

【公報種別】特許法第 17 条の 2 の規定による補正の掲載

【部門区分】第 3 部門第 3 区分

【発行日】平成30年3月22日 (2018.3.22)

【公開番号】特開2017-155238(P2017-155238A)

【公開日】平成29年9月7日 (2017.9.7)

【年通号数】公開・登録公報2017-034

【出願番号】特願2017-59372(P2017-59372)

【国際特許分類】

C 0 8 J 3/24 (2006.01)

C 0 8 J 3/22 (2006.01)

G 0 2 B 6/44 (2006.01)

H 0 1 B 3/44 (2006.01)

H 0 1 B 7/02 (2006.01)

【 F I 】

C 0 8 J 3/24 C E R A

C 0 8 J 3/22 C E Z

G 0 2 B 6/44 3 8 1

G 0 2 B 6/44 3 0 1 A

H 0 1 B 3/44 L

H 0 1 B 3/44 P

H 0 1 B 7/02 F

【手続補正書】

【提出日】平成30年2月8日 (2018.2.8)

【手続補正 1】

【補正対象書類名】特許請求の範囲

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

樹脂 ( R ) 1 0 0 質量部と、有機過酸化物 ( P ) 0 . 0 1 ~ 0 . 6 質量部と、B E T 比表面積が  $14 \text{ m}^2 / \text{g}$  以下の無機フィラー ( B ) 1 0 ~ 4 0 0 質量部と、該無機フィラー ( B ) 1 0 0 質量部に対して、前記無機フィラー ( B ) と化学結合しうる基、及びラジカルの存在下で前記樹脂 ( R ) にグラフト反応しうる基を有する加水分解性シランカップリング剤 ( S ) 0 . 5 ~ 1 5 . 0 質量部と、シラノール縮合触媒 ( C ) とを溶融混合して、前記有機過酸化物から発生したラジカルによって前記グラフト反応しうる基を前記樹脂 ( R ) にグラフト反応させることにより、シラン架橋性樹脂を含む耐熱性シラン架橋性樹脂組成物を得る工程 ( a ) と、

前記耐熱性シラン架橋性樹脂組成物を成形する工程 ( b ) と、

得られた成形体を水と接触させて、耐熱性シラン架橋樹脂成形体を得る工程 ( c ) とを有し、

前記工程 ( a ) が、下記工程 ( 1 ) 及び工程 ( 3 ) を有し、ただし、下記工程 ( 1 ) で樹脂 ( R ) の一部を溶融混合する場合にさらに下記工程 ( 2 ) を有し、

工程 ( 1 ) : 前記樹脂 ( R ) の全部又は一部と前記有機過酸化物 ( P ) と前記無機フィラー ( B ) と前記加水分解性シランカップリング剤 ( S ) とを前記有機過酸化物 ( P ) の分解温度以上で溶融混合して、前記有機過酸化物から発生したラジカルによ

って前記グラフト反応しうる基を前記樹脂 ( R ) にグラフト反応させることにより、シラン架橋性樹脂を含むシランマスターバッチを調製する工程

工程（２）：前記樹脂（Ｒ）の残部と前記シラノール縮合触媒（Ｃ）とを溶融混合して、触媒マスターバッチを調製する工程

工程（３）：前記シランマスターバッチと前記シラノール縮合触媒（Ｃ）又は前記触媒マスターバッチとを混合して、耐熱性シラン架橋性樹脂組成物を得る工程

前記無機フィラー（Ｂ）の少なくとも１種が、脂肪酸表面処理無機フィラーである、ことを特徴とする耐熱性シラン架橋樹脂成形体の製造方法。

【請求項２】

前記工程（１）は、前記有機過酸化物（Ｐ）の分解温度未満の温度で、前記有機過酸化物（Ｐ）と前記無機フィラー（Ｂ）と前記加水分解性シランカップリング剤（Ｓ）とを混合し、次いで、得られた混合物と前記樹脂（Ｒ）の全部又は一部とを前記有機過酸化物（Ｐ）の分解温度以上で溶融混合する請求項１に記載の耐熱性シラン架橋樹脂成形体の製造方法。

【請求項３】

前記無機フィラー（Ｂ）が、 $5\mu\text{m}$ 以下の体積平均径を有する請求項１又は２に記載の耐熱性シラン架橋樹脂成形体の製造方法。

【請求項４】

前記樹脂（Ｒ）が、前記工程（１）と前記工程（２）の両工程において混合される請求項１～３のいずれか１項に記載の耐熱性シラン架橋樹脂成形体の製造方法。

【請求項５】

前記脂肪酸表面処理無機フィラーが、脂肪酸表面処理金属水和物である請求項１～４のいずれか１項に記載の耐熱性シラン架橋樹脂成形体の製造方法。

【請求項６】

前記脂肪酸表面処理無機フィラーが、脂肪酸表面処理水酸化マグネシウムである請求項１～５のいずれか１項に記載の耐熱性シラン架橋樹脂成形体の製造方法。

【請求項７】

前記脂肪酸表面処理無機フィラーが、脂肪酸表面処理炭酸カルシウムである請求項１～５のいずれか１項に記載の耐熱性シラン架橋樹脂成形体の製造方法。

【請求項８】

前記工程（１）が、密閉型のミキサーで行われる請求項１～７のいずれか１項に記載の耐熱性シラン架橋樹脂成形体の製造方法。

【請求項９】

樹脂（Ｒ）１００質量部と、有機過酸化物（Ｐ）０．０１～０．６質量部と、ＢＥＴ比表面積が $14\text{m}^2/\text{g}$ 以下の無機フィラー（Ｂ）１０～４００質量部と、該無機フィラー（Ｂ）１００質量部に対して、前記無機フィラー（Ｂ）と化学結合しうる基、及びラジカルの存在下で前記樹脂（Ｒ）にグラフト反応しうる基を有する加水分解性シランカップリング剤（Ｓ）０．５～１５．０質量部と、シラノール縮合触媒（Ｃ）とを溶融混合して、前記有機過酸化物から発生したラジカルによって前記グラフト反応しうる基を前記樹脂（Ｒ）にグラフト反応させることにより、シラン架橋性樹脂を含む耐熱性シラン架橋性樹脂組成物を得る工程（ａ）を有し、

