

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号
特許第4409632号
(P4409632)

(45) 発行日 平成22年2月3日 (2010.2.3)

(24) 登録日 平成21年11月20日 (2009.11.20)

(51) Int.Cl.

F I

C O 6 D 5/00 (2006.01)

C O 6 B 23/00 (2006.01)

C O 6 B 43/00 (2006.01)

C O 6 D 5/00 Z

C O 6 B 23/00

C O 6 B 43/00

請求項の数 14 (全 16 頁)

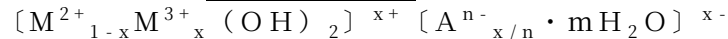
(21) 出願番号	特願平10-529824	(73) 特許権者	000004086
(86) (22) 出願日	平成9年12月22日 (1997.12.22)		日本化薬株式会社
(86) 国際出願番号	PCT/JP1997/004776		東京都千代田区富士見1丁目11番2号
(87) 国際公開番号	W01998/029361	(73) 特許権者	000001199
(87) 国際公開日	平成10年7月9日 (1998.7.9)		株式会社神戸製鋼所
審査請求日	平成15年12月12日 (2003.12.12)		兵庫県神戸市中央区脇浜町二丁目10番26号
(31) 優先権主張番号	特願平8-359158	(74) 代理人	100089196
(32) 優先日	平成8年12月28日 (1996.12.28)		弁理士 梶 良之
(33) 優先権主張国	日本国 (JP)	(74) 代理人	100104226
			弁理士 須原 誠
		(72) 発明者	吉川 英一郎
			兵庫県姫路市豊富町豊富3903-39
			日本化薬姫路工場センサー・テクノロジー株式会社内
			最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 エアバッグ用ガス発生剤

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

含窒素有機化合物からなる燃料成分と、アルカリ金属又はアルカリ土類金属の硝酸塩、塩素酸塩及び過塩素酸塩、並びに、硝酸アンモニウムからなる群より選ばれた1種以上である酸化剤とを主成分とし、前記燃料成分及び酸化剤の少なくともいずれか一方の固結防止剤として及びスラグ形成剤として窒化珪素を0.5～20重量%添加してなり、前記窒化珪素は、前記燃料成分又は酸化剤に含有されている金属成分と燃焼過程で反応して高粘性スラグを形成し、前記高粘性スラグを形成するスラグ形成性金属成分を単体又は化合物の形態で添加してなり、前記スラグ形成性金属成分が、次の一般式で示されるヒドロタルサイト類の形態で2～30重量%添加されているエアバッグ用ガス発生剤。



ここで、

M^{2+} : Mg^{2+} , Mn^{2+} , Fe^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+} , Cu^{2+} , Zn^{2+} 等の2価金属

M^{3+} : Al^{3+} , Fe^{3+} , Cr^{3+} , Co^{3+} , In^{3+} 等の3価金属

A^{n-} : OH^- , F^- , Cl^- , NO_3^- , CO_3^{2-} , SO_4^{2-} , $Fe(CN)_6^{3-}$, CH_3COO^- , 蓚酸イオン, サリチル酸イオン等のn価のアニオン

x : $0 < x \leq 0.33$

【請求項2】

窒化珪素は微粉末である請求項1に記載のエアバッグ用ガス発生剤。

【請求項3】

窒化珪素を、ガス発生剤全体に対して0.5～20重量%添加してなる請求項1又は2に記載のエアバッグ用ガス発生剤。

【請求項4】

前記ヒドロタルサイト類が、化学式： $Mg_6Al_2(OH)_{16}CO_3 \cdot 4H_2O$ で表される合成ヒドロタルサイト、又は、化学式： $Mg_6Fe_2(OH)_{16}CO_3 \cdot 4H_2O$ で表されるピロウライトである請求項1～3のいずれか1項に記載のエアバッグ用ガス発生剤。

【請求項5】

前記合成ヒドロタルサイト又はピロウライトを、前記ガス発生剤組成物のバインダ兼前記スラグ形成金属成分を含む化合物として添加してなる請求項4に記載のエアバッグ用ガス発生剤。

【請求項6】

前記合成ヒドロタルサイト又はピロウライトを、ガス発生剤全体に対して2～10重量%添加してなる請求項4に記載のエアバッグ用ガス発生剤。

【請求項7】

前記含窒素有機化合物が、テトラゾール、アミノテトラゾール、ビテトラゾール、アゾビテトラゾール、ニトロテトラゾール、ニトロアミノテトラゾール、トリアゾール、ニトログアニジン、アミノグアニジン、トリアミノグアニジンナイトレート、ジシアナミド、ジシアンジアミド、カルボヒドラジド、ヒドラゾカルボンアミド、アゾジカルボンアミド、オキサミド、蓚酸アンモニウム及びこれらのアルカリ金属、アルカリ土類金属又は遷移金属の塩からなる群より選ばれた1種以上である請求項1～6のいずれか1項に記載のエアバッグ用ガス発生剤。

【請求項8】

前記含窒素有機化合物が、窒素含有環状化合物である請求項1～6のいずれか1項に記載のエアバッグ用ガス発生剤。

【請求項9】

前記窒素含有環状化合物が、テトラゾール、アミノテトラゾール、ビテトラゾール、アゾビテトラゾール、ニトロテトラゾール、ニトロアミノテトラゾール、トリアゾール及びこれらのアルカリ金属、アルカリ土類金属又は遷移金属の塩からなる群より選ばれた1種以上である請求項8に記載のエアバッグ用ガス発生剤。

【請求項10】

前記ガス発生剤組成物に、成形性改良剤として水溶性高分子化合物を、前記ガス発生剤組成物全体に対して0.01～0.5重量%添加してなる請求項1～9のいずれか1項に記載のエアバッグ用ガス発生剤。

【請求項11】

前記水溶性高分子化合物が、ポリビニルアルコール、ポリプロピレングリコール、ポリビニルエーテル、ポリマレイン酸共重合体、ポリビニルピロリドン、ポリアクリルアミド、ポリアクリル酸ナトリウム及びポリアクリル酸アンモニウムからなる群より選ばれた1種以上である請求項10に記載のエアバッグ用ガス発生剤。

【請求項12】

前記ガス発生剤組成物に、滑剤を0.01～1重量%添加して所定形状に成形してなる請求項1～11のいずれか1項に記載のエアバッグ用ガス発生剤。

【請求項13】

前記滑剤が、ステアリン酸、ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸マグネシウム、ステアリン酸カルシウム、ステアリン酸アルミニウム、二硫化モリブデン及びグラファイトからなる群より選ばれた1種以上である請求項12に記載のエアバッグ用ガス発生剤。

【請求項14】

燃料成分として5-アミノテトラゾールを20～50重量%と、酸化剤として硝酸ストロンチウムを30～70重量%と、スラグ形成剤として窒化珪素を0.5～20重量%と、バインダ兼高粘性スラグ形成性金属化合物として合成ヒドロタルサイトを2～10重量%とを夫々含有してなる事の特徴とする請求項1に記載のエアバッグ用ガス発生剤。

10

20

30

40

50

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明はエアバッグ用ガス発生剤に関するもので、特に、スラグ捕集性に優れ、有害ガスの発生が少ない新規なガス発生剤に関するものである。

