

(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B2)

(11)特許番号
特許第7663723号
(P7663723)

(45)発行日 令和7年4月16日(2025.4.16)

(24)登録日 令和7年4月8日(2025.4.8)

(51)国際特許分類	F I
C 0 9 K 21/04 (2006.01)	C 0 9 K 21/04
C 0 9 K 21/12 (2006.01)	C 0 9 K 21/12
C 0 8 K 7/06 (2006.01)	C 0 8 K 7/06
C 0 8 L 101/00 (2006.01)	C 0 8 L 101/00
C 0 8 L 63/02 (2006.01)	C 0 8 L 63/02

請求項の数 9 (全11頁)

(21)出願番号	特願2023-580243(P2023-580243)	(73)特許権者	000006644 日鉄ケミカル&マテリアル株式会社 東京都中央区日本橋一丁目13番1号
(86)(22)出願日	令和5年2月6日(2023.2.6)	(74)代理人	100132230 弁理士 佐々木 一也
(86)国際出願番号	PCT/JP2023/003850	(74)代理人	100088203 弁理士 佐野 英一
(87)国際公開番号	WO2023/153372	(74)代理人	100100192 弁理士 原 克己
(87)国際公開日	令和5年8月17日(2023.8.17)	(74)代理人	100198269 弁理士 久本 秀治
審査請求日	令和6年2月28日(2024.2.28)	(74)代理人	100226894 弁理士 佐々木 夏詩子
(31)優先権主張番号	特願2022-18884(P2022-18884)	(72)発明者	江藤 和也 東京都中央区日本橋一丁目13番1号
(32)優先日	令和4年2月9日(2022.2.9)		最終頁に続く
(33)優先権主張国・地域又は機関	日本国(JP)		

(54)【発明の名称】 強化充填材及びその製造方法

(57)【特許請求の範囲】

【請求項1】

充填対象樹脂に混練することによりUL規格のV-0若しくはv-1又はV-2クラスの難燃性を付与することが可能な強化充填材であって、

前記強化充填材は、繊維長が20µm以上、10mm以下の強化繊維を含み、該強化繊維の表面の少なくとも一部にリンを含有するエポキシ系樹脂組成物が、該強化充填材100gあたり20g以上、50g以下の量で付着していることを特徴とする強化充填材。

【請求項2】

リンを含有するエポキシ系樹脂組成物が、リン化合物としてリンを含有するか、又は、リン化合物を用いて合成された樹脂にリン原子が組み込まれた状態でリンを含有する請求項1に記載の強化充填材。

【請求項3】

前記強化繊維が炭素繊維である請求項1に記載の強化充填材。

【請求項4】

エポキシ系樹脂組成物が従来型のフェノキシ樹脂または現場重合型フェノキシ樹脂のいずれかを含む請求項1に記載の強化充填材。

【請求項5】

請求項1～4のいずれかに記載の強化充填材を製造する方法であって、

リンを含有するエポキシ系樹脂組成物をマトリックス樹脂とした繊維強化樹脂材料を、該繊維強化樹脂材料における強化繊維の繊維長が20µm以上、10mm以下となるように粉

砕することを特徴とする強化充填材の製造方法。

【請求項 6】

リンを含有するエポキシ系樹脂組成物をマトリックス樹脂とした繊維強化樹脂材料が、廃棄・回収された繊維強化樹脂材料である請求項 5 に記載の強化充填材の製造方法。

【請求項 7】

請求項 1 ~ 4 のいずれかに記載の強化充填材を充填対象樹脂に配合して得られて、UL規格のV-0若しくはV-1又はV-2クラスの難燃性を示す成形体。

【請求項 8】

請求項 1 ~ 4 のいずれかに記載の強化充填材を充填対象樹脂であるバージンの熱可塑性樹脂に混練して得られたペレット材。

【請求項 9】

請求項 8 に記載のペレット材を単独で使用し、もしくは、バージンの熱可塑性樹脂からなる熱可塑性樹脂ペレットを併用し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、樹脂に配合することによって機械物性の向上だけでなく、難燃性を付与することのできる強化充填材及びその製造方法に関するものである。

