

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第5203944号
(P5203944)

(45) 発行日 平成25年6月5日 (2013.6.5)

(24) 登録日 平成25年2月22日 (2013.2.22)

(51) Int. Cl.

F I

C O 8 J 9/224 (2006.01)

C O 8 J 9/224 C E T

C O 8 J 9/228 (2006.01)

C O 8 J 9/228

請求項の数 9 (全 10 頁)

(21) 出願番号 特願2008-527431 (P2008-527431)
 (86) (22) 出願日 平成18年8月9日 (2006.8.9)
 (65) 公表番号 特表2009-506149 (P2009-506149A)
 (43) 公表日 平成21年2月12日 (2009.2.12)
 (86) 国際出願番号 PCT/EP2006/065174
 (87) 国際公開番号 W02007/023089
 (87) 国際公開日 平成19年3月1日 (2007.3.1)
 審査請求日 平成21年7月17日 (2009.7.17)
 (31) 優先権主張番号 102005039976.2
 (32) 優先日 平成17年8月23日 (2005.8.23)
 (33) 優先権主張国 ドイツ (DE)
 (31) 優先権主張番号 06112265.1
 (32) 優先日 平成18年4月5日 (2006.4.5)
 (33) 優先権主張国 欧州特許庁 (EP)

(73) 特許権者 508020155
 ビーエーエスエフ ソシエタス・ヨーロピア
 BASF SE
 ドイツ連邦共和国 ルートヴィヒスハーフェン (番地なし)
 D-67056 Ludwigshafen, Germany
 (74) 代理人 100100354
 弁理士 江藤 聡明
 (72) 発明者 アルメンディンガー, マルクス
 ドイツ、67480、エーデンコーベン、
 イン、デン、ゼメルエケルン、17

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 発泡成形体の製造方法、これにより得られた発泡体及びその使用法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

- a) 発泡性スチレンポリマーを予備発泡させて発泡粒子を形成する工程、
 b) 前記発泡粒子をポリマー溶液又はポリマー水分散液で被覆する工程、及び
 c) 被覆された発泡粒子を金型に導入し、水蒸気の不存在下に、加圧して焼結する工程

を含み、ポリマーの前記被覆における被覆物が、珪酸アルカリ金属塩、金属水酸化物、
 金属塩水和物、又は金属酸化物の水和物を含むことを特徴とする発泡成形体の製造方法。

【請求項 2】

金型の容量を小さくすることにより加圧を行うことを特徴とする請求項1に記載の製造方法。

【請求項 3】

金型に加熱空気を噴射することを特徴とする請求項 1 又は 2 に記載の製造方法。

【請求項 4】

金型にマイクロ波エネルギーを照射することにより焼結を行うことを特徴とする請求項 1 ~ 3 のいずれか 1 項に記載の製造方法。

【請求項 5】

圧力を $0.5 \sim 30 \text{ kg/cm}^2$ の範囲に設定することを特徴とする請求項 1 ~ 4 のいずれか 1 項に記載の製造方法。

【請求項 6】

10

20

金型を30～90の範囲の温度に加熱することを特徴とする請求項1～5のいずれか1項に記載の製造方法。

【請求項7】

ポリマーの前記被覆における被覆物が、無機充填材を含み、かつガラス転移温度が-60～+60の範囲にあるポリマーフィルムから成ることを特徴とする請求項1～6のいずれか1項に記載の製造方法。

【請求項8】

ポリマーの前記被覆における被覆物が、バインダーとしてアクリル樹脂を含むことを特徴とする請求項1～7のいずれか1項に記載の製造方法。

【請求項9】

水含有率が40～90質量%の水ガラス水溶液40～80質量部と、
水含有率が0～30質量%の水ガラス粉体20～60質量部と、
固体含有率が10～60質量%のポリマー分散液5～40質量部と、
を混合することにより、又は
水酸化アルミニウム含有率が10～90質量%の水酸化アルミニウム懸濁液20～95質量部と、
固体含有率が10～60質量%のポリマー分散液5～40質量部と、
を混合することにより前記ポリマーの被覆を得ることを特徴とする請求項1～8の何れか1項に記載の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、ポリマー被覆を有する予備発泡した発泡粒子から発泡成形体を製造する方法、この製造方法により得られた発泡成形体、及びその使用法に関する。