【背景技術】

【0002】

エアバッグ装置は、自動車の乗員の安全性向上の方策の1つとして、近年広く採用されている乗員保護装置であり、その原理は、衝突を検出したセンサからの信号により、ガス発生器を作動させて、エアバッグを乗員と車体との間に展開させるものである。このガス発生器には、有害物を含まずクリーンなガスを発生する事、短時間で必要十分なガスを発生する事等の機能が要求されている。

【0003】

一方、燃焼の安定化の為に、ガス発生剤は錠剤状に加圧成形されており、これらの錠剤等は、様々な過酷な環境下においても長期間に亘って初期の燃焼特性を維持する事が要求されている。若し錠剤等の形状が経年変化や環境の変化等によって崩れたり強度低下を起した場合には、これら火薬組成物の燃焼特性が初期の燃焼特性よりも異常に速い燃焼特性を示す事になり、自動車の衝突の際に、異常燃焼によりエアバッグが破れたりガス発生器自体が破損する恐れがあり、乗員保護の目的を達成できないばかりか、逆に乗員に傷害を与える虞れすら生じる。

【0004】

そこで、これらの機能を満足するものとして、従来よりアジ化ソーダ、アジ化カリウム等のアジ化金属化合物を主成分とするガス発生剤が使用されている。このガス発生剤は、瞬時に燃焼し、且つ燃焼ガス成分が実質的に窒素のみであり、CO（一酸化炭素）やNO_x（窒素酸化物）の如き有害ガスを事実上発生させない事、及び燃焼速度が周囲の環境の影響、即ちガス発生器の構造の影響を受け難いのでガス発生器の設計が容易である事、等の利点から重用されている反面、アジ化金属化合物と重金属との接触により生じたアジ化物は、衝撃や摩擦によって容易に爆発する性質を有しているため、その取扱いには最大限の注意が必要であった。又、アジ化金属化合物自体が有害な物質であり、更に、水や酸の存在下では分解して有毒ガスを発生するという大きな問題点を有している。

【0005】

そこで、アジ化金属化合物に代わるものとして、例えば特開平2-225159号公報、特開平2-225389号公報、特開平3-20888号公報、特開平5-213687号公報、特開平6-80492号公報、特開平6-239684号公報及び特開平6-298587号公報等々、テトラゾール類、アゾジカルボンアミド類その他の含窒素有機化合物を燃料成分とするガス発生剤が提案されている。特にテトラゾール類は、分子構造中の窒素原子の比率が高く、COの発生を本質的に抑制する機能があるので、アジ化金属化合物と同様に燃焼ガス中にCOを殆ど発生せず、しかも上記したアジ化金属化合物に比べて危険性や有毒性が遙かに小さいという点で優れている。

【0006】

これら含窒素有機化合物を燃料とし、これを燃焼させる酸化剤としては、アルカリ金属又はアルカリ土類金属の塩素酸塩、過塩素酸塩又は硝酸塩が一般的である。これらのアルカリ金属やアルカリ土類金属は、燃焼反応の結果、酸化物を生成するが、これらの酸化物は、人体及び環境に対して有害な物質であるので、エアバッグ内に放出されない様に捕集し易いスラグとなし、ガス発生器内で捕集する必要がある。しかしながら、これら含窒素有機化合物を燃料とするガス発生剤の多くは、2000～2500ジュール/g以上の高い燃焼熱を有しており、このため発生ガスは高温高压となる。この結果、燃焼の際に副生するスラグの温度も高くなり、スラグの流動性も高くなって、従来のガス発生器内に内蔵されたフィルタでは、スラグの捕集率が低下する傾向にある。スラグの捕集率を高める為には、より多くのフィルタ部材を装填して、スラグを冷却固化させる方式が考えられるが、

この場合にはガス発生器の寸法が増大し、ガス発生器の小型化、軽量化の流れに逆行する事になる。

【0007】

又、上記アルカリ金属、アルカリ土類金属の酸化物を、フィルタ部にて捕集し易いスラグとして効率よく捕集できる様にするため、スラグ形成剤を添加する種々の方式が提案されているが、塩基性物質であるこれらの酸化物と容易にスラグ反応を生じる酸性物質或いは中性物質として二酸化珪素或いは酸化アルミニウムを添加する方式が基本的な方式であり、従来のアジ化金属化合物を燃料とするガス発生剤の場合のスラグ形成方式と、思想的には何ら変わるものではない。即ち前記酸化物を珪酸塩やアルミン酸塩として高粘性或いは高融点のガラス状物質に変えて捕集する方式である。特に、特開平4-265292号では、二酸化珪素に代表される低温スラグ形成物質と、反応温度近傍或いはそれ以上の融点を有する固体を生成する高温スラグ形成剤（例えばアルカリ土類金属、遷移金属の酸化物等）の双方を添加し、燃焼反応で生成する固形物としての高融点粒子を、溶融状態の低温スラグ形成剤と反応させると共に、反応の結果生じる粒子同志を融着させて捕集効率を高める方式が開示されている。

10

【発明が解決しようとする課題】

【0008】

しかしながら、これらのガス発生に寄与しない物質を多量に添加する事は、ガス発生成分である燃料成分の相対的な割合を低下させ、従来のアジ化金属化合物に比してガス化率が高く、従ってガス発生器の小型化が期待される含窒素有機化合物系燃料の利点を損なう事にもなる。

20

【0009】

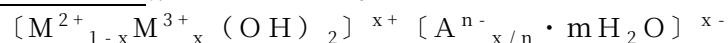
本発明は、係る含窒素有機化合物系燃料の実用化上問題となるスラグ捕集の問題を解決する事を第一の目的とし、又、含窒素有機化合物系燃料のガス化率が高いという特性を充分生かして、ガス発生器の小型化を促進する事を第二の目的とし、更に、無機物であるアジ化金属化合物に比して問題のある含窒素有機化合物系燃料の耐熱特性や成形性の改善を行って、強固且つ経時的に安定なガス発生剤成形体を提供する事を第三の目的としている。

【発明の開示】

【0010】

本発明は、係る課題を解決するもので、その特徴とする基本構成は、含窒素有機化合物からなる燃料成分と、アルカリ金属又はアルカリ土類金属の硝酸塩、塩素酸塩及び過塩素酸塩、並びに、硝酸アンモニウムからなる群より選ばれた1種以上である酸化剤とを主成分とし、前記燃料成分及び酸化剤の少なくともいずれか一方の固結防止剤として及びスラグ形成剤として窒化珪素を0.5～20重量%添加してなり、前記窒化珪素は、前記燃料成分又は酸化剤に含有されている金属成分と燃焼過程で反応して高粘性スラグを形成し、前記高粘性スラグを形成するスラグ形成性金属成分を単体又は化合物の形態で添加してなり、前記スラグ形成性金属成分が、次の一般式で示されるヒドロタルサイト類の形態で2～30重量%添加されている。

30



ここで、

40

M^{2+} : Mg^{2+} , Mn^{2+} , Fe^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+} , Cu^{2+} , Zn^{2+} 等の2価金属

M^{3+} : Al^{3+} , Fe^{3+} , Cr^{3+} , Co^{3+} , In^{3+} 等の3価金属

A^{n-} : OH^{-} , F^{-} , Cl^{-} , NO_3^{-} , CO_3^{2-} , SO_4^{2-} , $Fe(CN)_6^{3-}$, CH_3COO^{-} , 蓚酸イオン, サリチル酸イオン等のn価のアニオン

x : $0 < x \leq 0.33$

【0011】

窒化珪素は、前記燃料成分又は酸化剤に含有されている金属成分或いはその酸化物と反応してスラグを形成するものである。

【0012】

【0013】

50

更に、窒化珪素を微粉末となし、これに、前記燃料成分及び酸化剤の粉碎時に添加して、これらの固結防止剤としての機能を持たせる様にすることも可能であり、この際に、固結防止剤としては、通常の固結防止剤が使用可能である。