【背景技術】

【0002】

難燃性の付与を目的に樹脂に配合される強化充填材としては、水酸化アルミニウムや水酸化マグネシウムなどの無機水酸化物のほか、赤燐などのリン化合物が挙げられる。

【0003】

一方、熱伝導性を向上させることによって、難燃性を図る手法もあり、例えば炭素繊維強化樹脂材料は、炭素繊維の高い熱伝導性によって火災などの熱を速やかに拡散させることで燃えにくくすることができる。

【0004】

炭素繊維にはチョップドタイプやミルドタイプと呼ばれる強化充填材が存在するが、これらは連続繊維に比べると繊維長が短いため、配合量を多くしなければならない。しかしながら、熱伝導性の高い炭素繊維は黒鉛化が進んでいるため、樹脂との配合性に劣る。加えて、これらは炭素繊維を原料とするために高価である。

【0005】

そこで、使用済みの炭素繊維強化プラスチック（CFRP）を粉砕して強化充填材として利用する検討が行われている（例えば特許文献 1 や特許文献 2 参照）。また、樹脂への配合の改善については、使用済み繊維強化ポリマー材料を粉砕し、その粉砕粒子をベース樹脂に分散させて、エポキシ官能基で終端されたCFRP破砕粒子を得る方法が開示されている（特許文献 3 参照）。

【0006】

なお、熱可塑性樹脂からなる成形品を得るにあたり、その弾性率を向上させるために炭素繊維等の繊維をフィラーとして含有させると共に、難燃性を高めるために赤燐系難燃剤を添加した樹脂組成物を用いることが知られている（特許文献 4 参照）。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0007】

【文献】特開 2006 - 218793 号公報

【文献】特許 6726055 号公報

【文献】特開 2021 - 133685 号公報

【文献】特開 2001 - 131427 号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

10

20

30

40

50

【 0 0 0 8 】

しかしながら、特許文献 1 にて得られる粉碎物は、長繊維ペレットからの射出成型品であることから、粉碎物は粗粒かつ炭素繊維量が少なく、樹脂に配合しても強化充填材としての効果は少ない。

【 0 0 0 9 】

また、特許文献 2 にて得られる強化充填材は難燃性付与部材に用いられると開示されているが、その強化充填材に難燃剤を含有させることができるとしていることによるものであり、強化充填材自体が難燃性を持つとはされていない。

【 0 0 1 0 】

更に、特許文献 3 の方法では、エポキシ樹脂を適用して C F R P 粉碎粒子を官能化させることで、それを硬化樹脂内に分散させた際に、化学的に結合した C F R P 破砕粒子のネットワークを有した硬化物が得られるが、硬化物に難燃性を付与することはできない。

10

【 0 0 1 1 】

一方、特許文献 4 には、熱可塑性樹脂と炭素繊維による繊維状フィラーと難燃剤を含み、V - 0 の難燃性を達成する樹脂組成物が開示されているが、各材料は全て別個であり、かつバージンな状態で配合されて成形用樹脂組成物と使用されるものであり、繊維状フィラーへ事前に難燃剤を含む樹脂を付着させて強化充填材として使用することや C F R P 廃材をリサイクル使用することは記載されていない。

【 0 0 1 2 】

そこで、本発明は、強化繊維を用いて比較的安価に難燃性を付与することができる強化充填材、及びそれを得る方法を提供することを目的とするものである。

20

【課題を解決するための手段】

【 0 0 1 3 】

すなわち、本発明の要旨は次のとおりである。

(1) 充填対象樹脂に混練することにより U L 規格の V - 0 若しくは V - 1 又は V - 2 クラスの難燃性を付与することが可能な強化充填材であって、

前記強化充填材は、繊維長が 2 0 μ m 以上、1 0 m m 以下の強化繊維を含み、該強化繊維の表面の少なくとも一部にリンを含有するエポキシ系樹脂組成物が付着していることを特徴とする強化充填材。

(2) リンを含有するエポキシ系樹脂組成物が、リン化合物としてリンを含有するか、又は、リン化合物を用いて合成された樹脂にリン原子が組み込まれた状態でリンを含有する (1) に記載の強化充填材。

