

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第3911548号

(P3911548)

(45) 発行日 平成19年5月9日(2007.5.9)

(24) 登録日 平成19年2月9日(2007.2.9)

(51) Int. Cl.		F I			
G 1 O K	11/162	(2006.01)	G 1 O K	11/16	A
D O 4 H	3/00	(2006.01)	D O 4 H	3/00	D
D O 4 H	3/16	(2006.01)	D O 4 H	3/16	

請求項の数 9 (全 13 頁)

(21) 出願番号	特願平9-542291	(73) 特許権者	スリーエム カンパニー
(86) (22) 出願日	平成8年9月30日(1996.9.30)		アメリカ合衆国, ミネソタ 55144-
(65) 公表番号	特表2000-511244 (P2000-511244A)		1000, セント ポール, スリーエム
(43) 公表日	平成12年8月29日(2000.8.29)		センター
(86) 国際出願番号	PCT/US1996/015707	(74) 代理人	弁理士 石田 敬
(87) 国際公開番号	W01997/045581	(74) 代理人	弁理士 吉田 維夫
(87) 国際公開日	平成9年12月4日(1997.12.4)	(74) 代理人	弁理士 戸田 利雄
審査請求日	平成15年9月30日(2003.9.30)	(74) 代理人	弁理士 西山 雅也
(31) 優先権主張番号	08/655,047	(74) 代理人	弁理士 樋口 外治
(32) 優先日	平成8年5月29日(1996.5.29)		
(33) 優先権主張国	米国 (US)		

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 熱安定性防音材

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

平均有効繊維直径が15ミクロン未満であり、厚さ少なくとも0.5cm、密度50kg/m³未満、試験法ASTM F778-88を用いて求めた場合に空気流の圧力低下は32リットル/分の流量で少なくとも1mmH₂Oであるメルトブロー微繊維ポリプロピレンウェブを含む音波の減衰のための熱安定性防音材であって、前記ポリプロピレン微繊維は、ポリプロピレンホモポリマー、コポリマー、またはそれらのブレンドから形成されるものであり、0.2~5重量%の非揮発性の熱安定剤または酸化防止剤が前記微繊維中に均一に分布されており、前記微繊維が135で少なくとも10日間は熱安定である熱安定性防音材。

【請求項 2】

前記微繊維は135で少なくとも50日間は熱安定であり、前記微繊維が前記微繊維中に均一に分布された0.3~1.5重量%の熱安定剤または酸化防止剤を有する請求項1記載の熱安定性防音材。

【請求項 3】

前記メルトブロー微繊維ウェブはメルトブロー微繊維と捲縮かさ高繊維との混合物を含み、前記メルトブロー微繊維は前記メルトブロー微繊維ウェブの少なくとも40重量%を構成する請求項2記載の熱安定性防音材。

【請求項 4】

前記メルトブロー微繊維ポリプロピレンの重量平均分子量は30,000~150,000である請求項1記載の熱安定性防音材。

10

20

【請求項 5】

前記メルトブロー微繊維ウェブはメルトブロー微繊維と捲縮かさ高繊維との混合物を含み、前記メルトブロー微繊維は前記メルトブロー微繊維ウェブの少なくとも40重量%を構成する請求項1記載の熱安定性防音材。

【請求項 6】

前記微繊維は155の温度で少なくとも30日間は熱安定である請求項1記載の熱安定性防音材。

【請求項 7】

メルトブロー微繊維を含む微繊維ウェブを含む音波の減衰のための熱安定性防音材を形成する方法であって、

a) 少なくとも150,000の重量平均分子量を有するポリプロピレンポリマー、コポリマーまたはブレンドの溶融フィードストリームを供給するステップと、

b) 前記溶融フィードストリームを分解しながら前記溶融フィードストリームを押し出すステップと、

c) 分解された前記フィードストリームに0.2~5重量%の熱安定剤または酸化防止剤を均一にブレンドするステップと、

d) 前記ブレンドを、重量平均分子量が150,000未満であり135の温度で少なくとも10日間は熱安定である前記メルトブロー微繊維に形成するステップと、

を含む方法。

【請求項 8】

押出中の温度が押出部で少なくとも350であり、ブレンド中の温度は340で未満である請求項7記載の方法。

【請求項 9】

前記溶融フィードストリームは分解促進剤を更に含む請求項7記載の方法。

【発明の詳細な説明】

発明の分野及び背景

本発明は、防音に関し、特に、動力乗物、特に自動車に使用されるよう設計された防音材に関する。

不織ウェブは、乗員キャビン及び/またはエンジンコンパートメントまたは防火壁に位置しそれらを囲繞する防音材として自動車内で使用される。エンジンコンパートメントまたは隣接する防火壁に使用するために、鉍滓綿、ガラス繊維等の一般に極めて高温安定性の不織材料が必要とされる。しかし、乗員キャビンのまわりでさえ、一定程度の熱分解耐性は必要とされる。乗物の乗員コンパートメントは、特に日のあたる場所に駐車したときは、非常に暑くなりうる。

極めて効果的な防音材料はメルトブロー微繊維加工によって形成することができることがわかったが、そのような材料は米国特許第5,298,694号に記載されている。コスト、加工性及び性能の面から、この使用のために好適なメルトブロー微繊維ウェブはポリプロピレンから形成される。しかし、繊維形態のポリプロピレンの問題は、分解、特に熱分解を受けやすいことである。

