



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 101980963 B

(45) 授权公告日 2015. 07. 01

(21) 申请号 200980111183. 1

C08L 101/04(2006. 01)

(22) 申请日 2009. 03. 25

(56) 对比文件

(30) 优先权数据

2008-092849 2008. 03. 31 JP

JP 特开昭 49-18800 , 1974. 02. 19, 实施例 1-6.

(85) PCT国际申请进入国家阶段日

2010. 09. 28

JP 特开 2000-290451 A, 2000. 10. 17, 实施例 1-11.

(86) PCT国际申请的申请数据

PCT/JP2009/001335 2009. 03. 25

CN 101039875 A, 2007. 09. 19, 权利要求 1-12.

(87) PCT国际申请的公布数据

W02009/122681 JA 2009. 10. 08

审查员 白婧

(73) 专利权人 户田工业株式会社

地址 日本广岛

(72) 发明人 山本学武 小林齐也 本名虎之

(74) 专利代理机构 北京尚诚知识产权代理有限公司

公司 11322

代理人 龙淳

(51) Int. Cl.

C01F 7/00(2006. 01)

C08K 3/26(2006. 01)

权利要求书1页 说明书15页

(54) 发明名称

水滑石型化合物颗粒粉末、使用该水滑石型化合物颗粒粉末的含氯树脂稳定剂和含氯树脂组合物

(57) 摘要

本发明涉及一种特征在于可溶性阴离子的合计值为 70ppm 以下的 Mg-Al 类或 Mg-Zn-Al 类水滑石型化合物颗粒粉末, 用于使使用该颗粒粉末的含氯树脂组合物稳定化的含氯树脂稳定剂和含氯树脂中含有该颗粒粉末的含氯树脂组合物。该颗粒粉末能够通过将水滑石型化合物颗粒生成和熟化后的浆料调节为 pH9. 5 ~ 12 后, 进行洗净、干燥而制造。

1. 一种 Mg-Al 类或 Mg-Zn-Al 类水滑石型化合物颗粒粉末的制造方法, 其特征在于:

该 Mg-Al 类或 Mg-Zn-Al 类水滑石型化合物颗粒粉末的可溶性阴离子的合计值为 70ppm 以下, 含有的钠为 700ppm 以下, 其制造方法为, 将水滑石型化合物颗粒生成和熟化后的浆料调节为 pH 9.5 ~ 12 之后, 进行洗净、干燥,

洗净工序是在以稀碱水溶液洗净之后, 再进行水洗。

2. 如权利要求 1 所述的 Mg-Al 类或 Mg-Zn-Al 类水滑石型化合物颗粒粉末的制造方法, 其特征在于:

在洗净工序中使用的稀碱水溶液和 / 或水的温度为 30 ~ 90℃。

3. 如权利要求 1 或 2 所述的 Mg-Al 类或 Mg-Zn-Al 类水滑石型化合物颗粒粉末的制造方法, 其特征在于:

将水滑石型化合物颗粒生成和熟化、并进行疏水化处理后的浆料调节为 pH 9.5 ~ 12 之后, 进行洗净、干燥。

4. 如权利要求 1 或 2 所述的 Mg-Al 类或 Mg-Zn-Al 类水滑石型化合物颗粒粉末的制造方法, 其特征在于:

所述可溶性阴离子为可溶性硫酸离子、可溶性硝酸离子和可溶性氯化物离子。

5. 如权利要求 1 或 2 所述的 Mg-Al 类或 Mg-Zn-Al 类水滑石型化合物颗粒粉末的制造方法, 其特征在于:

所述水滑石型化合物颗粒粉末的 BET 比表面积为 5 ~ 150m<sup>2</sup>/g。

6. 如权利要求 1 或 2 所述的 Mg-Al 类或 Mg-Zn-Al 类水滑石型化合物颗粒粉末的制造方法, 其特征在于:

可溶性阴离子的合计值为 50ppm 以下, 含有的钠为 550ppm 以下。

7. 如权利要求 1 或 2 所述的 Mg-Al 类或 Mg-Zn-Al 类水滑石型化合物颗粒粉末的制造方法, 其特征在于:

所述水滑石型化合物颗粒粉末的 BET 比表面积为 8 ~ 50m<sup>2</sup>/g。

8. 如权利要求 1 或 2 所述的 Mg-Al 类或 Mg-Zn-Al 类水滑石型化合物颗粒粉末的制造方法, 其特征在于:

在所述水滑石型化合物颗粒粉末的颗粒表面实施选自高级脂肪酸和阴离子类表面活性剂、高级脂肪酸磷酸酯、偶合剂和多元醇酯类中的至少一种的表面处理。

## 水滑石型化合物颗粒粉末、使用该水滑石型化合物颗粒粉末的含氯树脂稳定剂和含氯树脂组合物

### 技术领域

[0001] 本发明是能够抑制含氯树脂组合物中水滑石型化合物颗粒粉末引起的电绝缘性下降,并且具有优异的含氯树脂热稳定性,能够抑制树脂着色的发明。

### 背景技术

[0002] 近年,作为含氯树脂的稳定剂,正从 Pb 和 Sn 转变为无毒的金属皂类和水滑石型化合物的组合,使用含氯树脂的材料可以利用于电线包覆、薄膜、建材和管材等各种用途中。

[0003] 水滑石一般是  $\text{Mg}_6\text{Al}_2(\text{OH})_{16}\text{CO}_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  所示的层状化合物,在由 Mg-Al 构成的层间嵌入有  $\text{CO}_3$ 、 $\text{H}_2\text{O}$ 、 $\text{OH}^-$ 。结构中的一部分或全部  $\text{Mg}^{2+}$  能够取代为  $\text{Ni}^{2+}$ 、 $\text{Zn}^{2+}$ 、 $\text{Sr}^{2+}$  和  $\text{Ca}^{2+}$  等 2 价阳离子,同样地,一部分或全部  $\text{Al}^{3+}$  能够取代为  $\text{Fe}^{3+}$  和  $\text{Cr}^{3+}$  等 3 价阳离子。另外, $\text{CO}_3^{2-}$  也能够和  $\text{SO}_4^{2-}$  与  $\text{Cl}^-$  等阴离子交换。另外,一般而言,即使改变 2 价和 3 价阳离子的摩尔比,也能够保持结构,在摩尔比为 2 ~ 4 的范围中形成层状结构。一般将改变了这些构成元素的组成和 2 价与 3 价阳离子比例的层状化合物称为水滑石型化合物。

[0004] 特别用于电线包覆用途的稳定剂正迅速转变为含有水滑石型化合物的稳定剂。但是,如果电线包覆用途的稳定剂中使用水滑石型化合物,则存在电阻下降的倾向,在低电压电线中是勉强能够使用的水平,但在高电压电线中,由于变得容易漏电而无法使用,依然使用着电绝缘性高的 Pb 类稳定剂。

[0005] 但是,从对环境的考虑出发,要求在高电压电线中也去除 Pb,渴望一种能够保持高电绝缘性的水滑石型化合物。

[0006] 一般而言,含有在水溶液等中溶解的离子越多,导电性越高,同样地,在树脂中导电性离子越多,树脂的导电性越高。换言之,导电性离子越多,树脂的电绝缘性越下降。