30

(3) 前記強化繊維が炭素繊維である (1) 又は (2) に記載の強化充填材。

(4) エポキシ系樹脂組成物が従来型のフェノキシ樹脂または現場重合型フェノキシ樹脂のいずれかを含有する (1) ~ (3) のいずれかに記載の強化充填材。

(5) (1) ~ (4) のいずれかに記載の強化充填材を製造する方法であって、

リンを含有するエポキシ系樹脂組成物をマトリックス樹脂とした繊維強化樹脂材料を、該繊維強化樹脂材料における強化繊維の繊維長が 2 0 μ m 以上、1 0 m m 以下となるように粉碎することを特徴とする強化充填材の製造方法。

(6) リンを含有するエポキシ系樹脂組成物をマトリックス樹脂とした繊維強化樹脂材料が、廃棄・回収された繊維強化樹脂材料である (5) に記載の強化充填材の製造方法。

40

(7) (1) ~ (4) のいずれかに記載の強化充填材を充填対象樹脂に配合して得られて、U L 規格の V - 0 若しくは V - 1 又は V - 2 クラスの難燃性を示す成形体。

(8) (1) ~ (4) のいずれかに記載の強化充填材を充填対象樹脂であるバージンの熱可塑性樹脂に混練して得られたペレット材。

(9) (8) に記載のペレット材を単独で使用し、もしくは、バージンの熱可塑性樹脂からなる熱可塑性樹脂ペレットを併用して成形された成形体。

【発明の効果】

【 0 0 1 4 】

本発明の強化充填材によれば、該強化充填材と樹脂との親和性が高いために、充填対象

50

となる樹脂（充填対象樹脂）への高充填が可能であり、尚且つ、リンを含有する樹脂組成物が付着しているために充填対象樹脂への配合時に新たな難燃剤の添加が少なくできたり、不要とすることができる。

また、本発明の強化充填材を得るにあたり、使用済みの繊維強化樹脂材料を原料とすることもできることから安価であり、しかも、高温有機溶剤を必要とするプロセスが不要であるために環境にやさしい。

【発明を実施するための形態】

【0015】

以下、本発明について詳しく説明する。

本発明の強化充填材は、繊維長が20 μ m以上、10mm以下の強化繊維を含み、その表面の少なくとも一部にリンを含有するエポキシ系樹脂組成物が付着していることを特徴として、充填対象の樹脂である充填対象樹脂に混練することによりUL規格のV-0若しくはV-1又はV-2クラスの難燃性を付与することが可能な強化充填材である。

【0016】

ここで、UL規格（UL94規格）とは、装置や機器等のプラスチック材料について、燃え難さの度合いを示すもの（装置及び機器のプラスチック材料の燃焼試験規格）であり、所定の試験方法における燃焼の挙動が各判定基準で表される。一般に、難燃性に優れる方から順に5VA>5VB>V-0>V-1>V-2>HBの等級で分けられて、V-2以上は自己消化性がある（火元が離れれば消える）とされる。試験方法等の詳細は後述の実施例で示したとおりであり、本発明では、強化充填材と各種バージン樹脂を所定の混合比で混練してペレット化した後、射出成型機を用いて所定の条件で試験片を得て、評価した。

【0017】

本発明の強化充填材における強化繊維は、炭素繊維やガラス繊維のほか、アルミナ繊維やチラノ繊維、バサルト繊維などのセラミック繊維が適しているが、好ましくは炭素繊維である。炭素繊維の種類については、PAN系炭素繊維、ピッチ系炭素繊維のいずれであっても、両者が混ざっていてもよいが、最も好ましくは熱伝導性が高いピッチ系炭素繊維のみであることが好ましい。

【0018】

強化繊維の繊維長は20 μ m以上、10mm以下である。繊維長が20 μ m未満であると、炭素繊維のフィラメント径と同じ程度となるため、比表面積の増大や繊維表面に付着する樹脂組成物が少なくなることによる樹脂（充填対象樹脂）への混練性の低下や難燃性の付与が困難となる。一方、繊維長が10mmを超えると繊維の解繊不良による繊維長や密度のバラつきが大きくなることで成形体の外観不良や物性の不均一性が生じるために適さない。