【背景技術】

【0002】

発泡フォームは、通常、予備発泡した発泡性ポリスチレン粒子（EPS）又は発泡ポリプロピレン粒子（EPP）を閉鎖した金型に装填し、これを蒸気を用いて焼結することにより得られる。更に発泡させ、相互に十分に融着した発泡成形体を形成するためには、予備発泡後の発泡粒子は僅かな残留量の発泡剤を含んでいなければならない。このため、予備発泡後の発泡粒子はあまり長く保管してはならない。更に、使用されなくなった発泡フォームを粉砕した再利用材料は、更に発泡性を有さないため、新たな発泡成形体を製造するためには、その少量のみを混合することができる。

【0003】

WO00/050500には、珪酸ナトリウム水溶液及び高分子量酢酸ビニルポリマーラテックスと混合することにより得られた予備発泡ポリスチレン粒子を含む難燃性フォームであって、金型に注入し、振とう下に空気乾燥するフォームについての記載がある。同方法によると、何点かでのみ相互に接着／結合したポリスチレンの流動床充填材のみが製造可能であり、得られた材料の機械的強度は不満足なものに過ぎない。

【0004】

WO2005/105404には発泡成形体を製造するためのエネルギー節約方法が記載されている。同方法では、予備発泡粒子を、発泡性ポリマーよりも低い軟化点を有する樹脂溶液で被覆する。次いで、被覆された発泡粒子は、外圧の付加により、又は一般に加熱蒸気により生ずる発泡粒子の後発泡により金型内で相互に融着する。ここで、被覆に含まれる水溶性成分は洗い流される。導入部では他の部分よりも高温であること、及び蒸気の冷却、凝縮により、全発泡体の発泡粒子の融着状態と密度には変動（ムラ）が生ずる。更に、蒸気が凝縮して、各発泡粒子の間の隙間に取り込まれることがある。

【0005】

【特許文献1】WO00/050500

【特許文献2】WO2005/105404

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

本発明は上記事情に鑑みてなされたものであり、その目的は上記不具合を解消し、均一な密度分布と優れた機械特性を有する発泡成形体を製造するための簡単で、エネルギー節約可能な方法を提供することにある。

【課題を解決するための手段】

【0007】

上記目的を達成するため、本発明者等は予備発泡した発泡粒子から発泡成形体を製造する方法であって、ポリマー被覆を有する発泡粒子を加圧下に、金型内で、蒸気を用いずに焼結することの特徴とする製造方法を見出した。

10

【発明を実施するための最良の形態】

【0008】

発泡成形体としては、発泡ポリオレフィン、例えば発泡ポリエチレン（EPE）又は発泡ポリプロピレン（EPP）又は発泡性スチレンポリマーの予備発泡粒子、特に発泡性ポリスチレン（EPS）を用いることができる。発泡粒子の平均粒径は一般に2～10mmである。発泡成形体の嵩密度は、DIN EN ISO 60に準じた測定により、通常5～50kg/m³、好ましくは5～40kg/m³、特に8～16kg/cm³である。

【0009】

スチレンポリマーによる発泡粒子は、EPSを、予備発泡器中、加熱空気又は蒸気により所望の密度に予備発泡することにより得られる。加圧予備発泡器又は連続式予備発泡器で一回又は複数回予備発泡することに、最終嵩密度10g/リットルが得られる。

20

【0010】

本発明の製造方法は、

- a) 発泡性スチレンポリマーを予備発泡させて発泡粒子を形成する工程、
- b) 発泡粒子をポリマー溶液又はポリマー水性分散液で被覆する工程、及び
- c) 被覆された発泡粒子を金型に導入し、水蒸気の不存在下に、加圧して焼結する工程