ポリプロピレンは分解すると脆くなり、ブロー微繊維の形態では塵になる。例えば、米国特許第4,067,836号において、ポリプロピレンを使用して、酸化崩壊するブレンドの感受性を上げることによってポリマーブレンドの分解度を上げる。一定の時間内にポリマー配合物を安定させるために、その点以降に分解が急激に発生するのであるが、この特許はフェノール様酸化防止剤等を使用することを提案している。同様に、米国特許第5,393,831号には、フェノール酸化防止剤なしで形成されるポリプロピレンフィルム及び制御が記載されている。結果として得られる材料は高温環境にさらされると急激に分解する。米国特許第4,038,228号を参照のこと。

一定の熱安定剤または安定剤のブレンドがいずれの特定の場合に働く正確な性質はよく理解されていないことが多い。しかし、全部でないならば大半の熱安定剤は犠牲的であるとみなされている。この犠牲的な意味で、安定剤は分解過程で本質的な成分を優先的に除去

10

20

30

40

50

し、過程中で消耗する。すべての安定剤が消耗すると、次いで保護された材料が一般に急速に分解する。更に、酸化防止剤または熱安定剤がポリマー中によく分布していないと、部分的な分解が発生しうる。この問題は、安定剤が製品の使用中に拡散して揮発することができるように、酸化防止剤が不相溶性のため分離する傾向があり、及び/または、低分子量であるときに、倍化しうる。

酸化防止剤または熱安定剤及び他の従来の添加剤を含む添加剤は、一般に、フィルムまたは繊維を形成するときに押出機にポリマーを供給する前に、ポリマーに添加される。これは、米国特許第5,145,727号及びドイツ特許出願公開第254378号に記載されているようにメルトブロー微繊維でもその通りであり、どちらにも、押出及び繊維をメルトブローする前に添加剤をポリプロピレンに添加することが記載されている。米国特許第5,145,727号において、添加剤は、メルトブロー微繊維の表面へ優先的に拡散する材料である。これらの添加剤はメルトブロー微繊維に、親水性、水湿潤性、アルコール忌避性、疎水性、帯電防止性等の特定の表面特性を提供する。これらの型の添加剤も、メルトブロー微繊維の生成後に繊維表面へ噴射することが、例えば、米国特許第4,753,843号、第4,328,279号及び再発行特許第31,885号に記載されている。

メルトブロー過程でポリプロピレンの押出前に添加される最も一般的な添加剤は、過酸化物等の分解促進剤 (prodegradent) 材料であり、国際特許出願公開第W096/09428号参照のこと。これらの過酸化物を使用して押出過程にポリプロピレンを制御可能に分解して、ポリプロピレンを効果的にメルトブローして高品質微繊維ウェブにするように適切な分子量分布を提供する。例えば、米国特許第5,271,883号には、ポリプロピレンの分子量分布を2.2~3.5 Mw/Mnの範囲へ制御して230 で10分につき5000グラムまでのメルトブロー速度を提供するために、100万につき3000部までのレベルで使用される過酸化物が記載されている。これらの過酸化物が添加されない場合、または過酸化物に結合する場合、ポリプロピレンは一般に、米国特許第3,870,567号、第4,048,364号、第3,849,241号及び第5,149,468号に記載のように、押出機内で制御された熱分解を受ける。この熱分解は、米国特許第3,849,241号に詳述されているように、非常に極端な温度で行われる。どちらの形態の分解も、メルトブロー微繊維ウェブ内のショットまたは他の繊維欠陥の形成を排除する助けをする。この制御された分解も高粘度低メルトブロー速度のポリプロピレンポリマーを使用して、平均繊維直径が10ミクロン未満であることが好ましい高品質メルトブロー不織ウェブを形成することができる。この制御分解環境に供給されるポリマーに熱安定剤を添加することは、逆効果である。結果は、非分解ポリマーになりがちであり、すべてのまたは実質的にすべての酸化防止剤または熱安定剤が押出機の極端な分解環境で消費されるためほとんど熱安定性のない低品質メルトブロー不織ウェブを生成する。

ドイツ特許第2543781号には、非毒性界面活性剤を使用してわずかに低い熱分解温度が可能である分解を助ける熱分解が提案されている。

酸化防止剤の使用は、当初はメルトブローに適切な粘性を有するポリマーから繊維をメルトブローすることに関連して提示されている。これらの酸化防止剤は、日本特許出願公開第2-271607号、ヨーロッパ特許出願第484952号、米国特許第5,288,791号、第4,981,747号、第5,116,662号、第5,169,706号、第4,883,549号及び第4,707,398号に記載されているように、押出機に入るポリマーに供給される。

発明の開示

本発明は、消音のために熱安定化したポリプロピレンメルトブロー微繊維防音ウェブを使用することに関する。ウェブは優秀な防音特性、すなわち、音吸収及び伝達損失特性を呈する。音吸収は材料の入射音波を吸収する能力に関し、伝達損失は材料の入射音波を反射する能力に関する。音吸収が高く伝達損失値が高いことが、防音には望ましいとみなされる。「消音」という用語は、入射音波の吸収及び/または反射を称する。

自動車乗員キャビンに使用される防音用に、ポリプロピレンメルトブロー微繊維不織ウェブ

10

20

30

40

50

ブ材料を有することが所望され、この材料は135の温度で少なくとも10日間、好ましくは50日間、最も好ましくは100日間、熱分解に耐性があり(熱安定性)、酸化防止剤または熱安定剤はポリプロピレンメルトブロー微繊維ポリマー内に均一に分散している。メルトブロー微繊維ウェブ防音材を形成する前にポリマーフィードストリームに添加される酸化防止剤または熱安定剤の量は、最終防音製品に見いだされるものに実質的に対応する。酸化防止剤または熱安定剤は、実質的にショットがなく平均有効繊維直径が約15ミクロン未満のメルトブロー微繊維を効果的に作製する押出過程中にポリプロピレンの制御された熱分解または分解促進剤触媒分解を妨げないように添加される。