繊維長は好ましくは20 μ m以上、500 μ m以下であり、より好ましくは20 μ m以上、300 μ m以下である。

【0019】

本発明の強化充填材は、強化繊維の表面の少なくとも一部にリンを含有するエポキシ樹脂組成物（以下、単に樹脂組成物という場合がある）が付着していることが特徴である。樹脂組成物の付着状態については、走査型電子顕微鏡（SEM）を用いた本発明の強化充填材の表面観察にて、強化繊維の表面の10%以上を樹脂組成物が覆っていることが望ましく、50%以上が被覆されていることがより好ましい。また、強化繊維の全面が完全に樹脂に覆われていても構わない。

なお、本発明における強化充填材は、難燃性の付与を目的とする充填対象の樹脂に配合することが想定されたものであることから、樹脂組成物が付着した強化繊維の集合体として存在する。そのため、強化繊維の表面に樹脂組成物が全く付着していないものが混入していても構わないが、その量は無作為に抽出した強化繊維の100粒子についてSEM観察を行った結果30個以下であることが望ましく、20個以下であることがより望ましい。

10

20

30

40

50

【0020】

一方、樹脂組成物の付着量については、強化充填材100gあたりとして20g以上、50g以下であることが望ましく、好ましくは30g以上、40g以下である。

このように強化繊維に付着する樹脂組成物の付着率や付着量が上記範囲内にあることによって、本発明の強化充填材は充填対象樹脂へのなじみが良好であり、良好な混練性と難燃性を付与が可能となるほか、過剰な樹脂付着が無いので熱伝導性の付与も可能となる。

なお、樹脂付着量の測定は燃焼法、例えば、強化充填材を陶製のつぼに入れてマッフル炉を用いて400以上500以下で大気雰囲気下で数時間加熱することで樹脂分を焼却し、つぼ内に残った灰分の重量を測定する方法によって算出することができる。

【0021】

強化繊維に付着しているエポキシ系樹脂組成物（リンを含有するエポキシ系樹脂組成物）は熱硬化型エポキシ樹脂であっても、熱可塑性樹脂のフェノキシ樹脂のいずれであってもよい。但し、充填対象樹脂に配合して成形加工を行った際に、熱可塑性樹脂であれば加工時の熱によって変形が可能であり、成形体の表面品位が向上したり、内部空隙を減らすことができるため、好ましく用いられる。

【0022】

なお、エポキシ系樹脂であり、かつ熱可塑性樹脂であるフェノキシ樹脂には予め重合された状態で提供される従来型のフェノキシ樹脂と現場重合型フェノキシ樹脂の2種類がある。本発明では、そのいずれであっても構わないし、これらフェノキシ樹脂を主成分としたその他の樹脂（ポリアミド、ポリカーボネート、ポリエチレンテレフタレートやポリブチレンテレフタレートなどの芳香族ポリエステル樹脂、ポリエーテルエーテルケトンなどの芳香族ポリエーテル樹脂、ポリフェニレンサルフェイド、ポリプリピレンやポリエチレンなどのポリオレフィン樹脂及びその酸変性物、スチレン-アクリロニトリル共重合体、およびABS樹脂等）とのポリマーアロイであっても構わない。なお、ポリマーアロイであるときは、フェノキシ樹脂が40wt%以上である場合を意味する。

【0023】

また、強化繊維の表面の少なくとも一部に付着しているエポキシ系樹脂組成物はリンを含有することを必須とする。

ここで「リンを含有する」ということは、リンを含有する樹脂組成物が、リン化合物としてリンを含有する場合と、リン化合物を用いて合成された樹脂にリン原子が組み込まれた状態でリンを含有する場合とが挙げられる。このうち、前者については、リンが例えば赤燐、リン酸エステル系難燃剤のようなリン化合物の状態では樹脂組成物に配合されている場合である。リン原子はエポキシ系樹脂組成物中でエポキシ系樹脂とは別個に化合物として存在しており、前記エポキシ樹脂骨格には組み込まれていない状態である。一方、後者については、例えば、リン含有エポキシ樹脂（例えば、日鉄ケミカル&マテリアル製FX-289）、リン含有フェノキシ樹脂（例えば、日鉄ケミカル&マテリアル製ERF-001）等のように樹脂骨格にリン原子が導入された市販品を好適な例として挙げるることができる。

