

(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B2)

(11)特許番号

特許第7040529号

(P7040529)

(45)発行日 令和4年3月23日(2022.3.23)

(24)登録日 令和4年3月14日(2022.3.14)

(51)国際特許分類

F I

C 0 9 D 201/00 (2006.01)	C 0 9 D 201/00
C 0 9 D 5/03 (2006.01)	C 0 9 D 5/03
C 0 9 D 7/61 (2018.01)	C 0 9 D 7/61
C 0 9 D 163/00 (2006.01)	C 0 9 D 163/00
C 0 9 D 7/63 (2018.01)	C 0 9 D 7/63

請求項の数 8 (全15頁) 最終頁に続く

(21)出願番号 特願2019-539568(P2019-539568)
 (86)(22)出願日 平成30年8月29日(2018.8.29)
 (86)国際出願番号 PCT/JP2018/031905
 (87)国際公開番号 WO2019/044886
 (87)国際公開日 平成31年3月7日(2019.3.7)
 審査請求日 令和2年3月27日(2020.3.27)
 (31)優先権主張番号 特願2017-169417(P2017-169417)
 (32)優先日 平成29年9月4日(2017.9.4)
 (33)優先権主張国・地域又は機関
 日本国(JP)
 前置審査

(73)特許権者 000003034
 東亜合成株式会社
 東京都港区西新橋1丁目14番1号
 (72)発明者 丹羽 真
 愛知県名古屋市港区昭和町8番地 東亜
 合成株式会社内
 (72)発明者 佐藤 健史
 愛知県名古屋市港区昭和町17番地の2
 3 東亜合成株式会社内
 審査官 横山 敏志

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 粉体塗料用組成物及び塗装物品

(57)【特許請求の範囲】

【請求項1】

(A)成分：平均円形度が0.92以上であり、平均一次粒子径が1.0～10μmである熱伝導性フィラー、(B)成分：熱硬化性樹脂及び(C)成分：硬化剤を含有し、前記(A)成分がアルミナである、粉体塗料用組成物。

【請求項2】

前記(A)成分が、少なくとも2種類の平均一次粒子径の異なる熱伝導性フィラーを含み、最も平均一次粒子径の小さい熱伝導性フィラーに対する、最も平均一次粒子径の大きい熱伝導性フィラーの質量比が1～5である、請求項1に記載の粉体塗料用組成物。

【請求項3】

前記(B)成分がエポキシ樹脂である請求項1又は請求項2に記載の粉体塗料用組成物。

【請求項4】

前記(A)成分の含有割合が、粉体塗料用組成物全体中に50～80質量%であり、前記(B)成分の含有割合が、粉体塗料用組成物全体中に10～50質量%である、請求項1～請求項3のいずれか1項に記載の粉体塗料用組成物。

【請求項5】

前記(C)成分の含有量は、前記(B)成分の官能基に対する、前記(C)成分の官能基のモル比が0.5～1.5である、請求項1～請求項4のいずれか1項に記載の粉体塗料用組成物。

【請求項6】

(D)成分：分散剤をさらに含有する請求項1～請求項5のいずれか1項に記載の粉体塗料用組成物。

【請求項7】

前記(A)成分100質量部に対して、前記(D)成分を0.1～5.0質量部含む、請求項6に記載の粉体塗料用組成物。

【請求項8】

請求項1～請求項7のいずれか1項に記載の粉体塗料用組成物から形成された硬化膜を表面に有する塗装物品。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

10

【0001】

本発明は、粉体塗料用組成物及び塗装物品に関し、電気・電子分野等の様々な工業用製品分野において使用することができ、これら技術分野に属する。

【背景技術】

【0002】

粉体塗料は、有機溶剤などの揮発性成分を含まず、塗膜形成成分のみを基材に塗着、溶融して塗膜を形成する塗料である。粉体塗料は、従来の溶剤型塗料と比較して、1回で厚く塗れること、付着しなかった粉体は回収して再利用ができること及び廃塗料が少ない等の利点が認められることから、塗装の合理化及び環境対応の観点から、現在、電気・電子・通信分野、建築・建材分野、自動車・車両分野、道路資材分野、水道・ガス資材分野、鋼製家具分野及び建機・産機分野等の様々な工業用製品分野において広く使用されている。

