限定されるものではない。

[0072] (実施例1)

(1) 樹脂発泡体の製造

ポリビニルブチラール1 (PVB1) 100重量部に対して、可塑剤としてトリエチレングリコールジ-2-エチルヘキサノエート(3GO)を40重量部、熱分解型発泡剤としてセルマイクCE(三協化成社製、分解温度208℃)を9重量部加えて樹脂組成物を得た。得られた樹脂組成物を110℃にてミキシングロールで十分に混練した後、押出機により押出して、シート状体を得た。なお、PVB1は、水酸基の含有率34モル%、アセチル化度1.0モル%、ブチラール化度65モル%、平均重合度1650である。得られたシート状体を、オープン中、220℃の発泡温度にて熱分解型発泡剤を分解させることにより、シート状の樹脂発泡体(樹脂発泡体シート)を得た。得られた樹脂発泡体シートの厚みは4mmであった。

[0073] (2) 連続気泡率及び見掛け密度の測定

得られた樹脂発泡体について、JIS K 7138に準拠してピクノメータ法により連続気泡率を測定した。また、測定重量と寸法測定によって得られる見掛け体積とから計算する方法により見掛け密度を測定した。

[0074] (3) 1次反共振周波数の損失係数及び2次反共振周波数の測定

(3-1) JIS G0602による測定

JIS G0602に従って機械インピーダンス測定(MIM)により、20~60℃の範囲における1次反共振周波数の損失係数、及び、20~60℃の範囲における2次反共振周波数を測定した。

具体的には、幅12mm、長さ240mm、厚み1.6mmの鋼板2枚の間に、樹脂発泡体を両面テープ(積水化学工業社製、#5782)にて固定した積層サンプルを用いた中央加振法により、1次反共振周波数の損失係数及び2次反共振周波数を測定した。

[0075] (3-2) JIS K7391による測定

JIS K7391に従って機械インピーダンス測定(MIM)により、2

0～60℃の範囲における1次反共振周波数の損失係数、及び、20～60℃の範囲における2次反共振周波数を測定した。

具体的には、幅12mm、長さ240mm、厚み1.6mmの鋼板上に、樹脂発泡体を両面テープ（積水化学工業社製、#5782）にて固定した積層サンプルを用いた中央加振法により、1次反共振周波数の損失係数及び2次反共振周波数を測定した。

[0076] (3-3) ISO 16940による測定

ISO 16940に従って機械インピーダンス測定(MIM)により、0～50℃の範囲における1次反共振周波数の損失係数、及び、0～30℃の範囲における2次反共振周波数を測定した。

具体的には、幅25mm、長さ305mm、厚み2mmのガラス板2枚の間に、樹脂発泡体を両面テープ（積水化学工業社製、#5782）にて固定した積層サンプルを用いた中央加振法により、1次反共振周波数の損失係数及び2次反共振周波数を測定した。

[0077] (実施例2～4、比較例4)

熱分解型発泡剤、可塑剤の配合量を表1に示したようにした以外は実施例1と同様にして樹脂発泡体を製造し、1次反共振周波数の損失係数、及び、2次反共振周波数を測定した。

[0078] (実施例5)

ポリビニルブチラール1に代えてポリビニルブチラール2(PVB2)を用い、熱分解型発泡剤の配合量を表1に示したようにした以外は実施例1と同様にして樹脂発泡体を製造し、1次反共振周波数の損失係数、及び、2次反共振周波数を測定した。なお、PVB2は、水酸基の含有率23モル%、アセチル化度13モル%、ブチラール化度64モル%、平均重合度2400である。

[0079] (比較例1)

比較例として市販のポリエチレン発泡体（積水化学工業社製、ソフトロンS、発泡倍率30倍）を準備した。該ポリエチレン発泡体について、実施例1

と同様にして1次反共振周波数の損失係数、及び、2次反共振周波数を測定した。

[0080] (比較例2)