[0007] 水滑石型化合物颗粒在其结构中和表面附近含有如硫酸离子和钠离子的微量杂质离子,可以认为由此形成电绝缘性下降的原因。另外,这些离子也形成树脂着色和热稳定性恶化的原因。

[0008] 目前,已知作为含氯树脂的稳定剂使用水滑石型化合物(专利文献 1 ~ 3),也已知如果水滑石型化合物颗粒含有的钠量少,则有电阻提高的倾向(专利文献 2、3)。

[0009] 专利文献 1:日本特开 2000-290451 号公报

[0010] 专利文献 2:日本特开 2007-106620 号公报

[0011] 专利文献 3:国际公开第 2006/043352 号小册子

### 发明内容

[0012] 上述专利文献 1 ~ 3 中记载的水滑石型化合物中,树脂的电绝缘性难以说是充分的,作为含氯树脂组合物的稳定剂难以说具有优异的功能。

[0013] 因此,本发明的技术性课题在于提供溶解析出的导电性离子少的水滑石型化合物,提供具有含有该水滑石型化合物的高电绝缘性的树脂。

[0014] 上述技术性课题通过如下所述的本发明而达成。

[0015] 即,本发明是一种 Mg-Al 类或 Mg-Zn-Al 类水滑石型化合物颗粒粉末,特征在于可溶性阴离子的合计值为 70ppm 以下(本发明第一方面)。

[0016] 本发明第一方面所述的水滑石型化合物粉末中,,特征在于含有的钠为 700ppm 以下(本发明第二方面)。

[0017] 一种用于使使用本发明第一或第二方面所述的水滑石型化合物颗粒粉末而得到的含氯树脂组合物稳定化的含氯树脂稳定剂(本发明第三方面)。

[0018] 一种含氯树脂组合物,特征在于在含氯树脂中含有本发明第一或第二方面所述的水滑石型化合物颗粒粉末(本发明第四方面)。

[0019] 一种含氯树脂组合物,特征在于在含氯树脂中含有本发明第一或第二方面所述的水滑石型化合物颗粒粉末(本发明第五方面)。

[0020] 本发明第一或第二方面所述的水滑石型化合物颗粒粉末的制造方法,特征在于将水滑石型化合物颗粒生成和熟化后的浆料调节为 pH9.5 ~ 12 之后,进行洗净、干燥(本发明第六方面)。

[0021] 本发明第五方面所述的制造方法中,洗净工序是在以稀碱水溶液洗净之后再进一步水洗(本发明第七方面)。

[0022] 本发明第六方面所述的制造方法中,在洗净工序中使用的稀碱水溶液和 / 或水的温度为 30 ~ 90℃(本发明第八方面)。

[0023] 发明的效果

[0024] 通过使用本发明的溶解析出的导电性离子少的水滑石型化合物颗粒粉末,能够使树脂中具有高电绝缘性。另外,也能够改善热稳定性和着色。

## 具体实施方式

[0025] 首先,叙述本发明的水滑石型化合物颗粒粉末。

[0026] 本发明的溶解析出的导电性离子少的水滑石型化合物颗粒粉末中,水滑石型化合物由 Mg、Al、Zn 等构成,通常记为 Mg-Al 类或 Mg-Zn-Al 类的水滑石型化合物。

[0027] 本发明的水滑石型化合物颗粒粉末的组成没有特别限定,例如,优选如一般已知的 Mg/Al 摩尔比为 1.0 ~ 3.5, Mg-Al-Zn 类中的锌相对于 Mg 和 Al 的合计摩尔数以摩尔比计优选为 0.0010 ~ 0.30,如果以 Zn/Al 的摩尔比表示,优选为 0.005 ~ 0.5 左右。

[0028] 本发明的水滑石型化合物颗粒粉末含有的可溶性阴离子(可溶性硫酸离子、可溶性硝酸离子和可溶性氯化物离子)的合计值为 70ppm 以下。如果这些可溶性阴离子量多,则不能得到高电绝缘性。特别是价数为 2 价的硫酸离子对电绝缘性的恶劣影响大于 1 价离子。可溶性阴离子优选为 60ppm 以下,更优选为 50ppm 以下。另外,下限值通常为 5ppm 左右。

[0029] 本发明的水滑石型化合物颗粒粉末含有的钠优选为 700ppm 以下。如果含有的钠少,则溶解的钠变少的可能性变高。虽然钠离子的影响小于可溶性阴离子,但钠离子少则可以得到更高的电绝缘性。优选钠为 600ppm 以下,更优选为 550ppm 以下。另外,下限值通常为 20ppm 左右。

[0030] 本发明的水滑石型化合物颗粒粉末的比表面积为 5 ~ 150m<sup>2</sup>/g。小于 5m<sup>2</sup>/g 的水滑

石型化合物颗粒粉末在工业上难以得到。大于  $150\text{m}^2/\text{g}$ ，在工业上也难以得到。优选为  $7 \sim 100\text{m}^2/\text{g}$ ，更优选为  $8 \sim 50\text{m}^2/\text{g}$ 。

[0031] 本发明的水滑石型化合物颗粒粉末，可以含有  $0.01 \sim 5\text{wt}\%$  左右的钙。

[0032] 本发明的水滑石型化合物颗粒粉末，可以含有  $0.01 \sim 8\text{wt}\%$  左右的氧化锌。

[0033] 本发明的水滑石型化合物颗粒粉末的平均粒径优选为  $0.05 \sim 0.8\mu\text{m}$ 。

[0034] 接着，叙述本发明的水滑石型化合物颗粒粉末的制造方法。

[0035] 本发明中的水滑石型化合物颗粒粉末期望使用常压下对芯颗粒的成长反应（日本特开 2002-293535 号公报）和使用高压釜在  $105 \sim 350^\circ\text{C}$  生成的水滑石型化合物颗粒粉末，上述常压下对芯颗粒的成长反应如下进行：使用混合含有阴离子的碱性水溶液、镁盐水溶液和铝盐水溶液，形成 pH 值为  $10 \sim 14$  范围的混合溶液之后，以  $80 \sim 105^\circ\text{C}$  的温度范围熟化该混合溶液，生成 Mg-Al 类水滑石型颗粒的芯颗粒，接着，在含有该芯颗粒的水性悬浊液中，以合计摩尔数相对于该芯颗粒生成时添加的上述镁和上述铝的合计摩尔数为  $0.35$  以下的比例添加含有镁和铝的镁盐水溶液和铝盐水溶液，之后，以 pH 值为  $10 \sim 14$  的范围、温度为  $60 \sim 105^\circ\text{C}$  的范围进行熟化，得到 Mg-Al 类水滑石型颗粒粉末。例如，Mg、Al、Zn 可以由硫酸盐金属、硝酸盐金属、氯化物盐金属、金属氧化物等原料和氢氧化钠、氢氧化钾等碱、碳酸钠和碱式碳酸镁、碳酸钾等阴离子源原料得到。

