

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4237883号
(P4237883)

(45) 発行日 平成21年3月11日(2009.3.11)

(24) 登録日 平成20年12月26日(2008.12.26)

(51) Int.Cl.

F I

C 0 8 J 9/38 (2006.01)

C 0 8 J 9/38 C E S

請求項の数 1 (全 7 頁)

(21) 出願番号	特願平11-213899	(73) 特許権者	000002174
(22) 出願日	平成11年7月28日(1999.7.28)		積水化学工業株式会社
(65) 公開番号	特開2001-40128(P2001-40128A)		大阪府大阪市北区西天満2丁目4番4号
(43) 公開日	平成13年2月13日(2001.2.13)	(72) 発明者	内田 幸夫
審査請求日	平成18年4月20日(2006.4.20)		埼玉県蓮田市黒浜3535 積水化学工業株式会社内
		審査官	内田 靖恵
		(56) 参考文献	特開平05-338054(JP,A)
		(58) 調査した分野(Int.Cl., DB名)	C08J 9/38

(54) 【発明の名称】 架橋オレフィン系樹脂連続気泡発泡体の製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

架橋オレフィン系樹脂独立気泡発泡体を異方向へ回転する2本のロール間隙を通過させながら圧縮することにより気泡膜を破裂せしめて連続気泡発泡体を製造する方法において、架橋オレフィン系樹脂独立気泡発泡体の発泡倍率が15～70倍であり、平均気泡径(μm)のゲル分率(重量%)に対する比が10～300の関係にあり、ロール間隙が発泡体厚みの1/8～1/25、ロールの周速比 V_u/V_l (V_u は回転の速いロールの周速度、 V_l は回転の遅いロールの周速度)が1.0～1.4であることを特徴とする架橋オレフィン系樹脂連続気泡発泡体の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、緩衝材、クッション材、家電製品の隙間充填材、エアコン等の結露防止材、木製床の防音材等として好適に用いられる架橋オレフィン系樹脂連続気泡発泡体の製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】

架橋オレフィン系樹脂連続気泡発泡体の製造方法が記載されたものとして、特開昭56-121739号公報及び特公昭60-49657号公報がある。

特開昭56-121739号公報に記載されている方法は、等速2本ロールの間に発泡体

を通して圧縮変形させることにより気泡膜を破裂させて気泡を連通化する方法である。この方法は単板の厚物発泡体を製造する方法であり、長尺の発泡シートやスキン層付きのものは得られず、粘着加工や他の素材との複合加工を能率的に行うことは困難である。また、厚物であるため内部と表面層に発泡倍率や連続気泡率の差異が生じるので、木製床の防音材や家電製品の間隙充填材などのように薄物にして使用する場合に品質のばらつきが生じることがある。

【 0 0 0 3 】

特公昭 6 0 - 4 9 6 5 7 号公報に記載の方法は、発泡段階で連続気泡化を達成する方法であるが、架橋度が低い樹脂の低粘弾性状態から発泡が始まるため、気泡径が不均一となったり表面が凹凸状態になり易く、発泡倍率を 2 0 倍以上とすることが困難であり、クッション性や圧縮復元性が悪くなり易い。

10

【 0 0 0 4 】

【発明が解決しようとする課題】

本発明は上記従来の問題点を解消し、連続した長尺のシートで粘着加工や他の素材との複合加工が容易で、発泡倍率及び連続気泡率が高く、スキン層を有する表面が平滑な架橋オレフィン系樹脂連続気泡発泡体の製造方法を提供することを目的とする。

【 0 0 0 5 】

【課題を解決するための手段】

本発明の架橋オレフィン系樹脂連続気泡発泡体の製造方法は、架橋オレフィン系樹脂独立気泡発泡体を異方向へ回転する 2 本のロール間隙を通過させながら圧縮することにより気泡膜を破裂せしめて連続気泡発泡体を製造する方法において、架橋オレフィン系樹脂独立気泡発泡体の発泡倍率が 1 5 ~ 7 0 倍であり、平均気泡径 (μm) のゲル分率 (重量 %) に対する比が 1 0 ~ 3 0 0 の関係にあり、ロール間隙が発泡体厚みの $1/8 \sim 1/25$ 、ロールの周速比 V_u/V_l (V_u は回転の速いロールの周速度、 V_l は回転の遅いロールの周速度) が 1 . 0 ~ 1 . 4 であることを特徴とする。