比較例として市販のエチレン-酢酸ビニル共重合体(EVA)発泡体(三福工業社製、ミツクフォームV10)を準備した。該EVA発泡体について、実施例1と同様にして1次反共振周波数の損失係数、及び、2次反共振周波数を測定した。

[0081] (比較例3)

比較例として市販のウレタンゲル(エクシールコーポレーション社製、エクシール)を準備した。該ウレタンゲルについて、実施例1と同様にして1次反共振周波数の損失係数、及び、2次反共振周波数を測定した。

[0082] (比較例5)

熱分解型発泡剤としてセルマイクCAP(三協化成社製、分解温度125℃)を用い、発泡温度を150℃とした以外は実施例1と同様にして樹脂発泡体を製造し、1次反共振周波数の損失係数、及び、2次反共振周波数を測定した。

[0083] (評価)

実施例及び比較例で得た樹脂発泡体について、以下の方法により評価を行った。

結果を表1、2に示した。

[0084] (遮音性能の評価1)

JIS A 1441に準拠する音響インテンシティ法により音響透過損失を測定した。測定温度は20℃、周波数範囲は100~10000Hzの1/3オクターブバンド毎とした。サンプルは、2mm厚のガラスで樹脂発泡体サンプル(厚み約4mm)を挟み込み、両面テープ(積水化学工業社製、#5782)にて固定、サイズ(開口面)500mm×500mm。入射パワーは残響室内5点の平均音圧レベルより算出し、透過パワーは測定エリア(500mm×500mm)の5×5=25点の音響インテンシティにより

算出した。

遮音性能について、以下の基準により評価した。

周波数－透過損失のグラフを作成し、低周波側の第一の極大値と隣り合う極小値との透過損失の差が7 dB以下の場合を「○」とし、透過損失の差が7 dBを超えた場合を「×」と評価した。

[0085] (遮音性能の評価2)

JIS A 1417-1に準拠する建築物及び建築部材の遮音性能の評価方法：空気音遮断性能により、空気音遮断性能について評価した。

測定温度は25℃、周波数範囲は31.5～4000Hzの1/1オクターブバンド毎とした。サンプルは、樹脂発泡体サンプル（厚み約4mm）を両面テープ（積水化学工業社製、#5782）にて石膏ボードに固定、サイズ（開口面）990mm×990mm。残響室側から、100dBの音圧にて音を発生させ、無響室側にて差圧を測定した。

遮音性能について、以下の基準により評価した。

1/1オクターブバンド周波数－音圧レベルのグラフを作成し、樹脂発泡体を載せていない状態に対して、DM値が平均で+1.0dB以上の場合を「○」、+1.0dB未満の場合を「×」とした。

[0086] (遮音性能の評価3)

JIS A 1417-1に準拠する建築物及び建築部材の遮音性能の評価方法：空気音遮断性能により、空気音遮断性能について評価した。

測定温度は25℃、周波数範囲は31.5～4000Hzの1/1オクターブバンド毎とした。サンプルは、アルミ（0.3mm）を両面テープ（積水化学工業社製、#5782）にて固定した樹脂発泡体（厚み約4mm）を用い、アルミが積層されていない面を両面テープ（積水化学工業社製、#5782）にて石膏ボードに固定、サイズ（開口面）990mm×990mm。残響室側から、100dBの音圧にて音を発生させ、無響室側にて差圧を測定した。

遮音性能について、以下の基準により評価した。

1 / 1 オクターブバンド周波数-音圧レベルのグラフを作成し、樹脂発泡体を載せていない状態に対して、DM値が平均で+2.0 dB 以上の場合を「○」、+2.0 dB 未満の場合を「×」とした。

[0087]

[表1]

