



**(19) 대한민국특허청(KR)**  
**(12) 공개특허공보(A)**

(11) 공개번호 10-2024-0017846  
(43) 공개일자 2024년02월08일

- (51) 국제특허분류(Int. Cl.)  
C08F 2/44 (2006.01) C08F 283/01 (2006.01)  
C08F 299/06 (2006.01) C08K 3/22 (2006.01)  
H01F 1/053 (2006.01)
- (52) CPC특허분류  
C08F 2/44 (2013.01)  
C08F 283/01 (2013.01)
- (21) 출원번호 10-2023-7043649
- (22) 출원일자(국제) 2022년05월26일  
심사청구일자 없음
- (85) 번역문제출일자 2023년12월18일
- (86) 국제출원번호 PCT/JP2022/021541
- (87) 국제공개번호 WO 2022/255217  
국제공개일자 2022년12월08일
- (30) 우선권주장  
JP-P-2021-093077 2021년06월02일 일본(JP)

- (71) 출원인  
도요보 엠씨 가부시키키가이샤  
일본 오사카후 오사카시 기타쿠 우메다 1초메 13  
반 1코 오사카 우메다 트윈 타워즈 사우스
- (72) 발명자  
후나오카 다이키  
일본 4520805 아이치켄 나고야시 니시쿠 이치바기  
쵸 390 도요보 가부시키키가이샤 나이
- (74) 대리인  
김진희, 김태홍

전체 청구항 수 : 총 7 항

(54) 발명의 명칭 **자성 분말을 포함하는 열경화성 조성물**

**(57) 요약**

유동성이 우수하고, 충분한 경화 속도를 갖는 자성 분말을 포함하는 조성물을 제공하는 것이며, 본 발명은 온도 30~150℃의 범위에 용점을 갖는 결정성 라디칼 중합성 화합물과, 자성 분말을 포함하는 열경화성 조성물이다.

(52) CPC특허분류

*C08F 299/06* (2013.01)

*C08K 3/22* (2013.01)

*H01F 1/053* (2013.01)

*C08K 2201/01* (2013.01)

---

## 명세서

### 청구범위

#### 청구항 1

온도 30~150℃의 범위에 용점을 갖는 결정성 라디칼 중합성 화합물과, 자성 분말을 포함하는 열경화성 조성물.

#### 청구항 2

제1항에 있어서, 상기 자성 분말을 80 질량% 이상 포함하는 열경화성 조성물.

#### 청구항 3

제1항에 있어서, 상기 자성 분말은 희토류 자성 분말인 열경화성 조성물.

#### 청구항 4

제1항에 있어서, 상기 열경화성 조성물의 플로우 테스트에 의한 용융 점도는, 상기 결정성 라디칼 중합성 화합물의 용점+20℃에서, 다이스 구멍 직경 0.5 mm, 길이 1 mm, 압력 30 kgf/cm<sup>2</sup>에 있어서 0.1 dPa·s 이상, 10000 dPa·s 이하인 열경화성 조성물.

#### 청구항 5

제1항 내지 제4항 중 어느 한 항에 기재된 열경화성 조성물을 경화하여 이루어지는 자성 부품.

#### 청구항 6

제1항 내지 제4항 중 어느 한 항에 기재된 열경화성 조성물을 경화하여 이루어지는 모터 유닛용 마그넷.

#### 청구항 7

제1항 내지 제4항 중 어느 한 항에 기재된 열경화성 조성물을 경화하여 이루어지는 모터 코어 마그넷.

## 발명의 설명

### 기술분야

[0001] 본 발명은 자성 분말을 포함하는 열경화성 조성물에 관한 것이다.

### 배경기술

[0002] 자성 분말을 포함하는 수지 조성물은 소결 자석보다 성형이 용이하기 때문에, 성형함으로써 예컨대 전기 자동차, PC나 청소기 등의 가전 제품, MRI 등의 의료 기기, 풍력 발전 등의 발전기 등 여러 가지 분야에서 자성 부품으로서 이용되고 있다.

[0003] 자성 분말을 포함하는 수지 조성물로서 예컨대 특허문헌 1에는 에폭시 수지와 경화제와, 경(硬)자성 입자를 포함하는 수지 조성물이 개시되어 있다.

### 선행기술문헌

#### 특허문헌

[0004] (특허문헌 0001) 특허문헌 1: 일본 특허 공개 제2020-163833호 공보

## 발명의 내용

### 해결하려는 과제

[0005] 최근, 기기의 소형화, 정밀화 등에 따라 자성 분말을 포함하는 수지 조성물에는 보다 높은 성형성이 요구되고

있다. 예컨대 자성 분말을 함유하는 수지 조성물은 유동성이 나빠도 압축 성형 등의 밀봉 성형으로 부품 성형할 수 있으나, 치수 정밀도가 나쁘고, 생산성도 낮다. 한편, 상온에서 액상의 수지 조성물은 자성 분말을 함유해도 높은 유동성을 갖지만 고점성이기 때문에 들러붙음이 발생하여 작업성이 나쁘고, 또한 주형 성형했을 때에 기포가 남기 쉬운 등의 문제가 있었다. 또한 고화 속도가 느린 수지 조성물에서는 성형 후에 완전 경화할 때까지 장시간을 요하고, 또한 애프터 큐어 등의 공정이 필요해지는 경우가 있었다. 따라서 자성 분말을 함유해도 높은 유동성을 갖고, 또한 우수한 성형성을 갖는 수지 조성물이 요구되고 있었다.

[0006] 본 발명은 상기와 같은 사정에 주목하여 이루어진 것으로서, 그 목적은, 유동성이 우수하고, 충분한 경화 속도를 갖는 자성 분말을 포함하는 조성물을 제공하는 것에 있다.

### 과제의 해결 수단

[0007] 상기 과제를 해결할 수 있었던 본 발명은 이하의 구성을 갖는다.

[0008] [1] 온도 30~150℃의 범위에 용점을 갖는 결정성 라디칼 중합성 화합물과, 자성 분말을 포함하는 열경화성 조성물.

[0009] [2] 상기 자성 분말을 80 질량% 이상 포함하는 상기 [1]에 기재된 열경화성 조성물.

[0010] [3] 상기 자성 분말은 희토류 자성 분말인 상기 [1] 또는 [2]에 기재된 열경화성 조성물.

[0011] [4] 상기 열경화성 조성물의 플로우 테스트에 의한 용융 점도는, 상기 결정성 라디칼 중합성 화합물의 용점+20℃에서, 다이스 구멍 직경 0.5 mm, 길이 1 mm, 압력 30 kgf/cm<sup>2</sup>에 있어서 0.1 dPa·s 이상, 10000 dPa·s 이하인 상기 [1]~[3] 중 어느 하나에 기재된 열경화성 조성물.

[0012] [5] 상기 [1]~[4] 중 어느 하나에 기재된 열경화성 조성물을 경화하여 이루어지는 자성 부품.

[0013] [6] 상기 [1]~[4] 중 어느 하나에 기재된 열경화성 조성물을 경화하여 이루어지는 모터 유닛용 마그넷.

[0014] [7] 상기 [1]~[4] 중 어느 하나에 기재된 열경화성 조성물을 경화하여 이루어지는 모터 코어 마그넷.

### 발명의 효과

[0015] 본 발명에 의하면, 유동성이 우수하고, 충분한 경화 속도를 갖는 자성 분말을 포함하는 열경화성 조성물을 제공할 수 있다. 따라서 본 발명의 열경화성 조성물은 여러 가지 자성 부품의 성형에 적용할 수 있고, 예컨대 모터 유닛용 마그넷이나 모터 코어 마그넷에 적합하다.