又、前記窒化珪素と燃焼過程で反応して高粘性のスラグを形成し得るスラグ形成性金属成分は、前記燃料成分又は酸化剤中に含有させる方式と単体又は他の化合物の形態で添加する方式がある。

【0014】

【0015】

ヒドロタルサイト類としては、

化学式： $Mg_6Al_2(OH)_{16}CO_3 \cdot 4H_2O$ で表される合成ヒドロタルサイト、又は、

化学式： $Mg_6Fe_2(OH)_{16}CO_3 \cdot 4H_2O$ で表されるピロウライトが好ましい。

【0016】

又、前記含窒素有機化合物としては、テトラゾール、アミノテトラゾール、ビテトラゾール、アゾビテトラゾール、ニトロテトラゾール、ニトロアミノテトラゾール、トリアゾール、ニトログアニジン、アミノグアニジン、トリアミノグアニジンナイトレート、ジシアナミド、ジシアンジアミド、カルボヒドラジド、ヒドラゾカルボンアミド、アゾジカルボンアミド、オキサミド及び蓚酸アンモニウム、或いはこれらのアルカリ金属、アルカリ土類金属或いは遷移金属の塩からなる群から選ばれた1種以上があり、これらの内、テトラゾール、アミノテトラゾール、ビテトラゾール、アゾビテトラゾール、ニトロテトラゾール、ニトロアミノテトラゾール、トリアゾール等の含窒素有機環状化合物が好ましい。

【0017】

前記酸化剤としては、アルカリ金属又はアルカリ土類金属の硝酸塩、塩素酸塩及び過塩素酸塩、並びに、硝酸アンモニウムからなる群より選ばれた1種以上である。

【0018】

又、前記ガス発生剤組成物に、成形性改良剤として、ポリビニルアルコール、ポリプロピレングリコール、ポリビニルエーテル、ポリマレイン酸共重合体、ポリエチレンイミド、ポリビニルピロリドン、ポリアクリルアミド、ポリアクリル酸ナトリウム、ポリアクリル酸アンモニウムの群から選ばれた1種以上の水溶性高分子化合物を添加するのも好ましい方式である。

【0019】

又、前記ガス発生剤組成物に、ステアリン酸、ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸マグネシウム、ステアリン酸カルシウム、ステアリン酸アルミニウム、二硫化モリブデン、グラファイトの群から選ばれた1種以上の滑剤を添加するのも、好ましい方式である。

【0020】

又、好ましい具体的なガス発生剤組成物としては、次のものがある。

〔1〕5-アミノテトラゾールを20～50重量％、硝酸ストロンチウムを30～70重量％、窒化珪素を0.5～20重量％、合成ヒドロタルサイトを2～10重量％、夫々含有してなるもの。

〔2〕5-アミノテトラゾールを20～50重量％、硝酸ストロンチウムを30～70重量％、窒化珪素を0.5～20重量％、夫々含有し、更にアルミニウム、マグネシウム、イットリウム、カルシウム、セリウム、スカンジウムの群から選ばれたスラグ形成性金属の1種以上を含むスラグ形成性金属化合物を、前記窒化珪素：該スラグ形成性金属化合物の比で1：9～9：1の範囲で混合してなり、前記スラグ形成性金属の化合物が、前記合成ヒドロタルサイトであるもの。

【0021】

上記の如く本発明によると、窒化珪素は、前記含窒素有機化合物又は酸化剤に含有されている金属成分又はその酸化物と反応して、容易に捕捉可能なスラグを形成し得るものである。これにより、前記燃料成分又は酸化剤由来の金属酸化物を、窒化珪素と燃焼反応の過程でスラグ反応を行わせて高粘性のスラグを形成し、フィルタ部で容易に捕集可能なスラグとなすと共に、窒化珪素が燃焼して生成する窒素ガスは、燃料成分である含窒素有機化

10

20

30

40

50

合物の燃焼によって発生する窒素ガス、炭酸ガス及び水蒸気と共にエアバッグの展開に寄与する事ができ、この結果、ガス発生剤総量の削減とガス発生器の小型化に寄与する事ができる。

【0022】

又、窒化珪素と反応して高粘性のスラグを形成するスラグ形成性金属成分を、燃料成分或いは酸化剤中に含有させて、或いは単体又は任意の独立した化合物の形態で添加する事により、高粘性スラグの生成を確実なものとし、これによりスラグ捕集率の向上を図る事もできる。

【0023】

特に、好ましいガス発生剤組成物としては、5-アミノテトラゾール（5-A T Z）を燃料成分とし、硝酸ストロンチウムを酸化剤とする系のガス発生剤に、窒化珪素を添加し、更に、この系を基本とし、これにバインダ兼スラグ形成性金属化合物としてヒドロタルサイト類を用いたものや、窒化珪素と反応して高粘性のスラグを形成するスラグ形成金属成分を添加したもの等がある。

【図面の簡単な説明】

【0024】

第1図は、本発明の実施例で使用したガス発生器の概略断面図であり、第2図は、60リットルタンクテストにおける時間（t）と容器内圧力（P）との関係を示すグラフであり、第3図は、60リットルタンクテストの結果を示す図である。

【発明を実施するための最良の形態】

【0025】

以下に本発明について詳細に説明する。本発明のガス発生剤の基本構成は、燃料成分としての含窒素有機化合物と、これを燃焼させる酸化剤と、スラグ捕集効率を高めるためのスラグ形成剤としての窒化珪素からなっている。

【0026】

そこで、先ず、本発明で使用する含窒素有機化合物について説明する。本発明のガス発生剤において、燃料成分として使用する含窒素有機化合物は、非アジ化化合物であり、且つ窒素を構造式中の主要原子として含有する有機化合物であって、具体的には、テトラゾール、アミノテトラゾール、ピテトラゾール、アゾピテトラゾール、ニトロテトラゾール、ニトロアミノテトラゾール、トリアゾール、ニトログアニジン、アミノグアニジン、トリ
アミノグアニジンナイトレート、ジシアナミド、ジシアンジアミド、カルボヒドラジド、ヒドラゾカルボンアミド、アゾジカルボンアミド、オキサミド及び蔞酸アンモニウム、或いはこれらのアルカリ金属、アルカリ土類金属、遷移金属或いは希土類金属の塩からなる群から選ばれた1種以上である。これらの内、テトラゾール類、トリアゾール類又はこれらの上記塩等の含窒素環状化合物が好ましい。特に、分子構造中の窒素原子の比率が高く、有害なCOの発生を基本的に抑制する構造を有しており、しかも取り扱い上の安全性も高いテトラゾール類、特に、5-アミノテトラゾール或いはその上記金属塩が好ましい。この燃料成分のガス発生剤中の含有量は、20～50%（重量%、以下別段の表記がない限り同じ）が好ましい。20%以下ではガス発生量が少なく、エアバッグの展開不良を生じるおそれがあり、又、50%を越えて添加すると、相対的に酸化剤の添加量が少なくな
って不完全燃焼を生じ、有害なCOガスを大量に発生するおそれがあり、更に極端な場合
には、未燃焼物が生じるおそれがあるからである。