				実施例1	実施例2	実施例3	実施例4	実施例5	
樹脂組成物	熱可塑性樹脂	種類	-	PVB1	PVB1	PVB1	PVB1	PVB2	
		含有量	重量部	100	100	100	100	100	
	可塑剤	種類	-	3GO	3GO	3GO	3GO	3GO	
		含有量	重量部	40	40	40	20	60	
	発泡剤	種類	-	セルマイクCE	セルマイクCE	セルマイクCE	セルマイクCE	セルマイクCE	
		含有量	重量部	9	4	17	9	8	
発泡温度			°C	220	220	220	220	220	
連続気泡率			%	86	54	85	63	90	
見掛け密度			kg/m ³	100	130	70	120	90	
発泡体	JIS G0602	1次反共振ピークの損失係数 (20~60°C最大値)	-	0.23	0.22	0.32	0.20	0.35	
		1次反共振ピークの損失係数 (20~60°C最小値)	-	0.06	0.06	0.11	0.06	0.13	
		2次反共振ピークの共振振動数 (20~60°C最大値)	Hz	580	630	580	720	580	
		2次反共振ピークの共振振動数 (20~60°C最小値)	Hz	330	400	320	430	320	
	JIS K7391	1次反共振ピークの損失係数 (20~60°C最大値)	-	0.018	0.018	0.025	0.009	0.031	
		1次反共振ピークの損失係数 (20~60°C最小値)	-	0.006	0.006	0.007	0.006	0.011	
		2次反共振ピークの共振振動数 (20~60°C最大値)	Hz	690	720	680	740	620	
		2次反共振ピークの共振振動数 (20~60°C最小値)	Hz	540	540	490	440	470	
	ISO 16940	1次反共振ピークの損失係数 (0~50°C最大値)	-	0.38	0.33	0.40	0.24	0.40	
		1次反共振ピークの損失係数 (0~50°C最小値)	-	0.19	0.16	0.21	0.16	0.20	
		2次反共振ピークの共振振動数 (0~30°C最大値)	Hz	780	500	550	490	560	
		2次反共振ピークの共振振動数 (0~30°C最小値)	Hz	520	350	340	320	300	
	評価	遮音評価1			○	○	○	○	○
		遮音評価2			○	○	○	○	○
		遮音評価3			○	○	○	○	○

[0088]

[表2]

				比較例1	比較例2	比較例3	比較例4	比較例5	
樹脂組成物	熱可塑性樹脂	種類	-	ポリエチレン発泡体	EVA発泡体	ウレタンゲル	PVB1	PVB1	
		含有量	重量部				100	100	
	可塑剤	種類	-				3GO	3GO	
		含有量	重量部				40	40	
	発泡剤	種類	-				セルマイクCE	セルマイクCAP	
		含有量	重量部				2	9	
発泡温度			°C	-	-	-	220	150	
連続気泡率			%	<5	<5	-	<5	<5	
見掛け密度			kg/m ³	25	110	1000	950	950	
発泡体	JIS G0602	1次反共振ピークの損失係数 (20~60°C最大値)		-	0.07	0.08	0.05	0.05	0.06
		1次反共振ピークの損失係数 (20~60°C最小値)		-	0.03	0.04	0.03	0.03	0.04
		2次反共振ピークの共振振動数 (20~60°C最大値)		Hz	570	560	510	560	570
		2次反共振ピークの共振振動数 (20~60°C最小値)		Hz	480	520	440	320	320
	JIS K7391	1次反共振ピークの損失係数 (20~60°C最大値)		-	0.007	0.007	0.004	0.007	0.009
		1次反共振ピークの損失係数 (20~60°C最小値)		-	0.002	0.002	0.002	0.003	0.003
		2次反共振ピークの共振振動数 (20~60°C最大値)		Hz	560	570	480	690	680
		2次反共振ピークの共振振動数 (20~60°C最小値)		Hz	540	560	460	450	450
	ISO 16940	1次反共振ピークの損失係数 (0~50°C最大値)		-	0.12	0.16	0.18	0.10	0.10
		1次反共振ピークの損失係数 (0~50°C最小値)		-	0.09	0.10	0.05	0.06	0.06
		2次反共振ピークの共振振動数 (0~30°C最大値)		Hz	580	580	410	1140	1140
		2次反共振ピークの共振振動数 (0~30°C最小値)		Hz	490	500	400	520	540
	評価	遮音評価1			×	×	×	×	×
		遮音評価2			×	×	×	×	×
		遮音評価3			×	×	×	×	×

