(19)日本国特許庁(JP)　(12)特　許　公　報(B2)　(11)特許番号
特許第3589464号
(P3589464)
(45)発行日　平成16年11月17日(2004.11.17)　(24)登録日　平成16年8月27日(2004.8.27)

(51)Int.Cl.[7]	F I	
C06D 5/00	C06D 5/00	Z
B60R 21/26	B60R 21/26	
C06B 29/00	C06B 29/00	
C06B 29/02	C06B 29/02	
C06C 9/00	C06C 9/00	

請求項の数 4　(全 7 頁)

(21)出願番号　特願平7-525686
(86)(22)出願日　平成7年3月3日(1995.3.3)
(65)公表番号　特表平8-511233
(43)公表日　平成8年11月26日(1996.11.26)
(86)国際出願番号　PCT/US1995/002510
(87)国際公開番号　WO1995/026945
(87)国際公開日　平成7年10月12日(1995.10.12)
審査請求日　平成13年10月11日(2001.10.11)
(31)優先権主張番号　08/222,543
(32)優先日　平成6年4月4日(1994.4.4)
(33)優先権主張国　米国(US)

(73)特許権者
オートモーティブ　システムズ　ラボラトリー　インコーポレーテッド
アメリカ合衆国　ミシガン州４８３３１，ファーミントン　ヒルズ，スイート　Ｂ―１２，　ハガーティー　ロード　２７２００
(74)代理人
弁理士　葛和　清司
(72)発明者　カンダディア，パレシュ　エス．
アメリカ合衆国　ミシガン州４８３０９，ロチェスター　ヒルズ，トレイルウッド　ドライブ　２８６１

審査官　山田　泰之

最終頁に続く

(54)【発明の名称】インフレータガス発生装置用の点火組成物

(57)【特許請求の範囲】

【請求項１】

車両乗員拘束システムのインフレータで使用されるガス発生組成物の点火方法であって、アルカリ金属塩素酸塩、アルカリ土類金属塩素酸塩またはそれらの混合物からなる群から選択される酸化剤を、炭水化物またはその混合物からなる群から選択される燃料と湿式混合して、自己点火組成物を生成する工程であって、前記酸化剤と燃料とを、水、エチルアルコールまたはそれらの混合物の存在の下に湿式混合する工程；

前記含水自己点火組成物を乾燥させる工程；

前記自己点火組成物をインフレータ内でガス発生組成物に隣接して配置する工程；およびこの乾燥した自己点火組成物を自己点火点に選択的に到達させて、ここで自己点火組成物がガス発生組成物を発火させる工程、

を含む、前記方法。

【請求項２】

インフレータが、アルミニウムから形成されている少なくとも１部分を有する容器を含む、請求項１に記載の方法。

【請求項３】

炭水化物が、ガラクトース、グルコース、リボース、ピルビン酸およびアスコルビン酸からなる群から選択される、請求項１に記載の方法。

【請求項４】

酸化剤が塩素酸カリウムである、請求項１に記載の方法。

【発明の詳細な説明】

発明の背景

本発明は、点火組成物に関するものであり、さらに特に車両乗員拘束システムに使用されるインフレータ　ガス発生装置用の点火組成物に関するものである。自動車乗員拘束システム用のインフレータ加圧容器としては、スチール製キャニスターが常用されている。これはスチールが上昇温度において比較的高い強度を有するからである。しかしながら、車両重量減少の観点から、このような加圧容器にスチールに代えてアルミニウムの使用が再び重要視されている。

車両乗員拘束インフレータシステムが合格しなければならない試験の一つに、インフレータのガス発生物質が発火し、燃焼することが予想されるが、インフレータ加圧容器が破裂するかまたは破片を飛び散らすことがないことを試験する、火炎露出試験がある。スチールは当該ガスが自己発火する温度よりも充分に高い周辺温度において、その強度の大部分を保有することから、スチール製加圧容器は、この試験に比較的容易に合格する。しかしながら、アルミニウムは温度の上昇にしたがいその強度を急速に喪失し、高い周辺温度とガス発生物質の発火に際して発生する圧力および高い内部温度との組み合わせに耐えることができないことがある。しかしながら、インフレータのガス発生物質が比較的低い温度、例えば135℃（275°F）～210℃（410°F）において自己点火することができる場合には、このインフレータ　キャニスターはアルミニウムから製造することができる。