### 발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0016] 본 발명의 열경화성 조성물은, 온도 30~150℃의 범위에 용점을 갖는 결정성 라디칼 중합성 화합물과, 자성 분말을 적어도 포함하는 것을 특징으로 한다.

[0017] 본 발명에 있어서 상기 결정성 라디칼 중합성 화합물은 용점에 있어서 상전이하기 때문에 성형 시의 유동성이 양호하며, 라디칼 중합성이기 때문에 성형 후의 경화 속도가 빨라, 단시간에 성형 가능하다. 또한 상기 결정성 라디칼 중합성 화합물은 자성 분말의 함유량이 많아도 성형품의 형상 유지, 고강도화에 기여한다.

[0018] 결정성이란, 조성물을 시차 주사 열량 측정으로 -60℃로부터 200℃까지, 10℃/분의 승온 속도로 승온하여 얻어진 DSC 곡선에 있어서, 흡열 피크가 관측되는 것을 의미한다.

[0019] 또한, 결정성은 예컨대 후기 라디칼 중합성 화합물의 각 성분의 조합이나 배합 비율 등을 조정함으로써 얻어진다.

[0020] 라디칼 중합성 화합물로서는, 라디칼 중합 가능한 탄소-탄소 이중 결합(에틸렌성 이중 결합이라고도 한다)을 구비하는 것을 들 수 있다. 라디칼 중합성 화합물은, 라디칼 중합 가능한 탄소-탄소 이중 결합을 하나에 한하지 않고, 2개 이상 구비하고 있어도 좋고, 3개 이상 구비하고 있어도 좋다.

[0021] 결정성 라디칼 중합성 화합물로서, 결정성 에폭시(메트)아크릴레이트, 결정성 우레탄(메트)아크릴레이트, 결정성 폴리에스테르(메트)아크릴레이트, 결정성 폴리에테르(메트)아크릴레이트, 결정성 불포화 폴리에스테르, 및 결정성 라디칼 중합성 단량체로 이루어지는 군에서 선택되는 적어도 1종이 바람직하고, 결정성 에폭시(메트)아크릴레이트, 결정성 우레탄(메트)아크릴레이트, 결정성 폴리에스테르(메트)아크릴레이트, 결정성 폴리에테르(메트)아크릴레이트, 및 결정성 불포화 폴리에스테르로 이루어지는 군에서 선택되는 적어도 1종 등의 (메트)아크릴

로일기를 갖는 수지가 보다 바람직하다. 또한 「(메트)아크릴레이트」란 「아크릴레이트」 또는 「메타크릴레이트」를 의미한다.

- [0022] 상기 결정성 에폭시(메트)아크릴레이트로서, 예컨대, 1분자 중에 2개 이상의 글리시딜에테르기를 갖는 에폭시 수지에 아크릴산 또는 메타크릴산을 부가 반응시킴으로써 얻어지며, 분자 말단에 형성되는 아크릴레이트 또는 메타크릴레이트에 포함되는 이중 결합을 갖는 에폭시(메트)아크릴레이트를 들 수 있다.
- [0023] 구체적으로는, 비스페놀 A형 에폭시 수지의 (메트)아크릴레이트 부가물(비스페놀 A형 에폭시 수지에 (메트)아크릴산이 부가하여 (메트)아크릴레이트가 된 것을 말한다. 이하, 동일함), 수소 첨가 비스페놀 A형 에폭시 수지의 (메트)아크릴레이트 부가물, 페놀 또는 크레졸노볼락형 에폭시 수지의 (메트)아크릴레이트 부가물, 비페닐형 에폭시 수지의 (메트)아크릴레이트 부가물 등을 들 수 있다.
- [0024] 이들은 단독으로, 또는 2종 이상 병용하여 사용할 수 있다.
- [0025] 상기 결정성 우레탄(메트)아크릴레이트로서는, 폴리이소시아네이트와 히드록실기 함유 (메트)아크릴레이트를 반응시킴으로써 얻어진 화합물 등을 들 수 있다. 알코올 성분으로서 히드록실기 함유 (메트)아크릴레이트와 함께 폴리올을 병용해도 좋다.
- [0026] 상기 폴리이소시아네이트로서는, 방향족 폴리이소시아네이트 화합물, 지방족 폴리이소시아네이트 화합물 등을 들 수 있다.
- [0027] 구체적으로는, 톨릴렌다이소시아네이트, 디페닐메탄다이소시아네이트, 수첨 디페닐메탄다이소시아네이트, 1,6-헥사메틸렌다이소시아네이트, 이소포론다이소시아네이트, 크실릴렌다이소시아네이트, 수첨 크실릴렌다이소시아네이트, 2작용 이소시아네이트 화합물이 3량화된 이소시아누레이트 고리를 갖는 3작용 이소시아네이트, 폴리올로 변성된 이소시아네이트 프리폴리머 등을 들 수 있다.
- [0028] 이들은 단독으로, 또는 2종 이상 병용하여 사용할 수 있다.
- [0029] 상기 히드록실기 함유 (메트)아크릴레이트로서는, 히드록시에틸(메트)아크릴레이트, 2-히드록시프로필(메트)아크릴레이트, 2-히드록시부틸(메트)아크릴레이트, 폐녹시히드록시프로필(메트)아크릴레이트, 트리메틸올프로판디(메트)아크릴레이트, 디프로필렌글리콜모노(메트)아크릴레이트 등을 들 수 있다.
- [0030] 이들은 단독으로, 또는 2종 이상 병용하여 사용할 수 있다.
- [0031] 상기 폴리올로서는, 1분자 중에 2개 이상의 수산기를 갖는 폴리알코올, 1분자 중에 2개 이상의 수산기를 갖는 폴리에스테르폴리올, 1분자 중에 2개 이상의 수산기를 갖는 폴리에테르폴리올 등을 들 수 있다.
- [0032] 이들은 단독으로, 또는 2종 이상 병용하여 사용할 수 있다.
- [0033] 상기 1분자 중에 2개 이상의 수산기를 갖는 폴리알코올로서는, 예컨대, 네오펜틸글리콜, 에틸렌글리콜, 1,3-프로판디올, 1,2-부탄디올, 1,3-부탄디올, 1,4-부탄디올, 1,5-펜탄디올, 1,6-헥산디올, 1,7-헵탄디올, 1,8-옥탄디올, 1,9-노난디올, 1,10-데칸디올, 프로필렌글리콜, 디에틸렌글리콜, 디프로필렌글리콜, 트리메틸렌글리콜, 수첨 비스페놀 A, 비스페놀 A 에틸렌옥사이드 부가물, 비스페놀 A 프로필렌옥사이드 부가물 등을 들 수 있다.
- [0034] 상기 1분자 중에 2개 이상의 수산기를 갖는 폴리에스테르폴리올로서는, 네오펜틸글리콜, 에틸렌글리콜, 프로필렌글리콜, 디에틸렌글리콜, 디프로필렌글리콜, 트리메틸렌글리콜, 수첨 비스페놀 A, 비스페놀 A 에틸렌옥사이드 부가물, 비스페놀 A 프로필렌옥사이드 부가물 등의 폴리알코올과, 아디프산, (무수)프탈산, 이소프탈산, 테레프탈산, 트리멜리트산 등의 다염기산과의 탈수 축합 반응으로부터 얻어지는 포화 폴리에스테르폴리올을 들 수 있다.
- [0035] 상기 1분자 중에 2개 이상의 수산기를 갖는 폴리에테르폴리올로서는, 폴리에틸렌글리콜, 폴리프로필렌글리콜, 폴리테트라메틸렌글리콜 등을 들 수 있다.
- [0036] 이들은 단독으로, 또는 2종 이상 병용하여 사용할 수 있다.
- [0037] 상기 결정성 우레탄(메트)아크릴레이트로서는, 예컨대 1,6-헥사메틸렌다이소시아네이트의 메타크릴산 2-히드록시에틸 부가물(1,6-HDI의 2-HEMA 부가물)이나 1,6-헥사메틸렌다이소시아네이트의 2-히드록시에틸아크릴레이트 부가물을 들 수 있다.
- [0038] 이들은 단독으로, 또는 2종 이상 병용하여 사용할 수 있다.