本発明は、メルトブロー微繊維を具備する防音材に更に関し、防音ウェブは平均有効繊維直径が約15ミクロン未満であり、密度約20kg/m³未満、空気流の圧力低下は(ASTM F778-88で概略されたように)約32リットル/分の流量で少なくとも約1mm H₂Oである。

防音ウェブの平均有効繊維直径は約1~10ミクロンであり、ウェブの密度は約10kg/m³未満、ウェブの圧力低下は約32リットル/分の流量で約3mmH₂O~約10mmH₂Oであることが好ましく、ポリプロピレン微繊維は、少なくとも0.2重量%非揮発(130までの温度で)酸化防止剤または熱安定剤を微繊維内に均一に分散させて有する。

更に、防音ウェブはポリプロピレンメルトブロー微繊維と捲縮バルキング繊維特許の混合物を、メルトブロー微繊維が不織防音ウェブの少なくとも40重量%を形成するように、含むことが好ましい。また、不織防音ウェブはデニールが約2以下の非常に細いデニールのステーブルファイバと、バインダ繊維及び静電放電繊維等の追加のステーブルファイバと、を含むこともできる。

本発明の更に別の態様において、

a) 少なくとも40重量%の上述の熱安定化した熱可塑性メルトブロー微繊維を含む不織防音ウェブと、

b) 防音ウェブに積層されて積層を形成する第2の層であって、防音ウェブの部分及び第2の層は熱圧縮されて、積層の他の部分に対して薄手である厚さが減少した領域を形成する第2の層と、

を具備する防音ウェブ積層が提供される。

一般に、第2の層はスクリム、不織繊維ウェブ、フィルムまたは織布を含む。

【図面の簡単な説明】

本発明は、図面を参照して更に説明される。

図1は、本発明の積層の側面図であり、積層の熱可塑性フィルム側を示す。

図2は、乗物ドアの内パネルの概略立面図である。

図3は、図2に類似した図であるが、乗物ドアの内パネルの位置にある図1の積層を示し、積層の不織布側を例示する。

図4は、図1の拡大概略断面図である。

これらの図面は、理想的に描いたものであり、一定の縮尺ではなく、単に例示的意図であり、非限定的なものである。

好適な実施態様の詳細な説明

熱安定化メルトブローポリプロピレン微繊維の不織防音ウェブは一般に、密度が約50kg/m³以下であり、約20kg/m³以下が好ましく、平均有効繊維直径は約15ミクロン以下であり、約1~約10ミクロンが好ましく、圧力低下は約32リットル/分の流量で少なくとも約1mmH₂O、少なくとも約3mmH₂Oが好ましく、約3~約10mmH₂Oが最も好ましい。

メルトブロー微繊維ウェブは、Wente, Van A.著「超微細熱可塑性繊維(Superfine Thermoplastic Fibers)」、工業化学(Industrial Engineering Chemistry)第48巻、1342ページ以下参照(1956)、または、海軍研究所報告書第4364号、1954年5月25日発行、Wente, Van A., Boone, C.D., Fluharty, E.L.著「超微細有機繊維の製造(Manufacture of Superfine Organic Fibers)」に記載のように形成することができる。メルトブロー微繊維のアスペクト比(長さの直径に対する比率)は無窮大に近づくことができるが、メルトブロー微繊維は不連続であることが知られている。メルトブロー微

10

20

30

40

50

維は一般に直径が約1～約25ミクロンである。本発明のウェブにおいて、メルトブロー微繊維の平均有効繊維直径は約1～約15ミクロンが好ましく、約3～10ミクロンがより好ましい。メルトブロー微繊維は、ポリプロピレンホモポリマー、コポリマー及びブレンド（一般に、他に指定のない限りポリプロピレンと呼ばれる）を主に含むポリプロピレン繊維形成熱可塑性ポリマーから形成される。ポリプロピレンホモポリマーまたはコポリマーは少なくとも50重量%の微繊維を含み、メルトブローに適合性のある他の熱可塑性材料とブレンドすることができる。相溶性ポリオレフィンとのブレンドが一般に好適である。しかし、全体としてブレンドは一般にあまり好適ではない。

本発明のメルトブローポリプロピレン微繊維の防音ウェブは、米国特許第4,118,531号（Hauser）に開示された捲縮バルキング繊維等のステーブルファイバまたはバインダ繊維を含む。このような捲縮バルキング繊維は、その長さ方向に沿って連続したウェブのかかったカールしたまたはぎざぎざした特徴を有する。捲縮バルキング繊維の大きさは、一般に約1デニール～約100デニールの範囲であり、約3デニール～約35デニールが好ましい。一般に、捲縮バルキング繊維の平均長さは、約2～約15cmであり、約7～約10cmが好ましい。捲縮バルキング繊維は、ポリエステル、アクリル樹脂、ポリオレフィン、ポリアミド、ポリウレタン、レーヨン、アセテート、及びそれらの混合物から形成することができる。

典型的なバインダステーブル繊維は、不連続に塗布される非晶質溶融可能繊維またはホットメルト接着剤塗布繊維と、二成分バインダ繊維とを含み、二成分バインダ繊維は長さ方向に沿って同一範囲に横に並んだ、同心シースコア構成または楕円シースコア構成に配列された接着剤成分と支持成分とを有し、接着剤成分は繊維の外表面の少なくとも一部を形成する。有用なバインダ繊維は米国特許第4,837,067号（Carey, Jr. et al.）に開示されている。好適なバインダ繊維は、捲縮シースコア結合繊維であり、結晶質ポリエチレンテレフタレートのコアが、イソフタレート及び、日本、大阪のユニチカがMeltyTMとして販売のテレフタレートエステルから形成された接着剤ポリマーのシースによって囲繞される。使用可能な二成分ポリエチレンポリプロピレン繊維は、日本、大阪のチッソがChissoTMES繊維として販売されている。