20

【0003】

粉体塗料用組成物として、エポキシ系、塩化ビニル系、ポリオレフィン系、アクリル系及びポリエステル系が知られているが、特に電気・電子分野では、高い電気絶縁性が求められるため、エポキシ系が広く活用されている。

近年、電気・電子機器の高性能化・高電力化に伴う発熱量の増大により、放熱対策が重視されており、粉体塗料用組成物には、電気絶縁性のみならず、高い熱伝導性が求められている。

【0004】

従来、熱伝導性フィラーを含む熱伝導性粉体塗料用組成物が提案されている。

30

【0005】

特許文献1には、エポキシ樹脂、エポキシ樹脂用硬化剤、及び特定の熱伝導度を有する熱伝導性フィラー3種類を特定の割合で含む、電気絶縁性と熱伝導性を有する粉体塗料用組成物が開示されている。

【0006】

特許文献2には、エポキシ樹脂及び/又はポリエステル樹脂、並びに10質量%以上40質量%以下の特定の熱伝導度を有する熱伝導性フィラーを含む、熱伝導性を有する粉体塗料用組成物が開示されている。

【先行技術文献】

【特許文献】

40

【0007】

【文献】特開昭56-79161号公報

特開2014-237805号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0008】

しかしながら、特許文献1及び2に記載の組成物から形成された硬化膜では、300 μ m程度の厚膜における平滑性に優れるものの、200 μ m以下の薄膜における平滑性(以下、「薄膜平滑性」という。)には劣り、近年の高性能化・高電力化した電気・電子機器へ適用にあたっては、電気絶縁性と熱伝導性が不十分という問題があった。

50

以上のように、硬化膜の、薄膜平滑性、電気絶縁性及び熱伝導性を同時に満足することは困難であった。

本発明は、上記事情に鑑みてなされたものであり、その目的は、硬化膜の、薄膜平滑性、電気絶縁性及び熱伝導性に優れた粉体塗料用組成物を提供することである。

【課題を解決するための手段】

【0009】

本発明者らは、前記課題を解決するために鋭意検討した結果、エポキシ樹脂、硬化剤及び、特定の平均円形度である熱伝導性フィラーを含む粉体塗料用組成物から得られる硬化膜が、薄膜平滑性、電気絶縁性及び熱伝導性に優れたことを見出し、本発明を完成した。

【0010】

本発明は以下の通りである。

[1] (A)成分：平均円形度が0.92以上である熱伝導性フィラー、(B)成分：熱硬化性樹脂及び(C)成分：硬化剤を含有する粉体塗料用組成物。

[2]前記(A)成分が、少なくとも2種類の平均一次粒子径の異なる熱伝導性フィラーを含み、最も平均一次粒子径の小さい熱伝導性フィラーに対する、最も平均一次粒子径の大きい熱伝導性フィラーの質量比が1~5である、[1]に記載の粉体塗料用組成物。

[3]前記(B)成分がエポキシ樹脂である[1]又は[2]に記載の粉体塗料用組成物。

[4]前記(A)成分の平均一次粒子径が、1.0~40 μ mである、[1]~[3]のいずれかーに記載の粉体塗料用組成物。

[5]前記(A)成分の含有割合が、粉体塗料用組成物全体中に50~80質量%であり、前記(B)成分の含有割合が、粉体塗料用組成物全体中に10~50質量%である、[1]~[4]のいずれかーに記載の粉体塗料用組成物。

[6]前記(C)成分の含有量は、前記(B)成分の官能基に対する、前記(C)成分の官能基のモル比が0.5~1.5である、[1]~[5]のいずれかーに記載の粉体塗料用組成物。