20

【 0 0 0 6 】

本発明は発泡体の原料としてオレフィン系樹脂を使用する。これを用いた連続気泡発泡体は低圧縮強度であり、圧縮復元性が良く、スライスしたものは吸水性・吸音性を有するので緩衝材、クッション材、家電製品の気密材や隙間充填材、エアコン等の結露防止材、木製床の防音材などとして好適に使用される。

30

【 0 0 0 7 】

このようなオレフィン系樹脂としては、例えば、低密度ポリエチレン、高密度ポリエチレン、直鎖状低密度ポリエチレン、ポリプロピレン、エチレン - 酢酸ビニル共重合体等が挙げられる。上記のうちで低密度ポリエチレン、高密度ポリエチレン、エチレン - 酢酸ビニル共重合体が主として用いられる。

【 0 0 0 8 】

上記独立気泡発泡体として発泡倍率が 1 5 ~ 7 0 倍のものを使用する。この理由は、発泡倍率が 1 5 倍未満では発泡体の気泡膜が厚く、膜強度が大きいので破泡し難く、発泡倍率が 7 0 倍を超える独立気泡発泡体は製造が困難であり、連続気泡化するための加工を行うと偏平な気泡となり厚みが復元しなくなるからである。好ましい発泡倍率は 2 0 ~ 5 0 倍である。

40

【 0 0 0 9 】

独立気泡発泡体を 2 本のロール間隙で圧縮することにより得られる連続気泡発泡体の連続気泡率は 7 0 ~ 1 0 0 % の範囲で、用途により適宜使い分けることができる。連続気泡率が 7 0 % に達していないものは圧縮強度が大きく、触感が悪くなる。

【 0 0 1 0 】

独立気泡発泡体の平均気泡径は $200\mu\text{m} \sim 1500\mu\text{m}$ が好ましく、より好ましくは $500 \sim 1400\mu\text{m}$ であり、ゲル分率は 5 ~ 8 5 % であることが好ましく、より好ましくは 2 0 ~ 7 0 % である。平均気泡径は独立気泡発泡体全体の平均気泡径であり、具体的には以下の方法により測定された値である。

50

【 0 0 1 1 】

図 2 は独立気泡発泡体の平均気泡径を算出する方法を示す模式図である。独立気泡発泡体の厚さ (Y)、幅 (X)、長さ (Z) 方向の各一定長さにおいて、各方向に等間隔で 3 本ずつ描いた各直線上における気泡数をマイクロスコープ (ハイロックス社製) を用いて測定し、(各一定長さ / 気泡数) により各直線上における気泡の平均長さ (L_{x_1} , L_{x_2} , L_{x_3} , L_{y_1} , $\dots$) を算出した後、X、Y、Z 方向の気泡の平均長さ (L_x 、 L_y 、 L_z) を算出する。即ち、

$$X \text{ 方向の平均気泡長さ } L_x (\mu m) = (L_{x_1} + L_{x_2} + L_{x_3}) / 3$$

$$Y \text{ 方向の平均気泡長さ } L_y (\mu m) = (L_{y_1} + L_{y_2} + L_{y_3}) / 3$$

$$Z \text{ 方向の平均気泡長さ } L_z (\mu m) = (L_{z_1} + L_{z_2} + L_{z_3}) / 3$$

さらに、 $(L_x + L_y + L_z) / 3 = \text{平均気泡径} (\mu m)$ とする。

10

【 0 0 1 2 】

上記平均気泡径とゲル分率の比は 10 ~ 300 であり、好ましくは 18 ~ 200 である。平均気泡径のゲル分率に対する比が 10 未満の場合は、気泡径が小さいか又はゲル分率が高い場合である。気泡径が小さいとロール間隙を通過するときに受ける剪断力が十分に作用せず破泡し難くなり、ゲル分率が高いと架橋度が高いので樹脂強度が高く、この場合も破泡し難くなる。

【 0 0 1 3 】

上記の比が 300 を超える場合は、気泡径が非常に大きいか又はゲル分率が極端に低い場合である。気泡径が非常に大きいと気泡径の大きさが不均一となり、発泡体としての種々の物性が悪くなる。ゲル分率が極端に低いと独立気泡発泡体を製造する際、発泡ガス抜けが起こり、適正な倍率の発泡体を得られないことがある。

