

(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B2)

(11)特許番号  
特許第7219368号  
(P7219368)

(45)発行日 令和5年2月7日(2023.2.7)

(24)登録日 令和5年1月30日(2023.1.30)

(51)国際特許分類	F I
D 2 1 H 13/40 (2006.01)	D 2 1 H 13/40
D 2 1 H 15/02 (2006.01)	D 2 1 H 15/02
D 2 1 H 13/36 (2006.01)	D 2 1 H 13/36 A
D 2 1 H 13/38 (2006.01)	D 2 1 H 13/38
D 2 1 H 17/63 (2006.01)	D 2 1 H 17/63

請求項の数 6 (全17頁)

(21)出願番号	特願2022-528311(P2022-528311)	(73)特許権者	000153591 株式会社巴川製紙所 東京都中央区京橋二丁目1番3号
(86)(22)出願日	令和3年7月5日(2021.7.5)	(74)代理人	100137589 弁理士 右田 俊介
(86)国際出願番号	PCT/JP2021/025352	(74)代理人	100160864 弁理士 高橋 政治
(87)国際公開番号	WO2022/009845	(72)発明者	森永 栄徳 静岡県静岡市駿河区用宗巴町3番1号 株式会社巴川製紙所内
(87)国際公開日	令和4年1月13日(2022.1.13)	(72)発明者	北原 浩 静岡県静岡市駿河区用宗巴町3番1号 株式会社巴川製紙所内
審査請求日	令和4年5月16日(2022.5.16)	審査官	長谷川 大輔
(31)優先権主張番号	特願2020-118869(P2020-118869)		
(32)優先日	令和2年7月10日(2020.7.10)		
(33)優先権主張国・地域又は機関	日本国(JP)		
早期審査対象出願			

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 難燃性シート

(57)【特許請求の範囲】

【請求項1】

無機繊維と、機能性粒子と、バインダ成分と、微細繊維と、を含み、  
前記無機繊維の含有率は36～75質量%であり、  
少なくとも一部の前記機能性粒子は、その粒子径が2.5μm以下であり、  
前記機能性粒子の含有率は20～55質量%であり、  
前記機能性粒子の数平均粒子径が0.1～50μmであり、  
前記バインダ成分としてパルプ、アクリル樹脂、ポリエステル樹脂、ポリエチレンテレフタレート樹脂(PET樹脂)、ポリオレフィン樹脂、酢酸ビニル樹脂、スチレン系樹脂、ポリウレタン系樹脂およびフェノール樹脂からなる群から選ばれる少なくとも1つを用い、

10

前記微細繊維は繊維径が0.05～2μmであり、繊維長さが1～3000μmであり、  
前記微細繊維は、セピオライト、ウォラストナイト、アタパルジャイト、マイクログラスウール、チタン酸カリウム繊維、炭酸カルシウム繊維、ケイ酸カルシウム繊維、マイクロファイバースルコースおよびフィブリル化アラミドからなる群から選ばれる少なくとも1つであり、

前記微細繊維と前記機能性粒子とが凝集しつつ、前記無機繊維に保持されており、  
合成膨潤性雲母および合成スメクタイトを含まないことを特徴とする難燃性シート。

【請求項2】

前記微細繊維の含有率が0.1～35質量%である、請求項1に記載の難燃性シート。

20

**【請求項 3】**

前記機能性粒子は、水酸化アルミニウム、酸化チタン、シリカゲル、ゼオライト、シラスバルーン、活性炭およびモレキュラーシーブからなる群から選ばれる少なくとも1つである、請求項 1 または 2 に記載の難燃性シート。

**【請求項 4】**

前記無機繊維の平均繊維径が 7 ~ 20  $\mu\text{m}$  である、請求項 1 ~ 3 のいずれか一項に記載の難燃性シート。

**【請求項 5】**

ノニオン系ポリアクリルアミドを含まない、請求項 1 ~ 4 のいずれか一項に記載の難燃性シート。

**【請求項 6】**

前記パルプ、前記アクリル樹脂、前記ポリエステル樹脂、前記ポリエチレンテレフタレート樹脂 (PET 樹脂)、前記ポリオレフィン樹脂、前記酢酸ビニル樹脂、前記スチレン系樹脂、前記ポリウレタン系樹脂および前記フェノール樹脂の合計含有率が 4 ~ 25 質量% である、請求項 1 ~ 5 のいずれか一項に記載の難燃性シート。

**【発明の詳細な説明】****【技術分野】****【0001】**

本発明は難燃性シートに関する。

**【背景技術】****【0002】**

従来、繊維に機能性粒子を担持させたシートを得る場合、フィブリル化した有機繊維を含有させることで、機能性粒子の担持効率を高めていた。

しかし、さらにシート自体に難燃性を付与したい場合、有機繊維の含有率を低くする必要がある。

**【0003】**

難燃性シートに関して、従来、例えば特許文献 1 に記載のものが提案されている。特許文献 1 には、珪酸カルシウム 90 ~ 20 重量% とマグネシウムオキシサルフェート 10 ~ 80 重量% との混合物 100 重量部に対して、繊維材料及び/又は他の添加物を 5 ~ 100 重量部配合してなることを特徴とする難燃耐熱紙が記載されている。そして、このような難燃耐熱紙は、難燃性と補強効果を有するマグネシウムオキシサルフェートを珪酸カルシウムと併用して配合した点に最大の特徴を有し、この珪酸カルシウムとマグネシウムオキシサルフェートとが相乗的に作用して、抄紙性が良く高歩留を確保し、難燃性を向上させ、しかも優れた耐熱形状保持性を発揮させるという極めて顕著な効果を奏するものとなっている、と記載されている。

**【先行技術文献】****【特許文献】****【0004】**

【文献】特開平 5 - 230790 号公報

**【発明の概要】****【発明が解決しようとする課題】****【0005】**

前述のように、繊維に機能性粒子を担持させたシートにさらに難燃性を付与したい場合、凝集剤を添加することで機能性粒子の担持効率を高めることはできる。しかし、凝集剤を添加すると、過凝集することでシートの地合いが悪化する傾向があった。すなわち、地合いと収率とはトレードオフの関係にあることを本発明者は見出した。地合いに優れる難燃性シートを得ようとする収率が低くなり、逆に、収率を高めようとする地合いが悪化する傾向がある。