捲縮バルキング繊維及び/またはバインダ繊維の量は、繊維の大きさ及び繊維によって提供される増加したバルクの量によって大幅に変動する。量は、要求された密度、平均有効繊維直径及び圧力低下が合致するものでなければならない。例えば、平均有効繊維直径が約6ミクロンのポリプロピレンメルトブロー微繊維、及び、約6デニール、長さ約1.5インチ（3.8cm）で約3.9捲縮/cmのポリエステルステーブル繊維から形成される防音ウェブにおいて、防音ウェブ内のメルトブロー微繊維の捲縮バルキング繊維に対する比は、それぞれ約40:60～95:5の範囲でありうる。

本発明に使用される防音ウェブは、米国特許第4,813,948号（Insley）に開示された微繊維マイクロウェブを含んでもよい。微繊維マイクロウェブは一般に、微繊維源ウェブを分離して微繊維マイクロウェブの別々の粒子を形成する。そのような微繊維マイクロウェブは比較的密な核を有し、個々の繊維及び/または繊維束がそこから突出する。核は、平均直径が約0.05～約4mmであり、繊維及び/または繊維束は外側に延在し、約0.07～約10cmの範囲のマイクロウェブの合計直径を提供する。これらのマイクロウェブは、ポリプロピレン微繊維から形成されるのであれば、本発明によって熱安定化されることが好ましい。

防音ウェブの坪量は所望の最終使用により大幅に変動するが、一般にウェブの坪量は少なくとも約100g/m²であり、少なくとも約200g/m²であることがより好ましい。防音ウェブの厚さも大幅に変動しうるが、一般に約0.5cm～約15cmの範囲であり、少なくとも約2cmであることが好ましく、少なくとも約7cmが最も好ましい。ウェブの厚さは、例えば、カレンダー圧延によって要求される密度を達成するのに必要なだけ低減することができる。厚さの測定は、ウェブの10cm×10cmの部分を取り、切断し、0.01グラムの精度まで量り、次いで40kgの重りをのせた平らなプレートの下に（0.4kg/cm²の圧力を加える）24時間置き、そのときに重りを取り除き、試料は1時間平静に回復される

10

20

30

40

50

。次いで、ウェブに合計で14グラムの力をかけて ($1.4 \times 10^{-4} \text{ kg/cm}^2$ の圧力) プレートとダイヤルインジケータを使用して高さを測定する。重量及び厚さから、ロフトは次式から容易に算出することができる。

$$L = (h) (100) / W$$

ただし、

$$L = \text{ロフト cm}^3 / \text{g}$$

h = 厚さ cm

W = 10 cm x 10 cm 試料の重量

である。

不織防音ウェブは、そこに積層されて積層を形成する第2の層を更に具備してもよい。第2の層は液体バリア熱可塑性フィルムを具備することが好ましい。使用時には一般に第2の層は音受信域に面する。 10

好適な実施態様において、本発明は図1に示す防音積層10に関し、積層10は、例えば、図2に例示する乗物ドア12等の乗物の内パネルに固定される。積層10は、望ましい防音特性を有し、耐水シールドすなわち乗物本体に水が入ってくるのを防止するバリアとして作用することができる。積層10は乗物への好適な使用を特に参照して記載してあるが、積層10はより広い用途を有し、例えば、小型電気製品または建築用途等の他の製品に防音及び耐水バリア特性を提供するためにも等しく使用することができる。

図4を参照すると、積層10は、比較的薄い熱可塑性材料から形成された平面の熱可塑性フィルム14等の耐水バリア層を含むことが好ましい。フィルム14は様々な熱可塑性材料を含むことができるが、ポリオレフィンの強度、可撓性及び耐久性によりポリオレフィンがフィルム14として使用するのに好適な材料であることがわかった。ポリエチレン、ポリプロピレン及びエチレンプロピレンコポリマーフィルムは、従来の技術によって加えられる熱安定剤のレベルが適切であるため、特に好適である。更に、フィルム14は厚さが様々であるが、約20ミクロン~約250ミクロンの範囲の厚さが好ましく、約25ミクロン~約150ミクロンの間が最も好ましい。 20

積層10においてメルトブローポリプロピレン防音ウェブ15は熱可塑性フィルム14に積層される。ウェブ15は、完全に混合されたポリプロピレンメルトブロー微繊維と捲縮バルキング繊維とをむことが好ましい。

所望により、積層10は、フィルム14とは反対側のウェブ15に固定された任意のスクリム層52を含むこともできる。任意のスクリム層52は積層10の一体化を強める。スクリム層52は、ファイバーウェブノースアメリカ社(サウスカロライナ州、グリーンビル)がCelestraTMの商品名で販売の厚さ約180ミクロンの17g/m²のポリプロピレンスパンボンド不織スクリム材料を含んでもよい。 30

積層10は一般に、まず、ウェブ15の微繊維をウェブ収集面上に収集する前にウェブ収集面上にスクリム層52を置くことによって、任意のスクリム層52の本来の場所に(in situ)ウェブ15を形成することによって作られる。次に、ウェブ15は従来のカレンダー圧延または超音波点接合操作を受け、フィルム14をウェブ15複合材料に積層して、このようにして積層10を形成する。あるいは、積層10は、積層の層を接着剤、例えば、ホットメルト接着剤または感圧接着剤、またはそのような接着剤を具備する両面接着テープ、と一緒に固定することによって作ることができる。更に、所望により、第2の任意のスクリム層(図示せず)をフィルム14とウェブ15との間に固定することができる。 40

