

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2015-137185

(P2015-137185A)

(43) 公開日 平成27年7月30日(2015.7.30)

(51) Int.Cl.		F I	テーマコード (参考)	
CO1F	5/14	(2006.01)	CO1F 5/14	4G076
CO8K	3/22	(2006.01)	CO8K 3/22	4J002
CO8L	101/00	(2006.01)	CO8L 101/00	

審査請求 未請求 請求項の数 8 O L (全 15 頁)

(21) 出願番号 特願2014-7955 (P2014-7955)
 (22) 出願日 平成26年1月20日 (2014.1.20)

(71) 出願人 390036722
 神島化学工業株式会社
 大阪府大阪市西区阿波座1丁目3番15号
 (74) 代理人 110000729
 特許業務法人 ユニ阿斯国際特許事務所
 (72) 発明者 林田 浩一
 香川県三豊郡詫間町大字香田80番地 神島化学工業株式会社詫間工場内
 Fターム(参考) 4G076 AA10 BC10 BD04 BF06 BF10
 CA02 CA11 CA26 CA27 CA28
 DA02 DA05 DA20
 4J002 AA011 BB031 BB121 BC031 BN151
 CG001 CH071 CL001 DE076 FB086
 FB096 FB236 FB246 FD130 FD136
 FD206 GC00 GG00 GM00 GN00
 GQ01 GT00

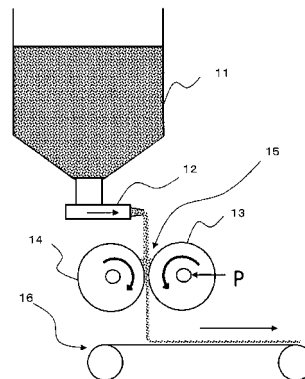
(54) 【発明の名称】 水酸化マグネシウムの加圧粒状体、及びその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 難燃剤としての機能を維持しつつ、ハンドリング性を良好にしながら、樹脂組成物としての機械特性を従来より改善できる水酸化マグネシウムの加圧粒状体、その製造方法、該加圧粒状体を含有する樹脂組成物、および該樹脂組成物を用いた成形体を提供する。

【解決手段】 ルーズ嵩密度が0.55~0.80 g/m³であり、かつ乾式粒度について850 μm以上が0~20質量%、500 μm以上850 μm未満が5~35質量%、250 μm以上500 μm未満が15~35質量%、250 μm未満が30~65質量%である水酸化マグネシウムの加圧粒状体、その製造方法、該加圧粒状体を含有する樹脂組成物、および該樹脂組成物を用いた成形体。

【選択図】 図1



【特許請求の範囲】**【請求項 1】**

ルーズ嵩密度が $0.55 \sim 0.80 \text{ g/ml}$ であり、かつ乾式粒度について $850 \mu\text{m}$ 以上が $0 \sim 20$ 質量%、 $500 \mu\text{m}$ 以上 $850 \mu\text{m}$ 未満が $5 \sim 35$ 質量%、 $250 \mu\text{m}$ 以上 $500 \mu\text{m}$ 未満が $15 \sim 35$ 質量%、 $250 \mu\text{m}$ 未満が $30 \sim 65$ 質量%である水酸化マグネシウムの加圧粒状体。

【請求項 2】

BET比表面積が $1 \sim 15 \text{ m}^2/\text{g}$ である請求項 1 記載の水酸化マグネシウムの加圧粒状体。

【請求項 3】

表面処理剤により粉体表面が被覆されており、前記表面処理剤を $0.1 \sim 3$ 質量%含有する請求項 1 又は 2 に記載の水酸化マグネシウムの加圧粒状体。

【請求項 4】

難燃剤、耐トラッキング剤、又は熱伝導剤として使用されるものである請求項 1 ~ 3 いずれかに記載の水酸化マグネシウムの加圧粒状体。

【請求項 5】

ロール圧を $1 \sim 10 \text{ MPa}$ に設定した少なくとも一対のロール間に、水酸化マグネシウムの粉体を通過させて、ルーズ嵩密度が $0.55 \sim 0.80 \text{ g/ml}$ である加圧粒状体を得る工程を含む水酸化マグネシウムの加圧粒状体の製造方法。

【請求項 6】

得られる前記加圧粒状体が、その乾式粒度について $850 \mu\text{m}$ 以上が $0 \sim 20$ 質量%、 $500 \mu\text{m}$ 以上 $850 \mu\text{m}$ 未満が $5 \sim 35$ 質量%、 $250 \mu\text{m}$ 以上 $500 \mu\text{m}$ 未満が $15 \sim 35$ 質量%、 $250 \mu\text{m}$ 未満が $30 \sim 65$ 質量%である請求項 5 記載の水酸化マグネシウムの加圧粒状体の製造方法。

【請求項 7】

ABS系樹脂、ポリエチレン系樹脂、ポリプロピレン系樹脂、ポリスチレン系樹脂、ポリカーボネート系樹脂、ポリフェニレン系樹脂、及びポリアミド系樹脂からなる群より選択される少なくとも 1 種の 100 質量部に対して、請求項 1 ~ 4 いずれかに記載の水酸化マグネシウムの加圧粒状体 $5 \sim 300$ 質量部を含有する樹脂組成物。

【請求項 8】

請求項 7 記載の樹脂組成物を用いて成形された成形体。

【発明の詳細な説明】**【技術分野】****【0001】**

本発明は、水酸化マグネシウムの加圧粒状体、その製造方法、該加圧粒状体を含有する樹脂組成物、および該樹脂組成物を用いた成形体に関し、樹脂組成物の難燃性、機械特性、耐トラッキング性、熱伝導性などを改善する技術として有用である。