[0036] 在制作可溶性阴离子（可溶性硫酸离子、可溶性硝酸离子和可溶性氯化物离子）少的水滑石型化合物颗粒中，优选将作为目标的水滑石型化合物颗粒生成和熟化之后的浆料或进行疏水化表面处理等处理后的浆料调节为 pH  $9.5 \sim 12$ ，更优选 pH 为  $9.8 \sim 11.5$ 。通过调整为上述 pH 范围，硫酸离子等的阴离子容易通过洗净（水洗）降低。钠在水洗中比较容易脱落，但如可溶性硫酸离子、可溶性硝酸离子和可溶性氯化物离子的可溶性阴离子难以通过单纯的水洗而减少。因此，在水洗时，首先以稀碱水溶液洗净，使硫酸离子等阴离子减少，之后再以水进行水洗，硫酸离子等的阴离子变得更容易下降。含有上述水滑石型颗粒粉末的浆料的 pH 调节和水洗前的洗净所使用的稀碱水溶液中，可以使用氢氧化钠、碳酸钠等的碱水溶液。

[0037] 另外，在稀碱水溶液和 / 或水洗中使用的稀碱水溶液和 / 或水的温度，优选为  $30 \sim 90^\circ\text{C}$ 。如果使用该范围温度的稀碱水溶液和 / 或水，则离子的扩散速度提高，水的粘度下降，提高水洗效果。更优选为  $40 \sim 70^\circ\text{C}$ 。

[0038] 如上操作得到的水滑石型化合物颗粒粉末，基本上优选在  $105 \sim 150^\circ\text{C}$  进行干燥。在低于  $105^\circ\text{C}$  的干燥温度得到的水滑石型化合物颗粒粉末，由于水分多，在树脂中容易产生发泡，另外，为了使之干燥需要进行长时间，不经济。超过  $150^\circ\text{C}$  时，存在在作为软质～半硬质含氯树脂组合物的稳定剂用途中对树脂的劣化抑制作用下降的倾向。在软质～半硬质含氯树脂组合物的稳定剂用途中，干燥温度更优选  $105 \sim 130^\circ\text{C}$ 。干燥时间可以根据干燥量和干燥方法进行所需要的时间。优选为  $3 \sim 24\text{h}$ 。

[0039] 接着，叙述本发明的含氯树脂稳定剂和含氯树脂组合物。

[0040] 能够将本发明第一或第二方面的水滑石型化合物颗粒粉末在含氯树脂组合物中作为含氯树脂稳定剂添加使用。

[0041] 相对于  $100$  重量份树脂，本发明的含氯树脂组合物优选含有  $0.01 \sim 10$  重量份上述水滑石型化合物颗粒粉末。水滑石型化合物颗粒粉末的含量小于  $0.01$  重量份时，作为稳

定剂的效果低。超过 10 重量份时,由于效果饱和,没有超过需要量而添加的意义。另外,如果以大于需要量地大量添加水滑石型颗粒粉末,则存在容易产生发泡,造成外观不良和初期着色等恶劣影响的情况。

[0042] 另外,根据需要,可以在树脂中含有增塑剂、其它稳定剂和添加剂。

[0043] 作为增塑剂,优选偏苯三酸三辛酯 (TOTM)、偏苯三酸三正辛正癸酯等的偏苯三酸酯类增塑剂,邻苯二甲酸二异癸酯 (DIDP)、邻苯二甲酸二异壬酯 (DINP)、邻苯二甲酸二(2-乙基己)酯 (DOP) 等的邻苯二甲酸酯类增塑剂、聚己二酸丙二醇酯、聚癸二酸丙二醇酯等的聚酯类增塑剂等。

[0044] 作为其它稳定剂,优选硬脂酸锌、月桂酸锌、蓖麻油酸锌等的锌化合物,二苯甲酰甲烷、硬脂酰苯甲酰甲烷、脱氢乙酸等的  $\beta$ -二酮类、磷酸烷基芳基酯、磷酸三酯等的磷酸酯类、二季戊四醇、季戊四醇、甘油、二甘油、三羟甲基丙烷等的多元醇类化合物、硬脂酸、月桂酸、油酸等的高级脂肪酸、环氧化亚麻籽油、环氧化大豆油等的环氧类化合物等。

[0045] 作为其它添加剂,使用酚类化合物、胺类化合物、磷酸类化合物等的抗氧化剂、将聚酯的末端变为 OH 基的化合物、丙烯腈-苯乙烯聚合物、甲基丙烯酸甲酯苯乙烯聚合物等的凝胶化促进剂、碳酸钙、二氧化硅、玻璃珠、云母、玻璃纤维等的增量剂、三氧化锑、氢氧化铝、硼酸锌等的无机阻燃剂、含溴有机类阻燃剂、含卤磷酸酯类阻燃剂等的阻燃剂、硬脂酸、聚乙烯蜡、硬脂酸钙、硬脂酸镁、硬脂酸钡等的润滑剂,三氯生 (Triclosan)、克菌丹 (Orthocide)、サンアイゾール 100、サンアイゾール 300 等的防霉剂等。

[0046] 使用本发明的水滑石型化合物作为含氯树脂组合物时,优选在该水滑石型化合物实施选自高级脂肪酸和阴离子类表面活性剂、高级脂肪酸磷酸酯、偶合剂和多元醇酯类中的至少一种的表面处理。通过实施表面处理,能够进一步赋予含氯树脂组合物稳定性。

[0047] 作为高级脂肪酸,例如,可以列举月桂酸、硬脂酸、棕榈酸、油酸、亚油酸等,作为高级脂肪酸磷酸酯,例如,可以列举硬脂酰醚磷酸酯、油酰醚磷酸酯、月桂酰醚磷酸酯等,作为多元醇酯,可以列举脱水山梨糖醇单油酸酯、脱水山梨糖醇单月桂酸酯、硬脂酸单甘油酯等。

[0048] 作为阴离子类表面活性剂,例如,可以列举十二烷基硫酸钠、十二烷基苯磺酸钠、硬脂酸钠、油酸钾、蓖麻油酸钾等的盐类等。

[0049] 作为偶合剂,可以使用硅烷类、铝类、钛类、锆类偶合剂等。

[0050] 表面处理剂的处理方法没有特别限定,可以在水滑石型化合物颗粒粉末表面通过湿式反应进行。或者,也可以在水滑石型化合物颗粒粉末表面通过亨舍尔混合机等进行干式表面处理。或者,可以仅单纯地混合该水滑石型化合物颗粒和表面处理剂。

[0051] 本发明的含氯树脂组合物为完全不含增塑剂或只含少量增塑剂的硬质或半硬质材料时,在由下述组成构成的含氯树脂组合物中,如果使用本发明的水滑石型化合物,在硬脂酸锌 0.8 重量份时,在后述的着色级别中,级别 3 的时间为 65 分钟以上,级别 5 的时间为 100 分钟以上。

[0052] 含氯树脂 (聚合度 1000)

[0053] Taiyo Vinyl Corporation 制大洋 PVC TH 1000 100 重量份

[0054] 邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯 (大八化学制 DOP) 0 ~ 25 重量份

[0055] 水滑石型化合物颗粒粉末 3.5 重量份

[0056] 硬脂酸锌（一般试剂） 0.6 ~ 0.9 重量份

[0057] 另外，为大量含有增塑剂的软质材料时，在由下述组成构成的含氯树脂组合物中，如果使用本发明的水滑石型化合物，在后述的着色级别中，级别 3 的时间为 65 分钟以上，级别 5 的时间为 100 分钟以上。

