

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第4135982号
(P4135982)

(45) 発行日 平成20年8月20日 (2008. 8. 20)

(24) 登録日 平成20年6月13日 (2008. 6. 13)

(51) Int. Cl.	F I
B 2 9 C 45/78 (2006. 01)	B 2 9 C 45/78
B 2 9 C 45/64 (2006. 01)	B 2 9 C 45/64
B 2 9 K 23/00 (2006. 01)	B 2 9 K 23:00
B 2 9 K 105/04 (2006. 01)	B 2 9 K 105:04
B 2 9 K 105/12 (2006. 01)	B 2 9 K 105:12

請求項の数 4 (全 10 頁)

(21) 出願番号	特願平10-518219
(86) (22) 出願日	平成9年10月14日 (1997. 10. 14)
(65) 公表番号	特表2001-502259 (P2001-502259A)
(43) 公表日	平成13年2月20日 (2001. 2. 20)
(86) 国際出願番号	PCT/NL1997/000576
(87) 国際公開番号	W01998/016366
(87) 国際公開日	平成10年4月23日 (1998. 4. 23)
審査請求日	平成16年10月14日 (2004. 10. 14)
(31) 優先権主張番号	1004268
(32) 優先日	平成8年10月14日 (1996. 10. 14)
(33) 優先権主張国	オランダ (NL)

(73) 特許権者	ディーエスエム エヌ. ブイ. オランダ国, 6 4 1 1 ティーイー ヘー レン, ヘット オーバールーン 1
(74) 代理人	弁理士 松井 光夫
(72) 発明者	ブルテルス, マルクス, ヨハネス, ヘンリ カス オランダ国, 6 1 3 7 ケーブイ シッタ ルド, フィンランドストラート 2
(72) 発明者	ストクマン, ペトルス, ヘンリカス, マリ ア オランダ国, 6 4 3 1 エックスジェー ヘーレン, セント ヨゼフストラート 6 9

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 熱可塑性プラスチック成形部品、その製造法及びその使用法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

次の段階、即ち、

- a) ポリオレフィン又は重縮合ポリマーの溶融物中に強化ファイバーを分散すること、
- b) このようにして得られたポリマー組成物を、閉じられた型中に射出成形機により射出すること

を含むところの熱可塑性プラスチックの成形部品を製造する方法において、5000ppmより少ない水分量を有し、化学発泡剤を含まないポリマー組成物がノズルを通して型中に射出され、成形部品の表面の少なくとも一部がポリオレフィン又は重縮合ポリマーの軟化温度未満に冷却されかつ、一方、成形部品の中央部が該軟化温度を超える温度を持つ時に、該型が0.05～10mm/秒の速度で部分的に開かれること、及びポリマー組成物の1～60重量%が、0.8～15mmの間の平均長さを持つ強化ファイバーから成ることを特徴とする方法。

【請求項 2】

先細ノズルが使用されることを特徴とする請求項 1 記載の方法。

【請求項 3】

成形部品が皿状であることを特徴とする請求項 1 又は 2 記載の方法。

【請求項 4】

ポリオレフィンのメルトフローインデックスが30g/10分より高いことを特徴とする請求項 1～3のいずれか一つに記載の方法。

【発明の詳細な説明】

本発明は、次の段階、即ち、

- a) ポリオレフィン又は重縮合ポリマーの溶融物中に強化ファイバーを分散すること、
- b) このようにして得られたポリマー組成物を、閉じられた型中に射出成形機により射出すること

を含むところの熱可塑性プラスチックの成形部品を製造する方法に関する。

そのような方法は、特開平5-17631号公報から公知である。特開平5-17631号公報は、ファイバー強化ポリプロピレンの平板を射出成形するための方法を開示している。特開平7-16933号公報は類似の方法を開示し、そのように作られたファイバー強化物品の比モジュラス及び比強度は改良の必要がある。

特開平5-17631号公報に述べられている方法の欠点は、ここで述べられたファイバー強化ポリプロピレンが、所望されるより低いところの比モジュラス及び比強度をもたらすことである。

本発明の目的は、この欠点を排除することである。

この目的は、溶融物がノズルを通して型中に射出され、成形部品の表面の少なくとも一部がポリオレフィン又は重縮合ポリマーの軟化温度未満に冷却されたかつ、一方、成形部品の中央部が該軟化温度を超える温度を持つ時に、該型が部分的に開かれること、及び混合物の1～60重量%が、0.8～15mmの間の平均長さを持つ強化ファイバーから成るところの本発明に従って達成される。