- [0039] 상기 결정성 폴리에스테르(메트)아크릴레이트로서, 예컨대 폴리에스테르폴리올로 (메트)아크릴산을 에스테르화함으로써 얻어지는 폴리에스테르(메트)아크릴레이트, 산 말단의 폴리에스테르와 글리시딜기를 갖는 (메트)아크릴레이트의 반응에 의해 얻어지는 분자 말단에 (메트)아크릴레이트의 이중 결합을 갖는 폴리에스테르(메트)아크릴레이트 등을 들 수 있다.
- [0040] 이들은 단독으로, 또는 2종 이상 병용하여 사용할 수 있다.
- [0041] 상기 결정성 폴리에테르(메트)아크릴레이트로서, 예컨대 폴리에테르폴리올로 (메트)아크릴산을 에스테르화함으로써 얻어지는 폴리에테르(메트)아크릴레이트, 폴리에테르폴리올과 글리시딜기를 갖는 (메트)아크릴레이트의 반응에 의해 얻어지는 분자 말단에 (메트)아크릴레이트의 이중 결합을 갖는 폴리에테르(메트)아크릴레이트 등을 들 수 있다.
- [0042] 이들은 단독으로, 또는 2종 이상 병용하여 사용할 수 있다. 또한, 2종 이상 병용하는 경우의 조합으로서 하기 예시를 임의로 조합할 수도 있다.
- [0043] 상기 결정성 불포화 폴리에스테르로서, 예컨대, 불포화 다염기산 및 글리콜류를 탈수 축합 반응으로 합성한 것을 들 수 있다. 또한 다염기산 성분으로서 상기 불포화 다염기산과 함께 포화 다염기산을 병용해도 좋다.
- [0044] 상기 불포화 다염기산으로서, 말레산, 무수 말레산, 푸마르산, 시트라콘산, 메사콘산, 이타콘산, 테트라히드로프탈산, 테트라히드로 무수 프탈산, 메틸테트라히드로 무수 프탈산, 글루타콘산 등을 들 수 있다.
- [0045] 상기 포화 다염기산으로서, 프탈산, 무수 프탈산, 이소프탈산, 테레프탈산, 숙신산, 아디프산, 세바스산, 아젤라산, 테트라브롬 무수 프탈산 등을 들 수 있다.
- [0046] 상기 글리콜로서는, 에틸렌글리콜, 1,3-프로판디올, 1,4-부탄디올, 1,5-펜탄디올, 1,6-헥산디올, 1,8-옥탄디올, 프로필렌글리콜, 디에틸렌글리콜, 트리에틸렌글리콜, 디프로필렌글리콜, 네오펜틸글리콜, 1,3-부탄디올, 수소화 비스페놀 A, 비스페놀 A 프로필렌옥사이드 화합물, 시클로헥산디메탄올, 디브롬네오펜틸글리콜 등을 들 수 있다.
- [0047] 이들은 단독으로, 또는 2종 이상 병용하여 사용할 수 있다.
- [0048] 상기 결정성 불포화 폴리에스테르로서는, 예컨대, 프탈산계 불포화 폴리에스테르(테레프탈산과 푸마르산과 1,6-헥산디올의 축합물)를 들 수 있다.
- [0049] 상기 결정성 라디칼 중합성 단량체로서는, 예특시화 이소시아누르산트리아크릴레이트, 베헤닐아크릴레이트, 테트라메틸피페리딜메타크릴레이트, 다이아세톤아크릴아미드, 이타콘산디메틸에스테르, 스테아르산비닐, N-비닐카르바졸, N-메틸올아크릴아미드, 아크릴아미드, 트릴렌디알릴카르바메이트, 말레이미드, 아세나프틸렌 등을 들 수 있다.
- [0050] 이들은 단독으로, 또는 2종 이상 병용하여 사용할 수 있다. 또한, 2종 이상 병용하는 경우의 조합으로서 하기 예시를 임의로 조합할 수도 있다.
- [0051] 본 발명의 결정성 라디칼 중합성 화합물은 온도 30~150℃의 범위에 용점을 갖는다.
- [0052] 결정성 라디칼 중합성 화합물의 용점이 지나치게 낮으면 점성이 지나치게 높아 들러붙음이 발생하거나, 버어 등의 원인이 된다. 용점이 30℃ 이상이면 사용 시의 온도, 예컨대 상온에 있어서 열경화성 조성물은 고체이기 때문에 사출 성형이 가능하며, 양호한 취급성이 얻어진다. 결정성 라디칼 중합성 화합물의 용점이 150℃ 이하이면 성형에 충분한 유동성을 갖고 있고, 또한 용제는 불필요하다. 결정성 라디칼 중합성 화합물의 용융 온도가 150℃보다 높으면 예컨대 사출 성형에 있어서, 실린더 내에서 결정성 라디칼 중합성 화합물을 가소화할 때에, 실린더 온도와 금형의 온도가 근접하고 있기 때문에, 실린더 내에서 안정성이 부족한 경향이 있다.
- [0053] 결정성 라디칼 중합성 화합물의 용점은 바람직하게는 40℃ 이상, 보다 바람직하게는 50℃ 이상이고, 바람직하게는 120℃ 이하, 보다 바람직하게는 100℃ 이하이다(즉, 바람직하게는 40~120℃, 보다 바람직하게는 50~100℃이다).
- [0054] 결정성 라디칼 중합성 화합물은 23℃에 있어서 고체인 것이 바람직하다. 결정성 라디칼 중합성 화합물이 상온에서 고체이면, 조제된 결정성 라디칼 중합성 화합물의 수송, 보관 시에 상기 조성물의 형상이 변화하지 않기 때문에 범용의 제조 설비·조건으로 연속 생산이 가능해진다. 한편, 23℃에 있어서 결정성 라디칼 중합성 화합물이 액체이면 작업성이나 취급성이 저하된다. 또한 액체의 결정성 라디칼 중합성 화합물은 성형 시에 기포가 남

기 쉬운 등 성형 불량 발생하는 경우가 있다.