前記工程（ａ）が、下記工程（１）及び工程（３）を有し、ただし、下記工程（１）で樹脂（Ｒ）の一部を溶融混合する場合にさらに下記工程（２）を有し、

工程（１）：前記樹脂（Ｒ）の全部又は一部と前記有機過酸化物（Ｐ）と前記無機フィラー（Ｂ）と前記加水分解性シランカップリング剤（Ｓ）とを前記有機過酸化物（Ｐ）の分解温度以上で溶融混合して、前記有機過酸化物から発生したラジカルによって前記グラフト反応しうる基を前記樹脂（Ｒ）にグラフト反応させることにより、シラン架橋性樹脂を含むシランマスターバッチを調製する工程

工程（２）：前記樹脂（Ｒ）の残部と前記シラノール縮合触媒（Ｃ）とを溶融混合して、触媒マスターバッチを調製する工程

工程（３）：前記シランマスターバッチと前記シラノール縮合触媒（Ｃ）又は前記触媒マスターバッチとを混合して、耐熱性シラン架橋性樹脂組成物を得る工程

前記無機フィラー（Ｂ）の少なくとも１種が、脂肪酸表面処理無機フィラーである、ことを特徴とする耐熱性シラン架橋性樹脂組成物の製造方法。

【請求項１０】

請求項９に記載の製造方法により製造されてなる耐熱性シラン架橋性樹脂組成物。

【請求項１１】

請求項１～８のいずれか１項に記載の製造方法により製造されてなる耐熱性シラン架橋樹脂成形体。

【請求項１２】

請求項１１に記載の耐熱性シラン架橋樹脂成形体を含む耐熱性製品。

【請求項１３】

前記耐熱性シラン架橋樹脂成形体が、電線又は光ファイバケーブルの被覆として設けられている請求項１２に記載の耐熱性製品。

【手続補正２】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】発明の名称

【補正方法】変更

【補正の内容】

【発明の名称】耐熱性シラン架橋樹脂成形体及びその製造方法、耐熱性シラン架橋性樹脂組成物及びその製造方法、並びに、耐熱性シラン架橋樹脂成形体を用いた耐熱性製品

【手続補正３】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】０００１

【補正方法】変更

【補正の内容】

【０００１】

本発明は、耐熱性シラン架橋樹脂成形体及びその製造方法、耐熱性シラン架橋性樹脂組成物及びその製造方法、並びに、耐熱性シラン架橋樹脂成形体を用いた耐熱性製品に関する。

本発明は、特に、機械特性、難燃性及び外観に優れた耐熱性シラン架橋樹脂成形体及びその製造方法、この耐熱性シラン架橋樹脂成形体を形成可能な耐熱性シラン架橋性樹脂組成物及びその製造方法、並びに、耐熱性シラン架橋樹脂成形体を電線の絶縁体やシース等として用いた耐熱性製品に関する。

【手続補正４】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】００１４

【補正方法】変更

【補正の内容】

【００１４】

すなわち、本発明の課題は以下の手段によって達成された。

< １ > 樹脂（Ｒ）１００質量部と、有機過酸化物（Ｐ）０．０１～０．６質量部と、ＢＥＴ比表面積が１４ｍ<sup>２</sup>/ｇ以下の無機フィラー（Ｂ）１０～４００質量部と、該無機フィラー（Ｂ）１００質量部に対して、前記無機フィラー（Ｂ）と化学結合しうる基、及びラジカルが存在下で前記樹脂（Ｒ）にグラフト反応しうる基を有する加水分解性シランカップリング剤（Ｓ）０．５～１５．０質量部と、シラノール縮合触媒（Ｃ）とを溶融混合して、前記有機過酸化物から発生したラジカルによって前記グラフト反応しうる基を前記樹脂（Ｒ）にグラフト反応させることにより、シラン架橋性樹脂を含む耐熱性シラン架橋性樹脂組成物を得る工程（ａ）と、

前記耐熱性シラン架橋性樹脂組成物を成形する工程（ｂ）と、

得られた成形体を水と接触させて、耐熱性シラン架橋樹脂成形体を得る工程（ｃ）とを有し、

前記工程（a）が、下記工程（1）及び工程（3）を有し、ただし、下記工程（1）で樹脂（R）の一部を溶融混合する場合にさらに下記工程（2）を有し、

工程（1）：前記樹脂（R）の全部又は一部と前記有機過酸化物（P）と前記無機フィラー（B）と前記加水分解性シランカップリング剤（S）とを前記有機過酸化物（P）の分解温度以上で溶融混合して、前記有機過酸化物から発生したラジカルによって前記グラフト反応しうる基を前記樹脂（R）にグラフト反応させることにより、シラン架橋性樹脂を含むシランマスターバッチを調製する工程