又、この燃料成分の使用に当たっては、事前に固結防止剤を少量添加して粉碎し、粒度を調整しておくのが好ましく、本発明では、個数基準50%平均粒径で5～80μmに粉碎したものが特に好ましい。この際に添加する固結防止剤としては、窒化珪素の微粉末或いはこれらと併用して微粒子化した通常の固結防止剤を用いる事もできる。因みに、個数基準50%平均粒径とは、個数基準で粒度分布を表す方法であり、全粒子の個数を100としたとき、小さい方から積算して50個に達したときの粒度をいう。

【0027】

次に、本発明のガス発生剤で使用する酸化剤としては、アルカリ金属又はアルカリ土類金

10

20

30

40

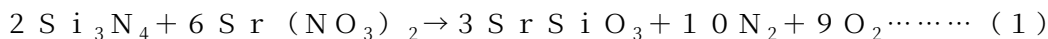
50

属の硝酸塩、塩素酸塩及び過塩素酸塩並びに硝酸アンモニウムからなる群から選ばれた1種以上である。特に、後述する高粘性のスラグ形成金属成分を含有している硝酸ストロンチウムが好ましい。この酸化剤の使用に当たっては、上記燃料成分の場合と同様に、事前に固結防止剤を少量添加して粉碎し、粒度を調整しておくのがこの好ましく、本発明では、個数基準50%平均粒径で5～80 μmに粉碎されたものが特に好ましい。この際に添加する固結防止剤としても、窒化珪素の微粉末或いはこれらと併用して微粒子化した通常の固結防止剤が用いられる。酸化剤の含有量は、ガス発生剤全体の内、30～70%が好ましい。30%未満では供給酸素量が不足して不完全燃焼を生じ、有害なCOガスを生じたり、極端な場合には燃料に未燃焼物を生じて、エアバッグ展開に必要なガスが供給されず、エアバッグに展開不良を生じるおそれがある。一方、70%を越えると、逆に燃料不足が生じる恐れがあり、前述の場合と同様に、エアバッグ展開に必要なガスが供給されず、エアバッグに展開不良を生じるおそれがある。

10

【0028】

窒化珪素(Si₃N₄)は、ファインセラミックスと呼ばれているものであり、熱的にも安定で高強度の耐熱材料として使用されているものであるが、高温の酸化性雰囲気下では、他の金属窒化物と同様に燃焼する性質がある。本発明は、この燃焼する性質を利用して、スラグ形成とガス発生の両方の作用を同時に行うものである。次の(1)式の如き硝酸ストロンチウムとの酸化反応によって窒素ガスと珪酸塩を生成する。



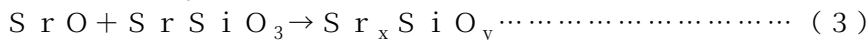
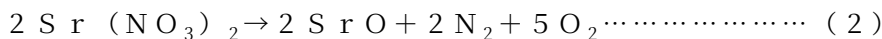
【0029】

ここで生成した窒素ガスは、燃料成分の燃焼によって生成した窒素ガスや炭酸ガス等と共にエアバッグ内に放出されて、エアバッグの展開に有効に利用され、酸素は、燃料成分の燃焼に利用される。

20

【0030】

尚、本発明のガス発生剤に使用される硝酸ストロンチウムの量は、上記(1)式による反応によって消費される量よりも遙かに多い量であるので、上記反応は部分的に成立するも、次の(2)式で示される硝酸ストロンチウムの分解によって生成する酸化ストロンチウムの表面に、次の(3)式で示す如き一般式で示されるストロンチウム珪酸塩が生成すると考えられる。



[ここで、(x, y) = (2, 4), (3, 5); 反応式(3)の係数は省略している。]

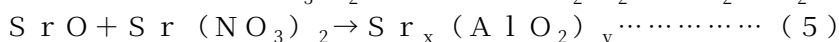
30

【0031】

又、硝酸ストロンチウムの分解によって生成する酸化ストロンチウムは、高融点(2430℃)の酸化物であり、ガス発生器内では、微細な固体粒子として燃焼過程で生成するが、上記(3)式の反応によって、その粒子表面部に融点1600℃前後の各種珪酸塩が形成される。この珪酸塩は、反応環境温度の下では高粘度の熔融状態にあるので、各微粒子が互いに融着して凝集し、大きな粒子となってガス発生器内のフィルタ部材で捕集され易くなる。

40

又、前記金属窒化物が窒化アルミニウム(AlN)の場合には、上記(1), (3)式は次の様に書き換えられる。尚、(5)式の係数は省略している。



ここで生成するアルミン酸も、上記珪酸塩と同様に、固体粒子(SrO)の表面に高粘度のスラグ層を形成し、スラグ微粒子を融着凝集してフィルタで濾過し易い形態のスラグを形成する。

【0032】

窒化珪素の添加量は、ガス発生剤全体に対して0.5～20%の範囲が好ましく、0.5%以下では、上記したスラグ捕集効果が期待できなくなり、又、20%を越えると、燃料

50

や酸化剤の添加量が制限されるので発生ガス量不足や不完全燃焼を生じるおそれが出てくる。又、これらの粒径は、細かい程その効果が期待し易いので、個数基準50%平均粒径で5 μ m以下、特に、1 μ m以下が好ましい。更に、これらの微粒子を前記燃料成分や酸化剤成分の粉碎時に少量添加しておけば、これら粉碎成分の固結防止剤の作用をなすと共に酸化剤や燃料中に均一に分散させる事ができ、前記スラグ反応の均一化も期待できる。尚、窒化珪素を固結防止剤として使用する際に、通常の固結防止剤を併用する事も可能である。

【0033】

尚、窒化珪素などの金属窒化物をガス発生剤に用いた例としては、特公平6-84274号に記載されたものがあるが、このガス発生剤は、従来のアジ化金属化合物に代えて窒化アルミニウム、窒化硼素、窒化珪素或いは遷移金属窒化物を用いるものであって、いわゆる燃料成分としてこれら金属窒化物を用いるものであり、本発明のスラグ捕集性を向上させる為に、スラグ形成剤として窒化珪素を用いるものとは、根本的に思想が異なるものである。

【0034】

本発明のガス発生剤の基本組成は、上記含窒素有機化合物と、アルカリ金属又はアルカリ土類金属の硝酸塩、塩素酸塩及び過塩素酸塩、並びに、硝酸アンモニウムからなる群より選ばれた1種以上である酸化剤と窒化珪素を基本組成とするが、更に、スラグの捕集効率を高めるために、含窒素有機化合物又は酸化剤に含有される金属成分又はその酸化物と燃焼過程で反応して高粘性のスラグを生成するスラグ形成性金属成分を、単体又は化合物の形態で添加する事ができる。

【0035】

即ち、窒化珪素は、燃料成分と酸化剤との反応によって生じるアルカリ金属或いはアルカリ土類金属の酸化物と反応して高粘性のスラグを形成するが、更に、積極的に窒化珪素と反応して高粘性のスラグを形成するスラグ形成性金属成分を添加する事によって、前記アルカリ金属又はアルカリ土類金属の酸化物を、その粘性によって捕集・凝集することができる。

【0036】

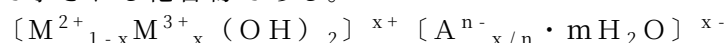
本発明で用い得るこれらスラグ形成性金属成分は、珪素、硼素、アルミニウム、アルカリ金属、アルカリ土類金属、遷移金属、希土類金属の群から選ばれた1種以上であり、これらを単体若しくは化合物の形態で添加される。これらのスラグ形成性金属成分は、高粘性のスラグを形成する様に、適宜金属成分を選択する事になる。