【0024】

強化繊維の表面に付着している樹脂組成物に含まれるリン含有量は1wt%以上、10wt%以下であることが好ましい。リン含有量が1wt%未満であると充填対象樹脂への難燃性付与の効果が十分とならないおそれがあり、反対に10wt%を超えると成形体の機械強度等の物性低下のおそれがある。なお、リン含有量はより好ましくは2wt%以上、5wt%以下である。

【0025】

本発明の強化充填材は、発明の効果を損ねない範囲で、水酸化マグネシウムやアンチモンなどの難燃剤や、カーボンブラックやカーボンナノチューブ、グラフェンなどのナノカーボン、モンモリロナイトのようなナノクレイといった、リンを含有しない添加物を含んでいてもよい。

【0026】

10

20

30

40

50

次に、本発明の強化充填材を得るための方法について説明する。

【0027】

本発明の強化充填材を得る方法としては、以下の2つの方法が挙げられる。

方法(1) パージンの強化繊維を粉碎したのち、リンを含むエポキシ系樹脂組成物またはその前駆体でコーティングする方法

方法(2) リンを含有するエポキシ系樹脂組成物をマトリックス樹脂として用いた繊維強化プラスチック(繊維強化樹脂材料)における強化繊維を所定の繊維長となるように粉碎する方法

【0028】

[方法(1)]

方法(1)で使用する強化繊維は予めサイジング剤で表面処理がされていることが望ましい。また、市販されているチョップドファイバーやミルドファイバーを使用してもよい。

【0029】

強化繊維の繊維長は20 μ m以上、10mm以下となるようにするが、まず初めに、強化繊維を粗粉碎した上で、所定の繊維長となるように微粉碎してもよい。このときの粗粉碎について、強化繊維が連続繊維もしくは長繊維の状態であれば50mm以下、好ましくは30mm以下の繊維長に裁断されていることが望ましい。これらの粉碎方法については特に限定されず、例えばハンマーミルやピンミル、ボールミル、ジェットミル等の装置を用いて所定の繊維長となるように乾式粉碎される。

【0030】

次いで、粉碎された強化繊維は、ブレンダーやミキサーを用いて繊維表面に樹脂を付着させるが、リンを含む樹脂は溶剤で溶解された状態もしくは前駆体溶液の状態、攪拌などにより揺動された強化繊維の粉碎物に散布しながら供給される。なお、強化繊維が粗粉碎の状態のまま、ブレンダーやミキサー等を用いて攪拌して樹脂を付着させながら、所定の繊維長となるようにしてもよい。

【0031】

上記のようにしてリンを含有したエポキシ系樹脂組成物の散布後、必要に応じて加熱処理を行って溶剤の揮散もしくは樹脂の重合反応を行い、本発明の強化充填材とするが、再粉碎することで凝集粒子の解砕を行ったり、風力分級などにより繊維長の分布を調整してもよい。

【0032】

[方法(2)]

方法(2)で使用する繊維強化プラスチックは、新品であっても構わないが、ノートパソコンなどのOA機器や家電製品等の部品などとして製造された際に廃棄される不良品や端材、または製品として使用された後、回収されたものであることがコスト面や環境への配慮の観点から好ましい。

【0033】

原料となる回収繊維強化プラスチックに使用される強化繊維基材の形態は特に限定されるものではなく、一方向基材やクロス材といった連続繊維系の強化繊維基材やカーボンフェルトなどの短繊維基材を用いた成形加工品やプリプレグ及びその端材であったり、繊維強化ペレットを用いて射出成形方法等により成形加工された成形品およびそれらの射出成形時に発生するスプールランナー等、広く使用することができる。これらの強化繊維基材からなる回収繊維強化プラスチックを強化繊維が所定の繊維長となるように粉碎すればよい。

なお、回収繊維強化プラスチックには、表面に塗料片、印刷片やインサートされた金属片等各種の異物を混入していることもあるが、本発明においては、これらの異物が混入した炭素繊維強化プラスチック成形品も用いることが出来る。

【0034】

一般的な繊維強化プラスチックにおける強化繊維の割合は、およそ5~75wt%の範囲であるが、本発明においては50wt%以上の繊維含有量の繊維強化プラスチックを強

10

20

30

40

50

化充填材の原料として使用することが好ましい。原料中の強化繊維量が少ないということは樹脂割合の方が多くなることとなるために、強化充填材として使用した際に充填対象樹脂である配合物に対する機械強度の向上効果が小さくなるために好ましくない。