[0089] (実施例6)

実施例1で得られた樹脂発泡体シートの片面に粘着剤層として、内装部材固定用両面テープ（積水化学工業社製、#5782）を貼り付けて片面粘着テープを得た。

得られた片面粘着テープは、実施例1記載の樹脂発泡体シートの柔軟性と遮音性を維持したまま粘着性を発揮することができた。

なお、遮音性測定時には、得られた片面粘着テープの内装部材固定用両面テープ（積水化学工業社製、#5782）が貼られている面はそのまま両面テープを新たに貼りつけることなく利用し、内装部材固定用両面テープが貼られていない面にのみ両面テープ（積水化学工業社製、#5782）を測定のために新たに貼り付けた。

[0090]（実施例7）

（1）アクリル系重合体の製造

反応容器の内に、n-ブチルアクリレート100重量部及びアクリル酸11重量部を導入しモノマー成分を得た。該モノマー成分を酢酸エチルに溶解して、還流点において、重合開始剤としてラウロイルパーオキサイド0.1重量部を添加し、70℃で5時間還流させて、重量平均分子量が72万のアクリル系重合体の溶液を得た。

[0091]（2）粘着剤組成物及び粘着テープの製造

得られたアクリル系重合体溶液に、アクリル系重合体溶液の不揮発分であるアクリル系重合体100重量部に対して、分子量600以下の成分の含有量が13%である重合ロジンエステル系粘着付与樹脂（軟化点140℃）を6.3重量部、及び、架橋剤として金属キレート系架橋剤であるアルミニウムキレートを0.054重量部となるように加えた。その後、均一に混合して粘着剤組成物を得た。

次いで、得られた該粘着剤組成物を、実施例1で得られた樹脂発泡体シートの片面に塗布した後、120℃で5分乾燥させ、樹脂発泡体シートの片面に厚さ60μmの粘着剤層が積層された片面粘着テープを得た。

得られた片面粘着テープは、実施例1記載の樹脂発泡体シートの柔軟性と遮

音性を維持したまま粘着性を発揮することができた。また、粘着後1カ月が経過しても粘着性が低下することもなかった。

なお、遮音性測定時には、得られた片面粘着テープの粘着剤層が積層された面はそのまま両面テープを新たに貼りつけることなく利用し、粘着剤層が積層されていない面にのみ両面テープ（積水化学工業社製、#5782）を測定のために新たに貼り付けた。

[0092] （評価）

実施例6、7で得た片面粘着テープについて、以下の方法により評価を行った。

[0093] （耐可塑剤性評価）

（1）試験体準備

実施例6、7で得られた片面粘着テープを、幅25mm×長さ150mmに切り出し、JIS G4305に規定するSUS304（表面BA仕上げ）に、JIS Z0237に準じて2kgゴムローラーを10mm/秒の速度で1往復させ圧着した。

[0094] （2）初期粘着力の測定

上記試験体準備で得た片面粘着テープを、23℃、50%RHにて圧着から20分間放置した後、JIS Z0237に準じて、90度剥離試験を試験数3にて実施し、平均値を初期粘着力（N/25mm）とした。なお、剥離速度は300mm/分であった。

[0095] （3）経時粘着力の測定

上記試験体準備で得た試験体を60℃の雰囲気下で72時間放置し、ついで23℃、50%RHにて30分間放置した後、JIS Z0237に準じ、90度剥離試験を試験数3にて実施し、平均値を経時粘着力（N/25mm）とした。

[0096] （4）粘着力維持率の評価

上記で得られた初期粘着力及び経時粘着力を用いて、以下の式により粘着力維持率（%）を算出した。

粘着力維持率 (%) = 100 × (経時粘着力 / 初期粘着力)