**【0006】**

本発明は上記のような課題を解決することを目的とする。すなわち、本発明は地合いと

10

20

30

40

50

収率とが、共に優れる難燃性シートを提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0007】

本発明者は上記課題を解決するため鋭意検討し、本発明を完成させた。

本発明は以下の(1)～(9)である。

(1) 無機繊維と、機能性粒子と、バインダ成分と、微細繊維と、を含み、

少なくとも一部の前記機能性粒子は、その粒子径が $2.5\ \mu\text{m}$ 以下であり、

前記微細繊維と前記機能性粒子とが凝集しつつ、前記無機繊維に保持されていることを特徴とする難燃性シート。

(2) 前記無機繊維の繊維径が $2\ \mu\text{m}$ 超であり、前記微細繊維の繊維径が $2\ \mu\text{m}$ 以下である、上記(1)に記載の難燃性シート。 10

(3) 前記微細繊維が無機物からなることを特徴とする上記(1)または(2)に記載の難燃性シート。

(4) 前記微細繊維が鉱物系繊維および/または繊維状成長結晶であることを特徴とする上記(1)乃至(3)いずれか一項に記載の難燃性シート。

(5) フィブリル状繊維を含まないことを特徴とする上記(1)乃至(4)いずれか一項に記載の難燃性シート。

(6) 有機分が $1\ \text{wt}\%$ 以下であることを特徴とする上記(1)乃至(5)いずれか一項に記載の難燃性シート。

(7) 前記機能性粒子が2種類以上含まれることを特徴とする上記(1)乃至(6)いずれか一項に記載の難燃性シート。 20

(8) 前記機能性粒子の数平均粒子径が $1\sim 20\ \mu\text{m}$ であることを特徴とする上記(1)乃至(7)いずれか一項に記載の難燃性シート。

(9) 前記機能性粒子の数平均粒子径と前記微細繊維の平均繊維径との比(機能性粒子の数平均粒子径/微細繊維の平均繊維径)が $1\sim 100$ であることを特徴とする上記(1)乃至(8)いずれか一項に記載の難燃性シート。

【発明の効果】

【0008】

本発明によれば、地合いと収率とが、共に優れる難燃性シートを提供することができる。

【図面の簡単な説明】 30

【0009】

【図1】実施例において得られた難燃性シートの表面を走査型電子顕微鏡(SEM)を用いて $10,000$ 倍に拡大して得た拡大写真(SEM像)である。

【図2】別の実施例において得られた難燃性シートの表面を走査型電子顕微鏡(SEM)を用いて $1,000$ 倍に拡大して得た拡大写真(SEM像)である。

【発明を実施するための形態】

【0010】

<本発明の難燃性シート>

本発明の難燃性シートについて説明する。

本発明の難燃性シートは、無機繊維と、機能性粒子と、バインダ成分と、微細繊維と、を含み、少なくとも一部の前記機能性粒子は、その粒子径が $2.5\ \mu\text{m}$ 以下であり、前記微細繊維と前記機能性粒子とが凝集しつつ、前記無機繊維に保持されていることを特徴とする難燃性シートである。このような難燃性シートを、以下では「本発明の難燃性シート」ともいう。 40

【0011】

<無機繊維>

本発明の難燃性シートが含む無機繊維について説明する。

本発明の難燃性シートにおいて、無機繊維は基材として機能する。したがって、無機繊維は本発明の難燃性シートの形状を保持する役割を果たす。その他にも無機繊維は、ワイヤーメッシュ剥離性の補助、引張強さの補助、強熱時の面収縮抑制という役割を果たす場 50

合がある。さらに、溶融温度以上となった場合は無機バインダとしても機能する場合がある。

【0012】

無機繊維は、繊維状の無機物である。

無機繊維として、例えば、ガラス繊維、ロックウール、リフラクトリーセラミックファイバー、AES繊維、シリカ繊維、アルミナ繊維、グラスウールが挙げられる。

【0013】

無機繊維は、ガラス繊維、シリカ繊維、アルミナ繊維であることが好ましい。理由は、生産上、収率を向上させ得る繊維長を確保しやすいためである。

【0014】

無機繊維は、その繊維径が2  $\mu\text{m}$ 超であることが好ましい。

本発明の難燃性シートにおいては、繊維径が2  $\mu\text{m}$ 超である無機物からなる繊維が無機繊維であることが好ましい。

【0015】

無機繊維の繊維径は3  $\mu\text{m}$ 以上、20  $\mu\text{m}$ 以下であることがより好ましく、5  $\mu\text{m}$ 以上、10  $\mu\text{m}$ 以下であることがさらに好ましい。

【0016】

無機繊維の繊維径は、顕微鏡で撮像された無機繊維の垂直断面に基づき無機繊維の断面積を算出し（例えば、公知ソフトにて）、前記断面積と同一面積を有する円の直径を算出することにより導かれた面積径（等面積円相当径）とすることができる。

【0017】

また、無機繊維の平均繊維径は3  $\mu\text{m}$ 以上、20  $\mu\text{m}$ 以下であることがより好ましく、5  $\mu\text{m}$ 以上、10  $\mu\text{m}$ 以下であることがさらに好ましい。

【0018】

ここで無機繊維の平均繊維径は、次の方法によって測定される径を意味するものとする。

顕微鏡で撮像された無機繊維の垂直断面に基づき無機繊維の断面積を算出し（例えば、公知ソフトにて）、前記断面積と同一面積を有する円の直径を算出することにより導かれた面積径の平均値（例えば、20個の繊維の平均値）とすることができる。

【0019】

無機繊維の繊維長は特に限定されない。無機繊維の平均繊維長は、0.5 ~ 10 mmであることが好ましく、1.5 ~ 6 mmであることがより好ましい。

【0020】

ここで無機繊維の長さ（繊維長）は、次の方法によって測定される長さを意味するものとする。

本発明の難燃性シートの表面を走査型電子顕微鏡（SEM）を用いて100倍に拡大して得たSEM像において、無作為に選びだした100本の無機繊維の長さを測定し、それらを単純平均して求めるものとする。