工程（2）：前記樹脂（R）の残部と前記シラノール縮合触媒（C）とを溶融混合して、触媒マスターバッチを調製する工程

工程（3）：前記シランマスターバッチと前記シラノール縮合触媒（C）又は前記触媒マスターバッチとを混合して、耐熱性シラン架橋性樹脂組成物を得る工程

前記無機フィラー（B）の少なくとも1種が、脂肪酸表面処理無機フィラーである、ことを特徴とする耐熱性シラン架橋樹脂成形体の製造方法。

< 2 > 前記工程（1）は、前記有機過酸化物（P）の分解温度未満の温度で、前記有機過酸化物（P）と前記無機フィラー（B）と前記加水分解性シランカップリング剤（S）とを混合し、次いで、得られた混合物と前記樹脂（R）の全部又は一部とを前記有機過酸化物（P）の分解温度以上で溶融混合する< 1 >に記載の耐熱性シラン架橋樹脂成形体の製造方法。

< 3 > 前記無機フィラー（B）が、5  $\mu$ m以下の体積平均径を有する< 1 >又は< 2 >に記載の耐熱性シラン架橋樹脂成形体の製造方法。

< 4 > 前記樹脂（R）が、前記工程（1）と前記工程（2）の両工程において混合される< 1 >～< 3 >のいずれか1項に記載の耐熱性シラン架橋樹脂成形体の製造方法。

< 5 > 前記脂肪酸表面処理無機フィラーが、脂肪酸表面処理金属水和物である< 1 >～< 4 >のいずれか1項に記載の耐熱性シラン架橋樹脂成形体の製造方法。

< 6 > 前記脂肪酸表面処理無機フィラーが、脂肪酸表面処理水酸化マグネシウムである< 1 >～< 5 >のいずれか1項に記載の耐熱性シラン架橋樹脂成形体の製造方法。

< 7 > 前記脂肪酸表面処理無機フィラーが、脂肪酸表面処理炭酸カルシウムである< 1 >～< 5 >のいずれか1項に記載の耐熱性シラン架橋樹脂成形体の製造方法。

< 8 > 前記工程（1）が、密閉型のミキサーで行われる< 1 >～< 7 >のいずれか1項に記載の耐熱性シラン架橋樹脂成形体の製造方法。

< 9 > 樹脂（R）100質量部と、有機過酸化物（P）0.01～0.6質量部と、BET比表面積が14 m<sup>2</sup>/g以下の無機フィラー（B）10～400質量部と、該無機フィラー（B）100質量部に対して、前記無機フィラー（B）と化学結合しうる基、及びラジカルが存在下で前記樹脂（R）にグラフト反応しうる基を有する加水分解性シランカップリング剤（S）0.5～15.0質量部と、シラノール縮合触媒（C）とを溶融混合して、前記有機過酸化物から発生したラジカルによって前記グラフト反応しうる基を前記樹脂（R）にグラフト反応させることにより、シラン架橋性樹脂を含む耐熱性シラン架橋性樹脂組成物を得る工程（a）を有し、

前記工程（a）が、下記工程（1）及び工程（3）を有し、ただし、下記工程（1）で樹脂（R）の一部を溶融混合する場合にさらに下記工程（2）を有し、

工程（1）：前記樹脂（R）の全部又は一部と前記有機過酸化物（P）と前記無機フィラー（B）と前記加水分解性シランカップリング剤（S）とを前記有機過酸化物（P）の分解温度以上で溶融混合して、前記有機過酸化物から発生したラジカルによって前記グラフト反応しうる基を前記樹脂（R）にグラフト反応させることにより、シラン架橋性樹脂を含むシランマスターバッチを調製する工程

工程（2）：前記樹脂（R）の残部と前記シラノール縮合触媒（C）とを溶融混合して、触媒マスターバッチを調製する工程

工程（3）：前記シランマスターバッチと前記シラノール縮合触媒（C）又は前記触媒マスターバッチとを混合して、耐熱性シラン架橋性樹脂組成物を得る工程

前記無機フィラー（B）の少なくとも1種が、脂肪酸表面処理無機フィラーである、

ことを特徴とする耐熱性シラン架橋性樹脂組成物の製造方法。

【手続補正 5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0015

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0015】

< 10 > < 9 > に記載の製造方法により製造されてなる耐熱性シラン架橋性樹脂組成物。  
< 11 > < 1 > ~ < 8 > のいずれか 1 項に記載の製造方法により製造されてなる耐熱性シラン架橋樹脂成形体。

< 12 > < 11 > に記載の耐熱性シラン架橋樹脂成形体を含む耐熱性製品。

< 13 > 前記耐熱性シラン架橋樹脂成形体が、電線又は光ファイバケーブルの被覆として設けられている < 12 > に記載の耐熱性製品。

【手続補正 6】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0111

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0111】

以下、本発明を実施例に基づき、さらに詳細に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。なお、表 3 ~ 表 5 において、各実施例、参考例及び比較例における数値は特に断らない限り質量部を表す。

【手続補正 7】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0112

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0112】

実施例 1 ~ 3、参考例 1 ~ 25 及び比較例 1 ~ 9 は、表 1 ~ 表 5 に記載した各成分を用いて、それぞれの諸元又は製造条件等を変更して、それぞれ実施した。

【手続補正 8】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0122

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0122】

実施例、参考例及び比較例においては、樹脂 (R) の 100 質量部のうち 5 質量部を触媒マスターバッチのキャリア樹脂として用いた。

【手続補正 9】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0123

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0123】

( 実施例 1 ~ 3、参考例 1 ~ 22 及び比較例 1 ~ 9 )