- [0055] 결정성 라디칼 중합성 화합물이 23℃에 있어서 고체를 유지할 수 있는 한에 있어서는, 일부에 용점이 30℃ 미만인 결정성 라디칼 중합성 단량체나, 비정성(非晶性)의 라디칼 중합성 단량체를 함유해도 좋고, 그러한 결정성 라디칼 중합성 단량체로서는, 폴리에틸렌글리콜디(메트)아크릴레이트, 메톡시폴리에틸렌글리콜(메트)아크릴레이트, 트리메탈릴이소시아누레이트 등을 들 수 있다.
- [0056] 결정성 라디칼 중합성 화합물이 (메트)아크릴로일기를 갖는 수지일 때, 그 중량 평균 분자량은 특별히 한정되지 않으나, 중량 평균 분자량이 지나치게 작으면 결정성 라디칼 중합성 화합물이 고체가 되기 어려운 경우가 있기 때문에, 바람직하게는 500 이상, 보다 바람직하게는 600 이상, 더욱 바람직하게는 1000 이상이다. 한편, 중량 평균 분자량이 지나치게 크면 특성이 변동하는 경우가 있기 때문에, 바람직하게는 100000 이하, 보다 바람직하게는 50000 이하, 더욱 바람직하게는 30000 이하이다(즉 500~100000, 보다 바람직하게는 600~50000, 더욱 바람직하게는 1000~30000이다).
- [0057] 또한, 결정성 라디칼 중합성 화합물의 상기 용점, 상기 결정성 라디칼 중합성 단량체, 및 상기 중량 평균 분자량 중, 임의의 2개, 또는 모두를 조합할 수 있고, 또한 각 적합한 구성을 임의로 조합할 수 있다.
- [0058] 자성 분말
- [0059] 본 발명에 이용하는 자성 분말은, 자성을 띠고 있는 분체이면 되고, 또한 연자성 분말, 경자성 분말의 어느 것이어도 좋으며, 각종 공지된 자성 분말을 사용할 수 있다. 자성 분말로서는 예컨대 페라이트 자성 분말, 알니코(Al-Ni-Co-Fe) 자성 분말, 및 희토류 자성 분말을 들 수 있다. 이들 중에서도 희토류 자성 분말은 자기 특성이 우수하기 때문에 바람직하다. 자성 분말은 1종, 또는 2종 이상 혼합하여 이용해도 좋다. 또한, 2종 이상 병용하는 경우의 조합으로서 하기 예시를 임의로 조합할 수도 있다.
- [0060] 페라이트 자성 분말은, 예컨대 스피넬형 페라이트 자성 분말, 마그네토폴립바이트형 페라이트 자성 분말 등을 들 수 있고, 외부 자장이 없어도 자기를 갖는 마그네토폴립바이트형 페라이트 자성 분말이 바람직하다.
- [0061] 마그네토폴립바이트형 페라이트 자성 분말은, 예컨대 화학식:  $MO \cdot 6Fe_2O_3$ (식 중, M은 알칼리토류 금속)로 표시되는 자성 분말이고, 바륨 페라이트 자성 분말, 스트론튬 페라이트 자성 분말, 바륨-스트론튬 페라이트 자성 분말을 들 수 있다.
- [0062] 희토류 자성 분말은, 희토류 원소와 전이 금속을 포함하는 금속간 화합물이고, 붕소(B)를 더 함유하고 있어도 좋다.
- [0063] 희토류 원소로서는, La, Ce, Pr, Nd, Sm, Eu, Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Lu, Y를 들 수 있고, 이들은 1종 또는 2종 이상 이용해도 좋다. 전이 금속으로서, Fe, Co, Ni를 들 수 있고, 이들은 1종 또는 2종 이상 이용해도 좋다.
- [0064] 희토류 자성 분말은, 예컨대 Nd-Fe-B, Nd-Fe-Co-B, (Nd,Pr)-Fe-B, (Nd,Pr)-Fe-Co-B 등의 네오디뮴 자성 분말; Sm-Co, Sm-Co-Fe, Sm-Co-Mn 등의 사마륨 코발트 자성 분말;  $Sm_2-Fe_{17-N_3}$ ,  $Sm-Fe_9-N_{1.5}$  등의 사마륨 철 질소 자성 분말을 들 수 있고, 이들은 1종 또는 2종 이상 이용해도 좋다.
- [0065] 자성 분말의 평균 입자 직경은 특별히 한정되지 않으나, 취급성, 수지와 혼합성, 수지 조성물의 유동성을 고려하면, 자성 분말의 평균 입자 직경은 바람직하게는 1.0  $\mu m$  이상, 보다 바람직하게는 2.0  $\mu m$  이상이고, 바람직하게는 200  $\mu m$  이하, 보다 바람직하게는 100  $\mu m$  이하이다(즉, 바람직하게는 1.0~200  $\mu m$ , 보다 바람직하게는 2.0~100  $\mu m$ 이다). 또한, 입자 직경이 상이한 자성 분말을 혼합하는 것도 바람직하고, 예컨대 입자 직경 1~50  $\mu m$ 의 자성 분말과 입자 직경 50~100  $\mu m$ 의 자성 분말을 혼합하여 사용해도 좋다.
- [0066] 복수 종류의 자성 분말을 사용할 때에는 미리 원하는 사이즈가 되도록 적절히 조정해도 좋고, 예컨대 제트 밀, 아토마이저, 볼 밀, 비드 밀 등의 분쇄 장치로 분쇄하면 된다. 또한 자성 분말은 필요에 따라 체 등으로 분급해도 좋다.
- [0067] 또한, 자성 분말의 상기 평균 입자 직경은, 상기 예시의 각 자성 분말에 적용된다.
- [0068] 열경화성 조성물
- [0069] 열경화성 조성물에 포함되는 자성 분말의 함유량은 용도에 따라 적절히 조정하면 되지만, 자성 분말 함유량이 적어지면 충분한 자속 밀도가 얻어지지 않는 경우가 있다. 한편, 자성 분말 함유량이 지나치게 많으면 열경화성

조성물의 유동성 저하나 형상 유지성이 저하되는 경우가 있다.