驚くべきことに成形部品は、型を開く間に膨張し、そして多孔性の中央部を持つ熱可塑性プラスチックの成形部品が得られる。本発明に従う方法により得られる膨張された成形部品は、公知の成形部品より良好な比モジュラス及び比強度を有する。

本明細書において型を部分的に開くことは、2つの型半分の間隔が成形部品の所望の厚みと等しくなるまで、ある方向長さ(path length)に亘って型を開くことを意味すると理解される。

成形部品の場合に、剛性及び強度に関する要求は成形部品の厚みを決定し、そしてそれ故またその価格をも決定する。いわゆる比モジュラス及び比強度が使用されて、成形部品のための物質のモジュラス及び強度の比較を可能にする。それらは、夫々、単位密度当りの曲げ荷重の影響下における変形及び破壊に対する成形部品により示される抵抗値の尺度であるところのインデックス数である。比モジュラス及び比強度は特に、特定形状のための最大剛性及び強度を示す最も軽量の物質を探す時に、種々の密度を持つ物質のモジュラス及び強度を比較するために使用される。これらのインデックス数の詳細な説明は、「Materials Selector: guidelines for minimum weight design」、Chapman & Hall、ロンドンにおいて与えられている。

好ましくは、先細ノズル(converging nozzle)が、本発明に従う方法において使用される。何故ならば、驚くべきことにこれは、型を開く間に成形部品のより良好な膨張を引き起こすからである。先細ノズルの使用は、国際特許出願公開第94/11177号公報から公知であるが、しかし、ここで先細ノズルは、成形部品中のプラスチック及び/又はファイバー強化の配向を得るために使用され、その結果として、これは特定の方向におけるより高い剛性及び強度を持ち得る。国際特許出願公開第94/11177号公報はどこにも、先細ノズルが成形部品の膨張をもたらすことができたという事実には言及しておらず、一方、本発明に従う方法は、成形部品に全く又は実質的に全く異方性を生じない。

先細ノズルは、円錐形末端ノズルによるばかりでなく、例えばノズルの前面にブレーカープレート(多数の開口を持つプレート)を設置することによっても得られ得る。

本発明に従う方法が皿の形状をした成形部品の製造のために使用されるなら、本発明の利点が非常に明確に引き出される。

そのような成形部品は二つの皿状の表面を持ち、そして該表面は、この説明において、二つの、通常殆ど平行な互いに向かい合って存在する表面であると理解され、その長さ及び幅は、それらの表面の間に存在する成形部品の厚みより大きい。皿状の表面の要求は、平であるばかりでなく、例えばまた、湾曲又は両面に湾曲されていても良い。

10

20

30

40

50

少なくとも一つの皿状の表面がポリオレフィン又は重縮合ポリマーの軟化温度未満に冷却された時にのみ型を部分的に開くことは、非多孔性の少なくとも一つの皿状の表面、即ち、少なくとも一つの孔を持たない表面を持つ成形部品をもたらす。非多孔性の少なくとも一つの皿状の表面の存在は、膨張されていない成形部品に関する比モジュラス及び比強度の改善をもたらすことを立証する。加えて、そのような表面は、適切に塗装され得る。

好ましくは、両方の皿状の表面が冷却された時にのみ部分的に型が開かれる。

結果として、サンドイッチ構造を持つ成形部品が得られるように両方の皿状の表面は非多孔性である。サンドイッチ構造は、皿状の成形部品に特別の高い剛性及び強度を与える。サンドイッチ構造の弱点はしばしば、中央部と皿状の表面との間の接着である。公知のサンドイッチ構造において、この接着はしばしば、ファブリック (fabric) 形状における三次元ファイバー構造であると理解されるところのいわゆる3Dファブリックを使用することにより改善される。3Dファブリックの特性は、中央部を強化するところのいくつかのファイバーが、中央部と皿状の表面の間の接着を促進するところの皿状の表面に続いていることである。3Dファブリック及びそれから作られた複合物は、「Kunststof Magazine」、1993年、第16頁にA.Schrauwersにより開示されている。3Dファブリックを使用することの欠点は、それが予め測定されなければならないこと、及びそれが夫々の射出のために型中に別々に据えられなければならないことである。更に、3Dファブリックは、非常に低い粘度を持つ熱硬化性プラスチックと一緒にのみ使用され得る。本発明に従う方法により、強化ファイバーの少なくとも一部が、中央部に部分的にかつ非多孔性の皿状の表面に部分的に存在し、その結果として、3Dファブリックを使用することが必要でないことが、驚くべきことに分かった。成形部品の中央部においてファイバーは三次元ネットワークを形成し、かつ成形部品の皿状の表面において表面に平行に存在することがまた分かった。これにより、本発明に従う方法は第一に、熱可塑性プラスチックファイバー強化プラスチックから(半分の)ファイバー強化サンドイッチを製造するために射出成形技術を使用する可能性を提供し、ここで、中央部のファイバーは表面に続く。たとえ一つの皿状の表面のみが非多孔性でも、この構造は優れた比モジュラス及び比強度に寄与する。