[0058] 含氯树脂（聚合度 1000）

[0059] Taiyo Vinyl Corporation 制大洋 PVC TH1000 100 重量份

[0060] 邻苯二甲酸二（2-乙基己基）酯（大八化学制 DOP） 40 ~ 80 重量份

[0061] 本发明的水滑石型化合物 3.0 重量份

[0062] 硬脂酸锌（一般试剂） 0.6 重量份

[0063] 本发明的含氯树脂组合物的体积固有电阻值根据用途而不同，优选为  $2.0 \times 10^{14} \Omega \cdot \text{cm}$  以上。

[0064] 接着，叙述本发明的含氯树脂组合物的制造方法。

[0065] 本发明的含氯树脂组合物能够通过通常的制造方法得到，例如，为了得到混合片材时，混合规定量的树脂、水滑石型化合物颗粒粉末和上述各种稳定剂、添加剂，以热辊混合该混合物，得到混合片材后，通过使用热压机进行加压处理而得到。热辊的混合温度根据使用的树脂和树脂组合物而不同，优选为 140 ~ 300℃。热压机的压制温度优选为 145 ~ 320℃。

[0066] < 作用 >

[0067] 通过使用本发明的水滑石型化合物颗粒粉末，能够抑制树脂的电绝缘性降低，而且，能够实现热稳定性提高和着色抑制。

[0068] 即，本发明的水滑石型化合物颗粒粉末，由于具有导电性的可溶性硫酸离子、可溶性硝酸离子和可溶性氯化物离子等的可溶性阴离子的含量少，因此，在作为树脂稳定剂使用时，可以得到具有高电绝缘性的树脂组合物。而且，也能够抑制由盐引起的树脂泛黄，能够得到具有高的热稳定性、着色被抑制的树脂组合物。另外，如果含有的钠少，则可以得到更好的效果。

[0069] 实施例

[0070] 本发明的代表性的实施方式如下所述。

[0071] 钠、镁、铝、锌、钙等元素的含量通过如下方法求出：以酸溶解试样，使用等离子体发光分光分析装置（热电公司制，iCAP6500），将钇作为内部标准进行分析。

[0072] 可溶性阴离子的测定方法如下所述。使 5g 试样在 40ml 乙醇中良好分散，追加 100ml 超纯水，在密封容器中振荡混合 1 分钟，直接以 22℃ 放置 20 小时后，过滤该浆料，边补充超纯水边使滤液煮沸 60 分钟，使乙醇蒸发，进行冷却，以超纯水将液体量调节为 100ml。将其使用离子色谱分析装置（东亚 DDK 制，ICA-2000）进行分析，分别进行硫酸离子、硝酸离子、氯化物离子的测定。

[0073] 比表面积值通过使用氮的 B. E. T. 法测定。

[0074] 树脂的辊式混炼使用 6 英寸双辊开炼机进行，根据树脂组合物将温度调整为 140 ~ 190℃。混炼时间为 5 分钟。

[0075] 将上述辊式混炼的片材制成  $200 \times 200 \times 1 \sim 1.5 \text{mm}$  的压缩成型体。制作压缩成型体的装置中，热压机为 70 吨自动压力机（冲压面积为  $210 \text{cm}^2$ ），冷却压力机为 30 吨手动压

力机（冲压面积为  $180\text{cm}^2$ ）。压缩成型条件以在  $140 \sim 190^\circ\text{C}$  预热（无压力）3 分钟、加压（ $6.3\text{MPa}$ ）2 分钟、冷却（ $3.1\text{MPa}$ ）3 分钟的顺序进行。

[0076] 使用得到的片材测定电阻（电绝缘性）。制成厚度为  $1.0\text{mm}$  的树脂压制片材，在  $30^\circ\text{C}$  -60% 的干燥器中保存 1 日，根据 JIS K6723 测定体积固有电阻值（ $\Omega \cdot \text{cm}$ ）。

[0077] 热稳定性试验在吉尔老化恒温箱（株式会社安田精机制作所制，102-SHF-77S）中进行。将上述压制片材切为  $30 \times 30\text{mm}$  方形，在玻璃板上放置该试验片，边以  $190^\circ\text{C}$  试验 200 分钟，边每 10 分钟取出 2 片试验片 / 1 样品，贴在记录纸上。

[0078] 压制片材和热稳定性试验片的着色级别定义为如下的 1 ~ 7 级别。

[0079] 级别 1 几乎没有着色

[0080] 级别 2 浅褐色

[0081] 级别 3 褐色

[0082] 级别 4 一部分碳化・黑化

[0083] 级别 5 全部碳化・黑化

[0084] 接着，叙述实施方式。

[0085] 实施例 1

[0086] （水滑石型化合物颗粒粉末的制作）

[0087] 搅拌混合使  $26.9\text{g}$  氧化镁在纯水中分散的浆料和  $81.0\text{g}$  八水合硫酸铝结晶的水溶液。另外，在纯水中溶解  $35.7\text{g}$  碳酸钠结晶，再加  $58.3\text{ml}$  氢氧化钠（ $12\text{N}$ ）和纯水。在之前的混合有氧化镁和八水合硫酸铝的浆料中投入该碱溶液，升温至  $80^\circ\text{C}$ ，在  $80^\circ\text{C}$  搅拌 5 小时。使全量为  $1\text{L}$ ，将其移入高压釜，边在  $175^\circ\text{C}$  搅拌 4 小时边进行老化。

[0088] 接着，边搅拌该反应浆料，边调整为  $67^\circ\text{C}$ ，将 pH 调整为 10.3。以该状态投入在热水（ $80^\circ\text{C}$ ）中溶解有  $2.3\text{g}$  棕榈酸钠的溶液。将其老化 0.7 小时。过滤后，以  $2\text{L}$   $40^\circ\text{C}$  的 pH11.5 稀氢氧化钠水溶液水洗，之后，以  $15\text{L}$   $40^\circ\text{C}$  的纯水水洗，在  $125^\circ\text{C}$  干燥 8 小时。得到的试样的比表面积为  $11.0\text{m}^2/\text{g}$ 。

[0089] （含氯树脂组合物的制作和评价）

[0090] 使用上述水滑石型化合物颗粒粉末，制成以下的含氯树脂组合物（软质组成）。

[0091] 含氯树脂组合物 100phr

[0092] DOP 55phr

[0093] 硬脂酸锌 0.6phr

[0094] 上述试样 3.0phr

[0095] 在  $158^\circ\text{C}$  辊式混炼 5 分钟，在  $158^\circ\text{C}$  进行压缩成型压制处理。得到的片材的级别 3 的时间为 80 分钟，级别 5 的时间为 120 分钟。