まず、表 3 及び表 4 に記載の無機フィラー ( B 1 ~ B 13 及び 1 ~ 3 ) と、この無機フィラー 100 質量部に対して表 3 及び表 4 の「シランカップリング剤」欄に示す質量割合 ( 質量部 ) で加水分解性シランカップリング剤 ( S ) 「KBM1003」とを東洋精機製 10 L リボンブレンダーに投入して混合し ( これにより、シランカップリング剤混合無機フィラー ( S F ) が得られた ) 、次いで有機過酸化物 ( P ) の分解温度以下の温度、具体

的には室温（25）で、用いる樹脂（R）100質量部に対して表3及び表4の「有機過酸化物（P）」に示す質量割合（質量部）の有機過酸化物（P）を密閉型のリボンブレンダーに投入して、室温（25）で5分混合して混合物を得た。

【手続補正10】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0128

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0128】

（参考例23）

表5に示す各成分を同表に示す質量割合（質量部）で用いた以外は上記実施例1と同様にして、シランマスターバッチ及び触媒マスターバッチをそれぞれ調製した（工程（1）及び工程（2））。

次いで、得られたシランマスターバッチ及び触媒マスターバッチを密閉型のリボンブレンダーに投入して、室温（25）で5分ドライブレンドしてドライブレンド物を得た。このとき、シランマスターバッチと触媒マスターバッチとの混合割合は、シランマスターバッチ中の樹脂（R）が95質量部で、触媒マスターバッチのキャリア樹脂が5質量部となる割合（表5参照）とした。次いで、このドライブレンド物を、 $L/D = 24$ の40mm押出機（圧縮部スクリュウ温度190、ヘッド温度200）に投入し、押出機スクリュウ内にて熔融混合を行いながら1/0.8TA導体の外側に肉厚1mmで被覆し、外径2.8mmの電線を得た（工程（3）及び工程（b））。

得られた電線を温度80、湿度95%の雰囲気にて24時間放置した（工程（c））。

このようにして、耐熱性シラン架橋樹脂成形体からなる被覆を有する電線を製造した。

【手続補正11】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0129

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0129】

（参考例24）

表5に示す各成分を同表に示す質量割合（質量部）で用いた以外は上記実施例1と同様にして、導体の外周を耐熱性シラン架橋性樹脂組成物で被覆した電線（外径2.8mm）を得た（工程（a）及び工程（b））。

得られた電線を温度23、湿度50%の雰囲気にて72時間放置した（工程（c））。

このようにして、耐熱性シラン架橋樹脂成形体からなる被覆を有する電線を製造した。

【手続補正12】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0130

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0130】

（参考例25）

表5に記載に示す各成分を同表に示す質量割合（質量部）で用いた以外は上記実施例1と同様にして、シランマスターバッチを調製した（工程（1））。

一方、キャリア樹脂「UE320」5質量部と、シラノール縮合触媒（C）0.1質量部とを2軸押出機にて熔融混合し、触媒マスターバッチを得た（工程（2））。2軸押出機のスクリュウ径は35mm、シリンダー温度を180～190に設定した。得られた触媒マスターバッチは、キャリア樹脂（E）及びシラノール縮合触媒（C）の混合物である。

次いで、得られたシランマスターバッチ及び触媒マスターバッチをバンバリーミキサー

によって 180 で溶融混合して混合物を得た（工程（3））。シランマスターバッチと触媒マスターバッチとの混合割合は、シランマスターバッチ中の樹脂（R）が 95 質量部で、触媒マスターバッチのキャリア樹脂が 5 質量部となる割合（表 5 参照）とした。このようにして工程（a）を行い、耐熱性シラン架橋性樹脂組成物を調製した。この耐熱性シラン架橋性樹脂組成物は、シランマスターバッチと触媒マスターバッチとの混合物であって、上述の少なくとも 2 種のシラン架橋性樹脂を含有している。

次いで、この耐熱性シラン架橋性樹脂組成物を、 $L/D = 24$  の 40 mm 押出機（圧縮部スクリュウ温度 190、ヘッド温度 200）に導入し、1/0.8 T A 導体の外側に肉厚 1 mm で被覆し、外径 2.8 mm の電線を得た（工程（b））。

得られた電線を温度 50 の温水に 10 時間浸漬した状態に放置した（工程（c））。

このようにして、耐熱性シラン架橋樹脂成形体からなる被覆を有する電線を製造した。

【手続補正 13】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0131

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0131】

上記実施例及び参考例で得られた耐熱性シラン架橋樹脂成形体は、いずれも、上述のように、シラン架橋性樹脂が加水分解性シランカップリング剤の加水分解しうる基の縮合反応によって架橋した上述のシラン架橋樹脂を含有している。

【手続補正 14】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0136

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0136】

<シランカップリング剤混合無機フィラー（SF）の長期保管性>

シランカップリング剤混合無機フィラー（SF）の長期保管性として、実施例、参考例及び比較例それぞれにおける工程（a）で調製した各シランカップリング剤混合無機フィラーを長期保管した後に、実施例、参考例及び比較例と同様にして、工程（a）、工程（b）及び工程（c）を行って電線を製造し、このときの電線の押出外觀試験を行った。シランカップリング剤混合無機フィラーの保管は 40 で 6 ヶ月間とし、調製後にアルミニウム製の袋中に梱包した。また、上述の実施例、参考例及び比較例と同様にして、機械特性及び耐熱性を評価した。