アルミニウム製加圧容器で使用するために、従来提供された自己点火組成物はには問題があった。従来技術で見出された信頼できない自己点火組成物の例がアダムス（Adams）等が獲得した米国特許第4,561,675号に記載されており、ここにはデュポン（Dupont）3031単一基材無煙粉末（single base smokeless powder）の使用が開示されている。このような無煙粉末は、約177℃
(≒３５０°Ｆ)
の望ましい温度で自己点火するが、ほとんどがニトロセルロースからなるものである。推進剤分野の当業者にとって明白なように、ニトロセルロースは、自動車用途における特別の要件である高温における長期間安定性を有していない。

さらにプール（Poole）の米国特許第5,084,118号には別種の自己点火組成物が記載されており、この組成物は５－アミノテトラゾール、塩素酸カリウムまたはナトリウム、および2,4－ジニトロフェニルヒドラジンからなる。この米国特許第5,084,118号に記載の組成物は、約177℃
(≒３５０°Ｆ)
に加熱されると、自己点火し、ガス発生物質を発火させるが、この組成物は充分に満足なものであるとは証明されなかった。その製造にはヘキサンおよびキシレンが使用されることから、これらの組成物の製造は困難であり、かつまた危険を伴う。ヘキサンは低い沸騰温度を有し、従って注意深い取扱いが必要であり、他方キシレンには発癌性の疑いがある。さらにまた、この米国特許第5,084,118号に記載の組成物は、長期間の時間経過後には有効ではない。車両の全寿命期間にわたり、広範囲の温度にさらされるにもかかわらず、信頼できる点火性を確保するためには、車両乗員拘束インフレータ　システムは経時変化要件に合格しなければならない。

発明の要旨

本発明は、酸化剤、例えば塩素酸カリウムを、１種または２種以上の炭水化物を含む燃料と湿式混合することを含む点火組成物および点火方法を提供することによって、前記問題を解消する。本発明の点火組成物は自動車乗員拘束システムで使用され、約135℃
(≒２７５°Ｆ)
～210℃
(≒４１０°Ｆ)
に加熱されると、自己点火し、ガス発生物質を発火させる。従ってガス発生物質およびガス発生物質により発生されるガスを含有させるための容器として、アルミニウム製加圧容器の使用を可能にする。本発明の点火組成物は高温における長期間の時間経過によっても

比較的影響を受けず、かつまた製造中に危険なもしくは発癌性の溶剤を使用しない。さらにまた、本発明の点火組成物のエネルギー生産量は車両乗員拘束システムにガス発生組成物とともに使用するのに適する大きさを有する。

さらにまた、本発明は車両乗員拘束システムのインフレータで使用されるガス発生組成物の点火方法を提供し、この方法はアルカリ金属塩素酸塩、アルカリ土類金属塩素酸塩またはその混合物からなる群から選択される酸化剤と炭水化物またはその混合物からなる群から選択される燃料とを湿式混合する工程であって、当該酸化剤と燃料とを水、エチルアルコールまたはその混合物の存在の下に湿式混合する工程、この含水自己点火組成物を乾燥させる工程、この自己点火組成物をインフレータ内でガス発生組成物に隣接して配置する工程、およびこの乾燥した自己点火組成物を自己点火点に選択的に到着させ、ここで自己点火組成物がガス発生組成物を発火させる工程からなる。

好適態様の詳細な説明

本発明の点火組成物は、酸化剤と燃料との混合物を含む。この酸化剤は、アルカリ金属塩素酸塩、アルカリ土類金属塩素酸塩またはその混合物からなる群から選択され、好ましくは塩素酸カリウムまたはナトリウムから選択される。本発明によれば、塩素酸カリウム（$KClO_3$）が酸素に富んでおり、39.17重量％の酸素を含有し、非常に反応性であり、かつまた伝播燃焼を受入れる。塩素酸カリウムは、低感受性の酸化剤、例えば過塩素酸カリウム、過塩素酸アンモニウム、硝酸ナトリウムおよび硝酸カリウムよりも好適である。これらの低感受性の酸化剤は迅速自己点火をもたらすのに充分な反応性を有していない。