、
を含むことが好ましい。

【0011】

30

高い断熱性能により、不透熱性固体、例えばカーボンブラック、アルミニウム、又はグラファイトを含む、予備発泡した発泡性スチレンポリマーを用いると特に好ましい。特に、平均粒径1～50μmのグラファイトをEPSに対して0.1～10質量%、特に2～8質量%の量で含む予備発泡した発泡性スチレンポリマーを用いると好ましい。これについては、例えばEP-B 981 574及びEP-B 981 574により公知である。

【0012】

ポリマー発泡粒子は難燃剤、例えば1～6質量%の有機臭素化合物、例えばヘキサブロモシクロデカン（HBCD）、及び必要に応じて0.1～0.5質量%のピクミル又は過酸化物を含んでも良い。しかしながら、ポリマー被覆中には、難燃剤のみ、特にハロゲン不含有難燃剤のみが含まれると好ましい。

40

【0013】

再利用(再生)による発泡成形体から得られた粉碎された発泡粒子を本発明の製造法に使用することも可能である。本発明の発泡成形体の製造では、粉碎された再生発泡材料を100%の割合で用いても、或いは2～90質量%、特に5～25質量%として、これを新たな製品と一緒に用いてもよい。再生発泡材料を使用しても発泡成形体の強度及び機械的特性を大きく損なうことはない。

【0014】

一般に、被覆は-60～+100の範囲の1又は複数のガラス転移温度を有するポリマーフィルムを含むが、場合により更に充填材（フィラー）が埋設されていても良い。ポリマーフィルムのガラス転移温度は、-30～+80の範囲であると好ましく、更

50

に - 10 ~ + 60 であると特に好ましい。ガラス転移温度は示差走査熱量測定 (DSC) により測定可能である。ポリマーフィルムの分子量は、ゲル透過型クロマトグラフィー (GPC) の測定により、400000 g / モル未満であると好ましい。

【0015】

発泡粒子を被覆する場合には、慣用の混合器、噴霧装置、浸漬装置、又はドラム装置において、慣用の方法、例えば発泡粒子のポリマー溶液又はポリマー分散液での噴霧、浸漬、又は湿潤方法を用いても、或いは固体ポリマー又は固体上に取り込まれたポリマーをドラム施与してもよい。

【0016】

被覆用に適するポリマーには、例えばビニル芳香族モノマー、例えば - メチルスチレン、エチルスチレン、tert - ブチルスチレン、ビニルスチレン、ビニルトルエン、1, 2 - ジフェニルエチレン、1, 1 - ジフェニルエチレン、アルケン、例えばエチレン又はプロピレン、ジエン、例えば 1, 3 - ブタジエン、1, 3 - ペンタジエン、1, 3 - ヘキサジエン、2, 3 - ジメチルブタジエン、イソプレン、ピペリレン又はイソプレン、
、 - 不飽和カルボン酸、例えばアクリル酸及びメタクリル酸、これらのエステル、特にアルキルエステル、例えばアクリル酸の C₁ - C₁₀ アルキルエステル、特にブチルエステル、好ましくは n - アクリル酸ブチル、メタクリル酸 C₁ - C₁₀ アルキルエステル、特にメタクリル酸メチル (MMA)、カルボキサミド、例えばアクリルアミド及びメタクリルアミド等のモノマーから得られたポリマーがある。

【0017】

ポリマーは、場合により、1 ~ 5 質量% のモノマー、例えば (メタ) アクリロニトリル、(メタ) アクリルアミド、ウレイド (メタ) アクリレート、2 - ヒドロキシエチル (メタ) アクリレート、3 - ヒドロキシプロピル (メタ) アクリレート、アクリルアミドプロパンスルホン酸、メチロールアクリルアミド、又はビニルスルホン酸のナトリウム塩を含んでも良い。

【0018】

被覆ポリマーは、スチレン、ブタジエン、アクリル酸、メタクリル酸、メタクリル酸、アクリル酸 C₁ - C₄ アルキルエステル、メタクリル酸 C₁ - C₄ アルキルエステル、アクリルアミド、メタクリルアミド及びメチロールアクリルアミドの 1 種類以上のモノマーから得られると好ましい。