【背景技術】**【0002】**

従来、プラスチック製品や合成繊維のような有機高分子材料の成形品の難燃化を目的として、有機ハロゲン化物（主に臭化物）を主成分とするハロゲン含有難燃剤が広く用いられてきた。しかし、ハロゲン含有難燃剤は優れた難燃効果を有するものの、成形加工時に分解して発生したハロゲンガスが成形加工機を腐食したり、成形体自体の物性にも悪影響を及ぼしたりすることから、その代替としていわゆるノンハロゲン系の難燃剤が種々開発されている。

【0003】

水酸化マグネシウムは無毒の無機物であり、ハロゲン含有せず環境にも優しいことから、代表的なノンハロゲン系の難燃剤として広く用いられるようになってきている。また、樹脂への分散性を高める目的で、界面活性剤等を用いて水酸化マグネシウムの粉体を表面処理する方法も知られている（特許文献 1）。

10

20

30

40

50

【先行技術文献】

【特許文献】

【0004】

【特許文献1】特公昭60-57457号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0005】

しかしながら、難燃剤として用いられる水酸化マグネシウムは、平均粒子径が $10\mu\text{m}$ 以下のものが多いため、ハンドリング性が悪く、粉体の供給・混合装置の内部で飛散することで、計量や定量供給が行ないにくいという問題があった。この問題は、水酸化マグネシウムの粉体を表面処理する方法では、解決できなかった。

10

【0006】

また、微粉体のハンドリング性を高めるために、バインダー成分を用いて、水酸化マグネシウムの造粒物を得る方法なども考えられるが、バインダー成分が樹脂に悪影響を及ぼしたり、樹脂への分散性の低下が懸念される。

【0007】

そこで、本発明の目的は、難燃剤としての機能を維持しつつ、ハンドリング性を良好にしながら、樹脂組成物としての機械特性を従来より改善できる水酸化マグネシウムの加圧粒状体、その製造方法、該加圧粒状体を含有する樹脂組成物、および該樹脂組成物を用いた成形体を提供することにある。

20

【課題を解決するための手段】

【0008】

本発明者らは鋭意検討を行った結果、水酸化マグネシウムの粉体を加圧して特定のルーズ嵩密度と乾式粒度分布とを有する加圧粒状体にすることで、ハンドリング性を良好にできるだけでなく、従来より機械特性等が優れた樹脂組成物が得られることを見出し、本発明を完成するに至った。

【0009】

即ち、本発明の水酸化マグネシウムの加圧粒状体は、ルーズ嵩密度が $0.55\sim 0.80\text{g/ml}$ であり、かつ乾式粒度について $850\mu\text{m}$ 以上が $0\sim 20$ 質量%、 $500\mu\text{m}$ 以上 $850\mu\text{m}$ 未満が $5\sim 35$ 質量%、 $250\mu\text{m}$ 以上 $500\mu\text{m}$ 未満が $15\sim 35$ 質量%、 $250\mu\text{m}$ 未満が $30\sim 65$ 質量%であることを特徴とする。本発明における各種の物性値は、実施例において採用する方法により測定される値である。

30

【0010】

本発明の水酸化マグネシウムの加圧粒状体によると、加圧によりルーズ嵩密度と乾式粒度が上記の範囲内となるため、加圧前の粉体と比較してハンドリング性を良好にすることができる。また、理由の詳細は明らかではないが、樹脂への分散性も問題とならずに、加圧前の粉体と比較して、弾性率、アイゾット強度、引張伸びなどの機械特性を改善することができる。その結果、難燃剤としての機能を維持しつつ、ハンドリング性を良好にしながら、樹脂組成物としての機械特性を従来より改善できるようになる。

【0011】

40

上記において、BET比表面積が $1\sim 15\text{m}^2/\text{g}$ であることが好ましい。このようなBET比表面積であると、適切なルーズ嵩密度と乾式粒度が得られ易くなり、本発明の効果がより確実に得られ易くなる。

【0012】

また、表面処理剤により粉体表面が被覆されており、前記表面処理剤を $0.1\sim 3$ 質量%含有することが好ましい。このように、水酸化マグネシウムが適度に表面処理されていることにより、ルーズ嵩密度と乾式粒度が加圧により適度に調整し易くなる。

【0013】

本発明の水酸化マグネシウムの加圧粒状体は、難燃剤、耐トラッキング剤、又は熱伝導剤として使用されることが好ましい。

50

【0014】

一方、本発明の製造方法は、ロール圧を1～10MPaに設定した少なくとも一對のロール間に、水酸化マグネシウムの粉体を通過させて、ルーズ嵩密度が0.55～0.80g/mlである加圧粒状体を得る工程を含むことを特徴とする。

【0015】

本発明の製造方法によると、適度な圧力で加圧することにより、水酸化マグネシウムの本来の機能を維持又は改善しつつ、ハンドリング性を良好にすることができる水酸化マグネシウムの加圧粒状体を得ることができる。

【0016】

上記において、得られる前記加圧粒状体が、その乾式粒度について850μm以上が0～20質量%、500μm以上850μm未満が5～35質量%、250μm以上500μm未満が15～35質量%、250μm未満が30～65質量%であることが好ましい。