[7](D)成分：分散剤をさらに含有する[1]~[6]のいずれかーに記載の粉体塗料用組成物。

[8]前記(A)成分100質量部に対して、前記(D)成分を0.1~5.0質量部含む、[7]に記載の粉体塗料用組成物。

[9][1]~[8]のいずれかーに記載の粉体塗料用組成物から形成された硬化膜を表面に有する塗装物品。

【発明の効果】

【0011】

本発明の組成物によれば、薄膜平滑性、電気絶縁性及び熱伝導性に優れた硬化膜を得ることができる。

【発明を実施するための形態】

【0012】

本発明は、平均円形度が0.92以上である熱伝導性フィラー(A)、熱硬化性樹脂(B)及び硬化剤(C)を含有する粉体塗料用組成物、及び当該粉体塗料用組成物から形成された硬化膜を表面に有する塗装物品に関する。

以下、(A)成分、(B)成分、(C)成分、粉体塗料用組成物、粉体塗料用組成物の製造方法、塗装物品及び用途について説明する。

【0013】

1.(A)成分

(A)成分は、平均円形度が0.92以上である熱伝導性フィラーである。

【0014】

本発明において、平均円形度とは、粒子画像分析装置を用いて撮影した熱伝導性フィラーの粒子投影像から下記L0及びL1を得て、次式に従って算出される円形度の平均値を意味する。

円形度 = $L0 / L1$

10

20

30

40

50

L 0 : 実際に測定した対象の熱伝導性フィラーの粒子投影像から算出された面積と同一の面積を有する理想円(真円)の周囲長

L 1 : 前記測定対象の熱伝導性フィラーの粒子投影像から測定した実際の周囲長

【0015】

(A)成分の平均円形度としては、(B)成分に対する充填率を向上でき、硬化膜の熱伝導性を高めることができる点で、0.93以上がより好ましく、0.94以上が特に好ましい。

【0016】

(A)成分の平均一次粒子径としては、硬化膜の薄膜平滑性を向上できる点で、1.0~40 μm が好ましく、1.0~20 μm がより好ましく、1.0~10 μm がさらに好ましい。

10

【0017】

本発明において、平均一次粒子径とは、レーザー回折・散乱法により測定した粒度分布における体積基準の頻度積算値50%の粒子径を意味する。

【0018】

(A)成分の熱伝導率としては、硬化膜の熱伝導性を向上できる点で、10W/(m \cdot K)以上が好ましく、20W/(m \cdot K)以上がより好ましい。

【0019】

本発明の熱伝導性フィラーとしては、金属系フィラー、無機化合物フィラー及び炭素系フィラー等が挙げられる。

20

【0020】

金属系フィラーの具体例としては、銀、銅、アルミニウム、鉄及びステンレス等が挙げられる。

【0021】

無機化合物フィラーの具体例としては、アルミナ、マグネシア、酸化亜鉛、ベリリア、シリカ、窒化ホウ素、窒化アルミニウム、窒化ケイ素、炭化ケイ素、炭化ホウ素及び炭化チタン等が挙げられる。

【0022】

炭素系フィラーの具体例としては黒鉛及び炭素繊維等が挙げられる。

【0023】

これらの中でも、硬化膜の電気絶縁性を向上できる点で、無機化合物フィラーが好ましい。

30

【0024】

無機化合物フィラーの中でも、熱伝導性及び電気絶縁性がいずれも高い点で、アルミナ、マグネシア、酸化亜鉛、ベリリア、窒化ホウ素、窒化アルミニウム及び窒化ケイ素が好ましく、熱伝導性と電気絶縁性に加えて(B)成分に対する充填性が良くなる点で、アルミナが特に好ましい。

【0025】

(A)成分は、1種のみを使用しても、2種以上を併用しても良い。

【0026】

(A)成分は、(B)成分に対する充填率を向上でき、硬化膜の熱伝導性を高めることができる点で、少なくとも2種類の平均一次粒子径の異なる熱伝導性フィラーを含み、最も平均一次粒子径の小さい熱伝導性フィラーに対する、最も平均一次粒子径の大きい熱伝導性フィラーの質量比(以下、「最小フィラーに対する最大フィラーの質量比」という。)が1~5であることが好ましく、2~3がより好ましい。