【0019】

ポリマー被覆に用いられる好ましいバインダーは、アクリレート樹脂であり、発泡粒子に対してポリマーの水分散液として施与すると好ましい。場合により、セメント、石灰セメント、石膏プラスターを基剤とする水硬化性バインダーと一緒に用いてもよい。適するポリマー分散液は、WO 00/50480 に記載されているように、例えばエチレン性不飽和モノマー、例えばスチレン、アクリレート、又はメタクリレートのラジカル乳化重合により得られる。

【0020】

特に好ましくは、純粋なアクリレート又はスチレン - アクリレート、すなわちモノマーのスチレン、n - ブチルアクリレート、メチルメタクリレート (MMA)、メタクリル酸、アクリルアミド又はメチロールアクリルアミドから構成されるポリマーが使用される。

【0021】

ポリマー分散液は、好ましくは水性相を用いた公知方法、例えば乳化重合、懸濁重合、または分散重合により製造される。更に、溶液重合又は塊状重合によりポリマーを製造し、場合によりこれを粉碎し、次いで慣用の方法により水にポリマー粒子を分散してもよい。本発明の重合には開始剤、乳化剤又は懸濁助剤、又は上記各重合方法において慣用の調整剤又は助剤を用いることができる。重合は、慣用の反応器中で重合を行う場合の一般的な温度及び圧力により、連続法により又はバッチ法により行われる。

【0022】

ポリマー被覆は、無機フィラー、例えば顔料又は難燃剤等の添加剤を含んでも良い。添

10

20

30

40

50

加剤（無機フィラーの場合）の含有割合は、添加剤の種類及び所望の効果に応じて決定するが、無機添加剤の場合には添加剤を含んだポリマー被覆に対して一般に10～99質量%、好ましくは20～98質量%とされる。

【0023】

被覆混合物は、水ガラス等の水結合物質を含むことが好ましい。これにより、ポリマー分散液からのフィルム形成が良好となり、フィルム形成速度も向上する。この結果、発泡成形体の硬化が迅速に行われる。

【0024】

ポリマー被覆は、難燃剤、例えば発泡性グラファイト、ホウ酸塩、特にホウ酸亜鉛、メラミン化合物又はリン化合物、又は膨張性組成物を含む。膨張性組成物は、通常80～100の高温で作用することにより膨張、膨潤又は発泡し、ポリマー被覆内部の断熱性発泡粒子を火災と熱から保護する断熱/耐熱フォームを形成する。難燃剤又は膨張性組成物の使用量は、ポリマー被覆に対して、通常2～99質量%、好ましくは5～98質量%である。

【0025】

難燃剤、特にハロゲン化難燃剤を含まない発泡粒子を用い、被覆に難燃剤を用いる場合にも、優れた火災防止効果を得ることも可能である。また、ポリマー被覆中に難燃剤を含む場合は難燃剤が発泡粒子の表面に集中して、熱や火災の作用により堅固なネットワークを形成するため、難燃剤の使用量を比較的少量とすることができる。

【0026】

ポリマー被覆は、化学的な結合水を含むか、又は40を超過する温度で脱水する膨張性組成物、例えば珪酸アルカリ金属塩、金属水酸化物、金属塩水和物、及び金属酸化物水和物を添加物として含むと特に好ましい。

【0027】

上記被覆を有する発泡粒子を加工することにより、優れた火災耐性を有し、かつDIN 4102によるクラスBに相当する燃焼挙動(burning behavior)を示す発泡成形体を製造することが可能である。

【0028】

適当な金属水酸化物は、特に、周期表第2族（アルカリ金属）、及び周期表13族（ホウ素族）の金属水酸化物である。水酸化マグネシウム及び水酸化アルミニウムが好ましく使用され、水酸化アルミニウムが特に好ましく用いられる。

【0029】

適する金属塩の水和物は、結晶構造に結晶水が組み込まれた全ての金属塩である。同様に、適する金属酸化物の水和物は、その結晶構造に結晶水が組み込まれた全ての金属酸化物である。式単位ごとの結晶水の分子数は、最大限度、又はこれを下回る数であっても良い。例えば硫酸銅五水和物、三水和物又は一水和物が使用される。結晶水の他に、金属塩水和物又は金属酸化物水和物は更に構造水を含んでも良い。