メルトフローインデックス(MFI)は、本明細書において、ISO 1133に従って測定されたメルトフローインデックスであると理解される。ポリプロピレンのために、メルトフローインデックスは、2.16kgの重量の下に230において測定される。

本発明に従う方法において使用されるべきポリオレフィンのメルトフローインデックスは、好ましくは30g/10分より高く、更に好ましくは50g/10分より高い。そのようなメルトフローインデックスにおいて成形部品の良好な膨張は、型が開かれる時に生ずることが分かった。好ましくは、メルトフローインデックスは700g/10分より低い。

本発明に従う方法において使用されるべき重縮合ポリマーの数平均分子質量(Mn)は、好ましくは5000g/モルより高い。該方法は、これまで入手可能な重縮合ポリマーの全てのために効果的であることを立証する。現在の重合技術により、約90,000g/モルが、入手可能な重縮合ポリマーの分子質量の上限である。より高い分子質量を持つ重縮合ポリマーは、もし、それらが入手可能になるなら、約200,000g/モルの分子質量まで本発明に従う方法により処理され得ることが期待され得る。

「平均ファイバー長さ」は、本明細書において、数平均ファイバー長さであると理解される。これは、ポリマーマトリックスが、例えば、ポリマーを焼き尽くすことにより取除かれた後に、顕微鏡によりファイバーの長さを測定することにより成形部品において測定される。

もし、ポリマー組成物が、強化ファイバーとしてガラスファイバーを含むなら、ポリマー組成物は、好ましくは5~60重量%、より好ましくは10~60重量%のガラスファイバーを含む。もし、ポリマー組成物が、強化ファイバーとしてカーボンファイバーを含むなら、ポリマー組成物は、好ましくは1~10重量%、より好ましくは2~7重量%のカーボンファイバーを含む。

そのような混合物は非常に良好に膨張することが分かった。

成形部品はその本来の厚みの20倍まで容易に膨張し得ることが分かった。これは、95

10

20

30

40

50

%の多孔度を持つ成形部品をもたらす。成形部品の多孔度(P)は、ここで及び以下において、

$$P = (d(0) - d(p)) / d(0) * 100 (\%)$$

であると理解される。

ここで、d(0)は、膨張前の密度であり、そしてd(p)は、膨張後の密度である。本発明に従う方法の利点はまた、多孔性の成形部品が、化学的又は物理的発泡剤を使用しなければならないことなしに得られ得ることである。成形部品の高い多孔度は、高い比モジュラス及び比強度を達成することに関して有利である。何故ならば、これらのインデックス数は密度に対して逆比例するからである。

好ましくは、型が開かれるところの速度は、ポリオレフィンの粘度又は重縮合ポリマーのMnに依存して選ばれる。高い粘度/Mnにおいて、低い粘度/Mnにおけるより好ましくはより低い速度が選ばれる。最良の結果は、型が開かれる時に、成形部品が成形部品の膨張の結果として型半分に圧縮され続け、そして二つの皿状の表面が正確に、隣接する型の表面を映すような成形部品の膨張速度に速度を調節することにより得られる。

型は好ましくは、0.05~10mm/秒の間にあるところの速度において開かれる。何故ならばこれが、高い多孔度及び孔のない表面を持つ成形部品をもたらすからである。

これらの限界は、分散物中の水分量に依存して変化し得ることが分かった。分散物中に存在する水分量が多くなればなるほど、ますます型は早く開けられることが出来、なお一方、少なくとも一つの孔のない滑らかな皿状の表面が得られる。当業者は、型が開かれる速度及び型が開かれる距離を容易に決定することができるであろう。好ましくは分散物中の水分量は、5000ppmより少ない。このようにして、表面におけるひけマークの発生が回避される。

本発明はまた、少なくともポリオレフィン又は重縮合ポリマー及び強化ファイバーを含む皿状の熱可塑性プラスチックの成形部品に関する。

そのような成形部品は、特開平5-17631号公報に開示されている。特開平5-17631号公報に開示されている成形部品は、30g/10分又はそれより高いメルトフローインデックスを持つポリオレフィン及び5mm又はそれより長い長さを持つ強化ファイバーの20重量%より多い量を含む。