評価基準は、25 mm 押出機にて線速 10 m で作製した際に外觀が良好であり、かつ機械特性及び耐熱性の評価に変化がなかったものを「A」、外觀が多少悪化したが、製品上問題がなかったものを「B」、外觀が著しく悪かったもの、又は、機械特性及び耐熱性の少なくとも一方の評価が低下したものを「C」とし、「A」及び「B」を合格とした。

【手続補正 15】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0137

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0137】

【表 3】

表 3

|           | シランマスターバッチ   | 比較例   | 参 考 考 例 |     |     |     |     | 実 施 例 |     |     |     |     | 比 較 例 |     |     |     |     | 実 施 例 | 参 考 例 | 参 考 例 |
|-----------|--------------|-------|---------|-----|-----|-----|-----|-------|-----|-----|-----|-----|-------|-----|-----|-----|-----|-------|-------|-------|
|           |              | 1     | 2       | 3   | 4   | 5   | 6   | 1     | 2   | 7   | 8   | 9   | 10    | 11  | 12  | 13  | 14  |       |       |       |
| 工程<br>(a) | 樹脂R1         | 55    | 55      | 55  | 55  | 55  | 55  | 55    | 55  | 55  | 55  | 55  | 55    | 55  | 55  | 55  | 55  | 55    | 55    | 55    |
|           | 樹脂R2         | 40    | 40      | 40  | 40  | 40  | 40  | 40    | 40  | 40  | 40  | 40  | 40    | 40  | 40  | 40  | 40  | 40    | 40    | 40    |
|           | 樹脂R3         |       |         |     |     |     |     |       |     |     |     |     |       |     |     |     |     |       |       |       |
|           | 樹脂R4         |       |         |     |     |     |     |       |     |     |     |     |       |     |     |     |     |       |       |       |
|           | 樹脂R5         |       |         |     |     |     |     |       |     |     |     |     |       |     |     |     |     |       |       |       |
|           | 無機フィラー       |       |         |     |     |     |     |       |     |     |     |     |       |     |     |     |     |       |       |       |
|           | B1           | 11    | 0.7     | 6   | 100 |     |     |       |     |     |     |     |       |     |     |     |     |       |       |       |
|           | 1            | 20    | 0.35    | 6   | 100 |     |     |       |     |     |     |     |       |     |     |     |     |       |       |       |
|           | B2           | 0.9   | 7       | 6   | 100 |     |     |       |     |     |     |     |       |     |     |     |     |       |       |       |
|           | B3           | 1.8   | 2.4     | 6   | 100 |     |     |       |     |     |     |     |       |     |     |     |     |       |       |       |
|           | B4           | 6.2   | 1.1     | 6   | 100 |     |     |       |     |     |     |     |       |     |     |     |     |       |       |       |
|           | B4           | 6.2   | 1.1     | 1   |     |     |     |       |     |     |     |     |       |     |     |     |     |       |       |       |
|           | B4           | 6.2   | 1.1     | 0.3 |     |     |     |       |     |     |     |     |       |     |     |     |     |       |       |       |
|           | B4           | 6.2   | 1.1     | 12  |     |     |     |       |     |     |     |     |       |     |     |     |     |       |       |       |
|           | B4           | 6.2   | 1.1     | 20  |     |     |     |       |     |     |     |     |       |     |     |     |     |       |       |       |
|           | B5           | 8.4   | 0.87    | 6   |     | 100 |     |       |     |     |     |     |       |     |     |     |     |       |       |       |
|           | B6           | 11.7  | 0.74    | 6   |     |     | 100 |       |     |     |     |     |       |     |     |     |     |       |       |       |
|           | B7           | 9.4   | 0.68    | 6   |     |     |     | 100   |     |     |     |     |       |     |     |     |     |       |       |       |
|           | B8           | 6.3   | 4.4     | 6   |     |     |     |       |     |     |     |     |       |     |     |     |     |       |       |       |
|           | B9           | 5     | 1       | 6   |     |     |     |       |     | 100 |     |     |       |     |     |     |     |       |       |       |
|           | B10          | 5     | 1       | 6   |     |     |     |       |     |     | 100 |     |       |     |     |     |     |       |       |       |
| 工程<br>(b) | 2            | 50    | 0.03    | 6   |     |     |     |       |     |     |     |     |       |     |     |     |     |       |       |       |
|           | 3            | 20    | 1       | 6   |     |     |     |       |     |     |     |     |       |     |     |     |     |       |       |       |
|           | B11          | 1.2   | 1.8     | 6   |     |     |     |       |     |     |     |     |       |     |     |     |     |       |       |       |
|           | B12          | 2.2   | 2.2     | 6   |     |     |     |       |     |     |     |     |       |     |     |     |     |       |       |       |
|           | B13          | 0.27  | 8       | 6   |     |     |     |       |     |     |     |     |       |     |     |     |     |       |       |       |
|           | B4           | 6.2   | 1.1     | 0   |     |     |     |       |     |     |     |     |       |     |     |     |     |       |       |       |
|           | 有機過酸化物(P)    |       |         |     |     |     |     |       |     |     |     |     |       |     |     |     |     |       |       |       |
|           | 触媒マスターバッチ    |       |         |     |     |     |     |       |     |     |     |     |       |     |     |     |     |       |       |       |
|           | キャリア樹脂(樹脂R1) | LLDPE | UE320   |     |     |     |     |       |     |     |     |     |       |     |     |     |     |       |       |       |
|           | シラノール縮合触媒(C) |       |         |     |     |     |     |       |     |     |     |     |       |     |     |     |     |       |       |       |
| 評 価       | 機械強度 (引張強度)  | 5     | 5       | 5   | 5   | 5   | 5   | 5     | 5   | 5   | 5   | 5   | 5     | 5   | 5   | 5   | 5   | 5     | 5     | 5     |
|           | 機械強度 (引張伸び)  | 0.1   | 0.1     | 0.1 | 0.1 | 0.1 | 0.1 | 0.1   | 0.1 | 0.1 | 0.1 | 0.1 | 0.1   | 0.1 | 0.1 | 0.1 | 0.1 | 0.1   | 0.1   | 0.1   |
|           | 耐熱性          | A     | A       | A   | A   | A   | A   | A     | A   | A   | A   | A   | A     | A   | A   | A   | A   | A     | A     | A     |
|           | 外観           | A     | A       | A   | A   | A   | A   | A     | A   | A   | A   | A   | A     | A   | A   | A   | A   | A     | A     | A     |
|           | 長期保管性        | B     | C       | B   | A   | A   | A   | B     | A   | A   | A   | A   | C     | C   | C   | C   | A   | A     | A     | B     |