20

【 0 0 1 4 】

2 本のロール間隙は独立気泡発泡体の厚みの $1/8 \sim 1/25$ とする。この間隙が $1/8$ を超えると圧縮力が不足して破泡性が著しく低下し、所望の連続気泡率とするためにはロール間隙を通過させる回数を増やさなければならない。又、 $1/25$ よりも小さいとロールによる圧縮力が強すぎて気泡が押し潰され、ロール間隙通過後の発泡体の厚みが回復しなくなる。好ましくは $1/12 \sim 1/18$ である。

【 0 0 1 5 】

上記 2 本のロールは異なる周速度で異方向に回転する。回転方向は図 1 に示すように、独立気泡発泡体 1 の挿入方向に対して正方向である。この 2 本のロール a、b の回転速度は $5 \sim 30 \text{ m/分}$ が好ましく、この速度範囲において速い速度で回転する一方のロール 1 の周速度 V_u と、遅い速度で回転する他方のロール 2 の周速度 V_l との比 V_u / V_l は $1.0 \sim 1.4$ である。

30

【 0 0 1 6 】

周速度が異なることによりロール間隙を通過する発泡体は剪断力を受けて気泡膜が容易に破裂し独立気泡が連続気泡となる。 1.4 を超えるとロール間隙通過後の発泡体に湾曲が生じたりすることがある。好ましい周速比は $1.1 \sim 1.3$ である。

【 0 0 1 7 】

独立気泡発泡体をロール間隙に 1 回だけ通過させることにより所望の連続気泡率が得られることもあるが、1 回の通過だけでは連続気泡率が不足する場合には複数回通過させるか、又は、上記のような 1 対のロールを複数個配置した装置を用いてもよい。但し、ロール間隙に 6 回以上通過させると圧縮作用と剪断作用により発泡体が伸びすぎて連続気泡発泡体の厚みが減り、硬さ等が著しく変化することがあるので 6 回以下とすることが好ましく、4 回以下とするのがより好ましい。

40

【 0 0 1 8 】

【 発明の実施の形態 】

(実施例 1 ~ 7、比較例 1 ~ 5)

低密度ポリエチレン (LDPE) ($MI = 3.8$, 密度 0.924)、エチレン - 酢酸ビニル共重合体 (EVA) ($MI = 2.5$, 密度 0.940 , 酢酸含有量 19.0%) 又は

50

低密度ポリエチレンと高密度ポリエチレン（HDPE）（MI = 6.6，密度 0.956）の 1 : 1（重量比）の混合物に、熱分解型発泡剤としてアゾジカルボンアミド（ADCA）15 重量部を添加し、ADCA が分解しない温度で発泡性シートを押出成形し、該発泡性シートに電子線架橋又は化学架橋（ジクミルパーオキサイド，加熱温度 160）により架橋せしめ、その後 200 ~ 250 の加熱炉を通して ADCA を分解させ、厚さ 5 ~ 8 mm の独立気泡発泡体を作製した。

【0019】

図 1 は連続気泡発泡体を製造する方法を示す側面図であり、厚み t_1 の独立気泡発泡体 1 を表 1 に示す条件でロール a、ロール b の間隙 t_2 を通過させて連続気泡発泡体 2 を得た。この連続気泡発泡体 2 を以下の項目で評価し、その結果を表 1 及び表 2 に示した。

10

（1）平均気泡径：前記の方法による。

（2）独立気泡率（%）：ASTM D 2856 - 94 に基づき、空気比較式比重計（ECKMAN）を用いて測定した。

（3）連続気泡率（%）= 100 - 独立気泡率（%）

（4）ロール間隙 = t_2 / 独立気泡発泡体 1 の厚み t_1

（5）ロール周速比 = 高速ロール a の周速度 V_u / 低速ロール b の周速度 V_l

（6）厚み保持率 = ロール間隙通過後の発泡体の厚み t_3 / t_1

（7）外観：連続気泡化前後の発泡体を目視により比較評価した。

（8）ゲル分率：独立気泡発泡体を A g 秤量し、これを 120 のキシレン中に 24 時間浸漬した後、200 メッシュの金網で濾過し、金網上の不溶解分を真空乾燥してその重量