特開平5-17631号公報に開示されている成形部品の欠点は、それらが、使用されるファイバー強化ポリオレフィンのために余りに低いところの比モジュラス及び比強度を持つことである。

本発明の目的は、該欠点を持たないところの成形部品を提供することである。

この目的は、成形部品が、多孔性の中央部及び少なくとも一つの非多孔性の皿状の表面を持ち、該成形部品の1~60重量%が、0.8~15mmの間の平均長さを持つ強化ファイバーから成り、該ファイバーの少なくとも一部が該中央部に部分的にかつ該非多孔性の皿状の表面に部分的に存在し、かつ該成形部品が5~95体積%の間の多孔度を有することで達成される。該多孔度は、好ましくは10~90%、より好ましくは20~85%の間である。本発明に従う膨張された成形部品は、例えば、特開平5-17631号公報に開示されているところの膨張されていない成形部品より高い比剛性及び比強度を有する。

20重量%より大きい多孔度を持つ成形部品の場合に、異方性は非常に低いことが判明し、一方、95体積%より小さい多孔度を持つ成形部品は、孔のない皿状の表面を有する。ポリオレフィンは好ましくは、少なくとも30g/10分のメルトフローインデックスを有する。

ポリオレフィンは、ポリエチレン及びポリプロピレンを含む群又はエチレン及びプロピレンのコポリマーから選択され得る。好ましくは、ポリオレフィンはポリプロピレンを含む。ポリプロピレンの利点は高い溶融点であり、その結果として、成形部品は、より高い熱たわみ温度及び比較的低いコスト価格を有する。

適切な重縮合ポリマーは、ポリカーボネート、ポリエステル、ポリアミド、ポリアリレート、ポリケトン、ポリイミド、ポリアラミド、液晶ポリマー(LCP)、ポリウレタン及びそのような重縮合物のコポリマーである。好ましくは重縮合ポリマーは、ポリアミド6

10

20

30

40

50

、ポリアミド 6.6、ポリアミド 11、ポリアミド 12、ポリエチレンテレフタレート、ポリブチレンテレフタレート又はそれらのコポリマーを含む群から選ばれる。後者の群の利点は比較的低いコスト価格に有る。

強化ファイバーは、カーボンファイバー、アラミドファイバー、金属ファイバー、ガラスファイバー、セラミックスファイバー又はこれらの混合物を含む群から選択され得る。好ましくは、本発明に従う成形部品は、強化ファイバーとしてガラスファイバー又はカーボンファイバーを含む。ガラスファイバーは、それらが安価であるという利点を有する。カーボンファイバーは、それらが高い引張強度を持つという利点を有する。

本発明の利点は、少なくとも一つの皿状の表面が非多孔性の時に既に達成されるけれども、好ましくは両方の皿状の表面が非多孔性の時に達成される。成形部品はその時、サンドイッチ構造を有する。サンドイッチ構造の利点は、特定の物質の性質が、このサンドイッチ構造を持たないところの成形部品のそれらより良好であることである。このサンドイッチ構造及び強化ファイバーの一部が中央部に部分的にかつ非多孔性の皿状の表面に部分的に有るという事実の故に、本発明に従う成形部品は好ましくは、少なくとも 10 の比曲げモジュラスを有する。

本発明に従う成形部品は好ましくは、建築用パネル、自動車工業用の部品/本体パネル、白色物品及び建設産業、しぶき遮蔽物、騒音遮蔽物、防火壁、小包棚、泥よけ、ボンネット、ダッシュボード、洗濯機用パネル、回転乾燥機、トレーラー及び飛行機、バンパービーム、自動車用ドア、荷積用プラットフォーム、ヘルメット、装甲板、熱及び騒音の両者のための絶縁壁、コンテナ、パレット、防音用バツフル、ルーフライナー、輸送コンテナ及びダッシュボードに使用される。本発明に従う成形部品はまた、自転車部品、スクーター部品及びオートバイ部品に使用され得る。とりわけ防音が重要であるところの適用において、本発明に従う成形部品は重要な利点を与える。とりわけ、本発明に従う成形部品の使用は、防音加工の要求を満たさなければならないところの製品において利点を与える。孔を持たない皿状の表面と本発明に従う成形部品の内部との間の密度の相違は、それらの防音性に有利な効果を有することが分かった。

本発明は更に、次の実施例に関して説明されるであろう。強化ファイバーは、出発物質として、当該熱可塑性プラスチックと共に引き抜き成形され又は当該熱可塑性プラスチックにより被覆されたところの連続ファイバーのチョップドストランドを使用することによりポリオレフィン又は重縮合ポリマーの溶融物中に分散され得る。