【0030】

好ましい金属塩水和物は、金属ハロゲン化物（特に塩化物）、硫酸塩、カルボン酸塩、リン酸塩、硝酸塩又はホウ酸塩の水和物である。適する金属塩の水和物の具体例は、硫酸マグネシウム十水和物、硫酸ナトリウム十水和物、硫酸銅五水和物、硫酸ニッケル七水和物、塩化コバルト(II)六水和物、塩化クロム(III)六水和物、炭酸ナトリウム十水和物、塩化マグネシウム六水和物、ホウ酸錫水和物である。硫酸マグネシウム十水和物及びホウ酸錫水和物が特に好ましい。

【0031】

使用可能な他の金属塩水和物は複塩又は明礬、例えば $M^I M^{III} (SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ で示される金属塩水和物である。ここで、 M^I の例はカリウム、ナトリウム、ルビジウム、セシウム、アンモニウム、タリウム、又はアルミニウムイオンであり、 M^{III} の例はアルミニウム、ガリウム、インジウム、スカンジウム、チタン、バナジウム、クロム、マンガン、鉄、コバルト、ロジウム又はイリジウムである。

【 0 0 3 2 】

適する金属酸化物の水和物は、例えば酸化アルミニウム水合物、及び好ましくは酸化亜鉛水合物又は三酸化ホウ素水合物である。

【 0 0 3 3 】

好ましいポリマー被覆は、

水含有率が 4 0 ~ 9 0 質量%、好ましくは 5 0 ~ 7 0 質量%の水ガラス水溶液 4 0 ~ 8 0 質量部、好ましくは 5 0 ~ 7 0 質量部と、

水含有率が 0 ~ 3 0 質量%、好ましくは 1 ~ 2 5 質量%の水ガラス粉体 2 0 ~ 6 0 質量部、3 0 ~ 5 0 質量部と、

固体含有率が 1 0 ~ 6 0 質量%、好ましくは 2 0 ~ 5 0 質量%のポリマー分散液 5 ~ 4 0 質量部、好ましくは 1 0 ~ 3 0 質量部と、

を混合することにより、又は

水酸化アルミニウム含有率が 1 0 ~ 9 0 質量%、好ましくは 2 0 ~ 7 0 質量%の水酸化アルミニウム懸濁液 2 0 ~ 9 5 質量部、好ましくは 4 0 ~ 9 0 質量部と、

固体含有率が 1 0 ~ 6 0 質量%、好ましくは 2 0 ~ 5 0 質量%のポリマー分散液 5 ~ 4 0 質量部、好ましくは 1 0 ~ 3 0 質量部と、

を混合することにより得られる。

【 0 0 3 4 】

本発明の方法では、可動パンチで金型の容量を縮小する等により、圧力を発生させる。ここでの圧力は、一般に $0.5 \sim 30 \text{ kg/cm}^2$ の範囲に設定される。このため、被覆を有する発泡粒子の混合物を開放された金型に導入する。そして、金型を閉鎖した後、上述のパンチにより発泡粒子を加圧し、これにより発泡粒子の間の空気を放出させて隙間容量を減少させる。発泡粒子をポリマー被覆で結合することにより発泡成形体得られる。

【 0 0 3 5 】

金型は発泡体の所望のサイズに応じた形態とされる。材料の装填程度は、特に、得ようとする成形体の所望の密度に応じて決定される。発泡体の板体を形成する場合には、単純な箱型の金型を使用することができる。更に複雑な形態を得るためには、金型に装填された粒子を圧縮することにより不要な空隙の発生を回避することが必要な場合もある。圧縮は、金型の振とう、転がし動作(tumbling motion)又は他の適当な方法により行われる。