さらに、本発明に従う場合に、当該点火組成物は、充分に低い自己点火温度、すなわちアルミニウム製加圧容器で使用するのに適する点火組成物であるための約135℃（275°F）～210℃（410°F）の自己点火温度を得るために、燃料との混合物として前記酸化剤を含有する。塩素酸カリウムと大部分の有機燃料との混合物は望ましくない高い点火温度を示し、アルミニウム製加圧容器で使用することができない。しかしながら、低融点を有する、容易に分解する有機燃料は塩素酸カリウムとより反応性であり、より低い自己点火温度を有し、かつまたアルミニウム製加圧容器で使用するのに適している。

さらに詳細に言えば、この低融点を有する、容易に分解する有機燃料は１種または２種以上の炭水化物から選択される。炭水化物が示す分解温度が低いことから、塩素酸カリウムと１種または２種以上の炭水化物との混合物は、約135℃（275°F）～210℃（410°F）の自己点火温度を具備している。例えば、単糖類、例えばＤ－グルコース、Ｄ－ガラクトース、Ｄ－リボース、ピルビン酸またはアスコルビン酸は有効な燃料であるが、二糖類および多糖類を使用することもできる。好ましくは、酸化剤として塩素酸カリウムを選択し、この化合物を約60重量％～約85重量％の濃度で存在させ、一方燃料としては、Ｄ－グルコースまたはＤ－ガラクトースを選択し、約15重量％～約40重量％の濃度で存在させる。

塩素酸カリウムのような酸化剤とＤ－リボースなどの炭水化物との燃焼反応の例には、下記の反応がある：

$$3C_5H_{10}O_5 + 10KClO_3 \rightarrow 10KCl + 15H_2O + 15CO_2$$

同様に、塩素酸カリウムと別種の燃料、例えばアスコルビン酸との燃焼反応の例には、下記の反応がある：

$$3C_6H_8O_6 + 10KClO_3 \rightarrow 10KCl + 18CO_2 + 12H_2O$$

本発明によれば、前記酸化剤との混合物中における炭水化物は効果的な燃料であるが、硫黄は点火組成物中で使用する実用的燃料ではないことが注目される。硫黄と塩素酸カリウムとの混合物は極めて不安定で爆発性であり、非常に危険であり、約100℃（212°F）～110℃（230°F）の非常に低い分解温度を有し、従ってインフレータ　ガス発生物質用の点火組成物としては有効ではない。

さらにまた、塩素酸カリウムと有機燃料との稀釈した混合物でさえも付随する爆発の危険があるにもかかわらず、本発明の組成物は固有の安全性を有していると同時に、適当な自己点火温度に到達する。さらに詳細には、本発明に従い、以下の例に記載するように、当該点火組成物は水、エチルアルコール、またはその混合物を使用する湿式法により製造される。すなわち、突発的点火が排除されると同時に、比較的低い自己点火温度が得られる