【補正対象書類名】明細書  
【補正対象項目名】0 1 3 8  
【補正方法】変更  
【補正の内容】  
【0 1 3 8】

【表 4】

表 4

|           |            | 参 考 例                              |         |      |    |    |    |     |     |     |    | 比 較 例 |    |    |    |    | 参 考 例 |    |    |    |  | 比 較 例 |  |  |  |  |
|-----------|------------|------------------------------------|---------|------|----|----|----|-----|-----|-----|----|-------|----|----|----|----|-------|----|----|----|--|-------|--|--|--|--|
|           |            | 11                                 | 12      | 13   | 14 | 15 | 16 | 比較例 | 参考例 | 比較例 | 5  | 18    | 19 | 20 | 6  | 7  | 8     | 9  | 21 | 22 |  |       |  |  |  |  |
| 工程<br>(a) | シランマスターバッチ |                                    |         |      |    |    |    |     |     |     |    |       |    |    |    |    |       |    |    |    |  |       |  |  |  |  |
|           | 樹脂R1       | LLDPE                              | UE320   |      |    |    |    |     |     |     |    |       |    |    |    |    |       |    |    |    |  |       |  |  |  |  |
|           | 樹脂R2       | LLDPE                              | SP0540  |      |    |    | 55 |     | 55  | 55  | 55 | 55    | 55 | 55 | 55 | 55 | 55    | 55 | 55 | 55 |  |       |  |  |  |  |
|           | 樹脂R3       | EVA                                | EV480   |      |    |    |    |     |     |     |    |       |    |    |    |    |       |    |    |    |  |       |  |  |  |  |
|           | 樹脂R4       | EVA                                | EV170   | 40   |    | 95 |    |     |     |     |    |       |    |    |    |    |       |    |    |    |  |       |  |  |  |  |
|           | 樹脂R5       | EEA                                | NUC6510 |      | 40 |    | 95 |     |     |     |    |       |    |    |    |    |       | 40 |    |    |  |       |  |  |  |  |
|           | 無機フィラー     | BET<br>比表面積<br>(m <sup>2</sup> /g) | 11      | 0.7  | 6  |    |    |     |     |     |    |       |    |    |    |    |       |    |    |    |  |       |  |  |  |  |
|           |            | 体積<br>平均径<br>リング剤<br>(μm)<br>(質量部) | 20      | 0.35 | 6  |    |    |     |     |     |    |       |    |    |    |    |       |    |    |    |  |       |  |  |  |  |
|           |            | B1                                 |         |      |    |    |    |     |     |     |    |       |    |    |    |    |       |    |    |    |  |       |  |  |  |  |
|           |            | 1                                  |         |      |    |    |    |     |     |     |    |       |    |    |    |    |       |    |    |    |  |       |  |  |  |  |
|           |            | B2                                 |         |      |    |    |    |     |     |     |    |       |    |    |    |    |       |    |    |    |  |       |  |  |  |  |
|           |            | B3                                 |         |      |    |    |    |     |     |     |    |       |    |    |    |    |       |    |    |    |  |       |  |  |  |  |
|           |            | B4                                 |         |      |    |    |    |     |     |     |    |       |    |    |    |    |       |    |    |    |  |       |  |  |  |  |
|           |            | B4                                 |         |      |    |    |    |     |     |     |    |       |    |    |    |    |       |    |    |    |  |       |  |  |  |  |
|           |            | B4                                 |         |      |    |    |    |     |     |     |    |       |    |    |    |    |       |    |    |    |  |       |  |  |  |  |
|           |            | B4                                 |         |      |    |    |    |     |     |     |    |       |    |    |    |    |       |    |    |    |  |       |  |  |  |  |
|           |            | B4                                 |         |      |    |    |    |     |     |     |    |       |    |    |    |    |       |    |    |    |  |       |  |  |  |  |
|           |            | B4                                 |         |      |    |    |    |     |     |     |    |       |    |    |    |    |       |    |    |    |  |       |  |  |  |  |
|           |            | B4                                 |         |      |    |    |    |     |     |     |    |       |    |    |    |    |       |    |    |    |  |       |  |  |  |  |
|           |            | B4                                 |         |      |    |    |    |     |     |     |    |       |    |    |    |    |       |    |    |    |  |       |  |  |  |  |
|           |            | B4                                 |         |      |    |    |    |     |     |     |    |       |    |    |    |    |       |    |    |    |  |       |  |  |  |  |
|           |            | B4                                 |         |      |    |    |    |     |     |     |    |       |    |    |    |    |       |    |    |    |  |       |  |  |  |  |
|           |            | B4                                 |         |      |    |    |    |     |     |     |    |       |    |    |    |    |       |    |    |    |  |       |  |  |  |  |
|           |            | B4                                 |         |      |    |    |    |     |     |     |    |       |    |    |    |    |       |    |    |    |  |       |  |  |  |  |
|           |            | B4                                 |         |      |    |    |    |     |     |     |    |       |    |    |    |    |       |    |    |    |  |       |  |  |  |  |
|           |            | B4                                 |         |      |    |    |    |     |     |     |    |       |    |    |    |    |       |    |    |    |  |       |  |  |  |  |
|           | B4         |                                    |         |      |    |    |    |     |     |     |    |       |    |    |    |    |       |    |    |    |  |       |  |  |  |  |
|           | B4         |                                    |         |      |    |    |    |     |     |     |    |       |    |    |    |    |       |    |    |    |  |       |  |  |  |  |
|           | B4         |                                    |         |      |    |    |    |     |     |     |    |       |    |    |    |    |       |    |    |    |  |       |  |  |  |  |
| B4        |            |                                    |         |      |    |    |    |     |     |     |    |       |    |    |    |    |       |    |    |    |  |       |  |  |  |  |
| B4        |            |                                    |         |      |    |    |    |     |     |     |    |       |    |    |    |    |       |    |    |    |  |       |  |  |  |  |