【 0 0 3 6 】

結合を促進するためには、加熱空気を金型に対して噴射するか、金型を加熱してもよい。本発明では、金型に蒸気を導入しないため、発泡粒子のポリマー被覆に含まれる水溶性成分が洗い流されることはなく、間隙に凝縮した水が生ずることもない。しかしながら、金型を加熱するために、油又は蒸気等の所望の熱伝達媒体を用いることが可能である。加熱空気又は金型は 2 0 ~ 1 2 0 °C、好ましくは 3 0 ~ 9 0 °C の範囲に加熱される。

【 0 0 3 7 】

上述の方法に代えて、又は上述の方法と併用して、マイクロ波エネルギーを金型に照射することにより焼結を行っても良い。ここで、マイクロ波は一般に 0.85 ~ 100 GHz、好ましくは 0.9 ~ 10 GHzであり、照射時間は通常 0.1 ~ 15 分とされる。

【 0 0 3 8 】

8 0 ~ 1 5 0 °C の加熱空気をを用いる場合、又はマイクロ波エネルギーを金型に照射する場合、通常は 0.1 ~ 1.5 バールのゲージ圧が生ずる。このため、本発明の方法は、外圧を付加することも、金型の容量を低下することなく行うこともできる。マイクロ波又は比較的高温により生ずる内的圧力により、発泡粒子は更に容易に発泡可能とされるため、ポリマー被覆を介した癒着の他に発泡粒子の軟化の結果として相互の融着が生ずる。これにより、各発泡粒子の間の間隙が消失する。結合を促進するために、更に上述の熱伝導媒体によって金型を加熱しても良い。

【 0 0 3 9 】

ポリウレタンフォームの製造に用いられる二重ベルト装置は、本発明の発泡成形体の連続的製造にも好適に用いられる。例えば予備発泡し、被覆を有する発泡粒子を二重ベルト

10

20

30

40

50

(穿孔を有しても良い)の下方ベルト上に載置し、二重の金属ベルトにより加圧下又は非加圧下に加工し、連続した形状の発泡板体を得ることができる。本発明の一実施の形態では、二本のベルトの間の容積を徐々に減少させると良い。この結果、ベルト間で製品が圧縮され、発泡粒子の間の間隙が消失する。硬化帯域を経て、連続板体を得られる。他の実施の形態では、ベルト間の容積を一定に保ち、ベルトを加熱空気又はマイクロ波照射帯域に通過させ、これらの帯域で発泡粒子を更に発泡させる。この場合にも、間隙が消失し、連続形状の板体を得られる。上記二種類の連続的製法を結合して用いることも可能である。

【0040】

発泡板体の厚さ、長さ、及び幅は、広範囲に変更可能であり、使用する器具の大きさや型締め力(closure force)が制限される。発泡板体の厚さは、通常1～500mm、好ましくは10～300mmである。

10

【0041】

DIN 53420に準じて測定した発泡成形体の密度は10～120kg/m³、好ましくは20～90kg/m³である。本発明の方法により、全断面に亘り均一密度を有する発泡成形体を得ることが可能となる。表面層の密度は発泡成形体の内部領域の密度とほぼ対応する。本発明の方法は、板体、ブロック、管状体、棒状体、異形材等の単純な又は複雑な発泡成形体を製造するために適している。板体、又は後の段階で鋸等により切断して板体上とすることが可能なブロックを製造することが好ましい。これらは、例えば外壁の断熱用に建物や建造物に適用可能である。本発明の発泡成形体は、サンドウィッチ素子、例えば低温貯蔵所又は倉庫に使用される構造断熱パネル(SIP: structural insulation panel)を製造するためのコア層として用いられると特に好ましい。

20

【0042】

他の用途としては、木材のパレット、天井パネル、断熱容器、移動住宅の交換用のフォーム製パレットがある。難燃剤を用いたフォームは航空貨物にも好適に使用される。

【実施例】

【0043】

被覆混合物B1の製造：

40質量部の水ガラス粉体(Portil N)を、60質量部の水ガラス溶液(Woellner社製、珪酸ナトリウム38/40、固体含有率：36%、密度：1.37、モル比：SiO₂：Na₂O=3.4)に攪拌しながら一度に少量ずつ添加し、混合物を約3～5分間均質化した。次いで、10部のアクリレート分散液(Acronal S790、固体含有率：約50%)を攪拌下に添加した。