引き抜き成形において、連続ファイバーの束は個々のファイバーに広げられ、そして溶融された熱可塑性プラスチックが射出されるところの含浸用ダイを通して引張られる。ファイバーが広げられる故に、夫々のフィラメントは、溶融された熱可塑性プラスチックにより完全にぬらされそして含浸される。約 3mm の直径を持つ滑らかなストランドがダイから引張られ、そして次いで冷却される。最後にストランドは所望の長さ（例えば、10 ~ 12mm）の顆粒に切刻まれる。ファイバーは通常、顆粒中で互いに平行であり、ここで、各々のファイバーは、熱可塑性プラスチックにより別々に囲まれている。引き抜き成形されたファイバーは、例えば、Hoechst/PCI [Compec (商標)、Celstran (商標)]、Borealis [Nepol (商標)] LNP/Kawasaki Steel [Verton (商標)] により市場で売られている。個々のファイバーがぬらされることなしに熱可塑性プラスチックにより連続する強化ファイバーを被覆することは、本明細書において、Continuous Glass Sheathing (CGS) と呼ばれる。引き抜き成形に優る利点はより高い生産速度である（そしてそれ故により低いコストである）。CGS 顆粒の場合にまた、ガラスの長さは、顆粒の長さと同じであり、かつファイバーは互いに平行である。引き抜き成形されたファイバー及び被覆されたファイバーは容易に、押出機の溶融領域において熱可塑性プラスチックの溶融物中に分散される。メルトフローインデックスは、230 及び 2.16 kg の重量においてポリプロピレンのために ISO 1133 に従って測定された。

曲げモジュラス及び曲げ強度は、16 の l/d 比で、ISO 178 に従って測定された。

力の影響下における曲げに対する成形部品の抵抗は比モジュラスで表され、そして破壊に

10

20

30

40

50

対する抵抗は比強度で表される。これらの特定の量は当該物体の形状に依存する。皿状の成形部品の比モジュラス及び比強度は、平板のそれらに最も近づけられる。平板の比モジュラスは、曲げモジュラスの立方根と密度の商であり、ここで、インデックス数は、曲げモジュラスが kg/mm^2 で表され、かつ密度が g/cm^3 で表される時に得られる。板の比強度は、曲げ応力の平方根と密度の商により与えられ、インデックス数は、曲げ応力が kg/mm^2 で表され、かつ密度が g/cm^3 で表される時に得られる。これらのインデックス数の説明は、「Materials Selector: guidelines for minimum weight design」、Chapman & Hall、ロンドンに与えられている。

タイプ S X - 3 0 0 0 - 2 1 0 0 の S t o r k 射出成形機が試験に使用された。使用されたスクリーは、72mmの直径、22D (フィード/圧縮/ポンプ: 12D/6D/4D) の長さを持つ通常目的のスクリーであった。フィード領域における流れの深さは9.75mmであり、かつポンプ領域での流れの深さは5mmである。圧縮比は1.95である。スクリーチップは、流線形の環状バルブを組み合わされたPVC加工のための標準スクリーチップである。ノーズチップ (nose tip) は、10mmの長さ亘って4mmの極限の直径に先細るところの、117mmの長さ及び19mmの内径を持つ標準ノーズチップである。

物質は、中心スプルーを経て平板の型 (510mm x 310mm) に射出された。

実施例 I

成形部品は、物質として、PPにより被覆されたガラスファイバーロービングから成る混合物を使用して製造された。ガラスファイバーロービングはPPファイバーと混合される。混合されたガラスファイバー/PPファイバーは、Vetrotex (Twintex (商標)、R PP75 630-02) から得られた。PPファイバーのMFI (230、2.16kg) は20g/10分である。PP被覆はDSMから得られた (Stamylan (商標) P 112MN40)。PP被覆のMFI (230、2.16kg) は47g/10分である。混合物のガラス含有量は37.5重量%であり、 $PP_{MFI=10}$ 対 $PP_{MFI=20}$ の重量比は4:1である。それ故、混合物中のPPのMFIは40g/10分である。顆粒の長さは12mmである。

上記の S t o r k 射出成形機が、次の設定と共に射出成形機として使用された。即ち、ホッパー/領域1/領域2/領域3/領域4/領域5/ノーズのためのシリンダー温度は順次、40/280/290/300/320/320/320 であり、型温度は110 であり、速度は20rpmであり、計量通路は180mmであり、背圧は0.3MPaであり、保持圧はなく、冷却時間は物品の厚みに依存して105~150秒間であり、射出速度は83mm/秒であり、計量時間は35秒間であり、充填度は100%である。