【0021】

無機繊維を基材として機能させるためには、50以上のアスペクト比（繊維長÷繊維径の比率）を有することが望ましい。

難燃性シートに、強度を与えるためには平均繊維径が2 ~ 20  $\mu\text{m}$ であることが好ましく、3 ~ 20  $\mu\text{m}$ であることがより好ましく、5 ~ 13  $\mu\text{m}$ であることが更に好ましい。

【0022】

本発明の難燃性シートに含まれる無機繊維の含有率は特に限定されない。

本発明の難燃性シートにおいて無機繊維の含有率は、4 ~ 75質量%であることが好ましく、6 ~ 60質量%であることがより好ましく、8 ~ 50質量%であることがさらに好ましい。

【0023】

ここで本発明の難燃性シートに含まれる無機繊維の含有率は、次の方法によって測定される値を意味するものとする。

10

20

30

40

50

本発明の難燃性シートの表面を走査型電子顕微鏡（SEM）を用いて10,000倍に拡大して得たSEM像において、その視野内に占める全ての成分の面積を画像処理装置を用いて求め、2分の3乗とすることで体積比に換算し、さらに比重を乗じることで質量比を求めて、無機繊維の含有率を算出するものとする。

【0024】

<機能性粒子>

本発明の難燃性シートが含む機能性粒子について説明する。

本発明の難燃性シートにおいて機能性粒子は、後述する微細繊維と凝集しつつ、前述の無機繊維に保持される。

【0025】

本発明の難燃性シートにおいて機能性粒子は、熱分解や構造相転移により吸熱性を示すもの、多孔質構造や微細粒子径に由来する断熱性を示すもの、水分やガスを吸着する性能を有するもの等、何らかの目的を達成するための機能を有する粒子であれば特に限定されない。

【0026】

機能性粒子として、例えば、水酸化アルミニウム、酸化チタン、シリカゲル、ゼオライト、シラスバルーン、活性炭、モレキュラーシーブが挙げられる。

【0027】

本発明の難燃性シートは、2種類以上の機能性粒子を含むことが好ましい。

2種類以上の機能性粒子を含むとは、組成が異なる2以上の機能性粒子を含むこと以外に、同種ではあるが大きさが異なる2以上の機能性粒子を含むことをも意味するものとする。例えば機能性粒子の粒度分布がピークを2つ以上有する場合、本発明の難燃性シートは2種類以上の機能性粒子を含んでいることとなる。すなわち、違う種類の機能性粒子を2種類以上含むことに限定されず、同じ種類の粒子径の異なる機能性粒子を2種類以上含んでいても良い。

【0028】

機能性粒子の粒子径は特に限定されない。機能性粒子の数平均粒子径は0.1~50 $\mu$ mであることが好ましく、0.5~35 $\mu$ mであることがより好ましく、1~20 $\mu$ mであることがさらに好ましい。

【0029】

ここで機能性粒子の数平均粒子径は、次のように測定して得られる値を意味するものとする。例えば、難燃性シートから機能性粒子を回収し、液中に分散した粒子を直接、撮影し、撮影データの画像処理により分析・解析する事が可能なフロー方式画像解析法を用いた機器（例えば、シスメックス社製：FPIA-3000）にて求めることができる。

【0030】

また、少なくとも一部の機能性粒子は、その粒子径が2.5 $\mu$ m以下である。すなわち、機能性粒子は、ある程度の幅の粒度分布を備えるが、2.5 $\mu$ m以下の粒子を含んでいる。本発明の難燃性シートに含まれる全ての機能性粒子の粒子径が2.5 $\mu$ m以下であってもよい。また、粒子径が2.5 $\mu$ m以下の機能性粒子は、機能性粒子の全量に対して、0.5~99質量%含有されることが好ましく、2~98質量%含有されることがより好ましい。

【0031】

機能性粒子に含まれる2.5 $\mu$ m以下の機能性粒子の比率は、次のように測定して得られる値を意味するものとする。

例えば、難燃性シートから機能性粒子を回収し、液中に分散した粒子を直接、撮影し、撮影データの画像処理により分析・解析する事が可能なフロー方式画像解析法を用いた機器（例えば、シスメックス社製：FPIA-3000）にて求めることができる。測定された個々の機能性粒子のデータから、2.5 $\mu$ mまでの範囲に相当する粒子の出現頻度の累積値を測定対象の機能性粒子全体に対する比率を求めることで2.5 $\mu$ m以下の機能性粒子の比率を求めることができる。

10

20

30

40

50

## 【0032】

機能性粒子のD50粒子径は特に限定されない。機能性粒子のD50粒子径は0.1~50 $\mu$ mであることが好ましく、0.5~35 $\mu$ mであることがより好ましく、1~20 $\mu$ mであることがさらに好ましい。

## 【0033】

ここで機能性粒子のD50粒子径とは、次のように測定して得られる値を意味するものとする。

例えば、難燃性シートから機能性粒子を回収し、液中に分散した粒子を直接、撮影し、撮影データの画像処理により分析・解析する事が可能なフロー方式画像解析法を用いた機器（例えば、シスメックス社製：FPIA-3000、）にて求めることができる。測定された個々の機能性粒子のデータから、粒子数基準の粒度分布における積算値50%での粒径により求めることができる。

10

## 【0034】

本発明の難燃性シートに含まれる機能性粒子の含有率は特に限定されない。

本発明の難燃性シートにおいて機能性粒子の含有率は、20~95質量%であることが好ましく、30~90質量%であることがより好ましく、40~80質量%であることがさらに好ましい。

## 【0035】

ここで本発明の難燃性シートに含まれる機能性粒子の含有率は、次の方法によって測定される値を意味するものとする。本発明の難燃性シートの表面を走査型電子顕微鏡（SEM）を用いて10,000倍に拡大して得たSEM像において、その視野内に占める全ての成分の面積を画像処理装置を用いて求め、2分の3乗とすることで体積比に換算し、さら比重を乗じることで質量比を求めて、機能性粒子の含有率を算出するものとする。