10

【0017】

他方、本発明の樹脂組成物は、ABS系樹脂、ポリエチレン系樹脂、ポリプロピレン系樹脂、ポリスチレン系樹脂、ポリカーボネート系樹脂、ポリフェニレン系樹脂、及びポリアミド系樹脂からなる群より選択される少なくとも1種の100質量部に対して、上記いずれかに記載の水酸化マグネシウムの加圧粒状体5～300質量部を含有することを特徴とする。また、本発明の成形体は、上記の樹脂組成物を用いて成形された成形体である。

【0018】

本発明の樹脂組成物又は成形体によると、本発明の水酸化マグネシウムの加圧粒状体を含有するため、製造時において水酸化マグネシウムのハンドリング性を良好にしながら、難燃剤としての機能を維持しつつ、樹脂組成物等としての機械特性を従来より改善できるようになる。

20

【図面の簡単な説明】

【0019】

【図1】本発明の水酸化マグネシウムの加圧粒状体の製造方法に用いる装置の一例を示す概略構成図

【図2】実施例3の加圧粒状体と比較例1の粉末との付着性の評価において、粒子の付着状態を示す写真

30

【図3】実施例と比較例の成形体の引張強度、引張伸びの評価結果を示すグラフ

【図4】実施例と比較例の成形体のアイゾット強度、弾性率の評価結果を示すグラフ

【発明を実施するための形態】

【0020】

(水酸化マグネシウムの加圧粒状体)

本発明の水酸化マグネシウムの加圧粒状体は、水酸化マグネシウムの粉体が加圧により粒状化したものである。水酸化マグネシウムは、それ自体が燃焼しないこと、分解時に吸熱をすること、そして分解して熱容量の大きな水分子を放出することにより、ノンハロゲン難燃剤として優れた特性を有する。

【0021】

加圧粒状体のルーズ嵩密度は、0.55～0.80g/mlであり、この範囲より小さいと、ハンドリング性の指標となる付着性が悪化し、この範囲より大きいと、樹脂組成物としての機械特性を維持するのが困難になる。このような観点に加えて、樹脂組成物としての機械特性を従来より改善する観点から、加圧粒状体のルーズ嵩密度は、好ましくは0.60～0.78g/mlであり、より好ましくは0.64～0.75g/mlである。

40

【0022】

加圧粒状体の乾式粒度については、850μm以上が0～20質量%、500μm以上850μm未満が5～35質量%、250μm以上500μm未満が15～35質量%、250μm未満が30～65質量%である。このような粒度分布から外れて、粒度の大きいものが増加すると、樹脂組成物としての機械特性を維持するのが困難になり、このよう

50

な粒度分布から外れて、粒度の小さいものが増加すると、ハンドリング性の指標となる付着性が悪化する。このような観点に加えて、樹脂組成物としての機械特性を従来より改善する観点から、 $850\ \mu\text{m}$ 以上が $0\sim 15$ 質量%が好ましく、 $250\ \mu\text{m}$ 未満が $30\sim 55$ 質量%が好ましい。

【0023】

加圧粒状体のBET比表面積は、適切なルーズ嵩密度と乾式粒度が得られ易くなる観点から、 $1\sim 15\ \text{m}^2/\text{g}$ が好ましく、 $3\sim 12\ \text{m}^2/\text{g}$ がより好ましい。

【0024】

水酸化マグネシウムの加圧粒状体は、表面処理剤により粉体表面が被覆されているのが好ましい。このような表面処理は、加圧粒状体とした後に行うことも可能であるが、加圧する前の粉体に表面処理しておくのが好ましい。

10

【0025】

表面処理に用いる表面処理剤としては、カップリング剤、高級脂肪酸、高級脂肪酸アルカリ金属塩、脂肪酸と多価アルコールとからなるエステル類、及びリン酸と高級アルコールとからなるリン酸エステル類からなる群より選択される少なくとも1種であることが好ましい。表面処理を行なうことにより、水酸化マグネシウムの粉体の樹脂中（ないし成形体中）への分散性の向上、並びにこれによる難燃性組成物及び成形体の物性の維持ないし向上を図ることができる。なかでも、シランカップリング剤等のカップリング剤を用いることが、引張強度が向上する観点より好ましい。

【0026】

カップリング剤としては、例えば、 γ -グリシドキシプロピルトリメトキシシラン、 γ -(3,4-エポキシシクロヘキシル)エチルトリメトキシシラン、 γ -メタクリロキシプロピルトリメトキシシラン、 γ -メタクリロキシプロピルトリエトキシシラン、 γ -アクリロキシプロピルメチルジメトキシシラン、ビニルトリエトキシシラン、ビニルトリアセトキシシラン、 p -トリメトキシシリルスチレン、 p -トリエトキシシリルスチレン、 p -トリメトキシシリル- n -メチルスチレン、 p -トリエトキシシリル- n -メチルスチレン3-アミノプロピルトリメトキシシラン、3-アミノプロピルトリエトキシシラン、 N -2(アミノエチル)3-アミノプロピルメチルジメトキシシラン、 N -2(アミノエチル)3-アミノプロピルトリメトキシシラン、 N -2(アミノエチル)3-アミノプロピルトリエトキシシラン、 N -フェニル-3-アミノプロピルトリメトキシシラン、 N -フェニル-3-アミノプロピルトリエトキシシラン、 N -プロピル-3-アミノプロピルトリメトキシシラン、4-アミノブチルトリメトキシシラン、デシルトリメトキシシランなどシラン系カップリング剤や、イソプロピルトリイソステアロイルチタネート、イソプロピルトリス(ジオクチルパイロフォスフェート)チタネート、イソプロピルトリ(N-アミノエチル-アミノエチル)チタネート、イソプロピルトリデシルベンゼンスルホンチタネート等のチタネート系カップリング剤、さらには、アセトアルコキシアルミニウムジイソプロピレート等のアルミニウム系カップリング剤が挙げられる。このようなカップリング剤は、単独で用いても2種以上併用してもよい。