【0035】

方法(2)における強化充填材の製造においては、まず、原料となる回収繊維強化プラスチックの粗粉碎を行う。粗粉碎の方法については特に限定されないが、例えばカッターミルやクラッシャーミル、ハンマーミル等の装置を用いて繊維強化プラスチックの粉砕片を作製する。

なお、プリプレグなどについては、破碎をやすくするために予め硬化を進めておいたり、冷凍するなどして破碎をやすくする事前処理を別途行っても良い。

10

【0036】

続いて、繊維強化プラスチックの粉砕片を微粉碎が可能な粉砕機を用いて、強化繊維の繊維長が10mm以下となるまで微粉碎することにより強化充填材とする。微粉碎の方法も特に限定されるものではなく、粗粉碎と同じ装置を用いて行ってもよいが、ボールミルやジェットミルの使用が好ましい。但し、この微粉碎では、強化繊維の繊維長は20μm以上となるようにする。

なお、強化充填材は、原料となる回収繊維強化プラスチックの強化繊維基材の構造が残っていてもよい。

【0037】

こうして得られた強化充填材は、必要に応じて磁力選別や密度差を利用した方法などを用いて樹脂粉や金属成分を除去してもよいし、分級などを行って繊維長の分布を調整してもよい。

20

【0038】

本発明の強化充填材は、そのまま充填対象樹脂に配合して使用されるが、コンパウンドをそのまま加熱プレス機を用いて成形体に加工してもよいし、一旦ペレット化したのち、射出成型加法などにより成形体に加工してもよい。

【0039】

ペレット化は、通常の押し出し機を用いて行われる。その際、大きさが3mm以上の粉砕片を使用することが好ましく、さらに好ましくは大きさが5~10mmの粉砕片を使用する。粉砕片の大きさが3mmより小さいと、押し出し機でペレット化する際に嚙込が悪くなり、また、粉砕片の大きさが10mmより大きいと、繊維の解繊不良による繊維長や密度のバラつきが大きくなるということがある。

30

【0040】

ペレット化に際して、本発明の強化充填材に混合される充填対象である熱可塑性樹脂を用いても良い。熱可塑性樹脂は、例えば、オレフィン系樹脂、ポリアミド(PA)、ポリカーボネート(PC)、ポリエステル、ポリアリーレンスルフィド、ポリアミドイミド、ポリエーテルイミド、ポリエーテルスルホン、ポリフェニレンエーテルおよびその変性物、ポリフェニレンサルファイド、ポリオキシメチレン、ポリアリレート、ポリエーテルケトン(PEK)、ポリエーテルエーテルケトン(PEEK)、ポリエーテルケトンケトン、塩化ビニルを用いることができる。オレフィン系樹脂には、ポリエチレン(PE)、ポリプロピレン(PP)を用いることができる。また変性ポリオレフィンを用いることもできる。変性ポリオレフィンとしては、極性を付与するようポリオレフィンを変性したものであれば特に限定されないが、例えば(無水)カルボン酸、エポキシド、オキサゾリン、イソシアネート、カルボジイミド等で変性されたポリオレフィンを用いることができる。なお、ポリオレフィンには水素添加されていてもよい。前記熱可塑性樹脂は、1種以上使用することができ、強化充填材の原料である繊維強化プラスチックのマトリックス樹脂と親和性のあるものであれば好適であり、好ましくは化学構造が類似しているものがよく、より好ましくは同一の種類樹脂であることがよい。

40

【0041】

ペレットはそのまま単独で使用することもできるが、バージンの樹脂や繊維熱可塑性樹

50

脂ペレットと混合して、射出成形機を用いて、所望の成形体として成形することが好ましい。なお、バージンの樹脂や繊維熱可塑性樹脂ペレットと混合する際は、本発明の強化充填材を用いたペレット(A)と本発明の強化充填材を含まないペレット(B)の合計量を100重量部としたときのペレット(A)の混合率を30wt%以上、80wt%未満の範囲内にすることが好ましく、ペレット(A)の混合率を40wt%以上、70wt%以下に調節することが好ましい。ペレット(A)の混合率が30wt%未満であると、成形体にV-2以上の難燃性を付与することができなくなり、混合率が80wt%以上であると樹脂流動性不足により射出成形が困難になる。