20

（B g）を測定し、次式により算出した。

ゲル分率（重量%）= $(B / A) \times 100$

【0020】

【表 1】

		実施例 1	実施例 2	実施例 3	実施例 4	実施例 5	実施例 6	実施例 7
元の 独立 気泡 発泡 体	独立気泡率(%)	84.5	82.3	80.2	79.8	82.1	75.8	78.3
	倍率(cc/g)	30.3	30.3	30.8	30.7	30.5	30.8	30.4
	(ADCA 15部)							
	平均気泡径 (μm)	833	780	1180	595	820	815	810
	ゲル分率(%)	41.1	38.2	65.8	38.6	38.9	20.4	40.2
	平均気泡径と ゲル分率の比	20.2	20.4	17.9	15.4	21.1	40.0	20.1
	架橋方法 (注1)	EB (4.0 Mrad)	EB (3.0 Mrad)	C (0.7部)	EB (6.5 Mrad)	EB (4.0 Mrad)	EB (4.0 Mrad)	EB (4.0 Mrad)
	樹脂種類	LDPE	EVA	LDPE	LDPE +HDPE	LDPE	LDPE	LDPE
連泡 化条 件	ロール間隙	1/16	1/16	1/16	1/16	1/10	1/20	1/16
	ロール周速比	1.2	1.2	1.2	1.2	1.2	1.2	1.32
	回数(パス回数)	1	1	1	1	1	1	1
結果	連続気泡率(%)	100	100	100	85.0	73.2	100	100
	厚み保持率(%)	97.3	98.2	95.4	94.2	94.3	88.3	87.0
	外観	○	○	○	○	○	○	やや 湾曲 $\Delta \sim \bigcirc$
備考					2回 パスで 連泡度 100%	4回 パスで 連泡度 100%		

(注1) 架橋方法

EB: 電子線架橋, C: 化学架橋

【 0 0 2 1 】

【 表 2 】

		比較例 1	比較例 2	比較例 3	比較例 4	比較例 5
元の 独立 気泡 発泡 体	独立気泡率(%)	80.2	77.5	82.2	81.1	80.1
	倍率(cc/g)	31.7	30.5	30.3	30.4	13.5 (ADCA 6部)
	平均気泡径 (μm)	385	430	820	835	480
	ゲル分率(%)	40.1	38.7	37.8	38.1	32.5
	平均気泡径と ゲル分率の比	9.6	21.4	21.7	21.9	14.8
	架橋方法 (注1)	EB (7.0 Mrad)	EB (4.0 Mrad)	EB (4.0 Mrad)	EB (4.0 Mrad)	EB (4.0 Mrad)
	樹脂種類	LDPE +HDPE	LDPE	LDPE	LDPE	LDPE
連泡 化条 件	ロール間隙	1/16	1/6	1/28	1/16	1/16
	ロール周速比	1.2	1.2	1.2	1.45	1.2
	回数(パス回数)	8	10	1	1	12
結果	連続気泡率(%)	80.0	65.5	100	100	42.5
	厚み保持率(%)	42.5	82.1	35.6	85.3	60.8
	外観	シワ ×	シワ ×	へり ×	シワ 湾曲 ×	—

(注1) 架橋方法

EB:電子線架橋

【0022】

【発明の効果】

本発明によると、得られた連続気泡発泡体は発泡倍率及び連続気泡率が高く、圧縮強度が低く、表面はスキン層を有して平滑であるから隙間への充填作業がし易い。又、圧縮復元性が良く、スライスしたものは吸水性・吸音性を有するので緩衝材、クッション材、家電製品の気密材や隙間充填材、エアコン等の結露防止材、木製床の防音材などとして好適に使用される。更に、連続した長尺のシートとすることができるので、粘着加工や他の素材との複合加工が容易である。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の実施例を示す側面図。

【図2】平均気泡径を測定する方法を示す独立気泡発泡体の模式図。

【符号の説明】

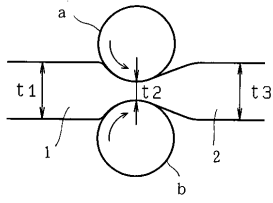
1：独立気泡発泡体

2：連続気泡発泡体

a, b：ロール

t₁：独立気泡発泡体の厚みt₂：ロール間隙t₃：連続気泡発泡体の厚み

【図 1】



【図 2】