次に、積層10は一般に、熱ダイ(例えば、熱成形された)で加圧成形され、外周16に沿って厚さの減少した領域17を形成し、厚さおよそ20ミル(508ミクロン)である。熱成形過程において、積層10は、温度約250°F(120°C)で約1.2分間、4ft²(0.4m²)領域上に約90トンの型締力をかけられることが好ましい。厚さ減少領域17において、フィルム14、ウェブ15及び任意のスクリム層52は熱圧縮され、薄手の一体化構造物を形成する。厚さ減少領域17はこれらの領域で積層10の一体化を促進し、積層10は乗物製造業者が組立操作中に容易に取り扱うことができる。熱成形操作 50

中にダイ表面に接触しない積層 10 の領域は、ウェブ厚さが実際には変わらない。積層 10 のこれらの領域では、ウェブ 15 の防音特性は影響されない。任意に、外周 16 内部の積層 10 の領域は薄手に熱圧縮して乗物ドアの輪郭に適合することができる。

別の態様において、本発明は、

a) 熱安定化したメルトブローポリプロピレン微繊維を含む不織防音ウェブ 15 と、
b) ウェブ 15 に積層して防音積層を形成するフィルム 14 等の第 2 の層であって、ウェブ 15 の部分及び第 2 の層は熱圧縮されて、積層の他の部分に対して薄手である厚さ減少領域 17 等の厚さが減少した領域を形成する第 2 の層と、を具備する防音積層に関する。図 1 を参照すると、例示の実施態様において、防音積層 10 は側縁 18、20、底縁 25 及び頂縁 33 を含む。積層 10 を保護された表面に取り付けるために、積層 10 のフィルム 14 は、前述のように積層 10 が熱成形された後に選択された領域に塗布する接着剤 40 を有することができる。所望により、接着剤を塗布する対象の、例えば、フィルム 14 等の表面は接着剤を塗布する前に処理してフィルム表面の表面特性を改質してフィルム 14 に対する接着剤の結合を高めることができる。この目的のためには、コロナ放電処理が好適である。

10

更に、別の態様において、本発明は乗物ドアまたは他の本体パネルを製造する方法に関し、積層 10 は、例えば、乗物ドアの内パネルに固定され、乗物ドアの防音を提供し、耐水バリアとして作用する。

図 2 に示すように、乗物ドア 12 は一般に従来のものであり、外パネル 68 を具備する。内パネル 70 は、内パネル 70 の周辺縁に沿って溶接すること等によって外パネル 68 に適切に固定される。一般に、パネルは間隔をおいて置かれて、内チャンネルを提供し、様々な内窓操作機構等に適合する。この理由のため、内パネル 70 は様々な付属品等を収納し装着するために、一般にむらのある形状または輪郭で形成され、例えば、図 2 では、略円筒部 78 の中心に内パネル 70 の窪んだ領域 72 を通ってスピーカー開口 80 が形成される。図 3 は、ドア 12 における設置位置にある積層 10 を例示する。

20

防音ウェブのポリプロピレンメルトブロー微繊維は、少なくとも 135 の温度で少なくとも 10 日間、または少なくとも 155 の温度で少なくとも 5 日間、好ましくは少なくとも 10 日間、最も好ましくは 30 日間、で、熱分解に対して耐性があるように、実質的に熱分解に耐性があることによって特徴づけられる。これは、平均自動車寿命の近似熱履歴の加速版に合理的に対応し、この自動車は平均熱帯または乾燥環境で使用される。しかし、一般に使用時に自動車乗員質の防音ウェブがさらされる最高平均温度は 120 未満である。

30

ポリプロピレンメルトブロー微繊維の熱安定性はポリプロピレンメルトブローウェブの微繊維にわたって均一に分布された適切な非揮発性安定剤の使用による。ジ - n - オクタデシル (3, 5 - ジ - ブチル - 4 - ヒドロキシベンジル) マロネート、2, 6 - ジ - t - ブチルフェノール、2, 2' - メチレン - ビス (6 - ブチル - 4 - メチルフェノール)、2, 6 - ジ - t - ブチルヒドロキノン、オクタデシル - (3, 5 - ジ - t - ブチル - 4 - ヒドロキシベンジルチオ) アセテート、1, 1, 3 - トリス (3 - t - ブチル - 6 - メチル - 4 - ヒドロキシフェニル) ブタン、1, 4 - ビス (3, 5 - ジ - t - ブチル - 4 - ヒドロキシベンジル) - 2, 3 - 5, 6 - テトラメチルベンゼン、2, 4 - ビス - (3, 5 - ジ - t - ブチル - 4 - ヒドロキシフェノキシ) - 6 - (n - オクチル - チオ) - 1, 3, 5 - トリアジン、2, 4 - ビス - (4 - ヒドロキシ - 3, 5 - ジ - t - ブチルフェノキシ) - 6 - (n - オクチル - チオエチルチオ) - 1, 3, 5 - トリアジン、2, 4 - ビス - (n - オクチルチオ) - 6 - (3, 5 - ジ - t - ブチル - 4 - ヒドロキシ - アニリノ) - 1, 3, 5 - トリアジン、2, 4, 6 - トリス - (4 - ヒドロキシ - 3, 5 - ジ - t - ブチルフェノキシ) - 1, 3, 5 - トリアジン、n - オクタデシル - ベータ - (3, 5 - ジ - t - ブチル - 4 - ヒドロキシフェニル) プロピオネート、2, 4, 6 - トリス (3, 5 - ジ - tert - ブチル - 4 - ヒドロキシベンジル) - イソシアヌレート、ジ - n - ドデシル - 6 - tert - ブチル - 2, 3 - ジメチル - 4 - ヒドロキシベンジルホスホネート、ステアラミド N, N - ビス - [エチレン 3 - (3, 5 - ジ - t - ブチル - 4 - ヒドロキシフェニ