20

30

【0027】

高級脂肪酸としては、例えば、ステアリン酸、エルカ酸、パルミチン酸、ラウリン酸、ベヘニン酸等の炭素数10以上の高級脂肪酸が挙げられ、ステアリン酸が分散性やハンドリング性の点で好ましい。高級脂肪酸アルカリ金属塩としては、上述の高級脂肪酸のアルカリ金属塩が挙げられ、アルカリ金属としては、リチウム、ナトリウム、カリウム等を好適に用いることができる。分散性の観点から高級脂肪酸アルカリ金属塩が好ましく、中でも、ステアリン酸ナトリウムがより好ましい。これらは、単独で用いても2種以上併用してもよい。

40

【0028】

脂肪酸と多価アルコールとからなるエステル類としては、例えば、グリセリンモノステアレート、グリセリンモノオレート等の多価アルコールと脂肪酸とのエステル等が挙げられる。リン酸エステルとしては、例えば、オルトリン酸とオレイルアルコール、ステア

50

リルアルコール等のモノ又はジエステル又は両者の混合物であって、それらの酸型又はアルカリ金属塩又はアミン塩等のリン酸エステル等が挙げられる。

【0029】

リン酸と高級アルコールとからなるリン酸エステル類としては、例えば、オルトリン酸とオレイルアルコール、ステアリルアルコール等のモノまたはジエステルまたは両者の混合物であって、それらの酸型またはアルカリ金属塩またはアミン塩等のリン酸エステル等が挙げられる。

【0030】

界面活性剤としては、アニオン系界面活性剤、カチオン系界面活性剤、両性界面活性剤、及び非イオン系界面活性剤が好適に使用可能である。

10

【0031】

アニオン系界面活性剤としては、ラウリル硫酸ナトリウム、高級アルコール硫酸ナトリウム、ラウリル硫酸トリエタノールアミン等のアルキル硫酸エステル塩；ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム等のアルキルベンゼンスルホン酸塩；アルキルナフタレンスルホン酸ナトリウム等のアルキルナフタレンスルホン酸塩；ジアルキルスルホコハク酸ナトリウム等のアルキルスルホコハク酸塩；アルキルジフェニルエーテルジスルホン酸ナトリウム等のアルキルジフェニルエーテルジスルホン酸塩；アルキルリン酸カリウム等のアルキルリン酸塩；ポリオキシエチレンラウリルエーテル硫酸ナトリウム、ポリオキシエチレンアルキルエーテル硫酸ナトリウム、ポリオキシエチレンアルキルエーテル硫酸トリエタノールアミン、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル硫酸ナトリウム等のポリオキシエチレンアルキル（又はアルキルアリル）硫酸エステル塩等が挙げられる。

20

【0032】

カチオン系界面活性剤及び両性界面活性剤としては、ココナットアミンアセテート、ステアリルアミンアセテート等のアルキルアミン塩；ラウリルトリメチルアンモニウムクロライド、ステアリルトリメチルアンモニウムクロライド、セチルトリメチルアンモニウムクロライド、ジステアリルジメチルアンモニウムクロライド、アルキルペンジルジメチルアンモニウムクロライド等の第四級アンモニウム塩；ラウリルベタイン、ステアリルベタイン、ラウリルカルボキシメチルヒドロキシエチルイミダゾリニウムベタイン等のアルキルベタイン；ラウリルジメチルアミンオキサライド等のアミンオキサライド等が挙げられる。

【0033】

非イオン系界面活性剤としては、ポリオキシエチレンラウリルエーテル、ポリオキシエチレンセチルエーテル、ポリオキシエチレンステアリルエーテル、ポリオキシエチレンオレイルエーテル、ポリオキシエチレン高級アルコールエーテル等のポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレンノニルフェニルエーテル等のポリオキシエチレンアルキルアリールエーテル；ポリオキシエチレン誘導体；ソルビタンモノラウレート、ソルビタンモノパルミテート、ソルビタンモノステアレート、ソルビタントリステアレート、ソルビタンモノオレエート、ソルビタントリオレエート、ソルビタンセスキオレエート、ソルビタンジステアレート等のソルビタン脂肪酸エステル；ポリオキシエチレンソルビタンモノラウレート、ポリオキシエチレンソルビタンモノラウレート、ポリオキシエチレンソルビタンモノパルミテート、ポリオキシエチレンソルビタンモノステアレート、ポリオキシエチレンソルビタントリステアレート、ポリオキシエチレンソルビタンモノオレエート、ポリオキシエチレンソルビタントリオレエート等のポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステル；テトラオレイン酸ポリオキシエチレンソルビット等のポリオキシエチレンソルビトール脂肪酸エステル；グリセロールモノステアレート、グリセロールモノオレエート、自己乳化型グリセロールモノステアレート等のグリセリン脂肪酸エステル；ポリエチレングリコールモノラウレート、ポリエチレングリコールモノステアレート、ポリエチレングリコールジステアレート、ポリエチレングリコールモノオレエート等のポリオキシエチレン脂肪酸エステル；ポリオキシエチレンアルキルアミン；ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油；アルキルアルカノールアミド等が挙げられる。