- [0070] 자성 분말의 함유량은, 열경화성 조성물 100 질량% 중, 60 질량% 이상, 80 질량% 이상, 85 질량% 이상, 90 질량% 이상, 95 질량% 이상의 순서로 높을수록 바람직하고, 상한은 바람직하게는 100 질량% 미만, 보다 바람직하게는 99 질량% 이하, 더욱 바람직하게는 98 질량% 이하이다(즉, 바람직하게는 60~100 질량% 미만, 바람직하게는 80~100 질량% 미만, 보다 바람직하게는 85~99 질량%, 보다 바람직하게는 90~99 질량%, 더욱 바람직하게는 95~98 질량%이다).
- [0071] 또한, 열경화성 조성물은 열경화성 수지 조성물이어도 좋다. 또한 열경화성 조성물은 자성 분말 이외에 상기 소정의 용점을 갖는 결정성 라디칼 중합성 화합물을 포함하고, 필요에 따라 첨가되는 그 외의 첨가제 등이지만, 다른 중합성 화합물이 더 포함되어 있어도 좋다.
- [0072] 열경화성 조성물 중 상기 자성 분말 이외의 부분(이하, 비자성 분말 부분이라고 한다) 100 질량% 중, 상기 결정성 라디칼 중합성 화합물의 함유량은 30 질량% 이상, 40 질량% 이상, 50 질량% 이상, 60 질량% 이상, 70 질량% 이상, 80 질량% 이상, 90 질량% 이상의 순서로 높을수록, 바람직하고, 100 질량%여도 좋다. 본 발명의 결정성 라디칼 중합성 화합물의 함유량이 적으면 충분한 유동성이나 경화 속도가 얻어지지 않는 등, 소정의 효과가 얻어지기 어려워지는 경우가 있다.
- [0073] 열경화성 조성물은 비결정성 라디칼 중합성 화합물을 함유해도 좋다. 비결정성이란, 조성물을 시차 주사 열량 측정으로 -60℃로부터 200℃까지, 10℃/분의 승온 속도로 승온하여 얻어진 DSC 곡선에 있어서, 흡열 피크가 관측되지 않는 것을 의미한다. 비결정성 라디칼 중합성 화합물로서는, 예컨대 상기 라디칼 중합성 화합물의 각 성분의 조합이나 배합 비율 등을 조정함으로써 얻어지는 비정성 라디칼 중합성 화합물을 들 수 있다.
- [0074] 비결정성 라디칼 중합성 화합물의 함유량은 특별히 한정되지 않으나, 성형 시의 유동성이나 성형품의 강도를 고려하면, 결정성 라디칼 중합성 화합물 100 질량부에 대해, 바람직하게는 45 질량부 이하, 보다 바람직하게는 25 질량부 이하, 더욱 바람직하게는 15 질량부 이하, 보다 더 바람직하게는 5 질량부 이하이고, 비결정성 라디칼 중합성 화합물이 포함되어 있지 않아도 좋다(0 질량부).
- [0075] 또한 본 발명의 열경화성 조성물은, 상기 이외의 열경화성 수지(그 외의 열경화성 수지라고 한다)를 포함하고 있어도 좋다. 그 외의 열경화성 수지로서는 예컨대 에폭시 수지, 시아네이트에스테르 수지, 불포화 폴리에스테르 수지, 비닐에스테르 수지, 페놀 수지, 우레아·멜라민 수지, 폴리이미드 수지, 비스말레이미드 수지 등을 들 수 있다. 이들은 단독으로, 또는 2종 이상 병용하여 사용할 수 있다.
- [0076] 그 외의 열경화성 수지의 함유량은, 결정성 라디칼 중합성 화합물 100 질량부에 대해, 바람직하게는 10 질량부 이하, 보다 바람직하게는 5 질량부 이하, 더욱 바람직하게는 1 질량부 이하이고, 그 외의 열경화성 수지가 포함되어 있지 않아도 좋다(0 질량부).
- [0077] 결정성 라디칼 중합성 화합물의 상기 함유량, 비결정성 라디칼 중합성 화합물의 상기 함유량, 및 그 외의 열경화성 수지의 상기 함유량 중, 임의의 2개, 또는 모두를 조합할 수 있고, 또한 각 적합한 구성을 임의로 조합할 수 있다.
- [0078] 본 발명의 열경화성 조성물의 용융 점도는 특별히 한정되지 않으나, 용융 점도가 지나치게 높으면 성형 시의 유동성이 저하되는 경우가 있기 때문에, 10000 dPa·s 이하, 9000 dPa·s 이하, 8000 dPa·s 이하, 7000 dPa·s 이하, 6000 dPa·s 이하, 5000 dPa·s 이하, 3000 dPa·s 이하, 2000 dPa·s 이하의 순서로 바람직하다. 한편, 용융 점도가 지나치게 낮으면 열경화성 조성물이 캐비티나 금형 등의 간극(과팅부 등)으로 유입되어 버어 등의 성형 불량 원인이 되는 경우가 있기 때문에, 바람직하게는 0.1 dPa·s 이상, 보다 바람직하게는 1.0 dPa·s 이상, 더욱 바람직하게는 5.0 dPa·s 이상이다(즉, 바람직하게는 10000~0.1 dPa·s, 바람직하게는 9000~0.1 dPa·s, 바람직하게는 8000~0.1 dPa·s, 보다 바람직하게는 7000~1.0 dPa·s, 보다 바람직하게는 6000~1.0 dPa·s, 보다 바람직하게는 5000~1.0 dPa·s, 더욱 바람직하게는 3000~5.0 dPa·s, 더욱 바람직하게는 2000~5.0 dPa·s이다).
- [0079] 열경화성 조성물의 상기 용융 점도는, 플로우 테스트에 의해, 열경화성 조성물의 용점+20℃에서, 다이스 구멍 직경 0.5 mm, 길이 1 mm, 압력 30 kgf/cm<sup>2</sup>의 조건으로 측정된 값이다. 또한, 용점이 2 이상 관측되는 경우에는, 가장 높은 것을 용점으로 한다.
- [0080] 열경화성 조성물은, 필요에 따라 각종 첨가제를 함유하고 있어도 좋다. 첨가제로서, 라디칼 중합 개시제, 커플링제, 난연제, 내후제, 내광제, 착색제, 응력 완화제, 이형제, 경화 촉진제 등을 들 수 있다. 이들은 단독으로

이용해도 좋고, 2종 이상을 병용해도 좋다.