【0037】

因みに、窒化珪素を用いる場合には、スラグ形成性金属成分として、アルミニウム(Al)、マグネシウム(Mg)、イットリウム(Y)、カルシウム(Ca)、セリウム(Ce)、スカンジウム(Sc)の群から選ばれた1種以上が好ましい。これらの金属の酸化物は、窒化珪素由来の珪酸塩と容易に高粘性スラグを形成する。これらのスラグ形成性金属成分の添加量は、窒化珪素に対する比で1:9~9:1の範囲で添加するのが好ましい。

【0038】

又、前記スラグ形成性金属成分の添加の形態としては、前記酸化剤の金属成分又は燃焼の含窒素有機化合物の金属塩として添加する方法と、別途、任意の化合物の形で添加する方法があり、いずれの方法を採用してもスラグ形成形態としては同一であるが、添加原料の数を少なくするという観点から、単にスラグ形成機能を持たせるだけでなく、他の機能を併せ持つ様にするのが好ましい。特に好ましい例としては、ヒドロタルサイト類(以下単に「HTS類」と記載する)を添加する方法がある。HTS類とは「Gypsum & Lime」No. 187(1983)のP47~P53に記載されている様に、次の一般式で示される化合物である。



ここで、 M^{2+} : Mg^{2+} , Mn^{2+} , Fe^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+} , Cu^{2+} , Zn^{2+} 等の2価金属。

10

20

30

40

50

M^{3+} : Al^{3+} , Fe^{3+} , Cr^{3+} , Co^{3+} , In^{3+} 等の3価金属。

A^{n-} : OH^{-} , F^{-} , Cl^{-} , NO_3^{-} , CO_3^{2-} , SO_4^{2-} , $Fe(CN)_6^{3-}$, CH_3COO^{-} , 修酸イオン, サリチル酸イオン等のn価のアニオン。

x : $0 < x \leq 0.33$

【0039】

このHTS類は、結晶水を有する多孔質の物質であり、含窒素有機化合物系のガス発生剤のバインダとして極めて有効である。即ち、HTS類をバインダとして含有するガス発生剤は、本発明の出願人の先願に係る特願平8-277066号に詳細に記載されている様に、低い打錠圧力においても、特にテトラゾール類を主成分とする含窒素有機化合物を燃料とした場合には、一般のアジド系ガス発生剤の錠剤硬度10~15kg（モンサント型硬度計）よりも遙かに高い硬度（25~30kg）を得る事が可能となる。これはHTS類が共通して水分を吸着し易い性質を有しており、この性質がガス発生剤の各成分を強固に結合させる作用をなすものと考えられる。又、このバインダを用いた錠剤は、高温・低温の繰り返しによる熱衝撃に対しても錠剤の特性及び燃焼特性に変化がなく、従って実際に車両に搭載した後の経年変化が少なく、極めて特性の安定した錠剤を得る事が可能となる。

10

【0040】

又、HTS類の代表的なものとしては、

化学式： $Mg_6Al_2(OH)_{16}CO_3 \cdot 4H_2O$ で表される合成ヒドロタルサイト（以下単に「合成HTS」と記す）又は

20

化学式： $Mg_6Fe_2(OH)_{16}CO_3 \cdot 4H_2O$ で表されるピロウライトがあるが、入手の容易性及び価格面から合成HTSが好ましい。

【0041】

更に、このHTS類は、ガス発生剤の燃焼に際して、例えば合成HTSの場合には、次の反応式に示す様に分解するので、有害ガスを発生せず、又、反応自体は吸熱反応であるので、ガス発生剤燃焼時の発熱量を低減させて燃焼温度を下げる効果もある。

$Mg_6Al_2(OH)_{16}CO_3 \cdot 4H_2O$

$\rightarrow 6MgO + Al_2O_3 + CO_2 + 12H_2O \dots\dots\dots (6)$

【0042】

更に、この分解反応で得られるMgOや Al_2O_3 は、前記スラグ形成性金属成分の高融点の酸化物であり、窒化珪素中に含有される金属成分の珪酸塩（例えば $SrSiO_3$ ）と前記合成HTSの分解により生じるMgOとが、次式の如く反応して容易にフィルタで濾過可能なガラス状のマグネシウムの珪酸塩の複塩がスラグとして形成される。

30

$MgO + SrSiO_3 \rightarrow MgO \cdot SrSiO_3 \dots\dots\dots (7)$

【0043】

又、合成HTSの分解生成物自体も、次式に示す酸・塩基反応であるスラグ反応によって容易に濾過可能なスピネルを形成する。

$MgO + Al_2O_3 \rightarrow MgAl_2O_4 \dots\dots\dots (8)$

【0044】

このHTS類をバインダとして添加する場合には、ガス発生剤組成物全体に対して2~30重量%の範囲で添加される。2%より少ないとバインダとしての機能が達成し難く、30%を越えると、他の成分の添加量が少なくなって火薬組成物としての機能が果たし難くなるおそれがある。特に3~10%の範囲で添加されるのが好ましい。又、HTS類の粒径も生産技術上の重要な要素であり、本発明では、個数基準50%平均粒径で30μm以下とするのが好ましい。これより粒度が大きいと、上記各成分を結合させる機能が弱くなって粘結剤としての効果が期待し難くなり所定の成形体強度が得られなくなるおそれがある。

40

【0045】

次に、ガス発生剤は、錠剤或いはディスク状に成形して使用されるのが一般的であり、その際に成形体にひび割れ等の発生を防止する目的で成形性改良剤を添加してもよい。本発

50

明においては、成形性改良剤として水溶性高分子を0.01～0.5%添加する事ができる。使用し得る水溶性高分子の具体例としては、ポリビニルアルコール、ポリエチレングリコール、ポリプロピレングリコール、ポリビニルエーテル、ポリマレイン酸共重合体、ポリエチレンイミド、ポリビニルピロリドン、ポリアクリルアミド、ポリアクリル酸ナトリウム、ポリアクリル酸アンモニウムが挙げられ、これらの1種以上が必要に応じて使用される。

【0046】

又、上記ガス発生剤組成物の錠剤成形時の粉体の流動性を改善する目的で、例えば、ステアリン酸、ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸マグネシウム、ステアリン酸カルシウム、ステアリン酸アルミニウム、二硫化モリブデン、グラファイト、微粒化シリカ、窒化硼素の群から選択された1種以上の滑剤を、ガス発生剤全体に対して0.1～1%添加する事もできる。これにより成形性を一層改善する事が可能となる。

10

【0047】

又、上記成形して得られたガス発生剤成形体を、成形後に100～120℃の温度で2～24時間程度熱処理する事により、経時変化の少ないガス発生剤成形体を得る事ができる。特に107℃×400時間という様な過酷な条件に耐える為には、この熱処理は極めて有効である。尚、熱処理時間は、2時間未満では熱処理が不十分であり、24時間を越えると、それ以上は意味のない熱処理となるので、2～24時間の範囲で選定するのが良い。好ましくは5～20時間である。又、熱処理温度は、100℃以下では効果が少なく、120℃を越えると却って劣化のおそれがあるので、100～120℃の範囲で選定する事になる。好ましくは105℃～115℃が良い。