30

40

【0034】

50

表面処理剤の含有量としては、加圧により適切なルーズ嵩密度と乾式粒度を得る観点より、0.1～3質量%が好ましく、0.2～2質量%がより好ましい。

【0035】

本発明の水酸化マグネシウムの加圧粒状体は、有機高分子材料に対する難燃剤、耐トラッキング剤、又は熱伝導剤として使用されることが好ましい。従来より、水酸化マグネシウムは、難燃性だけでなく、耐トラッキング性、又は熱伝導性を向上させることが知られており、本発明により、従来より樹脂組成物の機械特性を改善することができるため、これらの用途に適していると言える。対象となる有機高分子材料としては、熱可塑性樹脂、熱硬化性樹脂、合成ゴム等の合成有機高分子材料、天然ゴム等の天然有機高分子材料等が挙げられる。

10

【0036】

本発明の水酸化マグネシウムの加圧粒状体は、以下で述べる本発明の製造方法により、好適に製造することができる。なお、本発明の製造方法は、ロール圧縮法により乾式造粒を行なうものであるが、一軸圧縮（プレス圧縮）装置などのロール以外の圧縮手段を用いて、本発明の水酸化マグネシウムの加圧粒状体を得ることも可能である。

【0037】

（加圧粒状体の製造方法）

本発明の製造方法は、ロール圧を1～10MPaに設定した少なくとも一對のロール間に、水酸化マグネシウムの粉体を通過させて、ルーズ嵩密度が0.55～0.80g/mlである加圧粒状体を得る工程を含むことを特徴とする。得られる前記加圧粒状体としては、前述の理由より、その乾式粒度について850μm以上が0～20質量%、500μm以上850μm未満が5～35質量%、250μm以上500μm未満が15～35質量%、250μm未満が30～65質量%であることが好ましい。

20

【0038】

原料となる水酸化マグネシウムの粉体としては、種々の形状の粒子を使用することができるが、特に六角形状の粒子が好ましい。粉体のBET比表面積は、適切なルーズ嵩密度と乾式粒度の加圧粒状体を得られ易くなる観点から、1～15m²/gが好ましく、3～12m²/gがより好ましい。

【0039】

原料となる水酸化マグネシウムの平均粒子径は、適切なルーズ嵩密度と乾式粒度の加圧粒状体を得られ易くなる観点から、0.1～5μmが好ましく、0.5～3μmがより好ましい。平均粒子径は、レーザー回折法により測定される値であり、具体的には実施例の記載による。

30

【0040】

水酸化マグネシウム粉体は、代表的には以下のようにして得られる。塩化マグネシウム又はその水和物の水溶液を調製し、そこにアルカリ（例えば、水酸化ナトリウム水溶液等）を添加してサスペンションを得た後、このサスペンションに水熱処理を施してスラリーを得て、次いでスラリーをろ過、洗浄、乾燥することで所望の水酸化マグネシウムの粉体を製造することができる。

【0041】

40

表面処理剤を用いて、水酸化マグネシウムの粉体の表面処理を行うには、公知の湿式法を適用することができる。また、所望の表面処理レベルが得られる限り、公知の乾式法による表面処理も採用することができる。湿式法としては、上記水酸化マグネシウムの粉体の製造方法にて得た水酸化マグネシウムのスラリーに表面処理剤を溶液状態又はエマルジョン状態で加え、例えば5～95程度の温度で機械的に混合すればよい。乾式法としては、水酸化マグネシウムの粉末をヘンシェルミキサー等の混合機により、攪拌下で表面処理剤を液状、エマルジョン状、あるいは固体状で加え、加熱又は非加熱下に十分に混合すればよい。表面処理剤の水酸化マグネシウムの粉体表面への定着性の点から、表面処理を湿式法にて行うことが好ましい。

【0042】

50

表面処理を行った水酸化マグネシウムの粉体は、必要に応じて、水洗、脱水、乾燥、粉碎、及び分級等の手段を適宜選択して実施し、本発明の製造方法の原料として使用することができる。

【0043】

水酸化マグネシウム粉体は、必ずしも純度100%である必要はなく、その製法等に応じて不純物を含有する場合がある。例えば、鉄、銅、マンガン、クロム、コバルト、ニッケル、バナジウムなどの金属の化合物である。これらの不純物の含有量は、金属換算で、粒子中に0.1質量%以下であることが望ましい。

【0044】

本発明の製造方法では、少なくとも一对のロールによるロール圧は、1~10MPaに設定されるが、適切なルーズ嵩密度と乾式粒度の加圧粒状体を得て、樹脂組成物としての機械特性を従来より改善する観点より、好ましくは2~8MPaであり、より好ましくは3~7MPaに設定される。

10

【0045】

本発明の製造方法は、ロール圧縮法により乾式造粒を行なうものであるが、ロール圧縮法は、液体バインダーを用いない造粒法であり、湿式造粒法に比べ、加湿、乾燥という工程が不要なので、ロール圧縮法は製造コストを低く抑えることができる。

【0046】

このようなロール圧縮法は、図1に示すようなローラーコンパクター等を用いて実施することができる。この装置は、原料粉末を貯留するホッパー11と、原料粉末を定量供給するフィーダ12と、原料粉末を圧縮する一对のロール13、14と、圧縮後の加圧粒状体を搬送する搬送装置16とを備えている。一对のロール13、14は、回転軸を駆動する駆動装置を備える(図示省略)とともに、少なくとも一方のロール13を他方のロール14側に加圧するための加圧機構を備えている。加圧機構には、油圧アクチュエータ等が用いられる。