- [0081] 열경화성 조성물 100 질량% 중, 각종 첨가제의 합계의 함유량은 바람직하게는 5 질량% 이하, 보다 바람직하게는 2 질량% 이하, 더욱 바람직하게는 1 질량% 이하이고, 하한은 바람직하게는 0.01 질량% 이상, 보다 바람직하게는 0.1 질량% 이상이다(즉, 바람직하게는 5~0.01 질량%, 보다 바람직하게는 2~0.1 질량%, 더욱 바람직하게는 1~0.1 질량%이다).
- [0082] 열경화성 조성물은, 경화 개시 온도(°C) 이상의 온도에서 라디칼을 발생시키는 라디칼 발생제를 함유하는 것이 바람직하다. 라디칼 발생제로서, 가열 분해형의 유기 과산화물 등을 들 수 있다. 라디칼 발생제의 라디칼 발생 온도로서는, 바람직하게는 90°C 이상, 보다 바람직하게는 100°C 이상, 더욱 바람직하게는 105°C 이상이고, 바람직하게는 170°C 이하, 보다 바람직하게는 150°C 이하, 더욱 바람직하게는 130°C 이하이다(즉, 바람직하게는 90~170°C, 보다 바람직하게는 100~150°C, 더욱 바람직하게는 105~130°C이다). 열경화성 조성물 100 질량% 중, 라디칼 발생제의 함유량은 바람직하게는 5 질량% 이하, 보다 바람직하게는 2 질량% 이하, 더욱 바람직하게는 1 질량% 이하이고, 하한은 바람직하게는 0.05 질량% 이상이다(즉, 바람직하게는 5~0.05 질량%, 보다 바람직하게는 2~0.05 질량%, 더욱 바람직하게는 1~0.05 질량%이다).
- [0083] 라디칼 발생 온도란, 시차 주사 열량 분석계를 이용하여 각 조성물을 -60°C로부터 200°C까지 10°C/분의 승온 속도로 DSC 측정을 각각 행하여 얻어진 DSC 곡선의 발열 피크의 개시 온도이다.
- [0084] 유기 과산화물로서는, t-부틸퍼옥시-2-에틸헥실모노카보네이트, 1,1-디(t-헥실퍼옥시)시클로hex산, 1,1-디(t-부틸퍼옥시)-3,3,5-트리메틸시클로hex산, t-부틸퍼옥시옥토에이트, 벤조일퍼옥사이드, 메틸에틸케톤퍼옥사이드, 아세틸아세톤퍼옥사이드, t-부틸퍼옥시벤조에이트, 디쿠밀퍼옥사이드 등을 들 수 있다. 이들은 단독으로 이용해도 좋고, 2종 이상을 병용해도 좋다.
- [0085] 열경화성 조성물은, 중합 금지제를 함유하고 있는 것이 바람직하다. 중합 금지제로서는 하이드로퀴논, 모노메틸 에테르하이드로퀴논, 톨루하이드로퀴논, 디-t-4-메틸페놀, 페노티아진, t-부틸카테콜, 파라벤조퀴논, 피로갈롤 등의 퀴논류, 2,6-디-t-부틸-p-크레졸, 2,2-메틸렌-비스-(4-메틸-6-t-부틸페놀), 1,1,3-트리스-(2-메틸-4-히드록시-5-t-부틸페닐)부탄 등의 페놀계 화합물, 4-히드록시-2,2,6,6-테트라메틸피페리딘 1-옥실, 4-옥소-2,2,6,6-테트라메틸피페리딘-1-옥실, 4-메톡시-2,2,6,6-테트라메틸피페리딘-1-옥실, 4-카르복시-2,2,6,6-테트라메틸피페리딘-1-옥실, 2,2,6,6-테트라메틸피페리딘-1-옥실 등의 피페리딘-1-옥실류를 들 수 있다. 이들을 사용함으로써 용융 시의 증점을 억제할 수 있다. 이들은 단독으로 이용해도 좋고, 2종 이상을 병용해도 좋다.
- [0086] 열경화성 조성물 100 질량% 중, 중합 금지제의 함유량은 바람직하게는 2 질량% 이하, 보다 바람직하게는 1 질량% 이하, 더욱 바람직하게는 0.5 질량% 이하이고, 하한은 바람직하게는 0.01 질량% 이상이다(즉, 바람직하게는 2~0.01 질량%, 보다 바람직하게는 1~0.01 질량%, 더욱 바람직하게는 0.5~0.01 질량%이다).
- [0087] 커플링제로서는, 실란계 커플링제, 티타네이트계 커플링제 등을 들 수 있다.
- [0088] 실란계 커플링제로서는, 에폭시실란계, 아미노실란계, 카티오닉 실란계, 비닐실란계, 아크릴실란계, 머캅토실란계, 및 이들의 복합계 등을 들 수 있다. 이들은 단독으로 이용해도 좋고, 2종 이상을 병용하여 이용해도 좋다.
- [0089] 난연제로서는 할로겐계, 인계, 질소계, 복합형의 유기계 난연제; 금속 수산화물, 안티몬계, 적린계, 실리콘계, 붕산염의 무기계 난연제;를 들 수 있다. 이들은 단독으로 이용해도 좋고, 2종 이상을 병용해도 좋다.
- [0090] 내후제로서는, 페놀 등의 산화 방지제나, 벤조페논계 화합물 등의 자외선 흡수제 등을 들 수 있다.
- [0091] 내광제로서는, 벤조페논계 화합물, 살리실레이트계 화합물, 벤조트리아졸계 화합물, 헨더드 아민계 화합물 등을 들 수 있다.
- [0092] 착색제로서는, 안료, 염료를 들 수 있다.
- [0093] 안료로서는, 카울린, 합성 산화철적, 카드뮴황, 니켈티탄황, 스트론튬황, 함수산화크롬, 산화크롬, 알루미늄산 코발트, 합성 울트라마린청 등을 들 수 있다.
- [0094] 염료로서는, 이소인돌리논, 이소인돌린, 퀴노프탈론, 크산텐, 디케토피롤로피롤, 페릴렌, 페리논, 안트라퀴논, 인디고이드, 옥사진, 퀴나크리돈, 벤즈이미다졸론, 비올란트론, 프탈로시아닌, 아조메틴 등을 들 수 있다. 이들은 단독으로 이용해도 좋고, 2종 이상을 병용해도 좋다.
- [0095] 응력 완화제로서, 실리콘 오일, 실리콘 고무, 아크릴 고무, 우레탄 고무, 아크릴로니트릴-부타디엔 고무, 열가

소성 엘라스토머 등을 들 수 있다.

- [0096] 이형제로서, 지방산계, 지방산 금속염계, 광물계 등의 왁스 등을 들 수 있다.
- [0097] 경화 촉진제로서는, 예컨대, 변성 이미다졸계 경화 촉진제, 변성 지방족 폴리아민계 촉진제, 변성 폴리아민계 촉진제 등을 들 수 있다.
- [0098] 본 발명의 열경화성 조성물은, 상기 소정의 용점을 갖는 결정성 라디칼 중합성 화합물과 자성 분말을 혼합하여 얻어진다. 이때, 첨가제 등의 그 외 성분을 첨가해도 좋다. 또한 각 성분을 소정의 배합으로 믹서, 블렌더 등을 이용하여 혼합한 후, 가열 가압 가능한 혼련기, 압출기 등에 의해 조정하여, 입자형, 펠릿형 등 임의의 형상으로 수지 조성물을 조립(造粒)해도 좋다.
- [0099] 성형체
- [0100] 본 발명의 열경화성 조성물을 이용하여 각종 임의의 형상의 성형체를 제조할 수 있다. 열경화성 조성물의 성형은 사출 성형, 압출 성형, 압축 성형, 캐스팅 성형, 트랜스퍼 성형 등 각종 공지된 열경화성 수지의 성형 방법을 채용할 수 있다. 특히 본 발명의 열경화성 조성물은 유동성이 우수하기 때문에 사출 성형에 의해 여러 가지 형상의 성형체를 제조할 수 있다.
- [0101] 예컨대 사출 성형에서는, 자성 분말, 결정성 라디칼 중합성 화합물, 및 각종 첨가제를 혼합기로 혼합하여 얻어진 열경화성 조성물을, 예컨대 사출 성형하기 쉽도록 펠릿화한 후, 사출 성형기에 충전하고, 경화 개시 온도 미만의 온도까지 가열한 수지 조성물을 금형 등에 주입하여, 경화시켜 성형체를 얻을 수 있다. 성형체에는 필요에 따라 외부 자계를 부여하여 착자(着磁)시켜도 좋다.
- [0102] 또한 예컨대 압축 성형에서는, 자성 분말, 결정성 라디칼 중합성 화합물, 및 각종 첨가제를 혼합기로 혼합하여 얻어진 열경화성 조성물을, 압축 성형기에 충전한 후, 경화 개시 온도 미만의 온도까지 가열하여 프레스 성형한 후, 경화시켜 성형체를 얻을 수 있다. 성형체에는 필요에 따라 외부 자계를 부여하여 착자시켜도 좋다.
- [0103] 특히 본 발명의 열경화성 조성물은, 유동성이 우수하기 때문에 사출 성형이 가능하고, 소형이며 정밀한 자성 부품의 성형에 적합하다.
- [0104] 본 발명의 열경화성 조성물을 경화하여 이루어지는 자성 부품으로서, 예컨대 모터 유닛용 마그넷 등을 들 수 있다. 모터 유닛용 마그넷으로서, 예컨대 CD, DVD, HDD용의 스핀들 모터, 휴대 전화용 진동 모터, 디지털 카메라의 액추에이터, 자동차 전장 부품용 모터 등의 자성 부품을 들 수 있다. 또한 자성 부품으로서 예컨대 모터 코어, 스테이터 코어, 로터 코어 등의 코어 마그넷, 모터 스테이터용 마그넷을 들 수 있다.
- [0105] 본 발명의 열경화성 조성물은 유동성, 경화 속도가 우수하기 때문에, 이하와 같은 공정으로 성형하면, 복잡한 표면 형상을 구비하는 자성 수지 고형물이나, 박육부(薄肉部)를 구비하는 자성 수지 고형물 등을 용이하게 제조할 수 있다.
- [0106] 열경화성 조성물을, 열경화성 조성물의 용융 개시 온도 이상, 경화 개시 온도 미만의 온도에서 가열한 후, 가열된 열경화성 조성물을 경화 개시 온도 이상으로 가열한 형 내에 주입하여 경화시킴으로써 완성된다.
- [0107] 본 발명의 열경화성 조성물을 형 내에 도입하여 원하는 형상으로 성형되는데, 형 내란 일정한 형태를 구비하는 형의 내측을 의미하며, 예컨대 성형을 위한 용기의 내부, 금형의 내부, 전자 부품 내에 존재하는 간극, 전자 부품의 표면에 존재하는 오목부의 내측 등을 들 수 있다. 형의 소재는 특별히 한정되지 않으나, 금속, 수지 등을 들 수 있고, 내열성을 갖는 것이 바람직하다.
- [0108] 열경화성 조성물을 형 내에 도입하는 방법은, 특별히 한정되지 않고, 예컨대 열경화성 조성물을 형 내에 주입하는 방법, 형 내에 적하하는 방법, 형 내에 압입하는 방법 등을 들 수 있다. 구체적으로는 사출 성형법, 트랜스퍼 성형법, 인서트 성형법, 압축 성형법, 핫멜트 성형법 등을 들 수 있다. 열경화성 조성물을 형 내에 도입할 때의 압력은, 예컨대 0.1 MPa 이상, 10 MPa 이하의 범위에서 적절히 조정하면 된다.
- [0109] 자성 수지 고형물(성형품)은, 열경화성 조성물이 형 내에 도입되어 일정한 형태가 부여된 것이다. 자성 수지 고형물은, 형으로부터 이형된 상태에서 일정한 형태를 갖는 것에 한정되지 않고, 형 내에서 일정한 형태를 갖는 것이어도 좋다. 또한 자성 수지 고형물을 이용하여, 예컨대 접착, 고정, 밀봉 등을 행할 수 있다. 예컨대 자성 수지 고형물은, 형에 접촉되어 있어도 좋고, 형 이외의 부재(이하에서는 다른 부재라고 부르는 경우가 있다)에 접촉되어 있어도 좋다. 또한 자성 수지 고형물은, 형과 다른 부재에 접착, 용착 등 하여 양자를 접착, 고정 등 해도 좋다. 또한 자성 수지 고형물은, 형을 밀봉해도 좋고, 다른 부재를 밀봉해도 좋으며, 형과 다른 부재를 밀