40

【0027】

(A)成分は、(B)成分に対する分散性を向上させるために、表面処理を行ったものを使用する事もできる。例えば、無機化合物フィラー等は、シラン系カップリング剤、チタネート系カップリング剤及び/又はアルミネート系カップリング剤等で、表面改質されたものを使用する事ができる。

【0028】

50

(A)成分の含有割合としては、硬化膜の熱伝導性及び電気絶縁性に優れる点で、粉体塗料用組成物全体中に50～80質量%が好ましく、より好ましくは60～80質量%である。

【0029】

2.(B)成分

(B)成分は、熱硬化性樹脂であり、室温で固体のものが好ましい。

【0030】

(B)成分としては、エポキシ樹脂(以下、「(b1)成分」という。)及びポリエステル樹脂(以下、「(b2)成分」という。)等の熱硬化性樹脂を使用することができ、高い電気絶縁性を有する点でエポキシ樹脂が好ましい。

10

【0031】

(b1)成分としては、ビスフェノール型エポキシ樹脂、ノボラック型エポキシ樹脂及びビフェニル型エポキシ樹脂等が挙げられる。

【0032】

ビスフェノール型エポキシ樹脂の具体例としては、ビスフェノールA型エポキシ樹脂、ビスフェノールF型エポキシ樹脂、ビスフェノールAとビスフェノールFとエピクロリヒドリンが重縮合したエポキシ樹脂、及びテトラプロモビスフェノールA型エポキシ樹脂等が挙げられる。

【0033】

ノボラック型エポキシ樹脂の具体例としては、フェノールノボラック型エポキシ樹脂、クレゾールノボラック型エポキシ樹脂、ビスフェノールAノボラック型エポキシ樹脂及びビスフェノールFノボラック型エポキシ樹脂等が挙げられる。

20

【0034】

ビフェニル型エポキシ樹脂の具体例としては、テトラメチルビフェニル型エポキシ樹脂等が挙げられる。

【0035】

これらの中でも、硬化膜の機械的特性に優れる点で、ビスフェノール型エポキシ樹脂及びノボラック型エポキシ樹脂が好ましく、ビスフェノールA型エポキシ樹脂及びクレゾールノボラック型エポキシ樹脂が特に好ましい。

【0036】

(b1)成分は、1種のみを使用しても、2種以上を併用しても良く、ビスフェノールA型エポキシ樹脂及びクレゾールノボラック型エポキシ樹脂を併用することが特に好ましい。

30

【0037】

(b1)成分のエポキシ当量は、100～4,000g/eqが好ましい。硬化膜の靱性に優れる点で100g/eq以上が好ましく、200g/eq以上がより好ましい。また、焼付時の溶融フロー性に優れる点で4,000g/eq以下が好ましく、3,000g/eq以下がより好ましい。

【0038】

(b2)成分としては、硬化性の点から、ジカルボン酸化合物(以下、「(x)成分」という。)及び多価アルコール(以下、「(y)成分」という。)の反応物を含む水酸基含有ポリエステル樹脂が好ましい。

40

【0039】

(x)成分の具体例としては、コハク酸、グルタル酸、アジピン酸、ピメリン酸、スベリン酸、セバシン酸、アゼライン酸、1,9-ノナンジカルボン酸、1,10-デカンジカルボン酸、1,12-ドデカンジカルボン酸及び1,2-オクタデカンジカルボン酸等の脂肪族ジカルボン酸化合物、1,3-シクロヘキサンジカルボン酸、1,4-シクロヘキサンジカルボン酸及びヘキサヒドロフタル酸等の脂環族ジカルボン酸化合物、フタル酸、イソフタル酸、テレフタル酸、ナフタレンジカルボン酸、トリメリット酸及びピロメリット酸の芳香族ジカルボン酸化合物、及びこれらの酸無水物等が挙げられ、これらは、1種のみを使用しても、2種以上を併用しても良い。