[0097] 上記評価の結果、実施例7で得られた片面粘着テープの粘着力維持率は、実施例6で得られた片面粘着テープの粘着力維持率に比較して、大幅に改善されていた。

産業上の利用可能性

[0098] 本発明によれば、極めて高い遮音性能を発揮することができる樹脂発泡体、樹脂発泡体シート、粘着テープ、車両用部材及び建築部材を提供することができる。

請求の範囲

- [請求項1] 熱可塑性樹脂と可塑剤を含有し、多数の気泡を有する樹脂発泡体であって、
J I S G 0 6 0 2 に従って機械インピーダンス測定 (M I M) により測定される 2 0 ~ 6 0 ° C の範囲における 1 次反共振周波数の損失係数の最小値が 0 . 0 5 以上、かつ、2 0 ~ 6 0 ° C の範囲における 2 次反共振周波数が 3 0 0 ~ 8 0 0 H z であることを特徴とする樹脂発泡体。
- [請求項2] 熱可塑性樹脂と可塑剤を含有し、多数の気泡を有する樹脂発泡体であって、
J I S K 7 3 9 1 に従って機械インピーダンス測定 (M I M) により測定される 2 0 ~ 6 0 ° C の範囲における 1 次反共振周波数の損失係数の最小値が 0 . 0 0 5 以上、かつ、2 0 ~ 6 0 ° C の範囲における 2 次反共振周波数が 3 0 0 ~ 8 0 0 H z であることを特徴とする樹脂発泡体。
- [請求項3] 熱可塑性樹脂と可塑剤を含有し、多数の気泡を有する樹脂発泡体であって、
I S O 1 6 9 4 0 に従って機械インピーダンス測定 (M I M) により測定される 0 ~ 5 0 ° C の範囲における 1 次反共振周波数の損失係数の最大値が 0 . 2 0 以上、かつ、0 ~ 3 0 ° C の範囲における 2 次反共振周波数が 8 0 0 H z 以下であることを特徴とする樹脂発泡体。
- [請求項4] I S O 1 6 9 4 0 に従って機械インピーダンス測定 (M I M) により測定される 0 ~ 5 0 ° C の範囲における 1 次反共振周波数の損失係数の最大値が 0 . 2 4 以上であることを特徴とする請求項 3 記載の樹脂発泡体。
- [請求項5] 粘着剤を含有することを特徴とする請求項 1、2、3 又は 4 記載の樹脂発泡体。

- [請求項6] 請求項1、2、3、4又は5記載の樹脂発泡体からなることを特徴とする樹脂発泡体シート。
- [請求項7] 請求項6記載の樹脂発泡体シートと、該樹脂発泡体シートの少なくとも一方の面に形成された粘着剤層とを有することを特徴とする粘着テープ。
- [請求項8] 請求項1、2、3、4若しくは5記載の樹脂発泡体、請求項6記載の樹脂発泡体シート、又は、請求項7記載の粘着テープを用いたことを特徴とする車両用部材。
- [請求項9] 請求項1、2、3、4若しくは5記載の樹脂発泡体、請求項6記載の樹脂発泡体シート、又は、請求項7記載の粘着テープを用いたことを特徴とする建築部材。

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2018/025476

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl. C08J9/06(2006.01) i, B32B5/18(2006.01) i, B32B27/00(2006.01) i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl. C08J9/00-9/42, B29C44/00-44/60;67/20, C09J7-00-7/04,
B32B1/00-43/00, C08K3/00-13/08, C08L1/00-101/14

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Published examined utility model applications of Japan	1922-1996
Published unexamined utility model applications of Japan	1971-2018
Registered utility model specifications of Japan	1996-2018
Published registered utility model applications of Japan	1994-2018

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 58-168549 A (BRIDGESTONE TIRE CO., LTD.) 04 October 1983, entire text (Family: none)	1-9
A	JP 5-294681 A (SEKISUI CHEMICAL CO., LTD.) 09 November 1993, entire text (Family: none)	1-9
A	WO 2016/158882 A1 (KURARAY CO., LTD.) 06 October 2016, entire text & US 2018/0104931 A1 & EP 3275934 A1 & CN 107406653 A & KR 10-2017-0131445 A	1-9

Further documents are listed in the continuation of Box C.