。本発明の組成物はまた、その製造操作中におけるヘキサンおよびキシレンなどの毒性溶剤の使用が排除されることから、製造安全性が増加される。
動作に際して、本発明の組成物により発生される比較的低い自己点火温度、すなわち約135℃
(≒２７５° Ｆ)
～210℃
(≒４１０° Ｆ)
の温度は、高温における長期間の時間経過後でも、例えば107℃
(≒２２４° Ｆ)
で400時間後においても、維持される。従って、本発明の自己点火組成物は10年またはそれ以上でもありうる車両寿命全体にわたり広範囲の温度にさらされても、点火信頼性を確実に有する。
さらにまた、効果的なエネルギー生産量もまた、本発明のもう一つの利点である。本発明の点火組成物は車両乗員拘束システム用のガス発生組成物とともに使用するのに充分の発熱量を有する。動作に際して、自己点火物質は、ガス発生組成物の一部を発火温度に上昇させるのに充分な熱を生成しなければならない。要求される最低エネルギー生産量はガス発生組成物の種類および形態に依存して変わるが、800カロリー／グラムの発熱量値が代表的に効果的であり、本発明の組成物はこの数値を越える。
本発明を以下の代表的例により説明する。下記の組成は重量パーセントで示されている。
例１
次の組成を有するＤ－グルコースと塩素酸カリウムとの混合物を製造した：
Ｄ－グルコース　26.9%および$KClO_3$　73.1%
これらの原料物質の両方を乾燥させ、そして塩素酸カリウムはボールミルで粉砕した。この酸化剤および燃料を、遊星形ミキサーにおいて水とアルコールとの80/20混合物と配合した。次いで、この含水配合物を、広口スクリーン顆粒形成機を用いて顆粒に成形し、次いでこの顆粒形成した混合物を乾燥させた。この乾燥生成物を次いで、ふるい分けした。この顆粒形成した粉末を、示差走査熱量測定計（DSC）で試験し、138.9℃
(≒２８２° Ｆ)
の自己点火温度が観測された。発熱量値は、880カロリー／グラムであった。
107℃
(≒２２５° Ｆ)
で400時間にわたる、高温における長期間の経過時間後の、DSCは、0.1235%の重量損失を伴い、145℃（293° F）の発熱温度を示し、その発熱量値は902カロリー／グラムであった。
例２
次の組成を有するＤ－グルコースと塩素酸カリウムとの混合物を製造した：
Ｄ－グルコース　15%および$KClO_3$　85%
この混合物は例１に記載のとおりにして製造した。この混合物をDSCで試験し、その自己点火温度は133.0℃
(≒２７１° Ｆ)
であることが観測された。107℃で400時間にわたる高温における長期間の経過時間後に、この混合物は0.1235%の重量損失を伴い、144.0℃
(≒２９１° Ｆ)
で自己点火した。
例３
次の組成を有するＤ－グルコースと塩素酸カリウムとの混合物を製造した：
Ｄ－グルコース　20%および塩素酸カリウム　80%
この混合物は例１に記載のとおりにして製造した。この混合物をDSCで試験し、その自己点火温度は133.5℃
(≒２７２° Ｆ)

であることが観測された。107℃で400時間にわたる高温における長期間の経過時間後に、この混合物は0.1205%の重量損失を伴い、140.0℃
(≒284°F)
で自己点火した。

例４

例１に従い、Ｄ－グルコース　30%および$KClO_3$　70%の混合物を製造し、試験した。この混合物は、135.0℃
(≒275°F)
で自己点火し、燃焼した。107℃で400時間にわたる高温における長期間の経過時間後の自己点火温度は、0.1078%の重量損失を伴い、139.0℃
(≒282°F)

であることが観測された。

例５

例１に記載のとおりに、Ｄ－グルコース　40%および塩素酸カリウム　60%の混合物を製造し、試験した。その自己点火温度は136.5℃
(≒278°F)
であることが観測された。107℃で400時間にわたる高温における長期間の経過時間後に、この混合物は、0.1492%の重量損失を伴い、136.5℃
(≒278°F)
で自己点火した。

例６

例１に記載のとおりに、Ｄ－ガラクトース　26.875%および塩素酸カリウム　73.125%の混合物を製造した。この混合粉末をDSCで試験し、その自己点火温度は、940カロリー／グラムの発熱量値を伴い、162℃
(≒324°F)
であることが観測された。107℃で400時間にわたる高温における長期間の経過時間後に、そのDSCは、0.1532%の重量損失を伴い、149.0℃の自己点火発現温度を示した。

前記例の結果を下表にまとめて示す：

表Ｉ

例番号	D-グルコース (重量%)	塩素酸カリウム (重量%)	自己点火温度 (℃)	107℃で400時間の時間経過後の自己点火温度 (℃)	重量損失%
1	26.9%	73.1%	138.9	145.0	
2	15%	85%	133.0	144.0	0.1235
3	20%	80%	133.5	140.0	0.1205
4	30%	70%	135.0	139.0	0.1078
5	40%	60%	136.5	136.5	0.1492

表ＩＩ

例番号	D-ガラクトース（重量%）	塩素酸カリウム（重量%）	自己点火温度（℃）	107℃で400時間の時間経過後の自己点火温度（℃）	重量損失%
6	26.875%	73.125%	162.0	149.0	0.1532

本発明の好適態様を説明したが、本発明は次の請求の範囲に記載の範囲から逸脱することなく、修正することができるものと見做されるべきである。

フロントページの続き

(56)参考文献 特開平７－２０４８（ＪＰ，Ａ）
特開平５－１７０５８７（ＪＰ，Ａ）

(58)調査した分野(Int.Cl.[7]，ＤＢ名)
C06D 5/00
B60R 21/26
C06B 29/00
C06B 29/02
C06C 9/00