20

## 【0036】

<バインダ成分>

本発明の難燃性シートが含むバインダ成分について説明する。

本発明の難燃性シートにおいてバインダ成分は、自身が溶解、溶融することで難燃性シートの他の成分と結着することができる物質や、化学的、物理的に難燃性シートの他の成分と結合、凝集等できる物質であれば特に限定されない。

## 【0037】

バインダ成分としては、難燃性シートの他の構成成分を繋ぎとめる役割を果たすものであれば限定されない。例えば、パルプや凝集剤、紙力増強剤が挙げられ、さらにアクリル樹脂、ポリエステル樹脂、ポリエチレンテレフタレート樹脂（PET樹脂）、ポリオレフィン樹脂、酢酸ビニル樹脂、スチレン系樹脂、ポリウレタン系樹脂、フェノール樹脂などの有機成分が挙げられる。パルプは、抄造ワイヤーメッシュからの剥離性補助、その他の成分との凝集性補助、難燃性シートの引張強さの補強（水素結合）の役割を有しているため好ましい。凝集剤は機能性微粒子を難燃性シート中に留めておきやすいという点で好ましい。凝集剤として、具体的には硫酸バンド、ポリアクリルアミド系、エポキシ系樹脂、等の公知の凝集剤が挙げられる。アクリル樹脂は、難燃性シートの引張強さの補強、その他の成分との凝集性補助、機能性粒子の脱落抑制効果を発揮しやすいため好ましい。PET繊維は、抄造ワイヤーメッシュからの剥離性補助、引張強さの補強の役割を果たしやすいため好ましい。

30

40

## 【0038】

バインダ成分の形状は限定されない。例えば、粒子状（粉末、ディスパーション、エマルジョンを含む）、液状、繊維状であってもよい。難燃性シートの強度向上や、柔軟性の付与、機能性粒子のシートからの脱落防止（収率向上）など、複数のバインダ成分を用いることでこれらの機能を並立させることもできる。

## 【0039】

ここで繊維状のバインダ成分の繊維径は、無機繊維の繊維径と同様の方法によって測定される径を意味するものとする。

50

## 【 0 0 4 0 】

本発明の難燃性シートに含まれるバインダ成分の含有率は特に限定されない。

本発明の難燃性シートにおいてバインダ成分の含有率は、0.5質量%以上であることが好ましく、1質量%以上であることがより好ましく、2質量%以上であることがさらに好ましい。

また、本発明の難燃性シートにおいてバインダ成分の含有率は、2.5質量%以下であることが好ましく、1.6質量%以下であることがより好ましく、2質量%以下であることがさらに好ましい。

## 【 0 0 4 1 】

なお、本発明の難燃性シートにおいてバインダ成分の含有率は、次のように測定するものとする。まず、本発明の難燃性シートを120℃で恒量となるまで乾燥し、525℃で1時間加熱した後、デシケータ内で室温まで冷却する。そして525℃で加熱する前および加熱した後の質量差(X)を求める。

次に、本発明の難燃性シートを蛍光X線分析に供し、含有される無機物を定性・定量分析する。そして、525℃で加熱した場合における無機物由来の重量減少分(Y)(主に結晶水に由来する)を求める。ここで重量減少分(Y)は、公知の値から算出したり、同組成の無機物を入手し、525℃にて加熱することで重量減少量を実測したりして、求めることができる。

そして、質量差(X)から前述の方法によって求めた有機系の機能性粒子の量および後述する方法によって求めた有機系の微細繊維の量ならびに無機物由来の重量減少分(Y)を差し引き、残量を有機系のバインダ成分の量とする。次に、本発明の難燃性シートの表面を走査型電子顕微鏡(SEM)を用いて10,000倍に拡大して得たSEM像において、その視野内に占める全ての成分の各々の面積を画像処理装置を用いて求め、2分の3乗とすることで体積比に換算し、さら比重を乗じることで質量比を求めて、無機系のバインダ成分の含有率を算出する。次に、求めた有機系および無機系のバインダ成分の量を合計して、本発明の難燃性シートにおいてバインダ成分の含有率を求める。

## 【 0 0 4 2 】

## &lt; 微細繊維 &gt;

本発明の難燃性シートが含む微細繊維について説明する。

本発明の難燃性シートにおいて微細繊維は、前述の機能性粒子と凝集しつつ、前述の無機繊維に保持される。

## 【 0 0 4 3 】

微細繊維として、例えば、セピオライト、ウォラストナイト、アタパルジャイトなどの天然鉱物繊維、マイクロガラスウールなどの人造鉱物繊維等の鉱物系繊維、チタン酸カリウム繊維、炭酸カルシウム繊維、ケイ酸カルシウム繊維等の繊維状成長結晶(ウイスキー)、マイクロファイバースェルローズ、フィブリル化アラミド等の有機繊維が挙げられる。

## 【 0 0 4 4 】

微細繊維は無機物からなることが好ましい。鉱物系繊維の中でも、セピオライトが好ましい。セピオライトは、水に分散させたスラリーを、乾燥させると、その形で固まる乾燥固結性を示すため、機能性粒子を難燃性シート中に留めておく機能を発揮しやすい。また、加熱により結晶水を脱水するため、難燃性に寄与しやすい。繊維状成長結晶(ウイスキー)の中でもチタン酸カリウム繊維が好ましい。チタン酸カリウム繊維は、繊維長が10μm以下であるものが含まれてもよい。

## 【 0 0 4 5 】

微細繊維は、その繊維径が2μm以下であることが好ましい。

本発明の難燃性シートにおいては、繊維径が2μm以下である繊維が微細繊維であることが好ましい。

## 【 0 0 4 6 】

微細繊維の繊維径は0.05μm以上であることが好ましく、0.1μm以上であることがより好ましい。また、微細繊維の繊維径は2.0μm以下であることが好ましく、1

10

20

30

40

50

． 0  $\mu\text{m}$ 以下であることがより好ましく、 0 . 5  $\mu\text{m}$ 以下であることがさらに好ましい。

【 0 0 4 7 】

ここで微細繊維の繊維径は、次の方法によって測定される径を意味するものとする。顕微鏡で撮像された微細繊維の垂直断面に基づき微細繊維の断面積を算出し（例えば、公知ソフトにて）、前記断面積と同一面積を有する円の直径を算出することにより導かれた面積径とすることができる。