50

【 0 0 4 0 】

(y) 成分の具体例としては、エチレングリコール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、1, 2 - プロパンジオール、1, 3 - ブタンジオール、1, 4 - ブタンジオール、1, 5 - ペンタンジオール、1, 6 - ヘキサジオール、1, 10 - デカンジオール、1, 4 - シクロヘキサジメタノール、ネオペンチルグリコール、スピログリコール及び2 - ブチル - 2 - エチル - 1, 3 - プロパンジオール等の2価アルコール、トリメチロールプロパン等の3価アルコール、及びペンタエリスリトール等の4価アルコール等が挙げられ、これらは、1種のみを使用しても、2種以上を併用しても良い。

【 0 0 4 1 】

(b 2) 成分の水酸基価は、塗膜の強度に優れる点で、10 ~ 100 mg KOH / g が好ましく、より好ましくは20 ~ 70 mg KOH / g である。

10

【 0 0 4 2 】

尚、本発明において水酸基価とは、試料1g中の水酸基と等量の水酸化カリウムのmg数を意味する。

【 0 0 4 3 】

(b 2) 成分は、1種のみを使用しても、2種以上を併用しても良い。

【 0 0 4 4 】

(B) 成分の軟化点は、60 ~ 120 が好ましい。粉体塗料用組成物のブロッキングを抑制できる点で60以上が好ましく、70以上がより好ましい。また、熔融混練時の分散が十分にできる点で130以下が好ましく、120以下がより好ましい。

20

【 0 0 4 5 】

(B) 成分の含有割合としては、硬化膜の熱伝導性及び電気絶縁性に優れる点で、粉体塗料用組成物全体中に10 ~ 50質量%が好ましく、より好ましくは10 ~ 40質量%である。

【 0 0 4 6 】

3. (C) 成分

(C) 成分は、硬化剤であり、エポキシ樹脂に対する硬化剤(以下、「(c 1) 成分」という。)又はポリエステル樹脂に対する硬化剤(以下、「(c 2) 成分」という。)として、公知のものを使用することができる。

【 0 0 4 7 】

(c 1) 成分としては、酸無水物、アミン系化合物、アミド系化合物及びフェノール系化合物等が挙げられる。

30

【 0 0 4 8 】

酸無水物の具体例としては、無水フタル酸、無水マレイン酸、テトラヒドロ無水フタル酸、メチルテトラヒドロ無水フタル酸、無水メチルナジック酸、ヘキサヒドロ無水フタル酸及びメチルヘキサヒドロ無水フタル酸、無水トリメリット酸、無水ピロメリット酸及び3, 3' - 4, 4' - ベンゾフェノンテトラカルボン酸二無水物等が挙げられる。

【 0 0 4 9 】

アミン系化合物の具体例としては、ジアミノジフェニルメタン、ジアミノジフェニルエタン、ジアミノジフェニルエーテル、ジアミノジフェニルスルホン、オルトフェニレンジアミン、メタフェニレンジアミン、パラフェニレンジアミン、メタキシレンジアミン、パラキシレンジアミン、ジエチルトルエンジアミン、ジエチレントリアミン、トリエチレントラミン、イソホロンジアミン、イミダゾール、BF₃-アミン錯体、グアニジン誘導体及びグアナミン誘導体等が挙げられる。

40

【 0 0 5 0 】

アミド系化合物の具体例としては、ジシアンジアミド、及び、リノレン酸の2量体とエチレンジアミンとより合成されるポリアミド樹脂等が挙げられる。

【 0 0 5 1 】

フェノール系化合物の具体例としては、ビスフェノールA、ビスフェノールF、ビスフェノールS、レゾルシン、カテコール、ヒドロキノン、フルオレンビスフェノール、4,

50

4'-ビフェノール、4,4',4''-トリヒドロキシトリフェニルメタン、ナフタレンジオール、1,1,2,2-テトラキス(4-ヒドロキシフェニル)エタン、カリックスアレール、クレゾールノボラック樹脂、芳香族炭化水素ホルムアルデヒド樹脂変性フェノール樹脂、ジシクロペンタジエンフェノール付加型樹脂、フェノールアラールキル樹脂及びフェノールノボラック樹脂等が挙げられる。