物質は射出成形機中に分散され、そして先細ノズルを経て4mm厚みの板状の型中に射出された。射出後直ちに、型は、3.1mmの方向長さ亘って0.08mm/秒の線速度で開かれた。全体の成形部品がPPの軟化温度未満に更に冷却されたところの冷却時間後に、型が更に開かれ、そして成形部品が取出された。

成形部品は、均一に膨張されたことが分かり、そして7.1mmの厚み、 602 kg/m^3 の密度及び51%の多孔度を有している。曲げモジュラス (E) は2325MPaであり、曲げ強度は44.3MPaであり、かつ破断時の伸び (e_{break}) は3.3%である。比モジュラス (E_{spec}) は10.2であり、かつ比強度 (S_{spec}) は3.5である。表面は、一つの側において孔がなくかつ滑らかであり、他の側において多孔性でありかつ滑らかである。これは、 $MFI = 40\text{ g/10分}$ において、膨張が、選ばれた開放速度において、成形部品の一つの表面のみが型と十分に接触して、非多孔性の皿状の表面を形成するようにゆっくりと生ずることを示す。

実施例 II

成形部品は、物質として、PPにより被覆されたガラスファイバーロービングから成る混合物を使用して製造された。ガラスファイバーロービングはPPファイバーと混合される。混合されたガラスファイバー/PPファイバーは、Vetrotex (Twintex (商標)、R PP75 630-02) から得られた。PPファイバーのMFIは20g/10分である。PP被覆はBASFから得られた (Novolen (商標) 1100VC)。PP被覆のMFIは100g/10分である。混合物は

10

20

30

40

50

37.5重量%のガラスを含んでおり、 $PP_{MFI=100}$ 対 $PP_{MFI=20}$ の重量比は、4:1である。それ故、混合物中のPPのMFIは70g/10分である。顆粒の長さは12mmである。

物質は、実施例Iと同一に設定されたStork射出成形機に分散され、そして先細ノズルを経て4mm厚みの板状の型中に射出された。射出後直ちに、型は、3.1mmの方向長さに亘って0.08mm/秒の線速度で開かれた。冷却時間後に、型が更に開かれ、そして成形部品が取出された。

成形部品は、均一に膨張されたことが分かり、そして7.1mmの厚み、 567 kg/m^3 の密度及び54%の多孔度を有している。曲げモジュラス(E)は2555MPaであり、曲げ強度は46.9MPaであり、かつ破断時の伸び(e_{break})は3.1%である。特定の性質は、 $E_{spec}=11.2$ であり、かつ $\sigma_{spec}=4.0$ である。表面は、両側共に、完全に滑らかかつ孔をもたない。

10

実施例III

物質、射出成形機の設定並びに射出まで及び射出を含む手順は、実施例IIと同じであった。しかし、型は4mmに代えて3mmの厚みであった。

射出後直ちに、型は、1.9mmの方向長さに亘って0.08mm/秒の線速度で開かれる。冷却時間後に、型が更に開かれ、そして成形部品が取出された。

成形部品は、均一に膨張されたことが分かり、そして4.9mmの厚み、 610 kg/m^3 の密度及び51%の多孔度を有している。曲げモジュラスは2689MPaであり、曲げ強度は55.5MPaであり、かつ破断時の伸びは3.4%である。特定の性質は $E_{spec}=10.6$ であり、かつ $\sigma_{spec}=3.9$ である。表面は、両側共に、完全に孔をもたずかつ滑らかである。

20

比較実験A

今、型が部分的に開かれることなしに、全体の成形部品が、射出後直ちにPPの軟化温度未満に冷却されることを除いて、物質、射出成形機の設定及び手順は実施例Iと同一である。冷却時間後に、型が完全に開かれ、そして成形部品が取出された。

成形部品は、4.0mmの厚み、 1028 kg/m^3 の密度及び16%の多孔度を有している。板の曲げモジュラスは4266MPaであり、曲げ強度は110.9MPaであり、かつ破断時の伸びは4.0%である。特定の性質は、 $E_{spec}=7.4$ であり、かつ $\sigma_{spec}=3.1$ である。表面は両側とも、完全に孔を持たずかつ滑らかである。成形部品は膨張されなかったことが分かり、そして低い特定の性質を有していた。16%の多孔度は、保持圧が使用されなかった故に、形成された空隙の結果である。

30

比較実験B

今、射出後直ちに3.5MPaの保持圧が10秒間与えられることを除いて、物質、射出成形機の設定及び手順は、実験Aと同一である。冷却時間後に、型が完全に開かれ、そして成形部品が取出された。