20

【0048】

次に、本発明の各成分の好ましい組み合わせについて説明する。先ず、燃料成分としては、安定で且つ安全性の高い物質であり、分子構造中の窒素原子の比率が高く、その結果分解して多量の窒素ガスを放出し、しかも有害な一酸化炭素の発生を本質的に抑制する機能を有する含窒素環状化合物が好ましく、とりわけ5-アミノテトラゾール(5-ATZ)が好ましい。次に、酸化剤としては、NO_x発生を抑制する作用を有する硝酸塩が好ましいが、特に、窒化珪素との組み合わせを考慮した場合に、捕集し易い高粘性スラグを生成する硝酸ストロンチウムが好ましい。これらの含有率については、5-ATZは20～50%、硝酸ストロンチウムは30～70%が好ましい。5-ATZが20%未満ではガス発生量が少なく、エアバッグの展開不良が生じるおそれがあり、50%を越えると、酸化剤である硝酸ストロンチウムの含有量が少なくなり、不完全燃焼を生じて有害なCOガスを多量に発生するおそれが生じる。又、硝酸ストロンチウムの含有量が、30%未満では、酸化力不足となり、5-ATZに不完全燃焼が生じて有害なCOガスを多量発生するおそれが生じる。又、70%を越えると、燃料不足によるガス発生量不足が生じてエアバッグの展開不良を生じるおそれがある。

30

【0049】

又、窒化珪素を用いるのは、珪素分が、燃焼過程で硝酸ストロンチウムから生成する酸化ストロンチウム、或いはバインダとして添加するHTS類に含有されている金属成分とスラグ反応を生じ、容易に捕集し易い高粘性の珪酸塩やその複塩を形成する。又、窒化珪素の添加量は、0.5～20%の範囲が好ましく、0.5%未満では、上記スラグ反応の生成率が少なく、酸化ストロンチウムやHTS類から生成する高融点酸化物であるMgOやAl₂O₃を十分に捕捉できず、エアバッグへの放出ガス中にこれらが放出され、エアバッグに焼損を生じる可能性があるからである。一方、20%を越えると、燃料成分の5-ATZや酸化剤としての硝酸ストロンチウムの含有量が少なくなり、ガス発生量の不足や酸化剤不足による不完全燃焼を生じる可能性があるからである。

40

【0050】

次に、これらの粒子混合物を結合して成形するためのバインダとしては、高融点酸化物であるMgOとAl₂O₃を生成し得る合成HTSが最も好ましい。これらは窒化珪素と燃焼過程でスラグ反応を生じ、ガス発生器のフィルタ部で捕捉され易い高粘性の珪酸塩の複塩

50

を生成する。この合成H T Sの添加量は2～10%が好ましい。2%未満ではバインダとしての効果が小さく、又、10%を越えると、燃料や酸化剤の含有量が少なくなって前記弊害を生じるおそれがある。更に、この合成H T Sは、前述の通り、窒化珪素と反応して高粘性のスラグを生成する作用を有するものであるので、このスラグ反応をも考慮し、窒化珪素の量に併せて最適な範囲を選定する事は言うまでもない。

【実施例】

【0051】

以下、本発明を実施例により、更に詳細に説明する。尚、実施例中の%は全て重量%である。

【0052】

〔参考例1〕

燃料成分としての5-A T Z：33.5%と、酸化剤としての硝酸ストロンチウム：63.0%と、スラグ形成剤としての窒化珪素：3.5%とを、夫々V型混合機により乾式混合した。尚、混合に際し、予め5-A T Zと硝酸ストロンチウムには、夫々窒化珪素の微粉末（個数基準50%平均粒径で0.2μm）を、夫々の重量に応じて略比例配分した量を添加し、個数基準50%平均粒径で10μm程度に粉碎処理した。前記混合後の粉末をロータリーミキサにて、成形性改良剤としてのポリビニルアルコール水溶液を噴霧して湿式混練造粒を行い、粒径1mm以下の顆粒状に成形した。この際に噴霧したポリビニルアルコールの量は、混合物全体に対して0.05%である。この顆粒を加熱乾燥した後、更にステアリン酸亜鉛を、混合物全体に対して0.2%添加混合し、回転式打錠機でプレス成形して直径5mm、厚さ2mm、重量88mgのガス発生剤の錠剤を得た。次に、この錠剤を110℃で10時間、熱処理を行った。

【0053】

得られた錠剤46gを、第1図に示す構造の試験用ガス発生器1に装填した。この試験用ガス発生器1は、点火器2と伝火薬3とが配置された中央点火室7と、その周囲の、ガス発生剤4が装填された燃焼室8と、更に、その外側の金属フィルタ5が配置された冷却フィルタ室9とから構成され、燃焼ガスは、冷却フィルタ室9を経て、ハウジングのガス噴出孔6から外部に噴出する様になっている。このガス発生器1を用いて60リットルタンクテストを行った。このテストは、内容積60リットルの高圧容器内にガス発生器を装着して作動させ、容器内にガスを放出させて、第2図に示す様な容器内圧力の時間的変化の測定と、容器内への流出スラグ量の測定を行うものである。この60リットルタンクテストの結果を第3図に表1として示す。

【0054】

表1において、P1は容器内の最大到達圧力（Kpa）、t1は点火器2への通電からガス発生器の作動開始までの時間（ms：ミリ秒）、t2はガス発生器の作動からP1に至るまでの所要時間（ms）を夫々示している。又、スラグ流出量はガス放出孔6から噴出した固体残渣を容器内から集めた重量（g）を示している。更に人体に影響のある代表的なガスとして一酸化炭素（CO）と窒素酸化物（NO_x：NO及びNO₂を含む）の量（ppm）を、ガス発生器作動後の容器内に溜まったガスを、所定のガス検知管による分析を行う事によって求めた。

【0055】

〔参考例2〕

5-A T Z：30.8%と、硝酸ストロンチウム：65.7%と、金属炭化物としての炭化珪素：3.5%とを、夫々V型混合機により乾式混合した。尚、混合に際し、予め5-A T Zと硝酸ストロンチウムには、夫々炭化珪素の微粉末（個数基準50%平均粒径で0.4μm）を、夫々の重量に応じて略比例配分した量を添加し、個数基準50%平均粒径で10μm程度に粉碎処理した。前記混合後の粉末をロータリーミキサにて、成形性改良剤としてのポリビニルアルコール水溶液を噴霧して湿式混練造粒を行い、粒径1mm以下の顆粒状に成形した。この際に噴霧したポリビニルアルコールの量は、混合物全体に対して0.05%である。この顆粒を加熱乾燥した後、更にステアリン酸亜鉛を、混合物全体

に対して0.2%添加混合し、回転式打錠機でプレス成形して直径5mm、厚さ2mm、重量88mgのガス発生剤の錠剤を得た。次に、この錠剤を110℃で10時間、熱処理を行った。

【0056】

得られた錠剤46gを、参考例1と同様に第1図のガス発生器内に装填し、同様の試験を行った。得られた結果を第3図に表1として示す。

【0057】

〔実施例〕

参考例1と同様に、予め窒化珪素の微粉末を添加して個数基準50%平均粒径が10μm程度に粉碎した5-A T Zと硝酸ストロンチウムとを用いて、5-A T Z：32.0%、硝酸ストロンチウム：59.9%、窒化珪素：3.6%及び合成H T S：4.5%とからなる混合物を調製し、これを参考例1と同様の方法で湿式混練造粒過程を経て、直径5mm、厚さ2mm、重量88mgのガス発生剤の錠剤を製造し、同様の熱処理を行った。尚、ここで用いた窒化珪素及び合成H T Sの個数基準50%平均粒径は、夫々0.8μm、10μmである。得られた錠剤46gを、参考例1と同様に第1図のガス発生器内に装填し、同様の試験を行った。得られた結果を第3図に表1として示す。