40

50

ル)プロピオネート]、1,2-プロピレングリコールビス[3-(3,5-ジ-t-ブチル-4-ヒドロキシフェニル)プロピオネート]、ペンタエリトリールテトラキス-[3-(3,5-ジ-t-ブチル-4-ヒドロキシフェニル)プロピオネート]、ジオクタデシル-3,5-ジ-t-ブチル-4-ヒドロキシベンジルホスホネート、ジ-n-オクタデシル-1-(3,5-ジ-t-ブチル-4-ヒドロキシフェニル)-エタンホスホネート、テトラキス-[メチレン-3-(3',5'-ジ-tert-ブチル-4'-ヒドロキシフェニル)プロピオネート]メタン、ステアリル3-(3',5'-ジ-tert-ブチル-4'-ヒドロキシフェニル)-プロピオネート、ジステアリル3,5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシベンジルホスフィット、1,1,3-トリス(5'-tert-ブチル-4'-ヒドロキ-2'-メチル-フェニル)ブタン、4-メチル-1,6-ジ(2'-ヒドロキシ-3'-tert-ブチル-5'-メチルベンジル)フェノール、2,4-ジ(3',5-ジ-tert-ブチル-4'-ヒドロキシフェノキシ)トリアジン、2,2'-チオビス(4'-メチル-6'-tert-ブチル-フェノール)、4,4'-チオビス(3-メチル-6-tert-ブチル-フェノール)、3,5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシアニソール、2,6-ジ-tert-ブチル-p-クレゾール(テトラキス[メチレン(3,5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシヒドロキシナメート)等のヒンダードフェノール等のフェノール酸化防止剤等のいずれの適切な非揮発性熱安定剤を使用することができる。N-フェニル-ベータ-ナフチルアミン、N,N'-ジフェニル-p-フェニレンジアミン、p-イソプロポキシジフェニルアミン、N,N'-ジ-ベータ-ナフチル-p-フェニレンジアミン、N,N'-ジ-(2-オクチル)-p-フェニレンジアミン、N,N'-ジ-3(5-メチルヘブチル)-p-フェニレンジアミン、アルドール-アルファ-ナフチルアミン、4,4'-ジオクチルジフェニルアミン、4-オクチルジフェニルアミン、4-t-ブトキシジフェニルアミン、1,2-ジヒドロ-2,2,4-トリメチルキノリンのポリマー等のアミン酸化防止剤も適切である。

10

20

他の従来酸化防止剤として、チオ尿素、ホスフィット、ホスフェート及び他の従来酸化防止剤が挙げられる。

酸化防止剤または熱安定剤は、上述のように、ポリプロピレン微繊維を熱安定化するのに十分な濃度で、一般に0.2~10重量%、好ましくは0.3~1.5重量%の濃度で、ポリプロピレンメルトブロー微繊維内に存在する。

メルトブロー微繊維のポリプロピレンのT_mは少なくとも約155であり、重量平均分子量が約30,000~150,000、好ましくは50,000~120,000であることによって特徴づけられる。

30

熱安定性ポリプロピレンメルトブロー微繊維の新規防音材は、上述のメルトブロー技術によって形成されるが、ポリプロピレンポリマー(一般に重量平均分子量は150,000を超え、170,000を超えることが好ましい)は押出機に供給され、例えば、米国特許第3,849,241号に記載されているように少なくとも部分的に分解を受ける。押出及び熱分解及び/または触媒分解の後、ポリマーは、ダイの直前に酸化防止剤または熱安定剤と均質混合される。この混合は、米国特許第5,064,578号に開示されたように、KenixTM型静的混合機内で行うことができる。静的混合機を含んだ樹脂運搬管内の温度は、押出機の温度(350~475)よりも低く、一般に280~340であり、酸化防止剤または熱安定剤の樹脂運搬管内の平均滞留時間は25秒未満であり、10~25秒が好ましい。次いでブロー微繊維は、高速風量でダイから繊維を押し出すことによって形成される。

40

実施例

熱安定性評価

メルトブロー微繊維ウェブの熱安定性は、ウェブの試験試料を135にまたは155に維持された炉内に置いて、毎日試料の状態をモニタすることによって測定した。酸化防止剤のない、または酸化防止剤のレベルが低いウェブは縮み、溶融し、脆化し、試験温度で時間がたつと退色を示した。ウェブの熱安定性は、ウェブ試料が、それぞれの温度でその元の色、寸法及び柔軟性を実質的に維持した日数が報告された。

50

分子量測定

エージングの前及び後のポリプロピレンの分子量は、ポリプロピレンの分子量測定用標準ゲル透過クロマトグラフィ技術によって測定した。

酸化防止剤分析

ウェブ内の実際の酸化防止剤のレベルは、密封試料バイアル内のウェブ試料にヘキサンを添加し、そのバイアルを125でウェブが溶融するまで(およそ15~20分)加熱し、均質性を確実にするために混合し、その溶液を室温で冷却してポリマーを沈殿させ、標準液相クロマトグラフィ技術によって酸化防止剤のヘキサン溶液を分析することによって測定した。

有効繊維直径(EFD)測定

試験法ASTM F778-88で概略されたウェブの主要面を通り、またウェブを横切る空気の圧力低下。「平均有効繊維直径」は、デイビスC.N.著「飛塵及び粒子の分離(The Separation of Airborne Dust and Particles)」機械工学協会(Institute of Mechanical Engineering)、ロンドン、会報1B、1952に述べられた試験方法によって算出された。