봉해도 좋다. 다른 부재로서는, 전자 부품, 수지제의 판형체, 금속제의 판형체, 수지제의 봉형체, 금속제의 봉형체 등을 들 수 있다. 자성 수지 고형물의 형상은, 특별히 한정되지 않으나, 시트형, 다각 기둥형, 원기둥형, 직방체, 장방체, 원뿔형, 각뿔형, 구(球)형 등을 들 수 있다.

[0110] 이하, 본 발명의 열경화성 조성물을 사출 성형에 의해 로터 코어에 형성된 마그넷용 캐비티에 충전하여 로터 코어 마그넷을 제조하는 방법을 예시적으로 설명한다.

[0111] 로터 코어의 구성은 특별히 한정되지 않고, 예컨대 전자 강관의 적층체로 구성되어 있어도 좋다. 아우터 로터형 모터에서는 로터 코어는 로터의 내주측에 캐비티가 형성되어 있고, 상기 캐비티에 본 발명의 열경화성 조성물을 사출 충전하여 캐비티 내에 자성 수지 고형물이 형성된다. 또한 이너 로터형 모터에서는 로터 코어는 로터의 외주측에 캐비티가 형성되어 있고, 상기 캐비티에 본 발명의 열경화성 조성물을 사출 충전하여 캐비티 내에 자성 수지 고형물이 형성된다. 로터의 구성에 따라 마그넷용 캐비티의 위치는 상이하지만, 본 발명에서는 특별히 한정되지 않는다. 또한 마그넷 형성용의 캐비티는, 자극마다 분단되어 있어도, 링형과 같이 연속되어 있어도 좋다.

[0112] 본 발명에서는 사출 충전 방법은 특별히 한정되지 않으나, 본 발명의 열경화성 조성물은 적절한 유동성과 경화 속도를 갖고 있기 때문에, 상기와 같은 제조 방법, 구체적으로는 열경화성 조성물을 충전한 사출 성형기 내의 실린더 내에서 가열을 행한다. 가열된 열경화성 조성물은 로터 코어를 구성하는 전자 강관 등으로 구획된 사출 충전 영역(캐비티) 내에 충전하여, 냉각을 행한다. 이 방법에 의하면 로터 코어에 형성된 마그넷용 캐비티의 형상을 따라 열경화성 조성물을 충전할 수 있고, 캐비티 내에 자성 수지 고형물이 형성된 로터 코어가 얻어진다.

[0113] 본원은 2021년 6월 2일에 출원된 일본국 특허 출원 제2021-093077호에 기초한 우선권의 이익을 주장하는 것이다. 2021년 6월 2일에 출원된 일본국 특허 출원 제2021-093077호의 명세서의 모든 내용이, 본원에 참고를 위해서 인용된다.

[0114] **실시예**

[0115] 이하, 실시예를 들어 본 발명을 보다 구체적으로 설명하지만, 본 발명은 물론 하기 실시예에 의해 제한을 받는 것은 아니며, 전·후기의 취지에 적합할 수 있는 범위에서 적당히 변경을 가하여 실시하는 것도 물론 가능하고, 이들은 모두 본 발명의 기술적 범위에 포함된다.

[0116] **중합성 수지 조성물**

[0117] 표 1에 나타내는 중합성 화합물과 다른 원료를 표 2에 나타내는 배합량(중량부)으로 배합하고, 가압 가열·냉각 가능한 혼련기로 균일하게 조제한 중합성 수지 조성물을, 압출기에 투입해서 핫 커트하여 입자형의 수지 조성물을 얻었다. 또한, 라디칼 중합 개시제(디쿠밀퍼옥사이드)에는 니치유사 제조 퍼쿠밀 D를 사용하였다.

[0118] 얻어진 입자형의 수지 조성물을 열경화 사출 성형 공법에 의해 시험편을 제작하였다. 성형한 시험편에 대해 각종 물성 평가를 행하였다.

[0119] (1) 자기 특성

[0120] 철판 상에 올려 놓은 시험편이 자력에 의해 부착되어 있는지를 확인하고, 10×10×50 mm의 시험편의 10×10 mm 면을 철판에 접촉시켜, 면 방향으로 인장했을 때의 강도를 로드 셀로 측정하여, 상기 시험편의 자기 특성을 조사하였다.

[0121] ○: 시험편이 철판에 부착되고, 부착 강도 0.01 MPa 이상

[0122] △: 시험편이 철판에 부착되고, 부착 강도 0.01 MPa 미만

[0123] ×: 시험편이 철판에 부착되지 않는다

[0124] (2) 용점

[0125] 표 1에 나타내는 중합성 화합물을 시차 주사 열량 분석계 「DSC6220」(세이코 인스트루사 제조)으로, 측정 시료 10 mg을 알루미늄 팬에 넣고, 뚜껑을 눌러 밀봉하여, -60℃로부터 200℃까지, 10℃/min의 승온 속도로 측정하였다. 얻어진 곡선의 흡열 피크를 용점으로 하였다. 온도 23℃에서 액체의 화합물은 용점을 측정하지 않았다.