20

【0047】

ホッパー11からフィーダ12により定量供給された原料粉末は、一对のロール13、14の接近部15に供給されロール間を通過する。その際、加圧機構により一对のロール13、14間に圧縮力が生じることで、原料粉末が圧縮され、搬送装置16により排出される。その際の圧縮力は、ロール圧を付与する油圧アクチュエータ等の加圧機構により、調整することができる。圧縮の程度は、その他、ロールの半径、表面形状、周速度などにも影響されるが、本発明の場合、ロール圧の影響が最も大きい。

30

【0048】

本発明の製造方法では、表面が平滑又は表面に凹部のあるロールを使用することができる。表面に凹部のあるロールを使用する場合には、通常、解砕の必要がないが、表面が平滑なロールを使用する場合、圧縮により生成する板状物を解砕する工程を追加してもよい。

【0049】

(樹脂組成物及び成形体)

本発明の樹脂組成物は、ABS系樹脂、ポリエチレン系樹脂、ポリプロピレン系樹脂、ポリスチレン系樹脂、ポリカーボネート系樹脂、ポリフェニレン系樹脂、及びポリアミド系樹脂からなる群より選択される少なくとも1種を含有している。

40

【0050】

本発明の樹脂組成物は、このような樹脂100質量部に対して、本発明の水酸化マグネシウムの加圧粒状体を、5~300質量部含有するが、所望とする難燃性および引張強度を得る為には50~250質量部含有していることが好ましく、100~200質量部含有していることがより好ましい。

【0051】

本発明の樹脂組成物は、その他の成分を必要に応じて含有していてもよく、例えば、さらに難燃助剤を配合することにより、水酸化マグネシウムの粉体の配合割合を少なくする

50

ことができ、また難燃効果を向上させることができる。

【0052】

難燃助剤としては、赤リン、炭素粉末あるいはこれらの混合物が好ましい。赤リンとしては、難燃剤用の通常の赤リンの他に、例えば熱硬化性樹脂、ポリオレフィン、カルボン酸重合体、酸化チタンあるいはチタンアルミ縮合物で表面被覆した赤リンが使用できる。また、炭素粉末としては、カーボンブラック、活性炭あるいは黒鉛が挙げられ、このカーボンブラックとしては、オイルファーネス法、ガスファーネス法、チャンネル法、サーマル法又はアセチレン法のいずれの方法によって調製されたものであってもよい。

【0053】

難燃助剤を配合する場合、樹脂組成物全量に対して、0.5～20質量%の範囲が好ましく、1～15質量%の範囲がより好ましい。

【0054】

また、本発明の樹脂組成物には、その他の添加剤を配合することも可能であり、例えば耐酸化剤、老化防止剤、耐候剤、銅害防止剤、熱安定剤、軟化剤、可塑剤、潤滑剤、滑剤、充填剤、着色剤、相溶化剤、耐電防止剤、発泡剤、架橋剤、架橋助剤など種々の添加剤があげられる。またこれらの添加剤は1種及び2種以上配合しても良い。これらの添加剤は、樹脂100質量部に対し、30質量部以下の割合が好ましい。

【0055】

本発明の樹脂組成物は、樹脂中に、水酸化マグネシウムの加圧粒状体、その他の成分を分散することによって得ることができ、成形体は樹脂組成物を成形機によって成形することによって得られる。

【0056】

このような成分を熱可塑性樹脂に分散させる方法としては、例えばロール混練機、バンバリーミキサー、ニーダー、単軸混練機、2軸混練機によって混合される。また成形体は加圧粒状体等を分散させ又は分散させつつ、押出成形機、射出成形機、ブロー成形機、プレス成形機、カレンダー成形機等、積層成形等で成形される。また得られた樹脂組成物や成形体は、加熱処理又は電子線、紫外線処理等の種々の方法で架橋反応を施してもよい。架橋方法としては化学架橋法、電子線架橋、シラン架橋法などがあげられる。

【0057】

以上のような本発明の樹脂組成物は、自動車車両、鉄道車両、船舶、航空機、産業機材、電子機器、電子部品等に好適に使用される樹脂組成物であり、例えば、当該分野における成形体、成形部品などの製造に使用される。

【0058】

本発明の成形体は、以上のような樹脂組成物を用いて成形されたものであり、例えば、容器、ケース、ボール、玩具などの樹脂製品、フレーム、枠体、コーナ部材、嵌め込み部材などの樹脂部材、シート、棒状体、筒状体などの樹脂材料が挙げられる。また、本発明の樹脂組成物を用いて被覆された電線、ケーブル、光ファイバコード、または光ファイバケーブルから成る成形部品である。例えば、電気・電子機器の内部ないしは外部配線に使用される絶縁電線、電気コード、自動車用ケーブル、通信用電線・ケーブル、電力用電線・ケーブル、光ファイバコード・ケーブルなどが挙げられる。

【実施例】

【0059】

以下、実施例等に基づいて、本発明を更に詳細に説明するが、本発明は当該実施例により何ら限定されるものではない。なお、水酸化マグネシウムの物性は次のようにして測定した。

【0060】

(1) 平均粒子径の測定

エタノール50mLを100mL容量のビーカーに採り、約0.2gの乾燥させた水酸化マグネシウムの粉体を入れ、3分間の超音波処理を施して分散液を調製した。この調製液をレーザー回折法・粒度分布計(日機装株式会社製 Microtrac HRA M

10

20

30

40

50

odel 9320 - X100) を用いて体積基準の D_{50} 値を平均粒子径 [μm] として測定した。

【0061】

(2) BET比表面積の測定

乾燥させた水酸化マグネシウムの粉体について、BET法 - 比表面積計 (日機装株式会社製 sorb Model 4200) を用いて、窒素吸着法によってBET比表面積を測定した。