【 0 0 4 8 】

また、微細繊維の平均繊維径は 0 . 0 5  $\mu\text{m}$ 以上であることがより好ましく、 0 . 1  $\mu\text{m}$ 以上であることがさらに好ましい。

また、微細繊維の平均繊維径は 2 . 0  $\mu\text{m}$ 以下であることが好ましく、 1 . 0  $\mu\text{m}$ 以下であることがより好ましく、 0 . 5  $\mu\text{m}$ 以下であることがさらに好ましい。

10

【 0 0 4 9 】

ここで微細繊維の平均繊維径は、次の方法によって測定される径を意味するものとする。顕微鏡で撮像された微細繊維の垂直断面に基づき微細繊維の断面積を算出し（例えば、公知ソフトにて）、前記断面積と同一面積を有する円の直径を算出することにより導かれた面積径の平均値（例えば、20個の繊維の平均値）とすることができる。

【 0 0 5 0 】

前述の機能性粒子の数平均粒子径と、微細繊維の平均繊維径との比（機能性粒子の数平均粒子径 / 微細繊維の平均繊維径）が 1 ~ 1 0 0 が好ましく、さらに 3 ~ 6 5 であることが好ましい。理由は、図 2 に見られる様に、微細繊維が機能性粒子（特に小粒径の粒子）をよりよく絡みつける様に凝集する効果を有するためである。

20

【 0 0 5 1 】

前述の機能性粒子の D 5 0 粒子径と、微細繊維の平均繊維径との比（機能性粒子の D 5 0 粒子径 / 微細繊維の平均繊維径）が 1 ~ 1 8 0 が好ましく、さらに 3 ~ 1 5 0 であることが好ましい。理由は、図 2 に見られる様に、微細繊維が機能性粒子（特に小粒径の粒子）をよりよく絡みつける様に凝集する効果を有するためである。

【 0 0 5 2 】

微細繊維の長さは特に限定されない。微細繊維の長さは、 1 ~ 3 0 0 0  $\mu\text{m}$ であることが好ましく、 1 0 ~ 5 0 0  $\mu\text{m}$ であることがより好ましい。

また、微細繊維のアスペクト比は、 5 ~ 6 0 0 0 であることが好ましい。アスペクト比が 5 以上であると、機能性微粒子を捕捉しやすい効果が期待できる。アスペクト比が 6 0 0 0 以下であると、難燃性シートの地合いを向上させやすい。

30

【 0 0 5 3 】

なお、微細繊維の長さは、次の方法によって測定される長さを意味するものとする。

水に分散した微細繊維を流動状態で撮影し、その撮像から画像解析により繊維長を求める方法（このような画像解析型繊維長測定器としては、L & W社製：ファイバースターがある。）であってよく、また、本発明の難燃性シートの表面を日本電子社製、走査型電子顕微鏡（SEM）JSM - 7 0 0 1 F を用いて 1 0 0 倍に拡大して得た SEM 像において、無作為に選りだした 1 0 0 本の微細繊維の長さを測定し、それらを単純平均して求めてもよい。

40

【 0 0 5 4 】

本発明の難燃性シートに含まれる微細繊維の含有率は特に限定されない。

本発明の難燃性シートにおいて微細繊維の含有率は、 0 . 1 ~ 3 5 質量%であることが好ましく、 0 . 5 ~ 2 0 質量%であることがより好ましく、 1 ~ 1 0 質量%であることがさらに好ましい。

【 0 0 5 5 】

ここで本発明の難燃性シートに含まれる微細繊維の含有率は、次の方法によって測定される値を意味するものとする。

本発明の難燃性シートの表面を走査型電子顕微鏡（SEM）を用いて 1 0 , 0 0 0 倍に拡大して得た SEM 像において、その視野内に占める全ての成分の面積を画像処理装置を

50

用いて求め、2分の3乗とすることで体積比に換算し、さら比重を乗じることで質量比を求めて、微細繊維の含有率を算出するものとする。

【0056】

本発明の難燃性シートは、上記のように無機繊維と、機能性粒子と、バインダ成分と、微細繊維とを含むが、その他の成分を含んでもよい。

その他の成分として、例えば、撥水剤、着色剤などが挙げられる。

【0057】

本発明の難燃性シートは、フィブリル状繊維を含まないことが好ましい。フィブリル状繊維を含まないことで、燃焼のきっかけの1つである表面性が低く抑えられ、難燃性を高めやすい。

【0058】

フィブリル状繊維とは、有機物からなる、数nmから数 $\mu\text{m}$ の大きさの繊維状の微細組織を有する繊維を意味する。フィブリル状繊維としては、天然セルロース繊維、再生セルロース繊維、アラミド繊維（帝人：トワロンパルプ、デュポン：ケブラーパルプ等）、アクリル繊維（東洋紡：ビィパル、スターリングファイバー社：CFF等）、ポリアリレート繊維、ポリエチレン合成パルプ（三井化学：SWP等）等が挙げられる。

【0059】

本発明の難燃性シートに含まれる有機分は20wt%以下であることが好ましく、11wt%以下であることが好ましく、6wt%以下であることがより好ましく、5wt%以下であることがさらに好ましい。11wt%以下であると難燃性を得やすくなる。

【0060】

本発明の難燃性シートに含まれる有機分の含有率は、次のように測定して得られる値を意味するものとする。

JIS P 8251 紙、板紙及びパルプの灰分試験方法（525 燃焼法）により得られた灰分以外の成分を有機分とする。ここで、525 での灰化処理によって、無機物の結晶水放出等による重量減少が生じる場合は、灰化処理後の無機物由来の重量減少分を差し引いて、有機分の含有量を求める。なお、無機物の結晶水放出などによる重量減少量は、初めに本発明の難燃性シートを蛍光X線分析に供し、含有される無機物を定性・定量分析する。そして、525 で加熱した場合における無機物由来の重量減少分を求める。ここで重量減少分は、公知の値から算出したり、同組成の無機物入手し、525 にて加熱することで重量減少量を実測したりして、求めることができる。