【0052】

これらの中でも、ポットライフと電気絶縁性を向上できる点で、酸無水物が好ましく、無水ピロメリット酸及び3,3'-4,4'-ベンゾフェノンテトラカルボン酸二無水物等が特に好ましい。

【0053】

(c1)成分は、1種のみを使用しても、2種以上を併用しても良い。

【0054】

(c1)成分の含有量は、硬化膜の機械的特性に優れる点で、エポキシ樹脂のエポキシ基に対する、(c1)成分の官能基のモル比が0.5~1.5であることが好ましく、より好ましくは0.8~1.3である。

【0055】

(c2)成分としては、水酸基含有ポリエステル樹脂の硬化剤として、室温で固体のブロックイソシアネート化合物が好ましい。

【0056】

ブロックイソシアネート化合物としては、脂肪族、芳香族及び芳香脂肪族の多価イソシアネート化合物と、ブロック剤と反応させ、マスキングすることにより製造したものが好ましい。

【0057】

多価イソシアネート化合物の具体例としては、ヘキサメチレンジイソシアネート、4,4'-メチレンビス(シクロヘキシルイソシアネート)、メチルシクロヘキサンジイソシアネート、ビス(イソシアネートメチル)シクロヘキサン、イソホロンジイソシアネート、ダイマー酸ジイソシアネート、リジンジイソシアネート、トリレンジイソシアネート、4,4'-ジフェニルメタンイソシアネート及びキシリレンジイソシアネート等の2価イソシアネート化合物、ヘキサメチレンジイソシアネートの三量体及びリジントリイソシアネート等の3価イソシアネート化合物等が挙げられる。

【0058】

ブロック剤の具体例としては、メタノール、エタノール及びベンジルアルコール等のアルコール類、フェノール及びクレゾール等のフェノール類、カプロラクタム及びブチロラクタム等のラクタム類、シクロヘキサノン、オキシム及びメチルエチルケトオキシム等のオキシム類等が挙げられる。

【0059】

(c2)成分としては、脂肪族、芳香族及び芳香脂肪族の多価イソシアネート化合物と、活性水素を有する低分子化合物とを反応させて得たポリイソシアネート化合物を、ブロック剤と反応させ、マスキングすることにより製造したものであっても良い。

【0060】

前記活性水素を有する低分子化合物の具体例としては、水、エチレングリコール、プロピレングリコール、トリメチロールプロパン、グリセリン、ソルビトール、エチレンジアミン、エタノールアミン、ジエタノールアミン及びヘキサメチレンジアミン等の他に、更に、イソシアヌレート、ウレチジオン、水酸基含有低分子量ポリエステル及びポリカプロラクトン等が挙げられる。

【0061】

(c2)成分の含有量は、硬化膜の硬度、耐熱性、耐湿性及び耐薬品性に優れる点で、水酸基含有ポリエステル樹脂の水酸基に対する、(c2)成分の官能基のモル比が0.5~1.5であることが好ましく、より好ましくは0.9~1.2である。

4. 粉体塗料用組成物

10

20

30

40

50

本発明の粉体塗料用組成物は、前記(A)成分、(B)成分及び(C)成分を含有するものであるが、目的に応じて種々のその他成分を配合することができる。

【0062】

その他成分としては、具体的には、分散剤〔以下、「(D)成分」という〕、硬化促進剤〔以下、「(E)成分」という〕、顔料、レベリング剤及びピンホール防止剤等が挙げられる。

【0063】

以下、これらの成分について説明する。

尚、後記するその他の成分は、例示した化合物の1種のみを使用しても良く、2種以上を併用しても良い。

【0064】

4-1.(D)成分

(D)成分は、分散剤であり、(A)成分の分散性を向上する目的で配合することができる。

【0065】

(D)成分としては、低分子量分散剤及び高分子量分散剤等が挙げられる。

【0066】

低分子量分散剤の具体例としては、公知のアルキルアミン化合物、ヒドロキシ基を有するアミン化合物、ニペコタミド、イソニペコタミド及びニコチン酸アミド等のアミド化合物等が挙げられる。