| B4        |            |                                    |         |      |    |    |    |     |     |     |    |       |    |    |    |    |       |    |    |    |  |       |  |  |  |  |
| B4        |            |                                    |         |      |    |    |    |     |     |     |    |       |    |    |    |    |       |    |    |    |  |       |  |  |  |  |
| B4        |            |                                    |         |      |    |    |    |     |     |     |    |       |    |    |    |    |       |    |    |    |  |       |  |  |  |  |
| B4        |            |                                    |         |      |    |    |    |     |     |     |    |       |    |    |    |    |       |    |    |    |  |       |  |  |  |  |
| B4        |            |                                    |         |      |    |    |    |     |     |     |    |       |    |    |    |    |       |    |    |    |  |       |  |  |  |  |
| B4        |            |                                    |         |      |    |    |    |     |     |     |    |       |    |    |    |    |       |    |    |    |  |       |  |  |  |  |
| B4        |            |                                    |         |      |    |    |    |     |     |     |    |       |    |    |    |    |       |    |    |    |  |       |  |  |  |  |
| B4        |            |                                    |         |      |    |    |    |     |     |     |    |       |    |    |    |    |       |    |    |    |  |       |  |  |  |  |
| B4        |            |                                    |         |      |    |    |    |     |     |     |    |       |    |    |    |    |       |    |    |    |  |       |  |  |  |  |
| B4        |            |                                    |         |      |    |    |    |     |     |     |    |       |    |    |    |    |       |    |    |    |  |       |  |  |  |  |
| B4        |            |                                    |         |      |    |    |    |     |     |     |    |       |    |    |    |    |       |    |    |    |  |       |  |  |  |  |
| B4        |            |                                    |         |      |    |    |    |     |     |     |    |       |    |    |    |    |       |    |    |    |  |       |  |  |  |  |
| B4        |            |                                    |         |      |    |    |    |     |     |     |    |       |    |    |    |    |       |    |    |    |  |       |  |  |  |  |
| B4        |            |                                    |         |      |    |    |    |     |     |     |    |       |    |    |    |    |       |    |    |    |  |       |  |  |  |  |
| B4        |            |                                    |         |      |    |    |    |     |     |     |    |       |    |    |    |    |       |    |    |    |  |       |  |  |  |  |
| B4        |            |                                    |         |      |    |    |    |     |     |     |    |       |    |    |    |    |       |    |    |    |  |       |  |  |  |  |
| B4        |            |                                    |         |      |    |    |    |     |     |     |    |       |    |    |    |    |       |    |    |    |  |       |  |  |  |  |
| B4        |            |                                    |         |      |    |    |    |     |     |     |    |       |    |    |    |    |       |    |    |    |  |       |  |  |  |  |
| B4        |            |                                    |         |      |    |    |    |     |     |     |    |       |    |    |    |    |       |    |    |    |  |       |  |  |  |  |
| B4        |            |                                    |         |      |    |    |    |     |     |     |    |       |    |    |    |    |       |    |    |    |  |       |  |  |  |  |
| B4        |            |                                    |         |      |    |    |    |     |     |     |    |       |    |    |    |    |       |    |    |    |  |       |  |  |  |  |
| B4        |            |                                    |         |      |    |    |    |     |     |     |    |       |    |    |    |    |       |    |    |    |  |       |  |  |  |  |
| B4        |            |                                    |         |      |    |    |    |     |     |     |    |       |    |    |    |    |       |    |    |    |  |       |  |  |  |  |
| B4        |            |                                    |         |      |    |    |    |     |     |     |    |       |    |    |    |    |       |    |    |    |  |       |  |  |  |  |
| B4        |            |                                    |         |      |    |    |    |     |     |     |    |       |    |    |    |    |       |    |    |    |  |       |  |  |  |  |
| B4        |            |                                    |         |      |    |    |    |     |     |     |    |       |    |    |    |    |       |    |    |    |  |       |  |  |  |  |
| B4        |            |                                    |         |      |    |    |    |     |     |     |    |       |    |    |    |    |       |    |    |    |  |       |  |  |  |  |
| B4        |            |                                    |         |      |    |    |    |     |     |     |    |       |    |    |    |    |       |    |    |    |  |       |  |  |  |  |
| B4        |            |                                    |         |      |    |    |    |     |     |     |    |       |    |    |    |    |       |    |    |    |  |       |  |  |  |  |
| B4        |            |                                    |         |      |    |    |    |     |     |     |    |       |    |    |    |    |       |    |    |    |  |       |  |  |  |  |
| B4        |            |                                    |         |      |    |    |    |     |     |     |    |       |    |    |    |    |       |    |    |    |  |       |  |  |  |  |
| B4        |            |                                    |         |      |    |    |    |     |     |     |    |       |    |    |    |    |       |    |    |    |  |       |  |  |  |  |
| B4        |            |                                    |         |      |    |    |    |     |     |     |    |       |    |    |    |    |       |    |    |    |  |       |  |  |  |  |
| B4        |            |                                    |         |      |    |    |    |     |     |     |    |       |    |    |    |    |       |    |    |    |  |       |  |  |  |  |
| B4        |            |                                    |         |      |    |    |    |     |     |     |    |       |    |    |    |    |       | </ |    |    |  |       |  |  |  |  |