【0061】

本発明の難燃性シートの大きさや厚さ等は特に限定されない。

本発明の難燃性シートの厚さは0.1～10mmであることが好ましい。

【0062】

本発明の難燃性シートの厚さは、次のように測定して得られる値を意味するものとする。本発明の難燃性シートの任意の50箇所において、マイクロメーターを用いて厚さを測定し、それらを単純平均して得た値を、本発明の難燃性シートの厚さとする。

【0063】

本発明の難燃性シートは、その坪量が80～2000g/m<sup>2</sup>であることが好ましく、80～1000g/m<sup>2</sup>であることがより好ましい。

【0064】

本発明の難燃性シートの密度は、用いる機能性粒子の真密度に依存するが、0.1～1g/cm<sup>3</sup>であることが好ましい。

なお、本発明の難燃性シートの密度は、JIS Z 8807：2012「固体の密度及び比重の測定方法」に準拠して測定した値を意味するものとする。

【0065】

本発明の難燃性シートの製造方法は特に限定されない。

例えば粉末担持抄造法によって製造することができる。粉末担持抄造法とは、一般的な抄造法のプロセスを用い、粉末を分散した抄造スラリーを用いて抄造を行う方法である。

10

20

30

40

50

より具体的には、繊維および粉体と分散媒（水や有機溶媒等）を攪拌した後、抄造スラリーを作製し、角形手漉き装置等（例えば、東洋精機社製）を用いてシート化し、フェロタイプタイプの乾燥装置等を用いて乾燥することで、難燃性シートを得ることができる。粉末担持抄造法のプロセスは、バッチ式、連続式を問わない。

#### 【実施例】

#### 【0066】

<実施例1～21および比較例1>

第2表、第3表および第4表に示す種類の無機繊維、機能性粒子、バインダ成分、微細繊維および凝集剤を、第2表、第3表および第4表に示す含有率で混合し、分散させたスラリーを得た後、これを用いて粉末担持抄造法によって難燃性シートを作成した。

10

いずれの実施例および比較例においても、得られた難燃性シートの厚さは、約1mmであった。

なお、各成分の詳細は、以下の通りである。

#### 【0067】

<無機繊維>

無機繊維として、平均繊維径が5μmガラスウールおよび平均繊維径が7μmのガラス繊維、平均繊維径が8μmのロックウールを用意し、これを用いた。

#### 【0068】

<機能性粒子>

機能性粒子として、複数種類の水酸化アルミニウムおよびシリカゲル、重質炭酸カルシウム、ハイドロタルサイトおよびハスクレイを用意し、これらを用いた。なお、実施例5、18、20、21では、2種類の機能性粒子を用いた。

20

#### 【0069】

<バインダ成分>

バインダ成分として、針葉樹パルプ（繊維径：20～40μm）、アクリル樹脂、およびPET繊維（帝人社製、TA04PN、繊維径：3μm）を用意し、これを用いた。なお、実施例4、5、18、19では、2種類のバインダ成分を用いた。

#### 【0070】

<微細繊維>

微細繊維として、セピオライト、チタン酸カリウムウイスカおよびマイクロフィブリルセルロースを用意し、これらを用いた。以下に各々の詳細を示す。

30

・セピオライト：ミルコン、昭和KDE株式会社製（平均繊維径は0.1μmまたは0.3μm）

・チタン酸カリウムウイスカ：（平均繊維長：15μm、平均繊維径：0.3μm）

・マイクロフィブリルセルロース：セリッシュKY100G、株式会社ダイセル製

#### 【0071】

<凝集剤>

バインダ成分の1つとして、凝集剤（栗田工業社製、ハイホルダーC-503）を用いた。

#### 【0072】

次に、実施例および比較例において得られた難燃性シートの各々について、収率を求め、地合いを評価し、これらから総合評価を行った。また、ハンドリング強度、耐熱保形性、燃焼性を評価した。

40

収率、地合い、ハンドリング強度、耐熱保形性ならびに燃焼性の測定方法および評価方法は、次の通りである。

#### 【0073】

<収率>

収率は、下記の算出により求めた。

収率(%) = 乾燥後の難燃性シート1枚の正味重量(g) × 100 / シート1枚分の投入原材料の正味重量(g)

50

また、上記収率が、70%未満である場合を×、70%以上、80%未満を△、80%以上を○と評価した。

【0074】

<地合い>

難燃性シートの表面を観察し、地合いについて、次のように分類した。後述する表中の表記を合わせて示す。

◎：凝集物も無く、シートの濃淡も無い。

○：極少ない濃淡ムラはあるが、均一性は良好。

△：若干の濃淡ムラはあるものの、実用可能なレベル。

×：凝集物があり、濃淡ムラも著しい。

10

【0075】

<総合評価>

収率と地合いの結果から、第1表を用いて総合評価を実施した。

【0076】

【表1】

第1表

		地合い			
		◎	○	△	×
収率	○	◎	○	△	×
	△	△	△	△	×
	×	×	×	×	×

20

30

【0077】

<燃焼性>

難燃性シートを13mm幅の短冊状にカットし、長手方向が鉛直方向になるように垂らした。そして、その下部の10mmに、下方から高さ20mmに調整した炎を10秒あてた。この場合に、燃えた部分が下方から5cm以下となるか否かを測定した。

【0078】

収率、地合い、およびこれらに基づく総合評価を、第2表、第3表および第4表に示す。なお、全ての実施例において得られた難燃性シートは、ハンドリング強度、耐熱保形性ならびに燃焼性が、全て良好であった。