ウェブ作製装置

本発明のウェブは、米国特許第4,933,229号(Insley et. al.)及び第5,064,578号(Insley et. al.)に記載に類似の装置を使用して作製された。これらの特許は、その内容を本願明細書に引用したものとす。装置は、従来のメルトブロー微繊維作製に類似しているが、管の入口端(すなわち、押出機に接続される端)近傍に位置する射出ポートを備えた樹脂運搬管を使用してダイを押出機に接続することが異なった。運搬管は、射出ポートの下流且つ管の出口端(すなわち、メルトブロー微繊維(BMF)ダイに接続された端)の上流に位置決めされたKenixTM混合機(長さ18cm、直径0.94cm、9混合要素を有する、または、長さ56cm、直径1.58cm、22混合要素を有する)として販売の型の静的混合機を含んだ。運搬管の射出ポートは、加熱された(約140)RuskaTM容量型ポンプ、グリッドメルタ(Meltex GR0、ジョージア州、ダルースのNorden Co.が販売)、または、第1の押出機を出て運搬管に入るときに酸化防止剤(または酸化防止剤/ポリプロピレンブレンド)を溶融ポリプロピレンのストリームに導入するのに使用される第2の押出機に接続された。酸化防止剤(または酸化防止剤/ポリプロピレンブレンド)の温度は、酸化防止剤が液体ストリームとして酸化防止剤を分解せずに運搬管に分配される温度に調節された。ポンプまたは第2の押出機のrpmは、BMFを出すポリプロピレンに所望の酸化防止剤レベルを生成する速度で第1の押出機を出る樹脂の溶融ストリームへ酸化防止剤(または酸化防止剤/ポリプロピレンブレンド)を分配するよう調節された。混合したポリプロピレン/酸化防止剤ストリームは、分けられ、KenixTM型混合機によって数回再混合され、樹脂運搬管を出る前に酸化防止剤をポリプロピレンへ均一に混和した。樹脂運搬管を出た後、混合した溶融ポリプロピレンストリームはBMFダイを通して高速熱風ストリームに運搬され、溶融ポリプロピレンを微繊維に微細化し、微繊維は収集面に実質的に収集された。微繊維直径は、微細化熱風ストリームの速度及びダイオリフィスを通るポリプロピレンの流量を個別にまたは同時に調節することによって制御した。溶融ポリプロピレンは一般に、ダイ幅1cmにつきおよそ0.2または1.3kg/時の速度でBMFダイから分配された。第1の押出機バレルの温度は約360~500の間に維持されまたはより高い押出量で約220~470からランプ(ramp)された。樹脂運搬管の温度は約310~315の間に維持され、BMFダイの温度は約310~360の間及び370に維持された。一次空気供給は、温度およそ400、圧力およそ70kPaに維持された。押出状態は一般に、樹脂運搬管内の酸化防止剤の最大滞留時間が低押出量ではおよそ22秒以下、高押出量ではおよそ10秒以下であるように調節された。

実施例1~8及び対象例C-1

本発明の高温安定ポリプロピレンBMF防音ウェブは、上述の手順に従い、Exxon 3505ポリプロピレン樹脂(テキサス州ダラスのエクソンケミカルズが販売)と、IrganoxTM1010

10

20

30

40

50

(テトラキス[メチレン(3,5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシヒドロシナメート)]メタン、高分子量フェノール酸化防止剤、ニューヨーク州ホーソンのチバガイギー社添加剤部が販売)を使用して、表1に示した投入処理量レベル(BMFウェブの実際の酸化防止剤レベルは、わずかな分解または他の損失により幾分低い)で作製した。ポリプロピレン樹脂は、およそ0.2 kg/cm/時の速度でBMFダイから分配され、Kenix™型混合機は長さ18 cm、直径0.94 cm、9混合要素を有し、Irganox™1010は、表1に示された算出重量%でRuska™容量型ポンプによって樹脂運搬管内へ導入された。BMFウェブは、坪量およそ110 g/m²、平均有効繊維直径はおよそ5.6~8.8であり、上述のように測定された。対象例C-1は、実質的に同一の手順を使用して作製されたが、運搬管を通るときに熔融ポリプロピレンストリームに酸化防止剤を導入しなかったことが異なる。

10

表 1

実施例	Irganox™ 1010 処理量 (重量%)	155℃で安定 (日)
1	0.1	0.5
2	0.25	0.5
3	0.50	11
4	0.75	26
5	1.0	24
6	1.5	32
7	2.0	35
8	3.0	32
C-1	0	0.5

20

実施例9~14及び対象例C-2

30

実施例9~14及び対象例C-2は、実施例1~8及び対象例C-1に記載の方法と実質的に同一の方法で作製されたが、使用されたポリプロピレン樹脂はFina 3860(テキサス州ダラスのFina Corp.が販売)であり、ポリプロピレンはおよそ0.72 kg/cm/時の速度でBMFダイから分配され、Kenix™型混合機は長さ56 cm、直径1.58 cm、22混合要素を有し、酸化防止剤はグリッドメルタで樹脂運搬管内へ導入されたことが異なる。実施例10、12、14は、米国特許第4,118,531号(Hauser)に記載のものと類似の手順を使用して、およそ35重量%の6デニール捲縮ポリエステル(ポリエチレンテレフタレート)ステーブルファイバ(長さ3.8 cm)をBMFウェブに混和した。この特許はその内容を本願明細書に引用したものとする。BMFウェブの実際の酸化防止剤レベル及びポリプロピレンの分子量は、生成後、エージングを促進する前に、上述のように測定した。