30

【0044】

被覆混合物B2の製造：

40質量部の水ガラス粉体(Portil N)を、60質量部の水ガラス溶液(Woellner社製、珪酸ナトリウム38/40、固体含有率：36%、密度：1.37、モル比：SiO₂：Na₂O=3.4)に攪拌しながら一度に少量ずつ添加し、混合物を約3～5分間均質化した。次いで、20部のアクリレート分散液(Acronal S790、固体含有率：約50%)を攪拌下に添加した。

40

【0045】

ポリスチレン発泡粒子I(密度：10g/リットル)

発泡性ポリスチレン(Neopor(登録商標)2200、BASF社製、原料粒径：1.4～2.3mm)を、連続式予備発泡器で、約18g/リットルの密度まで予備発泡させた。約4時間の中間貯蔵時間の後、上記予備発泡器で所望の密度まで更に発泡させた。予備発泡したポリスチレン粒子の粒径は6～10mmの範囲にあった。

【0046】

ポリスチレン発泡粒子II(密度：15g/g)

発泡性ポリスチレン(Neopor(登録商標)2200、BASF社製、原料粒径：1.4～2.3mm)を連続式予備発泡器で約15g/リットルの密度に予備発泡させた。

【0047】

50

[容量縮小を伴う加圧]

[実施例 1]

ポリスチレン発泡粒子 I を被覆混合物 B 1 により、混合器中、質量比 1 : 4 で被覆した。被覆したポリスチレン発泡粒子を、70 に加熱されたテフロン（登録商標）被覆を有する金型に装填し、当初の容量の 50 % までパンチで加圧した。70 で 30 分間硬化させた後、発泡成形体を金型から取り出した。更に調整するために、成形体を環境温度で数日間保管した。保管後の成形体の密度は 78 g / リットルであった。

【 0 0 4 8 】

[実施例 2]

ポリスチレン発泡粒子として、平均密度 18 g / リットルであり、被覆混合物 B 2 により質量比 1 : 2 で被覆された再生発泡ポリスチレンフォームを用いた以外は実施例 1 と同様の操作を繰り返した。貯蔵後の成形体密度は 78 g / リットルであった。

【 0 0 4 9 】

[実施例 3]

混合器中で、ポリスチレン発泡粒子 I I を被覆混合物 B 2 で質量比 1 : 2 の割合で被覆した。これにより得られた被覆を有するポリスチレン発泡粒子をテフロン（登録商標）被覆を有する金型に装填し、開閉可能なスリットから加熱空気（110、0.8 バール（ゲージ圧））を噴射した。これにより発泡粒子が更に発泡して相互に融着し、発泡ブロックが得られた。5 分後にこれを金型から取り出した。更に調節するために、成形体を環境温度で数日間保管した。保管後の成形体密度は 45 g / リットルであった。

[加熱空気による加圧と容量の縮小]

【 0 0 5 0 】

[実施例 4]

混合器中で、ポリスチレン発泡粒子 I I を被覆混合物 B 2 で質量比 1 : 2 の割合で被覆した。これにより得られた被覆を有するポリスチレン発泡粒子をテフロン（登録商標）被覆を有する金型に装填し、開閉可能なスリットから加熱空気（110、0.8 バール（ゲージ圧））を噴射した。同時に、可動パンチにより容積を 20 % 低下させた。発泡粒子を更に発泡して相互に融着させることにより発泡ブロックが得られた。5 分後にこれを金型から取り出した。更に調節するために、成形体を環境温度で数日間保管した。保管後の成形体密度は 45 g / リットルであった。

【 0 0 5 1 】

[マイクロ波による追加的な発泡を付加した加圧処理]

[実施例 5]

混合器中で、ポリスチレン発泡粒子 I I を被覆混合物で質量比 1 : 2 の割合で被覆した。これにより得られた被覆を有するポリスチレン発泡粒子をテフロン（登録商標）被覆を有する金型に装填した。複数のパルス状のマイクロ波照射を行うと、発泡粒子が更に発泡して相互に融着し、発泡ブロックが得られた。更に調節するために、離型後の成形体を環境温度で数日間保管した。保管後の成形体密度は 45 g / リットルであった。