[0096] 实施例 2

[0097] （水滑石型化合物颗粒粉末的制作）

[0098] 在纯水中溶解  $141.0\text{g}$  七水合硫酸镁结晶、 $41.5\text{g}$  七水合硫酸锌结晶和  $69.4\text{g}$  八水合硫酸铝结晶。另外，在纯水中溶解  $30.6\text{g}$  碳酸钠结晶，再加入  $152.4\text{ml}$  氢氧化钠（ $12\text{N}$ ）和纯水。在之前的混合有七水合硫酸镁结晶、七水合硫酸锌结晶和八水合硫酸铝结晶的水溶液中投入该碱溶液，升温至  $85^\circ\text{C}$ ，在  $85^\circ\text{C}$  搅拌 6 小时。使全量为  $1\text{L}$ ，将其移入高压釜，边在  $185^\circ\text{C}$  搅拌 6 小时边进行老化。

[0099] 接着,边搅拌该反应浆料,边调整为65℃,将pH调整为10.1。以该状态投入在热水(80℃)中溶解有2.5g硬脂酸钠的溶液。将其老化0.6小时。过滤后,以2L 50℃的pH11稀氢氧化钠水溶液水洗,之后,以15L 50℃的纯水水洗,在125℃干燥8小时。得到的试样的比表面积为10.0m<sup>2</sup>/g。

[0100] (含氯树脂组合物的制作和评价)

[0101] 使用上述水滑石型化合物颗粒粉末,制成以下的含氯树脂组合物(软质组成)。

[0102] 含氯树脂组合物 100phr

[0103] DOP 55phr

[0104] 硬脂酸锌 0.6phr

[0105] 上述试样 3.0phr

[0106] 在158℃辊式混炼5分钟,在158℃进行压缩成型压制处理。得到的片的级别3的时间为75分钟,级别5的时间为115分钟。

[0107] 实施例3

[0108] (水滑石型化合物颗粒粉末的制作)

[0109] 在纯水中溶解176.3g七水合硫酸镁结晶和69.4g八水合硫酸铝结晶。另外,在纯水中溶解30.6g碳酸钠结晶,再加入152.4ml氢氧化钠(12N)和纯水。在之前的混合有七水合硫酸镁结晶和八水合硫酸铝结晶的水溶液中投入该碱溶液,升温至90℃,在90℃搅拌10小时。使全量为1L,将其移入高压釜,边在145℃搅拌6小时边老化。

[0110] 接着,边搅拌该反应浆料,边调整为65℃,将pH调整为11.2。以该状态投入在热水(80℃)中溶解有1.9g月桂酸钠的溶液。将其老化0.8小时。过滤后,以2L 45℃的pH12.5稀氢氧化钠水溶液水洗,之后,以15L 45℃的纯水水洗,在125℃干燥8小时。得到的试样的比表面积为9.0m<sup>2</sup>/g。

[0111] (含氯树脂组合物的制作和评价)

[0112] 使用上述水滑石型化合物颗粒粉末,制成以下的含氯树脂组合物(半硬质组成)。

[0113] 含氯树脂组合物 100phr

[0114] DOP 20phr

[0115] 硬脂酸锌 0.8phr

[0116] 上述试样 3.5phr

[0117] 在178℃辊式混炼5分钟,在178℃进行压缩成型压制处理。得到的片的级别3的时间为75分钟,级别5的时间为115分钟。

[0118] 实施例4

[0119] (水滑石型化合物颗粒粉末的制作)

[0120] 在纯水中溶解101.9g六水合氯化镁结晶、26.0g一水合氯化锌结晶和80.5g六水合氯化铝结晶。另外,在纯水中溶解35.7g碳酸钠结晶,再加入136.1ml氢氧化钠(12N)和纯水。在之前的混合有六水合氯化镁结晶、一水合氯化锌结晶和六水合氯化铝结晶的水溶液中投入该碱溶液,升温至95℃,在95℃搅拌8小时。使全量为1L,将其移入高压釜,边在165℃搅拌7小时边老化。

[0121] 接着,边搅拌该反应浆料,边调整为70℃,将pH调整为9.9。以该状态投入在热水(80℃)中溶解有2.5g棕榈酸钠的溶液。将其老化0.7小时。过滤后,以2L 45℃的pH11

稀氢氧化钠水溶液水洗,之后,以 16L 45℃的纯水水洗,在 125℃干燥 8 小时。得到的试样的比表面积为 10.2m<sup>2</sup>/g。

[0122] (含氯树脂组合物的制作和评价)

[0123] 使用上述水滑石型化合物颗粒粉末,制成以下的含氯树脂组合物(软质组成)。

[0124] 含氯树脂组合物 100phr

[0125] DOP 55phr

[0126] 硬脂酸锌 0.6phr

[0127] 上述试样 3.0phr

[0128] 在 158℃辊式混炼 5 分钟,在 158℃进行压缩成型压制处理。得到的片的级别 3 的时间为 75 分钟,级别 5 的时间为 120 分钟。

[0129] 实施例 5

[0130] (水滑石型化合物颗粒粉末的制作)

[0131] 在纯水中溶解 141.0g 六水合氯化镁结晶和 74.3g 六水合氯化铝结晶。另外,在纯水中溶解 32.9g 碳酸钠结晶,再加入 163.5ml 氢氧化钠(12N)和纯水。在之前的混合有六水合氯化镁结晶和六水合氯化铝结晶的水溶液中投入该碱溶液,升温至 75℃,在 75℃搅拌 15 小时。使全量为 1L,将其移入高压釜,边在 170℃搅拌 9 小时边老化。

[0132] 接着,边搅拌该反应浆料,边调整为 70℃,将 pH 调整为 10.9。以该状态投入在热水(80℃)中溶解有 2.0g 月桂酸钠的溶液。将其老化 0.9 小时。过滤后,以 2L 40℃的 pH12 稀氢氧化钠水溶液水洗,之后,以 15L 40℃的纯水水洗,在 125℃干燥 8 小时。得到的试样的比表面积为 10.4m<sup>2</sup>/g。

[0133] (含氯树脂组合物的制作和评价)

[0134] 使用上述水滑石型化合物颗粒粉末,制成以下的含氯树脂组合物(软质组成)。

[0135] 含氯树脂组合物 100phr

[0136] DOP 55phr

[0137] 硬脂酸锌 0.6phr

[0138] 上述试样 3.0phr

[0139] 在 158℃辊式混炼 5 分钟,在 158℃进行压缩成型压制处理。得到的片的级别 3 的时间为 90 分钟,级别 5 的时间为 110 分钟。

[0140] 实施例 6

[0141] (水滑石型化合物颗粒粉末的制作)

[0142] 在纯水中溶解 149.8g 六水合硝酸镁结晶、25.0g 六水合硝酸锌结晶和 125.0g 九水合硝酸铝结晶。另外,在纯水中 35.7g 碳酸钠结晶,再加入 126.4ml 氢氧化钠(12N)和纯水。在之前的混合有六水合硝酸镁结晶、六水合硝酸锌结晶和九水合硝酸铝结晶的水溶液中投入该碱溶液,升温至 90℃,在 90℃搅拌 10 小时。使全量为 1L,将其移入高压釜,边在 175℃搅拌 8 小时边老化。

[0143] 接着,边搅拌该反应浆料,边调整为 62℃,将 pH 调整为 10.0。以该状态投入在热水(80℃)中溶解有 2.5g 硬脂酸钠的溶液。将其老化 0.6 小时。过滤后,以 2L 45℃的 pH11.5 稀氢氧化钠水溶液水洗,之后,以 15L 45℃的纯水水洗,在 125℃干燥 8 小时。得到的试样的比表面积为 9.8m<sup>2</sup>/g。