【0058】

〔参考例3〕

参考例2と同様に、予め炭化珪素の微粉末を添加して個数基準50%平均粒径が10μm程度に粉碎した5-A T Zと硝酸ストロンチウムとを用いて、5-A T Z：30.0%、硝酸ストロンチウム：61.9%、炭化珪素：3.6%及び合成H T S：4.5%とからなる混合物を調製し、これを参考例2と同様の方法で湿式混練造粒過程を経て、直径5mm、厚さ2mm、重量88mgのガス発生剤の錠剤を製造し、同様の熱処理を行った。尚、ここで用いた炭化珪素及び合成H T Sの個数基準50%平均粒径は、夫々0.4μm、10μmである。得られた錠剤46gを、参考例1と同様に第1図のガス発生器内に装填し、同様の試験を行った。得られた結果を第3図に表1として示す。

【0059】

〔参考例4〕

参考例1と同様に、予め窒化珪素及び窒化アルミニウムの微粉末を添加して個数基準50%平均粒径が10μm程度に粉碎した5-A T Zと硝酸ストロンチウムとを用いて、5-A T Z：31.0%、硝酸ストロンチウム：63.0%、窒化珪素：3.4%及び窒化アルミニウム：2.6%とからなる混合物を調製し、これを参考例1と同様の方法で湿式混練造粒過程を経て、直径5mm、厚さ2mm、重量88mgのガス発生剤の錠剤を製造し、同様の熱処理を行った。尚、ここで用いた窒化珪素及び窒化アルミニウムの個数基準50%平均粒径は、夫々0.8μm、1.0μmである。得られた錠剤46gを、参考例1と同様に第1図のガス発生器内に装填し、同様の試験を行った。得られた結果を第3図に表1として示す。

【0060】

〔参考例5〕

参考例1と同様に、予め炭化珪素の微粉末と窒化アルミニウムの微粉末を添加して個数基準50%平均粒径が10μm程度に粉碎した5-A T Zと硝酸ストロンチウムとを用いて、5-A T Z：31.0%、硝酸ストロンチウム：63.0%、炭化珪素：3.4%及び窒化アルミニウム：2.6%とからなる混合物を調製し、これを参考例1と同様の方法で直径5mm、厚さ2mm、重量88mgのガス発生剤の錠剤を製造し、同様の熱処理を行った。尚、ここで用いた炭化珪素及び窒化アルミニウムの個数基準50%平均粒径は、夫々0.8μm、1.0μmである。得られた錠剤46gを、参考例1と同様に第1図のガス発生器内に装填し、同様の試験を行った。得られた結果を第3図に表1として示す。

【0061】

〔参考例6〕

参考例1と同様に、予め窒化珪素の微粉末を添加して、個数基準50%平均粒径が10μ

10

20

30

40

50

m程度に粉碎した5-A T Zと硝酸ストロンチウムとを用いて、5-A T Z：32.3%，硝酸ストロンチウム：61.0%，窒化珪素：3.5%及び酸化アルミニウム：3.2%とからなる混合物を調製し、これを参考例1と同様の方法で直径5mm，厚さ2mm，重量88mgのガス発生剤の錠剤を製造し、同様の熱処理を行った。尚、ここで用いた窒化珪素の個数基準50%平均粒径は、0.8μmである。得られた錠剤46gを、参考例1と同様に第1図のガス発生器内に装填し、同様の試験を行った。得られた結果を第3図に表1として示す。

【0062】

〔参考例7〕

参考例1と同様に、予め炭化珪素の微粉末を添加して、個数基準50%平均粒径が10μm程度に粉碎した5-A T Zと硝酸ストロンチウムとを用いて、5-A T Z：32.3%，硝酸ストロンチウム：61.0%，炭化珪素：3.5%及び酸化アルミニウム：3.2%とからなる混合物を調製し、これを参考例1と同様の方法で直径5mm，厚さ2mm，重量88mgのガス発生剤の錠剤を製造し同様の熱処理を行った。尚、ここで用いた炭化珪素の個数基準50%平均粒径は0.8μmである。得られた錠剤46gを、参考例1と同様に第1図のガス発生器内に装填し、同様の試験を行った。得られた結果を第3図に表1として示す。

【0063】

〔比較例1〕

参考例1と同様に、予め二酸化珪素の微粉末を添加して、個数基準50%平均粒径が10μm程度に粉碎した5-A T Zと硝酸ストロンチウムとを用いて、5-A T Z：35.8%，硝酸ストロンチウム：62.2%及び二酸化珪素：2.0%とからなる混合物を調製し、これを参考例1と同様の方法で直径5mm，厚さ2mm，重量88mgのガス発生剤の錠剤を製造し、同様の熱処理を行った。尚、ここで用いた二酸化珪素の個数基準50%平均粒径は、0.014μmである。得られた錠剤46gを参考例1と同様に第1図のガス発生器内に装填し、同様の試験を行った。得られた結果を第3図に表1として示す。

【0064】

〔比較例2〕

参考例1と同様に、予め二酸化珪素の微粉末を添加して個数基準50%平均粒径が10μm程度に粉碎した5-A T Zと硝酸ストロンチウムとを用い、5-A T Z：34.1%，硝酸ストロンチウム：59.3%，二酸化珪素：1.8%及び合成HTS：4.8%とからなる混合物を調製し、これを参考例1と同様の方法で直径5mm，厚さ2mm，重量88mgのガス発生剤の錠剤を製造し、同様の熱処理を行った。尚、ここで用いた二酸化珪素の個数基準50%平均粒径は、0.014μmである。得られた錠剤46gを参考例1と同様に第1図のガス発生器内に装填し、同様の試験を行った。得られた結果を第3図に表1として示す。

【0065】

〔比較例3〕

参考例1と同様に、予め二酸化珪素の微粉末を添加して個数基準50%平均粒径が10μm程度に粉碎した5-A T Zと硝酸ストロンチウムとを用い、5-A T Z：33.2%，硝酸ストロンチウム：57.8%，二酸化珪素：4.5%及び合成HTS：4.5%とからなる混合物を調製し、これを参考例1と同様の方法で直径5mm，厚さ2mm，重量88mgのガス発生剤の錠剤を製造し、同様の熱処理を行った。尚、ここで用いた二酸化珪素の個数基準50%平均粒径は、0.014μmである。得られた錠剤46gを参考例1と同様に第1図のガス発生器内に装填し、同様の試験を行った。得られた結果を第3図に表1として示す。

【0066】

表1から明らかな様に、参考例1～7及び実施例では、いずれもスラグ流出量は、4.0～4.5gの範囲にあるが、二酸化珪素を2%程度添加した比較例1，2では、共に11gを越える多量のスラグが流出している。このことから、参考例4、6及び実施例のガス発

10

20

30

40

50

生剤では、窒化珪素及びスラグ形成性金属成分の組合せ添加が、高粘性スラグを形成して効果的にスラグ捕集を行っている事が分かる。特に、実施例では、スラグ流出量は、4.0 gと最も少なくなっている。