40

表 2

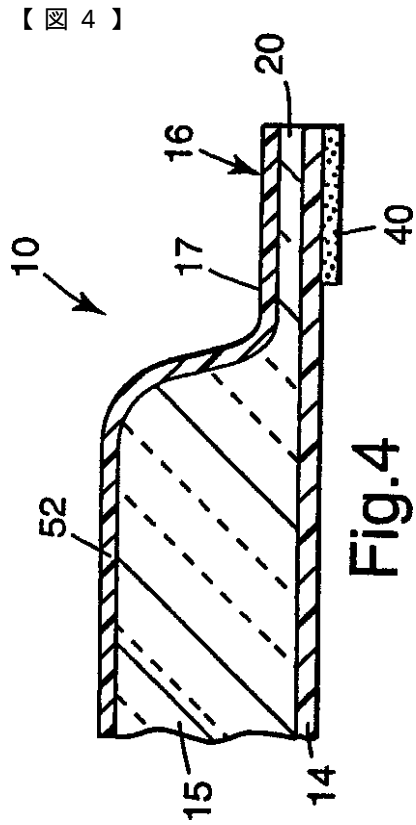
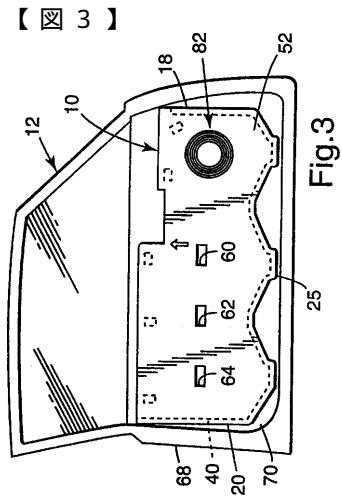
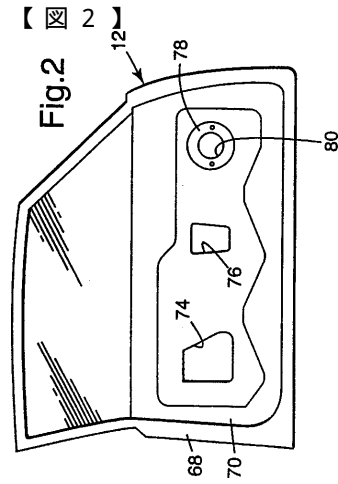
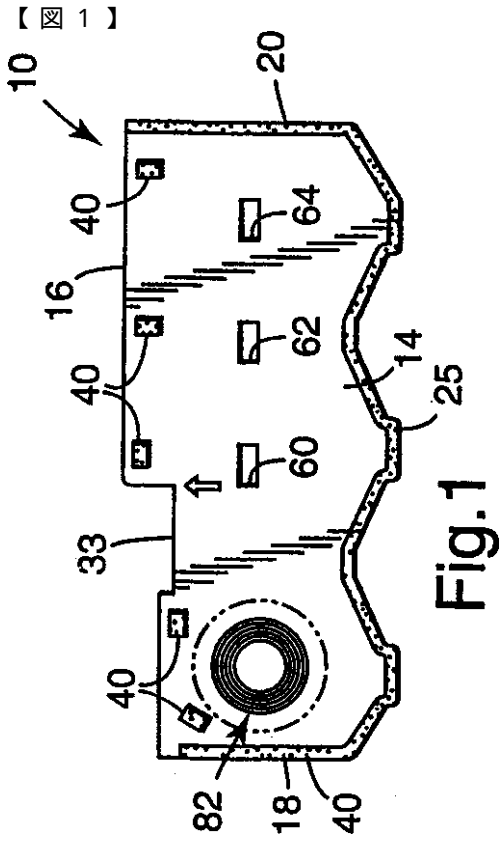
実施例	Irganox [™] 1010 処理量 (重量%)	Irganox [™] 1010 実際(重量%)	135℃ で安定 (日)	155℃ で安定 (日)	押出後 のMW	15 5℃で 26日 後のMW
9	0.5	0	4	1	89,800	-
10	0.5	0	4	1	89,800	-
11	1.0	0.34	>160	49	95,300	94,900
12	1.0	0.34	>160	46	95,300	-
13	2.0	1.35	>160	85	94,400	97,800
14	2.0	1.35	>160	51	94,400	-
C- 2	-	-	4	1	97,800	-

実施例 15 及び比較例 Comp - 1

実施例 15 の B M F ウェブは、実施例 5 に記載のものと実質的に同一に作製された。押出機バレルの温度は約 360 に制御され、Irganox[™] 1010 は 1 重量% レベルで射出され、ウェブの坪量は 200 g/m²、繊維の平均 F E D は 8.2 μm であった。ウェブ内の実際の Irganox[™] 1010 を続いて分析すると、0.66 重量% レベルを示した。比較例 Comp - 1 は実施例 15 と類似の方法で作製されたが、Irganox[™] 1010 は、樹脂運搬管内へ射出される代わりに、ポリプロピレンペレットと共に 1 重量% プレブレンドとして押出機のホッパー内に装てんされた。このようにして作製された B M F ウェブは、坪量 193 g/m²、平均 F E D は 7.6 μm であり、実際の Irganox[™] 1010 レベルを分析すると 0.21 重量% レベルを示した。

10

20



フロントページの続き

(72)発明者 スワン, マイケル, デー.
アメリカ合衆国, ミネソタ 55133 3427, セント ポール, ポスト オフィス ボック
ス 33427

(72)発明者 イベンス, ルー, エー.
アメリカ合衆国, ミネソタ 55133 3427, セント ポール, ポスト オフィス ボック
ス 33427

審査官 平井 裕彰

(56)参考文献 特開平06-259081(JP, A)
特開平01-287914(JP, A)
特開平01-108237(JP, A)
特開平07-189024(JP, A)
特開平07-189021(JP, A)
特開平04-228666(JP, A)
特開平03-068639(JP, A)
特開昭53-041577(JP, A)
特開昭61-070059(JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

D04H 1/00 - 18/00

G10K 11/00 - 13/00

WPIL(QWEB)

EPPATENT(QWEB)