【0062】

(実施例1)

ビニルトリメトキシシランを0.5質量%付着させて表面処理したBET比表面積 $6.1\text{ m}^2/\text{g}$ 、平均粒子径 $1.2\ \mu\text{m}$ の水酸化マグネシウム粉末をフロイント・ターボ製の横型ローラーコンパクター (ロール直径: 150 mm 、ロール幅: 65 mm 、ロール個数: 2個、ロール回転周速度 $150\text{ mm}/\text{秒}$) を用いて投入量 $50\text{ kg}/\text{h}$ 、ロール圧力 1 MPa の条件で圧力を掛けた水酸化マグネシウムの加圧粒状体を作成した。

10

【0063】

(実施例2)

ロール圧力を 3 MPa とした以外は実施例1と同様にして、水酸化マグネシウムの加圧粒状体を作成した。

【0064】

(実施例3)

ロール圧力を 5 MPa とした以外は実施例1と同様にして、水酸化マグネシウムの加圧粒状体を作成した。

20

【0065】

(実施例4)

ロール圧力を 7 MPa とした以外は実施例1と同様にして、水酸化マグネシウムの加圧粒状体を作成した。

【0066】

(実施例5)

ロール圧力を 10 MPa とした以外は実施例1と同様にして、水酸化マグネシウムの加圧粒状体を作成した。

30

【0067】

(実施例6)

3-グリシドキシトリプロピルトリエトキシシランを1質量%付着させて表面処理したBET比表面積 $11.4\text{ m}^2/\text{g}$ 、平均粒子径 $0.7\ \mu\text{m}$ の水酸化マグネシウム粉末を用いた以外は、実施例1と同様にして水酸化マグネシウムの加圧粒状体を作成した。

【0068】

(比較例1)

ビニルトリエトキシシランを0.5質量%付着させて表面処理したBET比表面積 $6.1\text{ m}^2/\text{g}$ 、平均粒子径 $1.2\ \mu\text{m}$ の水酸化マグネシウム粉末を用いた。

【0069】

(比較例2)

ロール圧力を 15 MPa とした以外は実施例1と同様にして、水酸化マグネシウムの加圧粒状体を作成した。

40

【0070】

(比較例3)

3-グリシドキシトリプロピルトリエトキシシランを1質量%付着させて表面処理したBET比表面積 $11.4\text{ m}^2/\text{g}$ 、平均粒子径 $0.7\ \mu\text{m}$ の水酸化マグネシウム粉末を用いた。

【0071】

(比較例4)

50

3 - グリシドキシトリプロピルトリエトキシシランを1質量%付着させて表面処理したBET比表面積が $40\text{ m}^2/\text{g}$ 、平均粒子径 $7.0\text{ }\mu\text{m}$ の水酸化マグネシウム粉末を用いた。

【0072】

(比較例5)

ビニルトリメトキシシランを0.5質量%付着させて表面処理したBET比表面積が $0.5\text{ m}^2/\text{g}$ 、平均粒子径 $6.8\text{ }\mu\text{m}$ の水酸化マグネシウム粉末を作成した。

【0073】

(評価試験)

(1) 引張強度、引張伸び、酸素指数測定用樹脂組成物及び成形体の製造

エチレン-エチルアクリレート共重合体(EEA、日本ポリオレフィン社製、A1150)100質量部に対してサンプル加圧粒状体または粉末135質量部を配合した後に、ラボプラストミル(東洋精機株式会社)を用いて、180 で5分間、回転数50rpmで混練し、180 で金型プレス成形を行ってプレスシート成形体を得た。

10

【0074】

(2) アイゾット強度、弾性率測定用樹脂組成物及び成形体の製造

ポリプロピレン樹脂(PP、日本ポリプロ社製、BC6D)100質量部に対してサンプル加圧粒状体または粉末135質量部を配合した後に、ラボプラストミル(東洋精機株式会社)を用いて、180 で5分間、回転数50rpmで混練した後、射出成形機にて出口温度210 で成形体を得た。

20

【0075】

(3) 分析・評価方法

サンプル加圧粒状体または粉末、成形体について、以下のようにして分析及び評価を行った。

【0076】

(3-1) 加圧粒状体または粉末のルーズ嵩密度、乾式粒度

BET比表面積は試料粉末を窒素吸着法によって測定し、ルーズ嵩密度はパウダーテスターを用いて測定し、乾式粒度は目開きが850、500、250 μm の篩を飯田製作所製の篩振蕩機にセットし、3分間振蕩させた後に網の上に残った量を測定し割合を求めた。なお、加圧粒状体のBET比表面積は、ロール加圧する前の粉末のBET比表面積と同じであった。

30

【0077】

(3-2) 加圧粒状体または粉末の付着性

サンプル加圧粒状体または粉末10gを容量100ccのサンプル瓶に入れ30回振ったときのガラス瓶の付着性を評価した。ガラス瓶にほぼサンプル粉末の付着がないものについては、少しだけ付着しているものについては、付着がやや目立つものは、付着がひどいものは \times とした。目標値は 以上とした。

【0078】

(3-3) 成形体の引張強度、引張伸び

前記したEEA樹脂組成物について、JIS-K-7113に準拠して2mm厚プレシートを2号形ダンベル状に打ち抜いたものを使用し、試験を行い引張強度と引張伸びを測定した。目標値は引張強度で10MPa以上、引張伸びで100%以上とした。