膨張されていない成形部品は、4.0mmの厚み、 1225 kg/m^3 の密度及び0%の多孔度を有している。曲げモジュラスは6720MPaであり、曲げ強度は178.3MPaであり、かつ破断時の伸びは4.0%である。特定の性質は、 $E_{spec}=7.2$ であり、かつ $\sigma_{spec}=3.4$ である。表面は、両側共に、完全に孔を持たずかつ滑らかである。この実験は、実験Aの成形部品の多孔度が保持圧の不存在の結果であることを示す。

40

比較実験C

今、射出後直ちに3.5MPaの保持圧が10秒間与えられることを除いて、物質、射出成形機の設定及び手順は、実施例Iと同一である。その後直ちに、型は、3.1mmの距離に亘って0.08mm/秒の線速度で開かれる。冷却時間後に、型が完全に開かれ、そして成形部品が取出される。

両側において成形部品は、ガラスファイバーが突き出しているところの、粗い、多孔性の皿状の表面を示す。厚みは、4~7.1mmで変化する。密度は 1000 kg/m^3 より小さい。これは、保持圧の使用が、成形部品の均一な膨張を促進しないことを示している。保持圧が与えられたところの10秒間に、成形部品は既に、二つの皿状の表面の間にPPの軟

50

化温度を超える温度を持つ混合物がもはやないような程度に冷却された。

比較実験 D

今、異なる物質、即ち、47g/10分のMFI及び40重量%の短ガラスファイバー（長さ0.1~0.3mm）を持つStamylan（商標）P112MN40が使用されことを除いて、射出成形機の設定及び手順は実施例Iと同様である。

射出後直ちに、型は、3.1mmの方向長さに亘って0.08mm/秒の線速度で開かれる。冷却時間後に、型が更に開かれ、そして成形部品が取出される。成形部品は膨張されておらず、かつ型の形状を呈しておらず、かつ12%の多孔度を有している。これは、0.1~0.3mmのガラスファイバー長さが、成形部品が膨張することを可能にするには余りにも短いことを示している。

10

実施例 IV

今、ホッパー/領域1/領域2/領域3/領域4/領域5/ノーズのためのシリンダー温度の設定が順次、40/280/290/310/325/325/325 であることを除き、手順及び射出成形機の設定は、実施例IIと同じである。

この実施例において使用された物質は、DSM Engineering Plastics（米国）からのFibers tran（商標）G1/40（40重量%のガラスファイバーを含む25,000g/モルのMnを持つポリアミドから成る引抜き成形された顆粒）である。

射出後直ちに、型は、3.1mmの方向長さに亘って0.55mm/秒の線速度で開かれる。冷却時間後に、型が更に開かれ、そして成形部品が取出される。

成形部品は、均一に膨張されたことが分かり、そして6.1mmの厚み、625kg/m³の密度及び57%の多孔度を有している。機械的性質は、乾燥試料を使用して測定された。板の曲げモジュラスは4400MPaであり、曲げ強度は85MPaであり、かつ破断時の伸びは3.2%である。特定の性質は、 $E_{spec}=12.2$ であり、かつ $s_{pec}=4.7$ である。表面は両側とも、孔を持たずかつ滑らかである。

20

実施例 V

射出成形機の設定及び手順は、実施例IVと同じである。

この実施例において使用された物質は、5000g/モルより大きいMnを持つPA6.6から成り、かつ40重量%のカーボンファイバーを含むPIC/Hoechst-Celaneseから得られた引抜き成形物質であるCelstran（商標）N66C40-01-04である。

射出後直ちに、型は、2.7mmの方向長さに亘って0.55mm/秒の線速度で開かれる。冷却時間後に、型が更に開かれ、そして成形部品が取出される。

30

成形部品は、均一に膨張されたことが分かり、そして5.7mmの厚み、671kg/m³の密度及び50%の多孔度を有している。機械的性質は、乾燥試料を使用して測定された。板の曲げモジュラスは8600MPaであり、曲げ強度は110MPaであり、かつ破断時の伸びは2.9%である。特定の性質は、 $E_{spec}=14.2$ であり、かつ $s_{pec}=4.9$ である。表面は両側とも、孔を持たずかつ滑らかである。