[0144] (含氯树脂组合物的制作和评价)

[0145] 使用上述水滑石型化合物颗粒粉末,制成为以下的含氯树脂组合物(软质组成)。

[0146] 含氯树脂组合物 100phr

[0147] TOTM 60phr

[0148] 硬脂酸锌 0.7phr

[0149] 上述试样 3.3phr

[0150] 在 162℃辊式混炼 5 分钟,在 162℃进行压缩成型压制处理。得到的片的级别 3 的时间为 80 分钟,级别 5 的时间为 110 分钟。

[0151] 实施例 7

[0152] (水滑石型化合物颗粒粉末的制作)

[0153] 在纯水中溶解 171.2g 六水合硝酸镁结晶和 125.0g 九水合硝酸铝结晶。另外,在纯水中 35.7g 碳酸钠结晶,再加入 126.4ml 氢氧化钠(12N)和纯水。在之前的混合有六水合硝酸镁结晶和九水合硝酸铝结晶的水溶液中投入该碱溶液,升温至 90℃,在 90℃搅拌 10 小时。使全量为 1L,将其移入高压釜,边在 130℃搅拌 5 小时边老化。

[0154] 接着,边搅拌该反应浆料,边调整为 62℃,将 pH 调整为 10.0。以该状态投入在热水(80℃)中溶解有 2.5g 硬脂酸钠的溶液。将其老化 0.6 小时。过滤后,以 3L 60℃的 pH11 稀氢氧化钠水溶液水洗,之后,以 25L 60℃的纯水水洗,在 125℃干燥 8 小时。得到的试样的比表面积为 19.2m<sup>2</sup>/g。

[0155] (含氯树脂组合物的制作和评价)

[0156] 使用上述水滑石型化合物颗粒粉末,制成为以下的含氯树脂组合物(软质组成)。

[0157] 含氯树脂组合物 100phr

[0158] DOP 55phr

[0159] 硬脂酸锌 0.6phr

[0160] 上述试样 3.0phr

[0161] 在 158℃辊式混炼 5 分钟,在 158℃进行压缩成型压制处理。得到的片的级别 3 的时间为 80 分钟,级别 5 的时间为 115 分钟。

[0162] 实施例 8

[0163] (水滑石型化合物颗粒粉末的制作)

[0164] 在纯水中溶解 176.3g 七水合硫酸镁结晶和 69.4g 八水合硫酸铝结晶。另外,在纯水中 30.6g 碳酸钠结晶,再加入 152.4ml 氢氧化钠(12N)和纯水。在之前的混合有七水合硫酸镁结晶和八水合硫酸铝结晶的水溶液中投入该碱溶液,升温至 90℃,在 90℃搅拌 10 小时。使全量为 1L,将其移入高压釜,边在 145℃搅拌 6 小时边老化。

[0165] 接着,边搅拌该反应浆料,边调整为 65℃,将 pH 调整为 11.9。以该状态投入在热水(80℃)中溶解有 1.9g 月桂酸钠的溶液。将其老化 0.8 小时。过滤后,以 2L 40℃的 pH13 稀氢氧化钠水溶液水洗,之后,以 15L 45℃的纯水水洗,在 125℃干燥 8 小时。得到的试样的比表面积为 9.3m<sup>2</sup>/g。

[0166] (含氯树脂组合物的制作和评价)

[0167] 使用上述水滑石型化合物颗粒粉末,制成以下的含氯树脂组合物(半硬质组成)。

[0168] 含氯树脂组合物 100phr

[0169] DOP 20phr

[0170] 硬脂酸锌 0.8phr

[0171] 上述试样 3.5phr

[0172] 在 178℃ 辊式混炼 5 分钟, 在 178℃ 进行压缩成型压制处理。得到的片的级别 3 的时间为 75 分钟, 级别 5 的时间为 110 分钟。

[0173] 实施例 9

[0174] (水滑石型化合物颗粒粉末的制作)

[0175] 在纯水中溶解 101.9g 六水合氯化镁结晶、26.0g 一水合氯化锌结晶和 80.5g 六水合氯化铝结晶。另外, 在纯水中 35.7g 碳酸钠结晶, 再加入 136.1ml 氢氧化钠 (12N) 和纯水。在之前的混合有六水合氯化镁结晶、一水合氯化锌结晶和六水合氯化铝结晶的水溶液中投入该碱溶液, 升温至 95℃, 在 95℃ 搅拌 8 小时。使全量为 1L, 将其移入高压釜, 边在 165℃ 搅拌 7 小时边老化。

[0176] 接着, 边搅拌该反应浆料, 边调整为 70℃, 将 pH 调整为 11.7。以该状态投入在热水 (80℃) 中溶解有 2.5g 棕榈酸钠的溶液。将其老化 0.7 小时。过滤后, 以 2L 55℃ 的 pH13 稀氢氧化钠水溶液水洗, 之后, 以 16L 45℃ 的纯水水洗, 在 125℃ 干燥 8 小时。得到的试样的比表面积为 10.1m<sup>2</sup>/g。

[0177] (含氯树脂组合物的制作和评价)

[0178] 使用上述水滑石型化合物颗粒粉末, 制成以下的含氯树脂组合物 (软质组成)

[0179] 含氯树脂组合物 100phr

[0180] DOP 55phr

[0181] 硬脂酸锌 0.6phr

[0182] 上述试样 3.0phr

[0183] 在 158℃ 辊式混炼 5 分钟, 在 158℃ 进行压缩成型压制处理。得到的片的级别 3 的时间为 75 分钟, 级别 5 的时间为 110 分钟。

[0184] 实施例 10

[0185] (水滑石型化合物颗粒粉末的制作)

[0186] 在纯水中溶解 141.0g 六水合氯化镁结晶和 74.3g 六水合氯化铝结晶。另外, 在纯水中 32.9g 碳酸钠结晶, 再加入 203.5ml 氢氧化钠 (12N) 和纯水。在之前的混合有六水合氯化镁结晶和六水合氯化铝结晶的水溶液中投入该碱溶液, 之后, 投入溶解有 4.50g 二水合氯化钙结晶的水溶液, 升温至 75℃。在 75℃ 搅拌 15 小时。使全量为 1L, 将其移入高压釜, 边在 170℃ 搅拌 9 小时边老化。

[0187] 接着, 边搅拌该反应浆料, 边调整为 70℃, 将 pH 调整为 10.9。以该状态投入在热水 (80℃) 中溶解有 2.0g 月桂酸钠的溶液。将其老化 0.9 小时。过滤后, 以 2L 40℃ 的 pH12 稀氢氧化钠水溶液水洗, 之后, 以 15L 40℃ 的纯水水洗, 在 125℃ 干燥 8 小时。得到的试样的比表面积为 10.0m<sup>2</sup>/g。Mg/Ca/Al 的摩尔比为 2.40/0.10/1.00。

[0188] (含氯树脂组合物的制作和评价)