【0067】

又、二酸化珪素の添加量を増やした比較例3では、スラグ流出量は若干改善されて10 g以下になっているが、反面P1に達するまでの時間t2、即ち燃焼速度が遅くなり、その結果P1の値も低くなっている。このことから、スラグ流出量と燃焼速度とは、二律背反の関係にあり、両者の最適化は困難であった。一方、参考例1、4、6及び実施例のガス発生剤で使用する窒化珪素は、スラグ形成反応の点では従来の二酸化珪素を添加したものと類似するも、窒化珪素が燃焼過程でガス発生を伴うと共に酸化反応に由来する反応熱を発生する事が燃焼速度や最高到達圧力を高める方向の推進力となっていると考えられる。特に、実施例では、燃焼速度が最も速く、スラグ流出量の削減と燃焼速度の向上とを両立させることができる。

10

【0068】

更に、有害ガスであるCOガスの発生量も、参考例1～7及び実施例のものでは2000～3500 ppm程度であるが、比較例では8000 ppmと、参考例1～7及び実施例に比して2倍以上の高い値を示している。これは、参考例1、4、6及び実施例で使用する窒化珪素が、酸素と反応して珪素酸化物と窒素ガスを生成する反応は発熱反応であるため、ガス発生器内での燃焼温度が高くなり、COの発生を抑制しているものと考えられる。参考例1～7及び実施例の最高到達圧力P1が、比較例に比べて相対的に高い値を示している事からも、反応温度が高い事が想定される。因みに、反応温度が高くなると、一般にNO_x発生量は多くなるが、参考例1～7及び実施例のものは、逆に相対的に低い値を示している。参考例1、4、6及び実施例では、窒化珪素として供給される珪素成分が、酸素を消費して、窒素ガスと反応する酸素が少なくなっているものと想定される。

20

【発明の効果】

【0069】

以上の説明から明らかな様に、本発明のガス発生剤は、従来のガス発生剤に比べ、その作用、効果に顕著な差異が存在する事が理解される。

【0070】

以上説明した様に、本発明によれば、以下の如き顕著な効果が期待できる。即ち、含窒素有機化合物と酸化剤とを主成分とする非アジ化系ガス発生剤に、スラグ形成剤として窒化珪素を添加しているのも、主として酸化剤から生成する有害な金属酸化物と反応して、高粘性のスラグを生成し、ガス発生器内に配置されたフィルタで捕集され易くなるので、有害なスラグの流出が抑制され、エアバッグ展開の安全性が向上する。

30

【0071】

又、含窒素有機化合物又は酸化剤に含有された金属成分或いはその酸化物と反応して高粘性のスラグを生成するスラグ形成性金属成分を含んだ化合物を別途添加する事により、微粒化した高融点の金属酸化物が発生しても、その表面でのスラグ反応により高粘性のスラグ層が表面層に形成され、このスラグ層が互いに融着して凝集し、その結果フィルタで濾過容易な燃焼残渣となり、有害な金属酸化物の流出が抑制される事になる。

40

【0072】

又、窒化珪素は、分解して窒素ガスを生成するが、これは、エアバッグ展開に有用なガス成分としてエアバッグの展開に寄与するので、燃料成分としての含窒素有機化合物の含有量を節約でき、この結果、ガス発生器の小型化、軽量化に寄与する事が期待できる。

【0073】

又、窒化珪素が、酸素存在下で燃焼する反応は発熱反応であるので、ガス発生器内での燃焼温度が高くなり、COガスの発生を抑制すると共に、より高圧のガスをエアバッグに放出させることができ、エアバッグの展開を一層確実なものとする事ができる。

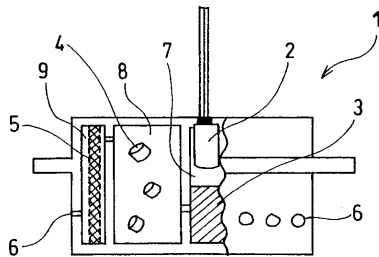
【産業上の利用可能性】

【0074】

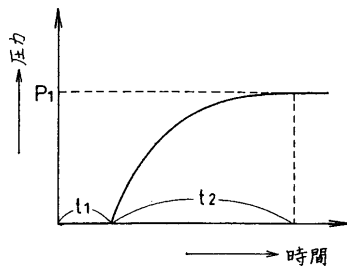
50

以上の通り、本発明のガス発生剤は、有害ガスの発生が少なく、しかも、スラグ捕集性が高く、自動車用エアバッグ装置のガス発生器用として極めて有用である。

【図 1】



【図 2】



【図 3】

表-1: 60ℓタンクテスト結果一覧表

	窒化物 炭化物	その他の 添加物	t2 (ms)	P1 (kPa)	スラグ 放出量 (g)	CO (ppm)	NOx (ppm)	NO ₂ (ppm)	NO (ppm)
参考例1	窒化珪素	-----	46.5	280.0	4.5	3000	300	100	120
参考例2	炭化珪素	-----	48.0	290.0	4.6	3500	300	100	120
実施例	窒化珪素	合成HTS	46.0	285.0	4.0	2500	250	70	70
参考例3	炭化珪素	合成HTS	47.5	295.0	4.1	2500	200	70	70
参考例4	窒化珪素	窒化アルミニウム	47.0	285.0	4.2	3000	250	70	70
参考例5	炭化珪素	窒化アルミニウム	47.5	280.0	4.3	3000	250	70	70
参考例6	窒化珪素	酸化アルミニウム	48.0	280.0	4.4	2000	200	50	50
参考例7	炭化珪素	酸化アルミニウム	49.0	288.0	4.5	2000	250	70	70
比較例1	-----	二酸化珪素	51.0	277.0	11.5	8000	800	200	250
比較例2	-----	二酸化珪素 合成HTS	52.5	270.0	12.0	8000	700	350	300
比較例3	-----	二酸化珪素 合成HTS	67.0	262.0	9.8	8000	700	350	300

フロントページの続き

- (72)発明者 箕口 亨
兵庫県姫路市豊富町豊富3903-39 日本化薬姫路工場センサー・テクノロジー株式会社内
- (72)発明者 黒岩 顕彦
兵庫県姫路市豊富町豊富3903-39 日本化薬姫路工場センサー・テクノロジー株式会社内
- (72)発明者 神田 剛
兵庫県姫路市豊富町豊富3903-39 日本化薬姫路工場センサー・テクノロジー株式会社内
- (72)発明者 池田 健治郎
山口県厚狭郡山陽町大字郡2300 日本化薬株式会社厚狭工場内
- (72)発明者 岩崎 誠
山口県厚狭郡山陽町大字郡2300 日本化薬株式会社厚狭工場内
- (72)発明者 田中 昭彦
兵庫県姫路市豊富町豊富3903-39 日本化薬株式会社姫路工場内
- (72)発明者 佐藤 英史
兵庫県姫路市豊富町豊富3903-39 日本化薬株式会社姫路工場内
- (72)発明者 久保 大理
兵庫県姫路市豊富町豊富3903-39 日本化薬株式会社姫路工場内
- (72)発明者 増田 薫
兵庫県神戸市西区高塚台1丁目5番5号 株式会社神戸製鋼所神戸総合技術研究所内
- (72)発明者 金丸 守賀
兵庫県神戸市西区高塚台1丁目5番5号 株式会社神戸製鋼所神戸総合技術研究所内

審査官 木村 敏康

(56)参考文献 特開平05-000879(JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C06D 5/00