40

【0079】

50

【 表 2 】

第2表

無機繊維	実例1		実例2		実例3		実例4		実例5		実例6		実例7		実例8	
	種類	ガラス繊維	種類	ガラス繊維	種類	ガラス繊維	種類	ガラス繊維	種類	ガラス繊維	種類	ガラス繊維	種類	ガラス繊維	種類	ガラス繊維
繊維性粒子1	平均繊維径(μm)	7	7	7	7	7	7	7	7	7	7	7	7	7	7	7
	種類	水酸化アルミニウム	水酸化アルミニウム	水酸化アルミニウム	水酸化アルミニウム	水酸化アルミニウム	水酸化アルミニウム	水酸化アルミニウム	水酸化アルミニウム	水酸化アルミニウム	水酸化アルミニウム	シリカゲル	シリカゲル	シリカゲル	シリカゲル	シリカゲル
繊維性粒子2	重量平均繊維径(μm)	80	80	80	80	80	80	80	80	40	55	55	55	55	55	55
	重量平均繊維径(μm)	0.871	0.871	0.871	0.871	0.871	0.871	0.871	0.871	0.871	1.029	1.029	1.029	1.029	1.029	1.029
繊維性粒子合計	D50繊維径(μm)	19.22	19.22	19.22	19.22	19.22	19.22	19.22	19.22	19.22	19.22	19.22	19.22	19.22	19.22	19.22
	D50繊維径(μm)以下の繊維径の比率(wt%)	2.79	2.79	2.79	2.79	2.79	2.79	2.79	2.79	2.79	2.79	2.79	2.79	2.79	2.79	2.79
バイнда成分	種類	-	-	-	-	-	-	-	-	水酸化アルミニウム	-	-	-	-	-	-
	重量%	-	-	-	-	-	-	-	-	40	-	-	-	-	-	-
微細繊維	平均繊維径(μm)	-	-	-	-	-	-	-	-	1.2	-	-	-	-	-	-
	重量%	-	-	-	-	-	-	-	-	4.8	-	-	-	-	-	-
評価結果	取率	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
	総合評価	△	△	○	○	○	○	○	○	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎

【 0 0 8 0 】

10

20

30

40

50

【 表 3 】

第3表

無機繊維	実施例9		実施例10		実施例11		実施例12		実施例13		実施例14		実施例15	
	ガラス繊維	シリカゲル	ガラス繊維	シリカゲル	ガラス繊維	シリカゲル	ガラス繊維	シリカゲル	ガラス繊維	シリカゲル	ガラス繊維	シリカゲル	ガラス繊維	シリカゲル
機能性粒子1	種類	シリカゲル	シリカゲル	シリカゲル	シリカゲル	シリカゲル	シリカゲル	シリカゲル	シリカゲル	シリカゲル	シリカゲル	シリカゲル	シリカゲル	シリカゲル
	wt%	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5
機能性粒子2	平均繊維径(μm)	34	30	28	42	40.5	38	38	40.5	38	38	38	38	38
	種類	シリカゲル	シリカゲル	シリカゲル	シリカゲル	シリカゲル	シリカゲル	シリカゲル	シリカゲル	シリカゲル	シリカゲル	シリカゲル	シリカゲル	シリカゲル
機能性粒子	wt%	55	55	55	55	55	55	55	55	55	55	55	55	55
	数平均粒子径(μm)	2.506	2.506	2.506	2.506	2.506	2.506	2.506	2.506	2.506	2.506	2.506	2.506	2.506
機能性粒子合計	D50粒子径(μm)	1.689	1.689	1.689	1.689	1.689	1.689	1.689	1.689	1.689	1.689	1.689	1.689	1.689
	粒子径が2.5μm以下の粒子の比率(wt%)	59.32	59.32	59.32	59.32	59.32	59.32	59.32	59.32	59.32	59.32	59.32	59.32	59.32
ハインダ成分	種類	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	wt%	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
微細繊維	種類	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	wt%	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
易集剤	種類	セピオライト	セピオライト	セピオライト	セピオライト	セピオライト	セピオライト	セピオライト	セピオライト	セピオライト	セピオライト	セピオライト	セピオライト	セピオライト
	wt%	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
難燃性シートに占める有機分	平均繊維径(μm)	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5
	wt%	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05
難燃性粒子の数平均粒子径	wt%(対原料)	6	10	12	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2
	wt%	25.1	25.1	25.1	8.4	8.4	8.4	8.4	8.4	8.4	8.4	8.4	8.4	8.4
機能性粒子の平均繊維径	wt%	16.9	16.9	16.9	5.6	5.6	5.6	5.6	5.6	5.6	5.6	5.6	5.6	5.6
	wt%	(91.9%)	(89.0%)	(87.0%)	(92.6%)	(95.1%)	(98.3%)	(98.3%)	(95.1%)	(98.3%)	(98.3%)	(98.3%)	(98.3%)	(98.3%)
機能性粒子のD50粒子径	取率	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
	集合し	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
微細繊維の平均繊維径	総合評価	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
	総合評価	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○