[0189] 使用上述水滑石型化合物颗粒粉末, 制成以下的含氯树脂组合物 (软质组成)。

[0190] 含氯树脂组合物 100phr

[0191] DOP 55phr

[0192] 硬脂酸锌 0.6phr

[0193] 上述试样 3.0phr

[0194] 在 158℃辊式混炼 5 分钟,在 158℃进行压缩成型压制处理。得到的片的级别 3 的时间为 90 分钟,级别 5 的时间为 110 分钟。

[0195] 实施例 11

[0196] (水滑石型化合物颗粒粉末的制作)

[0197] 在纯水中溶解 101.9g 六水合氯化镁结晶、23.4g 一水合氯化锌结晶和 80.5g 六水合氯化铝结晶。另外,在纯水中 35.7g 碳酸钠结晶,再加入 136.1ml 氢氧化钠 (12N) 和纯水。在之前的混合有六水合氯化镁结晶、一水合氯化锌结晶和六水合氯化铝结晶的水溶液中投入该碱溶液,升温至 95℃,在 95℃搅拌 8 小时。使全量为 1L,将其移入高压釜,边在 165℃搅拌 7 小时边老化。之后,添加混合 1.4g 氧化锌。

[0198] 接着,边搅拌该反应浆料,边调整为 70℃,将 pH 调整为 11.7。以该状态投入在热水 (80℃) 中溶解有 2.5g 棕榈酸钠的溶液。将其老化 0.7 小时。过滤后,以 2L 45℃的 pH12.5 稀氢氧化钠水溶液,之后,以 16L 45℃的纯水水洗,在 125℃干燥 8 小时。得到的试样的比表面积为 10.7m<sup>2</sup>/g。

[0199] (含氯树脂组合物的制作和评价)

[0200] 使用上述水滑石型化合物颗粒粉末,制成以下的含氯树脂组合物 (软质组成)。

[0201] 含氯树脂组合物 100phr

[0202] DOP 55phr

[0203] 硬脂酸锌 0.6phr

[0204] 上述试样 3.0phr

[0205] 在 158℃辊式混炼 5 分钟,在 158℃进行压缩成型压制处理。得到的片的级别 3 的时间为 80 分钟,级别 5 的时间为 110 分钟。

[0206] 比较例 1

[0207] (水滑石型化合物颗粒粉末的制作)

[0208] 边搅拌边混合在纯水中使 26.9g 氧化镁分散的浆料和 81.0g 八水合硫酸铝结晶。另外,在纯水中 35.7g 碳酸钠结晶,再加入 58.3ml 氢氧化钠 (12N) 和纯水。在之前的混合有氧化镁和八水合硫酸铝结晶的浆料中投入该碱溶液,升温至 80℃,在 80℃搅拌 5 小时。使全量为 1L,将其移入高压釜,边在 175℃搅拌 4 小时边老化。

[0209] 接着,边搅拌该反应浆料,边调整为 72℃,将 pH 调整为 8.9。以该状态投入在热水 (80℃) 中溶解有 2.3g 棕榈酸钠的溶液。将其老化 0.7 小时。过滤后,以 15L 40℃的纯水水洗,在 125℃干燥 8 小时。得到的试样的比表面积为 11.3m<sup>2</sup>/g。

[0210] (含氯树脂组合物的制作和评价)

[0211] 使用上述水滑石型化合物颗粒粉末,制成为以下的含氯树脂组合物 (软质组成)。

[0212] 含氯树脂组合物 100phr

[0213] DOP 55phr

[0214] 硬脂酸锌 0.6phr

[0215] 上述试样 3.0phr

[0216] 在 158℃辊式混炼 5 分钟,在 158℃进行压缩成型压制处理。得到的片的级别 3 的

时间为 50 分钟,级别 5 的时间为 90 分钟。

[0217] 比较例 2

[0218] (水滑石型化合物颗粒粉末的制作)

[0219] 在纯水中溶解 176.3g 七水合硫酸镁结晶和 69.4g 八水合硫酸铝结晶。另外,在纯水中 30.6g 碳酸钠结晶,再加入 152.4ml 氢氧化钠 (12N) 和纯水。在之前的混合有七水合硫酸镁结晶和八水合硫酸铝结晶的水溶液中投入该碱溶液,升温至 90℃,在 90℃搅拌 10 小时。使全量为 1L,将其移入高压釜,边在 145℃搅拌 6 小时边老化。

[0220] 接着,边搅拌该反应浆料,边调整为 65℃,将 pH 调整为 9.0。以该状态投入在热水 (80℃) 中溶解有 1.9g 月桂酸钠的溶液。将其老化 0.8 小时。过滤后,以 15L 45℃的纯水水洗,在 125℃干燥 8 小时。得到的试样的比表面积为 9.5m<sup>2</sup>/g。

[0221] (含氯树脂组合物的制作和评价)

[0222] 使用上述水滑石型化合物颗粒粉末,制成以下的含氯树脂组合物 (半硬质组成)。

[0223] 含氯树脂组合物 100phr

[0224] DOP 20phr

[0225] 硬脂酸锌 0.8phr

[0226] 上述试样 3.5phr

[0227] 在 178℃辊式混炼 5 分钟,在 178℃进行压缩成型压制处理。得到的片的级别 3 的时间为 55 分钟,级别 5 的时间为 95 分钟。

[0228] 比较例 3

[0229] (水滑石型化合物颗粒粉末的制作)

[0230] 在纯水中溶解 101.9g 六水合氯化镁结晶、26.0g 一水合氯化锌结晶和 80.5g 六水合氯化铝结晶。另外,在纯水中 35.7g 碳酸钠结晶,再加入 136.1ml 氢氧化钠 (12N) 和纯水。在之前的混合有六水合氯化镁结晶、一水合氯化锌结晶和六水合氯化铝结晶的水溶液中投入该碱溶液,升温至 95℃,在 95℃搅拌 8 小时。使全量为 1L,将其移入高压釜,边在 165℃搅拌 7 小时边老化。

[0231] 接着,边搅拌该反应浆料,边调整为 70℃,将 pH 调整为 9.1。以该状态投入在热水 (80℃) 中溶解有 2.5g 棕榈酸钠的溶液。将其老化 0.7 小时。过滤后,以 25L 45℃的纯水水洗,在 125℃干燥 8 小时。得到的试样的比表面积为 9.5m<sup>2</sup>/g。

[0232] (含氯树脂组合物的制作和评价)

[0233] 使用上述水滑石型化合物颗粒粉末,制成以下的含氯树脂组合物 (软质组成)。

[0234] 含氯树脂组合物 100phr

[0235] DOP 55phr

[0236] 硬脂酸锌 0.6phr

[0237] 上述试样 3.0phr

[0238] 在 158℃辊式混炼 5 分钟,在 158℃进行压缩成型压制处理。得到的片的级别 3 的时间为 60 分钟,级别 5 的时间为 95 分钟。

[0239] 比较例 4

[0240] (水滑石型化合物颗粒粉末的制作)

[0241] 在纯水中溶解 171.2g 六水合硝酸镁结晶和 125.0g 九水合硝酸铝结晶。另外,在纯

水中 35.7g 碳酸钠结晶,再加入 126.4ml 氢氧化钠 (12N) 和纯水。在之前的混合有六水合硝酸镁结晶和九水合硝酸铝的水溶液中投入该碱溶液,升温至 90℃,在 90℃搅拌 10 小时。使全量为 1L,将其移入高压釜,边在 130℃搅拌 5 小时边老化。