[0126] (3) 성형성

[0127] 중합성 조성물을 고화식 플로우 테스터(시마즈 세이사쿠쇼 제조 CFT-100EX)로 용융 점도를 측정하였다. 다이스

구멍 직경 0.5 mm, 길이 1 mm의 다이스를 구비하고, 중합성 조성물의 용점+20℃로 가열한 실린더 시료 삽입 구멍에 중합성 조성물을 넣어, 240초의 예비 가열 후에 30 kgf/cm<sup>2</sup>의 압력으로 피스톤을 가압하여, 중합성 조성물을 다이의 노즐로부터 유출시키고, 직선성이 양호한 개소로부터 용융 점도를 구하였다.

[0128] 중합성 조성물의 용점+20℃의 온도에서의 용융 점도가 0.1~10000 dPa·s인 경우를 성형성이 우수하다(「○」)고 평가하고, 그 이외의 경우를 성형성이 뒤떨어진다고 평가하였다.

[0129] (4) 경화 속도

[0130] 두께 2 mm, 50 mm×50 mm의 테플론(등록 상표) 시트의 중앙에, 세로 10 mm, 가로 10 mm, 깊이 1 mm의 구멍을 뚫었다. 계속해서 테플론(등록 상표) 시트를 미리 165℃로 가열한 히트 프레스기에 세트하여, 테플론(등록 상표) 시트를 165℃로 가열하였다. 계속해서, 테플론(등록 상표) 시트의 상기 구멍에 중합성 조성물을 3 g 넣고, 히트 프레스기로 압력을 5 MPa 가하며, 90초간 가열하여, 10 mm×10 mm×1 mm의 샘플을 제작하였다. 이들 샘플의 각각에 대해, -60℃로부터 200℃까지 10℃/분의 승온 속도로 DSC 측정을 행하여 발열 피크의 유무를 확인하였다. DSC 측정에 있어서 발열 피크가 관찰되지 않은 것은, 경화 시간이 90초 이하라고 판단하여, 경화 속도가 우수하다(「○」)고 평가하고, 그 이외의 경우를 경화 속도가 뒤떨어진다고 평가하였다.

[0131] (5) 애프터 큐어의 필요 여부

[0132] 상기 경화 속도의 겔 분율 측정에 있어서, 겔 분율이 80% 이상을 애프터 큐어 불필요, 80% 미만을 애프터 큐어 필요라고 평가하였다.

[0133] 겔 분율의 측정은 상기한 경화 속도와 마찬가지로 10 mm×10 mm×1 mm의 샘플을 제작하여, 100 mL의 클로로포름 중에 25℃에서 120분 침지 후, 여과하여 얻어진 고형분의 질량으로부터 이하의 계산식으로 구하였다.

[0134] 겔 분율(%)=(침지 후의 고형분 질량-필러 질량)/(침지 전의 질량-필러 질량)×100

[0135] 또한 필러 질량은, 샘플과 동일한 질량의 경화 전의 조성물을 클로로포름에 용해하고, 불용분을 여과하여 얻어진 고형분의 질량을 필러 질량으로 하였다.

표 1

No.	중합성 화합물	화합물명	용점 (°C)	중량 평균 분자량
1	결정성 라디칼 중합성 화합물 1	우레탄아크릴레이트	75	800
2	결정성 라디칼 중합성 화합물 2	불포화 폴리에스테르	100	3000
3	열경화성 수지 1	에폭시 수지	없음	5000
4	열경화성 수지 2	페놀 수지	없음	8000
5	열가소성 수지 1	6 6 나일론	260	50000
6	열가소성 수지 2	폴리부틸렌테레프탈레이트	240	50000
7	열가소성 수지 3	폴리에스테르 엘라스토머	200	50000

※우레탄아크릴레이트: 1,6-헥산메틸렌디이소시아네이트의 2-히드록시에틸메타크릴레이트 부가물

※에폭시 수지: 비스페놀 A형 에폭시메타크릴레이트

[0136]

표 2

	실시에1	실시에2	실시에3	실시에4	실시에5	실시에6	비교예1	비교예2	비교예3	비교예4	비교예5	비교예6
실시에-비교예	20	10	10	40	20	15	15					
결정성 라디칼 중합성 화합물 1	우레탄이크릴레이트											
결정성 라디칼 중합성 화합물 2	폴리올 폴리메스테렌											
열경화성 수지1	에폭시 수지							10				
열경화성 수지2	페놀 수지								10			
열가소성 수지1	나일론 66									15		
열가소성 수지2	폴리부틸렌테레프탈레이트										15	
열가소성 수지3	폴리메스테렌 폴리스타이렌											10
충전재 1	자성분	80	90	60	80	85		90	90	85	85	90
충전재 2	원리자											
실린 커블링제	배타커블링제	0.6	0.3	0.3	1.2	0.6	0.6	0.3	0.3	0.5	0.5	0.3
라디칼 중합 개시제	디쿠미릴옥시마이드	0.2	0.1	0.1	0.4	0.2	0.2	0.1	0.1	0.2	0.2	0.1
안정제	스타이렌디올인	2	1	1	4	2	1	1.5	1	1.5	1.5	1
중합 금지제	파라벤소퀴논	0.02	0.01	0.01	0.04	0.02	0.02	0.02	0.01	0.02	0.02	0.01
착색제	카본 블랙	0.04	0.02	0.02	0.08	0.04	0.04	0.03	0.02	0.03	0.03	0.02
합계		102.86	101.43	101.43	105.72	102.86	102.86	102.86	101.43	102.25	102.25	101.43
자기 특성		○	○	△	○	○	○	○	○	○	○	○
용점 (°C)	60	60	80	60	100	180	60	-	-	265	220	160
온도 23°C에서의 상태	고체	고체	고체	고체	고체	고체	고체	액체	고체	고체	고체	고체
성형성	○	○	○	○	○	○	○	○	×	×	×	×
용융 점도 (dPa·s)	50	200	1000	5	4500	8500	70	2500	12000	측정 불가	측정 불가	측정 불가
경화 속도	○	○	○	○	○	○	○	○	×	○	○	○
애프터 큐어의 필요 여부	불필요	불필요	불필요	불필요	불필요	불필요	불필요	불필요	필요	불필요	불필요	불필요

[0137]  
[0138]  
[0139]  
[0140]  
[0141]  
[0142]  
[0143]

실시에 1~6은 30~150°C에 용점을 갖는 결정성 라디칼 중합성 화합물과, 자성 분말을 포함하는 열경화성 조성물을 사용한 예이다. 또한 실시에 1~6의 결정성 라디칼 중합성 화합물은 상온에서 고체였다. 실시에 1~6은 자기 특성, 성형성, 경화 속도 모두 우수하였다. 특히 자성 분말 함유량을 많게 한 실시에 1~3 및 5, 6은 높은 자기 특성을 갖고 있었다.

비교예 1은 충전제로서 실리카를 이용한 예이고, 자기 특성을 나타내지 않았다.

비교예 2는 상온에서 액체인 중합성 조성물을 이용한 예이고, 경화 속도가 느리며, 애프터 큐어가 필요하였다.

비교예 3은 용점이 30~150°C를 벗어나는 중합성 조성물을 이용한 예이고, 성형성, 경화 속도가 뒤떨어져 있었다.

비교예 4는 용융 점도가 3000 dPa를 초과하는 중합성 조성물을 이용한 예이고, 성형성이 뒤떨어져 있었다.

비교예 5, 6은 열가소성 수지를 이용한 예이고, 성형성이 뒤떨어져 있었다.