【 0 0 8 1 】

10

20

30

40

50

【表 4】

第4表

無機繊維	種類	実施例16		実施例17		実施例18		実施例19		実施例20		実施例21		比較例1	
		ガラス繊維	シリカゲル	ガラス繊維	シリカゲル	ガラス繊維	水酸化アルミニウム	ロックウール	水酸化アルミニウム	ガラス繊維	シリカゲル	ガラス繊維	シリカゲル		ガラス繊維
機能性粒子1	平均繊維径(μm)	42.5	5	42.5	5	8	7	10	8	38	5	38	5	43	5
	wt%	55	55	2,506	1,689	0.871	19.22	0.871	19.22	27.5	27.5	2,506	2,506	1,029	1,029
機能性粒子2	D50粒子径(μm)	2,506	1,689	1,689	59.32	19.22	2.79	19.22	2.79	0.908	0.908	0.908	0.908	0.908	0.908
	D50粒子径が2.5μm以下の粒子の比率(wt%)	59.32	59.32	59.32	59.32	2.79	2.79	2.79	2.79	59.32	59.32	59.32	59.32	97.94	97.94
機能性粒子合計	種類	-	-	-	-	重質炭酸カルシウム	-	-	-	ハイポタルサイト	-	-	-	-	-
	wt%	-	-	-	-	40	-	-	-	27.5	-	-	-	-	-
バイнда成分	平均繊維径(μm)	-	-	-	-	0.8299	-	-	-	4.2101	-	-	-	-	-
	D50粒子径(μm)	-	-	-	-	8.402	-	-	-	19.87	-	-	-	-	-
微細繊維	D50粒子径が2.5μm以下の粒子の比率(wt%)	-	-	-	-	13.72	-	-	-	0.45	-	-	-	-	-
	D50粒子径	2,506	1,689	1,689	59.32	1.1393	15.48	0.871	19.22	4.2328	3.6511	9.012	9.012	1.029	1.029
評価結果	粒子径が2.5μm以下の粒子の比率(wt%)	59.32	59.32	59.32	59.32	6.12	6.12	2.79	2.79	0.51	0.51	1.49	1.49	97.94	97.94
	wt%	2	2	2	2	5	5	5	5	2	2	2	2	2	2
難燃性シートに占める有機分	種類	-	-	-	-	PET繊維	-	PET繊維	-	-	-	-	-	-	-
	wt%	-	-	-	-	3	-	3	-	-	-	-	-	-	-
機能性粒子のD50粒子径 / 微細繊維の平均繊維径	平均繊維径(μm)	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.1	0.1	0.1	0.1	0	0
	wt%	0.5	0.5	0.5	0.5	4	4	4	4	5	5	5	5	0	0
機能性粒子のD50粒子径 / 微細繊維の平均繊維径	wt%	0.05	0.1	0.1	0.1	-	-	-	-	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05
	wt%	2	2	2	2	8	8	8	8	2	2	2	2	2	2
評価結果	取率	8.4	8.4	8.4	8.4	3.8	3.8	2.9	2.9	42.3	42.3	36.5	36.5	-	-
	割合	5.6	5.6	5.6	5.6	51.6	51.6	64.1	64.1	149.1	149.1	90.1	90.1	-	-
総合評価	割合	(81.9%)	(92.9%)	(92.9%)	(92.9%)	(81.0%)	(81.0%)	(81.0%)	(81.0%)	(91.0%)	(91.0%)	(92.0%)	(92.0%)	(65.7%)	(65.7%)
	総合評価	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	△	△	△	△	△	△

【0082】

さらに、実施例5において得られた難燃性シートの表面をSEMを用いて10,000倍に拡大して観察した。得られたSEM像を図1に示す。図1(a)が難燃性シートの表面のSEM像(拡大写真)であり、図1(b)がその裏側の表面のSEM像(拡大写真)である。図1より、微細繊維としてのセピオライトが、機能性粒子としての水酸化アルミニウムを凝集保持しつつ、無機繊維(ガラス繊維)に保持されている様子を確認できた。

【0083】

また、同様に、実施例14において得られた難燃性シートの表面をSEMを用いて1,000倍に拡大して観察した。得られたSEM像を図2に示す。図2より、微細繊維とし

10

20

30

40

50

でのチタン酸カリウムウイスカが、機能性粒子としてのシリカゲルを凝集保持しつつ、無機繊維（ガラス繊維）に保持されている様子を確認できた。

【 0 0 8 4 】

この出願は、2020年7月10日に出願された日本出願特願2020-118869を基礎とする優先権を主張し、その開示のすべてをここに取り込む。

【産業上の利用可能性】

【 0 0 8 5 】

本発明の難燃性シートは、例えば耐火材や高温条件下で機能する断熱材などとして用いることができる。

10

20

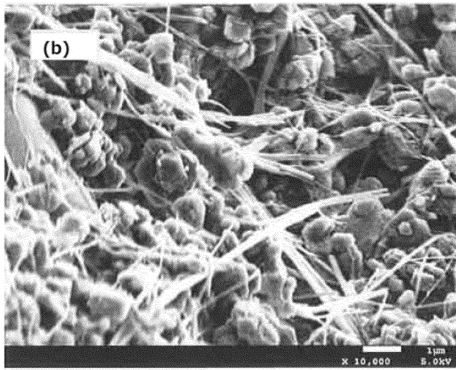
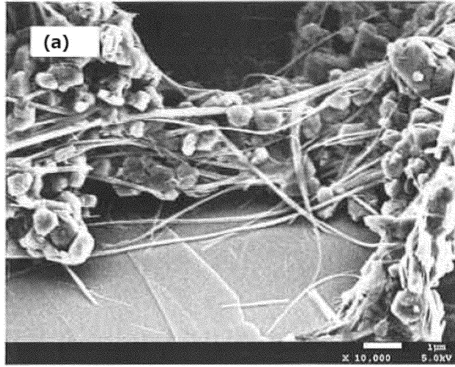
30

40

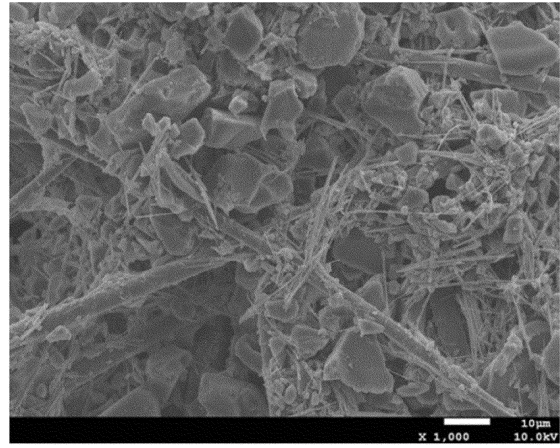
50

【図面】

【図 1】



【図 2】



10

20

30

40

50

## フロントページの続き

- (56)参考文献 特開昭60-103068(JP,A)  
特開2007-161561(JP,A)  
特開平02-219680(JP,A)  
特開平05-179230(JP,A)  
特開2016-106354(JP,A)  
特開昭62-098000(JP,A)  
特開平06-158583(JP,A)  
特開昭61-086473(JP,A)  
特開平11-241297(JP,A)  
特開2002-173404(JP,A)  
特開昭60-181400(JP,A)  
特開平01-083612(JP,A)  
特開昭59-223400(JP,A)  
細粒・微粒ハイジライト, 日本, 昭和電工株式会社, 2007年05月25日
- (58)調査した分野 (Int.Cl., DB名)  
D21B1/00-1/38  
D21C1/00-11/14  
D21D1/00-99/00  
D21F1/00-13/12  
D21G1/00-9/00  
D21H11/00-27/42  
D21J1/00-7/00