なお、ペレットと混合されるバージンの樹脂または繊維強化熱可塑性樹脂ペレットのマトリックス樹脂の種類は、強化充填材の原料である繊維強化プラスチックのマトリックス樹脂と親和性のあるものであれば特に限定はないが、好ましくは化学構造が類似しているものがよく、より好ましくは同一の種類樹脂であることがよい。

【0042】

成形体の製造に際しては、本発明の強化充填材とバージン樹脂の他に、バインダー樹脂の可塑剤や密着性向上材、相溶化材であったり、再生充填微粒子の分散剤、熱安定剤、発泡剤、着色剤、滑材、帯電防止剤、他の無機若しくは有機のフィラー、難燃剤・防炎剤、界面活性剤、離型剤、増粘安定剤等を含むことができる。これらは、それぞれ1種の使用でもよく2種以上の併用使用でもよい

【0043】

本発明の強化充填材を用いて得られた成形体は、ノートパソコン用筐体を主体とした情報機器関連筐体や携帯電話等の高剛性、高EMIシールド性が必要な筐体等の用途や、建材、航空機や鉄道車両、自動車の構造材料など幅広い分野に適用が可能である。

【実施例】

【0044】

以下に、実施例及び比較例を挙げて本発明を更に具体的に説明するが、本発明は、その要旨を超えない限りこれらの実施例に限定されるものではない。また、以下の実施例等で用いた評価は、次の方法により行った。

【0045】

[樹脂付着量]

強化充填材5gを予め秤量した陶製ルツボに入れて、電子天秤を用いて重量を測定したのち、マッフル炉にて450℃で12hr強熱し、デシケータ中で常温まで放冷したのちに電子天秤で重量を測定して、強熱前後の重量減少分を樹脂量として算出した。

【0046】

[機械強度]

JIS K 7074 炭素繊維強化プラスチックの曲げ試験方法 に基づいて成形体の曲げ強度と弾性率を測定した。

【0047】

[難燃性]

米国UL規格のUL94に規定されている垂直燃焼性試験(94V-0)に準拠し、長さ125mm、幅13mm、厚み3.0mmの試験片で評価した。

【0048】

(実施例1)

リン系難燃剤を含有する現場重合型フェノキシ樹脂プリプレグ(日鉄ケミカル&マテリアル製NS-TEPrege 難燃タイプ)により成形された炭素繊維強化プラスチック(炭素繊維重量含有率59.5wt%、リン系難燃剤重量含有率1.2wt%、成形品密度1.64g/cm³)を、カッターミルを用いて粗粉碎し、次いで、得られた粗破砕品をボールミルを用いて粉碎し、スクリーンを用いて形状(大きさ)が5mm~10mmの強化充填材を得た。

【0049】

得られた強化充填材30質量部を充填対象樹脂であるフェノキシ樹脂(日鉄ケミカル&

10

20

30

40

50

マテリアル製 Y P - 5 0 S) 7 0 質量部と二軸押し出し機により混練した後ペレット化し、100トン射出成型機を用いてシリンダ温度180、射出圧力15MPa、金型温度30にてJIS K7139に準拠する多目的試験片タイプA1を作製して曲げ物性評価を行った。また、同成形条件により長さ125mm、幅13mm、厚み3.0mmの試験片を作製し、UL94V燃焼試験規格に則りUL94V試験を行った。結果を表1に示す。

【0050】

(実施例2および3)

強化充填材とフェノキシ樹脂の混合比率を表1に示す条件に変更した以外は、実施例1と同様の方法で試験片を作製し、同様の評価を実施した。結果を表1に示す。

10

【0051】

(実施例4)

実施例1と同様にして得られた強化充填材30質量部を充填対象樹脂であるポリフェニレンサルファイド樹脂(PPS、東レ製トレリナA900)70質量部と二軸押し出し機により混練した後ペレット化し、100トン射出成型機を用いてシリンダ温度300、射出圧力15MPa、金型温度150にてJIS K7139に準拠する多目的試験片タイプA1を作製して曲げ物性評価を行った。また、同成形条件により長さ125mm、幅13mm、厚み3.0mmの試験片を作製し、UL94V燃焼試験規格に則りUL94V試験を行った。結果を表1に示す。