実施例 VI

成形部品は、物質として、PPにより被覆されたガラスファイバーロービングから成る混合物を使用して製造された。ガラスファイバーロービングのファイバーは、Vetrotexから得られ、そして連続するPPファイバー（Twintex（商標）、RPP75630-02）は、ガラスファイバーに加えて添加された。PPファイバーのMFIは20g/10分である。PP被覆は、Montellから得られた（Valtec（商標）HH442-H）。被覆のMFIは700g/10分である。混合物は、37.5重量%のガラスを含んでおり、 $PP_{MFI=700}$ 対 $PP_{MFI=20}$ の重量比は、4:1である。それ故、混合物中のPPのMFIは340g/10分である。顆粒の長さは12mmである。Karl-Fischer法により測定された水分含有量は、100ppmより少ない。射出成形機として、上記のStork射出成形機が、次の設定と共に使用された。即ち、ホッパー/領域1/領域2/領域3/領域4/領域5/ノーズのためのシリンダー温度は順次、40、190、210、230、270、285、285 であり、型温度は85 であり、速度は40rpmであり、計量通路は110mmであり、背圧は0.1MPaであり、保持圧はなく、冷却時間は60~80秒間であり、射出速度は100mm/秒であり、計量時間は

40

50

25秒間であり、充填度は100%である。

物質は、射出成形機中に分散され、そして先細ノズルを経て2mm厚みの板状の型中に射出された。射出後直ちに、型は、1.8mmの方向長さに亘って0.1mm/秒の線速度で開かれた。全体の成形部品がPPの加工温度未満に更に冷却されたところの冷却時間後に、型が更に開かれ、そして成形部品が取出された。成形部品は、均一に膨張されたことが分かり、そして3.8mmの厚み、645kg/m³の密度及び40%の多孔度を有している。曲げモジュラスは3105MPaであり、曲げ強度は54.5MPaであり、かつ破断時の伸びは3.9%である。特定の性質は、 $E_{spec}=10.5$ であり、かつ $\sigma_{spec}=3.6$ である。表面は両側とも、完全に孔を持たずかつ滑らかである。

実施例VII

型が射出後に直ちに開かれるところの方向長さを除いて、射出成形機の機械設定は、実施例VIと同一である。物質もまた、前の実施例と同一である。射出後直ちに、型は、2.9mmの方向長さに亘って0.1mm/秒の線速度で開かれた。全体の成形部品がPPの加工温度未満に更に冷却されたところの冷却時間後に、型が更に開かれ、そして成形部品が取出された。成形部品の表面は両側とも、完全には孔を持たないものではなかった。

実施例VIII

型が射出後に直ちに開かれるところの方向長さを除いて、射出成形機の機械設定は、実施例VIと同一である。物質もまた、測定された水含有量が2732ppmであったことを除いて、第一の実施例と同一である。射出後直ちに、型は、2.9mmの方向長さに亘って0.1mm/秒の線速度で開かれた。全体の成形部品がPPの加工温度未満に更に冷却されたところの冷却時間後に、型が更に開かれ、そして成形部品が取出された。

成形部品は、均一に膨張されたことが分かり、そして4.9mmの厚み、490kg/m³の密度及び60%の多孔度を有している。曲げモジュラスは1869MPaであり、曲げ強度は31.5MPaであり、かつ破断時の伸びは3.7%である。特定の性質は、 $E_{spec}=11.7$ であり、かつ $\sigma_{spec}=3.6$ である。表面は両側とも、完全に孔を持たずかつ滑らかである。

比較実験E

型が射出後に直ちに開かれるところの方向長さを除いて、射出成形機の機械設定は、実施例VIと同一である。物質もまた、測定された水含有量が5600ppmであったことを除いて、第一の実施例と同一である。射出後直ちに、型は、2.9mmの方向長さに亘って0.1mm/秒の線速度で開かれた。全体の成形部品がPPの加工温度未満に更に冷却されたところの冷却時間後に、型が更に開かれ、そして成形部品が取出された。表面は両側とも、完全に孔を持たず、かつ同伴された未溶解の水分より引起されたひけマークの実質数を示す。

10

20

30

フロントページの続き

(72)発明者 ゲーシク, ヨハネス, ヘンドリック
オランダ国, 6365 エーアール シネン, グロエネンウェヒ 10

審査官 保倉 行雄

(56)参考文献 特開平09-277335(JP, A)
特開平10-100185(JP, A)
特開平07-016933(JP, A)
特開平07-247679(JP, A)
特開平05-017631(JP, A)
特開昭60-264237(JP, A)
特開昭63-077718(JP, A)
特表平08-502933(JP, A)
特開平07-080885(JP, A)
特開平07-088878(JP, A)
特開平08-207074(JP, A)
特開平06-328470(JP, A)
特開平07-195414(JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
B29C 45/00 ~ 45/84