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0139

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0139】

【表5】

表 5

|           |              |                                          |                                | 参 考 例                   |     |     |
|-----------|--------------|------------------------------------------|--------------------------------|-------------------------|-----|-----|
|           |              |                                          |                                | 23                      | 24  | 25  |
| 工程<br>(a) | シランマスターバッチ   |                                          |                                |                         |     |     |
|           | 樹脂R1         | LLDPE                                    | UE320                          | 55                      | 55  | 55  |
|           | 樹脂R2         | LLDPE                                    | SP0540                         | 40                      | 40  | 40  |
|           | 樹脂R3         | EVA                                      | EV460                          |                         |     |     |
|           | 樹脂R4         | EVA                                      | EV170                          |                         |     |     |
|           | 樹脂R5         | EEA                                      | NUC6510                        |                         |     |     |
|           | 無機フィラー       | BET<br>比表面積<br>( $\text{m}^2/\text{g}$ ) | 体積<br>平均径<br>( $\mu\text{m}$ ) | シランカップ<br>リング剤<br>(質量部) |     |     |
|           | B1           | 11                                       | 0.7                            | 6                       |     |     |
|           | 1            | 20                                       | 0.35                           | 6                       |     |     |
|           | B2           | 0.9                                      | 7                              | 6                       |     |     |
|           | B3           | 1.8                                      | 2.4                            | 6                       | 100 | 100 |
|           | B4           | 6.2                                      | 1.1                            | 6                       |     |     |
|           | B4           | 6.2                                      | 1.1                            | 1                       |     |     |
|           | B4           | 6.2                                      | 1.1                            | 0.3                     |     |     |
|           | B4           | 6.2                                      | 1.1                            | 12                      |     |     |
|           | B4           | 6.2                                      | 1.1                            | 20                      |     |     |
|           | B5           | 8.4                                      | 0.87                           | 6                       |     |     |
|           | B6           | 11.7                                     | 0.74                           | 6                       |     |     |
|           | B7           | 9.4                                      | 0.68                           | 6                       |     |     |
|           | B8           | 6.3                                      | 4.4                            | 6                       |     |     |
|           | B9           | 5                                        | 1                              | 6                       |     |     |
|           | B10          | 5                                        | 1                              | 6                       |     |     |
|           | 2            | 50                                       | 0.03                           | 6                       |     |     |
|           | 3            | 20                                       | 1                              | 6                       |     |     |
|           | B11          | 1.2                                      | 1.8                            | 6                       |     |     |
|           | B12          | 2.2                                      | 2.2                            | 6                       |     |     |
|           | B13          | 0.27                                     | 8                              | 6                       |     |     |
|           | B4           | 6.2                                      | 1.1                            | 0                       |     |     |
|           | 有機過酸化物(P)    |                                          |                                | 0.1                     | 0.1 | 0.1 |
| 工程<br>(b) | 触媒マスターバッチ    |                                          |                                |                         |     |     |
|           | キャリア樹脂(樹脂R1) | LLDPE                                    | UE320                          | 5                       | 5   | 5   |
|           | シラノール縮合触媒(C) |                                          |                                | 0.1                     | 0.1 | 0.1 |
| 評価        | 機械強度 (引張強度)  |                                          |                                | A                       | A   | A   |
|           | 機械強度 (引張伸び)  |                                          |                                | A                       | A   | A   |
|           | 耐熱性          |                                          |                                | A                       | A   | A   |
|           | 外観           |                                          |                                | A                       | A   | A   |
|           | 長期保管性        |                                          |                                | A                       | A   | A   |

【手続補正18】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0140

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0140】

表3～表5の結果から明らかなように、実施例1～3及び参考例1～25は、いずれも、機械特性、耐熱性及び押出外観のいずれも合格した。すなわち、実施例1～3及び参考例1～25の電線の被覆として設けられた本発明の耐熱性シラン架橋樹脂成形体は、機械特性、耐熱性及び外観のいずれにも優れていることが分かった。なお、難燃性は無機フィラー(B)の混合量から優れていることが容易に推定できる。

このように、本発明により、工程（１）において加水分解性シランカップリング剤をリボンプレンダーで溶融混合しても加水分解性シランカップリング剤の揮発を抑えることができ、優れた、機械特性、難燃性及び外観を有する耐熱性シラン架橋樹脂成形体を製造できることが分かった。

一方、比較例１～９は、機械特性、耐熱性及び外観の少なくともいずれか１つが劣り、これらすべてを満足させることができなかった。特に、比較例５は押出外観特性及び長期保管性において発泡し、外観に劣っていた。