40

【0079】

(3-4) 成形体の酸素指数

前記したEEA樹脂組成物成形体について、JIS-K-7201に準拠して3mm厚プレシートを用いて酸素指数を測定した。目標値は26.0%以上とした。

【0080】

(3-5) 成形体のアイゾット強度、弾性率

前記したPP樹脂組成物成形体について、アイゾット強度と弾性率を測定した。目標値はアイゾット強度で $2.4\text{ kJ}/\text{m}^2$ 以上、弾性率で4400MPa以上とした。

50

【 0 0 8 1 】

以上の評価結果を、加圧粒状体の製造条件および物性と共に、表 1 に示す。また、加圧粒状体または粉末の付着性の評価結果のうち、実施例 3 と比較例 1 の結果を図 2 に示す。更に、図 3 には、実施例と比較例の成形体の引張強度、引張伸びの評価結果のグラフを、図 4 には、実施例と比較例の成形体のアイソット強度、弾性率の評価結果のグラフを、それぞれ示した。

【 0 0 8 2 】

【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	比較例1	比較例2	比較例3	比較例4	比較例5
ロール圧	MPa	6.1	6.1	6.1	6.1	6.1	0	15	0	5	5
BET	m ² /g	6.1	6.1	6.1	6.1	6.1	6.1	6.1	11.4	40	0.5
ルーズ嵩	g/ml	0.58	0.64	0.7	0.73	0.77	0.27	0.81	0.23	0.8	0.5
乾式粒度	%	0.0	0.4	0.8	2.8	11.2	0.0	32.0	0.0	30.0	0.0
850 μm以上	%	9.2	15.2	18.4	26.4	32.8	0.4	26.4	0.0	25.0	9.0
500 μm以上	%	30.8	29.6	28.4	24.4	21.6	14.8	14.8	38.8	15.0	30.0
250 μm以上	%	60	54.8	52.4	46.4	34.4	84.8	26.8	61.2	30.0	76.0
250 μm未満	%	○	○	◎	◎	◎	x	◎	x	◎	△
付着性	-	○	○	◎	◎	◎	x	◎	x	◎	△
引張強度	MPa	11.7	12.1	12.3	11.7	10.5	12.1	9.2	13	9	12
引張伸び	%	154	184	179	137	115	166	96	170	95	150
酸素指数(OI)	%	26.0	26.5	27.0	26.0	26.0	26.5	25.5	26.5	25.0	26.0
アイゾット強度	kJ/m ²	3.01	2.96	2.76	2.58	2.43	2.75	2.21	3.10	2.04	2.96
弾性率	MPa	4716	4769	4602	4588	4414	4559	4279	4700	4300	4650

【 0 0 8 3 】

表 1 及び図 2 ~ 4 の結果から明らかなように、実施例 1 ~ 6 の加圧粒状体は、難燃剤としての機能を維持しつつ、ハンドリング性（付着性）を良好にしながら、樹脂組成物とし

10

20

30

40

50

ての機械特性（引張強度、引張伸び、アイゾット強度、弾性率）を従来より維持又は改善できるものであった。

【0084】

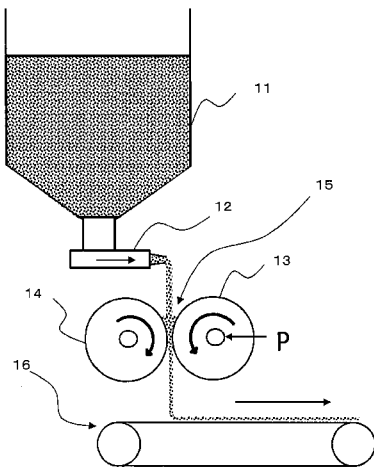
これに対して、ロール圧縮を行わず、ルーズ嵩密度が低く過ぎる比較例1と3では、付着性が劣っていた。また、ロール圧が高く、ルーズ嵩密度が高すぎる比較例2では、難燃性、機械特性が劣っていた。更に、BET比表面積が大きく、850μm以上の粒度が多い比較例4では、難燃性、機械特性が劣っており、BET比表面積が小さく、ルーズ嵩密度が低く過ぎ、250μm未満の粒度が多い比較例5では、付着性がやや劣っていた。

【符号の説明】

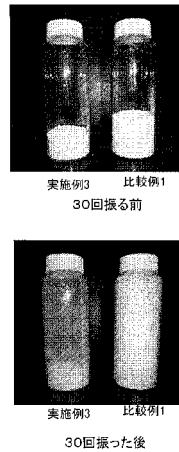
【0085】

- 11 ホッパー
- 12 フィーダ
- 13 ロール
- 14 ロール
- 16 搬送装置

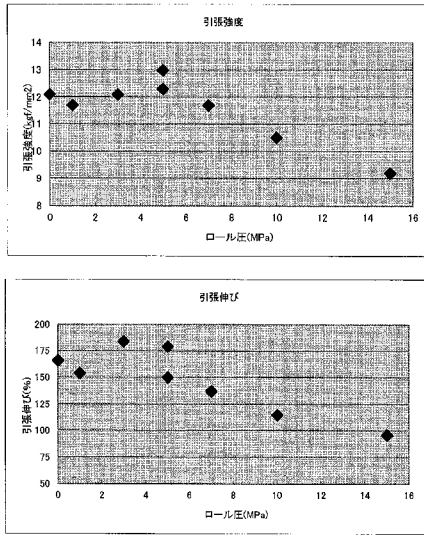
【図1】



【図2】



【 図 3 】



【 図 4 】