【 0 0 5 2 】

実施例 1 ~ 5 の発泡成形体は、燃焼試験に付しても液滴を生ずることはなく、熱の作用によっても再度収縮することにはなかった。発泡成形体は、自己消火性を有し、燃焼試験 B 2 又は E の基準を満たすものであった。

【 0 0 5 3 】

実施例 1 ~ 5 の発泡板体を用いて、金属被覆層を有するサンドウィッチ素子を製造した。すなわち、サイズが 600 x 100 x 100 mm であり、各実施例に示した密度を有する板体を両面に施し、それぞれに 50 μ m 厚のポリウレタン接着層を設けた。厚さ 1 mm のスチール板を両面の接着層上に設けた。25 で 5 時間に亘り接着層を硬化させた。

【 0 0 5 4 】

サンドウィッチ素子の燃焼挙動の試験を行うため、素子を水平に（金属面が上下に配置されるように）固定し、板体の下方にガスバーナーを載置した。バーナーのガスの火炎を

10

20

30

40

50

板体下面の中央部に向けた。火炎の高さは約 5 c m、火炎温度は約 6 0 0 であつた。火炎の先端から、板体の下面までの距離は 2 c mであつた。

【 0 0 5 5 】

燃焼挙動試験によると、上記の状態では火炎を 3 0 分間燃焼させても、金属板体間のポリスチレン発泡体の僅かな部分が溶けたにすぎなかつた。板体の機械的安定性は維持されていた。ポリスチレンフォームからは液滴が生ずることがなく、発火も起こらなかつた。煙の発生も非常に僅かであつた。

【 0 0 5 6 】

[比較実験 1 - 発泡のための蒸気の使用]

混合器中で、ポリスチレン発泡粒子 I を被覆混合物 B 1 で質量比 1 : 4 となるように被覆した。これにより得られた被覆を有するポリスチレン発泡粒子をテフロン（登録商標）被覆を有する金型に装填し、蒸気ノズルを用い、0 . 5 バール（ゲージ圧）の蒸気で 3 0 分間処理した。成形体を金型から取り出し、環境温度で数日保管することにより更に調整した。保管後の成形体密度は 5 0 g / リットルであつた。被覆は、蒸気の凝縮液により部分的に洗い流され、成形体中に不均一に分布していた。これにより成形体内部から外部に向かう密度勾配が生じた。燃焼試験では、成形体表面領域において、火炎耐性が不十分であることが示された。

【 0 0 5 7 】

[比較実験 2]

本比較実験では、パンチを動作させず、体積の縮小も行わず、この他の一切の加圧を行わなかつたが、これ以外は実施例 1 と同様の操作を繰り返した。金型中の発泡粒子を振とうにより圧縮した。更に調整するために、成形体を環境温度下で数日間保管した。保管後の成形体の密度は 4 0 g / リットルであつた。発泡粒子は部分的な癒着（point conglutination）のみが得られた。間隙容量が大きいことにより、圧縮強さ及び曲げ強度が非常に低下していた。更に、発泡板体は本発明の板体に比較して水分の吸収量が大きかつた。

10

20

フロントページの続き

- (72)発明者 ハーン, クラウス
ドイツ、67281、キルヒハイム、イム、ビューゲン、9
- (72)発明者 シュミート, ベルンハルト
ドイツ、67227、フランケンタール、ヴィリヒシュトラッセ、3
- (72)発明者 リーテュス, ミハエル
ドイツ、67071、ルートヴィッヒスハーフェン、ピーラッハタルシュトラッセ、20
- (72)発明者 アントナトゥス, エーディト
ドイツ、67112、ムターシュタット, フスゲンハイマー、シュトラッセ、1

審査官 松元 洋

- (56)参考文献 特開平04-356543(JP, A)
特開2001-323101(JP, A)
特開2001-059039(JP, A)
特開平09-278924(JP, A)
特表2005-505637(JP, A)

- (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
C08J 9/00 - 9/42