【0052】

20

(実施例5)

実施例1と同様にして得られた強化充填材30質量部を充填対象樹脂であるポリプロピレン樹脂(PP、サンアロマー製サンアロマーPM600A)70質量部と二軸押し出し機により混練した後ペレット化し、100トン射出成型機を用いてシリンダ温度210、射出圧力35MPa、金型温度45にてJIS K7139に準拠する多目的試験片タイプA1を作製して曲げ物性評価を行った。また、同成形条件により長さ125mm、幅13mm、厚み3.0mmの試験片を作製し、UL94V燃焼試験規格に則りUL94V試験を行った。結果を表1に示す。

【0053】

[比較例1]

30

強化充填材の代わりにチョップドファイバー(日本グラファイトファイバー製ピッチ系炭素繊維XN-80繊維長12mm)を使用した以外は実施例1と同様にして成形体(多目的試験片タイプA1および試験片)を作製して各種評価を行った。結果を表1に示す。なお、表1中における難燃性の評価×は自己消化性が無いことを表す。

【0054】

40

50

【表 1】

原料	実施例 1	実施例 2	実施例 3	実施例 4	実施例 5	比較例 1
強化繊維	NS-TEPrez XN80	NS-TEPrez XN80	NS-TEPrez XN80	NS-TEPrez XN80	NS-TEPrez XN80	NS-TEPrez XN80
樹脂付着量	wt% 40.5	wt% 40.5	wt% 40.5	wt% 40.5	wt% 40.5	wt% 40.5
強化充填材	FRP粉砕物	FRP粉砕物	FRP粉砕物	FRP粉砕物	FRP粉砕物	FRP粉砕物
繊維径	mm 5~1.0mm	mm 5~1.0mm	mm 5~1.0mm	mm 5~1.0mm	mm 5~1.0mm	mm 5~1.0mm
樹脂付着量	wt% 40.5	wt% 40.5	wt% 40.5	wt% 40.5	wt% 40.5	wt% 40.5
成形体	YP-50S	YP-50S	YP-50S	PPS	PP	YP-50S
マトリクス樹脂	YP-50S	YP-50S	YP-50S	PPS	PP	YP-50S
充填材充量率	wt% 30	wt% 40	wt% 50	wt% 30	wt% 30	wt% 20
引伸率	wt% 0.36	wt% 0.48	wt% 0.60	wt% 0.36	wt% 0.36	wt% 0
曲げ強度	MPa 128	MPa 133	MPa 137	MPa 128	MPa 51	MPa 145
曲げ弾性率	GPa 12.5	GPa 15.0	GPa 18.5	GPa 10.0	GPa 6.4	GPa 11.8
難燃性	-	V-1	V-0	V-0	V-2	X

10

20

30

【0055】

表 1 に示すとおり、本発明の強化充填材は、充填対象樹脂に配合することによって難燃性を付与することが可能であり、機械特性に優れた成形体を得ることができる。また、本発明によれば、繊維強化プラスチックを再度成形体としてリサイクルすることができる。

40

50

フロントページの続き

- 日鉄ケミカル&マテリアル株式会社内
- (72)発明者 中西 朋宏
東京都中央区日本橋一丁目13番1号 日鉄ケミカル&マテリアル株式会社内
- (72)発明者 大塚 祐二
東京都中央区日本橋一丁目13番1号 日鉄ケミカル&マテリアル株式会社内
- (72)発明者 香川 琢
東京都中央区日本橋一丁目13番1号 日鉄ケミカル&マテリアル株式会社内
- (72)発明者 石川 信二
東京都中央区日本橋一丁目13番1号 日鉄ケミカル&マテリアル株式会社内
- 審査官 中野 孝一
- (56)参考文献 特開平02-160646(JP,A)
特開2007-045957(JP,A)
特開2015-007300(JP,A)
特開2021-138077(JP,A)
特開2019-136932(JP,A)
特開2019-065205(JP,A)
特開2013-011050(JP,A)
特開2007-231073(JP,A)
- (58)調査した分野 (Int.Cl., DB名)
C09K21/00-21/14
C08J5/04-5/10
C08J11/00-11/28
C08K3/00-13/08
C08L1/00-101/16