See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

“A” document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
 “E” earlier application or patent but published on or after the international filing date
 “L” document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
 “O” document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
 “P” document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

“T” later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
 “X” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
 “Y” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
 “&” document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
28 September 2018 (28.09.2018)

Date of mailing of the international search report
09 October 2018 (09.10.218)

Name and mailing address of the ISA/
Japan Patent Office
3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku,
Tokyo 100-8915, Japan

Authorized officer

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2018/025476

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2017-052698 A (SEKISUI CHEMICAL CO., LTD.) 16 March 2017, entire text & JP 2013-67562 A & JP 2015-155367 A & US 2013/0157065 A1 & US 2014/0315028 A1 & WO 2012/008582 A1 & EP 2594539 A1 & EP 3056340 A1 & CN 103003218 A & CN 105196659 A & HK 1213845 A	1-9
A	JP 2005-072042 A (FUJI PHOTO FILM CO., LTD.) 17 March 2005, entire text (Family: none)	1-9
A	制振材料とその性能測定について [online], 株式会社 小野測器, 17 October 2003, [retrieval date 27 September 2018], Internet, [https://www.onosokki.co.jp/HP-WK/c_support/newreport/damp/damp_4.htm], non-official translation (Regarding damping material and its performance measurement, ONO SOKKI CO., LTD.)	1-9

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（IPC））
 Int.Cl. C08J9/06(2006.01)i, B32B5/18(2006.01)i, B32B27/00(2006.01)i

B. 調査を行った分野
 調査を行った最小限資料（国際特許分類（IPC））
 Int.Cl. C08J9/00-9/42, B29C44/00-44/60;67/20, C09J7-00-7/04, B32B1/00-43/00, C08K3/00-13/08, C08L1/00-101/14

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの
 日本国実用新案公報 1922-1996年
 日本国公開実用新案公報 1971-2018年
 日本国実用新案登録公報 1996-2018年
 日本国登録実用新案公報 1994-2018年

国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
A	JP 58-168549 A（ブリヂストンタイヤ株式会社）1983.10.04, 文献全体（ファミリーなし）	1-9
A	JP 5-294681 A（積水化学工業株式会社）1993.11.09, 文献全体（ファミリーなし）	1-9
A	WO 2016/158882 A1（株式会社クラレ）2016.10.06, 文献全体 & US 2018/0104931 A1 & EP 3275934 A1 & CN 107406653 A & KR 10-2017-0131445 A	1-9

☑ C欄の続きにも文献が列挙されている。 ☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー	の日の後に公表された文献
「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの	「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの	「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す）	「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献	「&」同一パテントファミリー文献
「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願	

国際調査を完了した日 28.09.2018	国際調査報告の発送日 09.10.2018
--------------------------	--------------------------

国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁（ISA/J P） 郵便番号100-8915 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号	特許庁審査官（権限のある職員） 大村 博一 電話番号 03-3581-1101 内線 3430	4 F	3973
--	---	-----	------

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
A	JP 2017-052698 A (積水化学工業株式会社) 2017.03.16, 文献全体 & JP 2013-67562 A & JP 2015-155367 A & US 2013/0157065 A1 & US 2014/0315028 A1 & WO 2012/008582 A1 & EP 2594539 A1 & EP 3056340 A1 & CN 103003218 A & CN 105196659 A & HK 1213845 A	1 - 9
A	JP 2005-072042 A (富士写真フイルム株式会社) 2005.03.17, 文献全体 (ファミリーなし)	1 - 9
A	制振材料とその性能測定について [online], 株式会社 小野測器, 2003.10.17, [平成30年9月27日検索], インターネット, [https://www.onosokki.co.jp/HP-WK/c_support/newreport/damp/damp_4.htm]	1 - 9