[0242] 接着,边搅拌该反应浆料,边调整为 62℃,将 pH 调整为 8.6。以该状态投入在热水 (80℃) 中溶解有 2.5g 硬脂酸钠的溶液。将其老化 0.6 小时。过滤后,以 25L 60℃的纯水水洗,在 125℃干燥 8 小时。得到的试样的比表面积为 18.9m<sup>2</sup>/g。

[0243] (含氯树脂组合物的制作和评价)

[0244] 使用上述水滑石型化合物颗粒粉末,制成以下的含氯树脂组合物(软质组成)。

[0245] 含氯树脂组合物 100phr

[0246] DOP 55phr

[0247] 硬脂酸锌 0.6phr

[0248] 上述试样 3.0phr

[0249] 在 158℃辊式混炼 5 分钟,在 158℃进行压缩成型压制处理。得到的片的级别 3 的时间为 60 分钟,级别 5 的时间为 85 分钟。

[0250] 比较例 5

[0251] (水滑石型化合物颗粒粉末的制作)

[0252] 在纯水中溶解 176.3g 七水合硫酸镁结晶和 69.4g 八水合硫酸铝结晶。另外,在纯水中 30.6g 碳酸钠结晶,再加入 122.4ml 氢氧化钠 (12N) 和纯水。在之前的混合有七水合硫酸镁结晶和八水合硫酸铝的水溶液中投入该碱溶液,升温至 90℃,在 90℃搅拌 10 小时。使全量为 1L,将其移入高压釜,边在 145℃搅拌 6 小时边老化。

[0253] 接着,边搅拌该反应浆料,边调整为 65℃,将 pH 调整为 7.4。以该状态投入在热水 (80℃) 中溶解有 1.9g 月桂酸钠的溶液。将其老化 0.8 小时。过滤后,以 15L 45℃的纯水水洗,在 125℃干燥 8 小时。得到的试样的比表面积为 9.7m<sup>2</sup>/g。

[0254] (含氯树脂组合物的制作和评价)

[0255] 使用上述水滑石型化合物颗粒粉末,制成以下的含氯树脂组合物(半硬质组成)。

[0256] 含氯树脂组合物 100phr

[0257] DOP 20phr

[0258] 硬脂酸锌 0.8phr

[0259] 上述试样 3.5phr

[0260] 在 178℃辊式混炼 5 分钟,在 178℃进行压缩成型压制处理。得到的片的级别 3 的时间为 60 分钟,级别 5 的时间为 95 分钟。

[0261]

[表 1]

|        | Mg / Zn / Al<br>(摩尔比) | 比表面积<br>(m <sup>2</sup> / g) | 可溶性盐                                   |                                       |                         |                                                                                          | Na<br>(ppm) | 电阻<br>(Ω·cm)         | 热稳定性试验的时间    |              |
|--------|-----------------------|------------------------------|----------------------------------------|---------------------------------------|-------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------|-------------|----------------------|--------------|--------------|
|        |                       |                              | SO <sub>4</sub> <sup>2+</sup><br>(ppm) | NO <sub>3</sub> <sup>-</sup><br>(ppm) | C <sup>-</sup><br>(ppm) | SO <sub>4</sub> <sup>2+</sup> 、NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> 和Cl <sup>-</sup> 合计<br>(ppm) |             |                      | 级别 3<br>(分钟) | 级别 5<br>(分钟) |
| 实施例 1  | 2.0/-/1.0             | 11                           | 28                                     | 3                                     | 5                       | 36                                                                                       | 156         | 5.0×10 <sup>14</sup> | 80           | 120          |
| 实施例 2  | 2.0/0.5/1.0           | 10                           | 35                                     | 4                                     | 3                       | 42                                                                                       | 216         | 4.6×10 <sup>14</sup> | 75           | 115          |
| 实施例 3  | 2.5/-/1.0             | 9                            | 20                                     | 2                                     | 8                       | 30                                                                                       | 264         | 5.3×10 <sup>14</sup> | 75           | 115          |
| 实施例 4  | 1.5/0.5/1.0           | 10.2                         | 5                                      | 3                                     | 34                      | 42                                                                                       | 204         | 4.9×10 <sup>14</sup> | 75           | 120          |
| 实施例 5  | 2.25/-/1.0            | 10.4                         | 3                                      | 1                                     | 29                      | 33                                                                                       | 306         | 5.7×10 <sup>14</sup> | 90           | 110          |
| 实施例 6  | 1.75/0.25/1.0         | 9.8                          | 4                                      | 29                                    | 3                       | 36                                                                                       | 276         | 8.1×10 <sup>14</sup> | 80           | 110          |
| 实施例 7  | 2.0/-/1.0             | 19.2                         | 6                                      | 34                                    | 7                       | 47                                                                                       | 222         | 4.7×10 <sup>14</sup> | 80           | 115          |
| 实施例 8  | 2.5/-/1.0             | 9.3                          | 18                                     | 2                                     | 6                       | 26                                                                                       | 540         | 4.5×10 <sup>14</sup> | 75           | 110          |
| 实施例 9  | 1.5/0.5/1.0           | 10.1                         | 4                                      | 3                                     | 27                      | 34                                                                                       | 486         | 4.3×10 <sup>14</sup> | 75           | 110          |
| 实施例 10 | 2.4/-/1.0             | 10.0                         | 4                                      | 2                                     | 33                      | 39                                                                                       | 324         | 5.8×10 <sup>14</sup> | 90           | 110          |
| 实施例 11 | 1.5/0.5/1.0           | 10.7                         | 3                                      | 5                                     | 30                      | 38                                                                                       | 421         | 4.1×10 <sup>14</sup> | 80           | 110          |
| 比较例 1  | 2.0/-/1.0             | 11.3                         | 69                                     | 5                                     | 12                      | 86                                                                                       | 809         | 1.1×10 <sup>14</sup> | 50           | 90           |
| 比较例 2  | 2.5/-/1.0             | 9.5                          | 101                                    | 9                                     | 16                      | 126                                                                                      | 776         | 0.8×10 <sup>14</sup> | 55           | 95           |
| 比较例 3  | 1.5/0.5/1.0           | 9.5                          | 12                                     | 5                                     | 81                      | 98                                                                                       | 906         | 1.4×10 <sup>14</sup> | 60           | 95           |
| 比较例 4  | 2.0/-/1.0             | 18.9                         | 8                                      | 79                                    | 9                       | 96                                                                                       | 783         | 1.5×10 <sup>14</sup> | 60           | 85           |
| 比较例 5  | 2.5/-/1.0             | 9.7                          | 112                                    | 7                                     | 15                      | 134                                                                                      | 32          | 1.9×10 <sup>14</sup> | 60           | 95           |

[0262] 工业上的可利用性

[0263] 在使用本发明的水滑石型颗粒粉末的含氯树脂组合物材料中,能够使树脂组合物

的电绝缘性、着色性和热稳定性改善。因此,能够展开更多的应用。