【0067】

高分子量分散剤の具体例としては、ポリアクリル酸エステル等の不飽和カルボン酸エステルの(共)重合体類、ポリアクリル酸等の不飽和カルボン酸の(共)重合体の(部分)アミン塩、(部分)アンモニウム塩及び/又は(部分)アルキルアミン塩類、水酸基含有ポリアクリル酸エステル等の水酸基含有不飽和カルボン酸エステルの(共)重合体及び/又はそれらの変性物、ポリエステル類、ポリウレタン類、飽和ポリアミド類、ポリシロキサン類、長鎖ポリアミノアミドリン酸塩類、ポリ(低級アルキレンイミン)と遊離カルボキシル基含有ポリエステルとの反応により得られるアミド及び/又はそれらの塩類等が挙げられる。

【0068】

高分子量分散剤の共重合形態としては、ランダム型、グラフト型(又は「型」という。)、ブロック型のいずれでもよい。

【0069】

高分子量分散剤の官能基としては、酸性基又は塩基性基を有していても良い。

【0070】

高分子量分散剤の市販品としては、ビッケミー・ジャパン(株)製の「BYK(登録商標)-3950P」、「同-3951P」、「同-3955P」、「DISPERBYK(登録商標)-2055」及び「同-2200」、日本ルーブリゾール(株)製の「ソルプラス(登録商標)L-300」、「同L-400」、「ソルスパース(登録商標)12000」、「同24000GR」、「同24000SC」、「同26000」及び「同32000」、味の素ファインテクノ(株)製の「アジスパー(登録商標)PB821」、「同PB822」、「同PB824」及び「同PB881」等が挙げられる。

【0071】

(D)成分としては、(A)成分の分散性に優れ、硬化膜の薄膜平滑性に優れる点で、高分子量分散剤が好ましく、型の高分子量分散剤がより好ましく、酸性基又は塩基性基を有する型の高分子量分散剤が特に好ましい。

【0072】

(D)成分の含有割合としては、(A)成分の分散性に優れ、硬化膜の薄膜平滑性に優れる点で、(A)成分100質量部に対して、0.1~10.0質量部が好ましく、より好ましくは0.1~5.0質量部であり、0.1~2.0質量部が特に好ましい。

10

20

30

40

50

【 0 0 7 3 】

4 - 2 . (E) 成分

(E) 成分は、硬化促進剤であり、(B) 成分の硬化を促進し、優れた硬化膜強度を得る目的で配合することができる。

【 0 0 7 4 】

(E) 成分としては、(B) 成分が (b 1) 成分の場合には、リン系化合物、3級アミン化合物及びイミダゾール化合物等が挙げられる。

【 0 0 7 5 】

リン系化合物の具体例としては、エチルホスフィン及びフェニルホスフィン等の1級ホスフィン、ジメチルホスフィン及びジフェニルホスフィン等の2級ホスフィン、トリエチルホスフィン及びトリフェニルホスフィン等の3級ホスフィン等が挙げられる。

10

【 0 0 7 6 】

3級アミン化合物の具体例としては、ジメチルアミノヘキサノール等の脂肪族アミン類、1, 8 - ジアザビシクロ - [5 . 4 . 0] - 7 - ウンデセン、1, 5 - ジアザビシクロ - [5 . 4 . 0] - 5 - ノネン等の脂環式及び複素環式アミン類、ジメチルベンジルアミン等の芳香族アミン類等が挙げられる。

【 0 0 7 7 】

イミダゾール化合物の具体例としては、2 - フェニルイミダゾール、1 - シアノエチル - 2 - エチル - 4 - メチルイミダゾール及び2 - エチル - 4 - メチルイミダゾール等が挙げられる。

20

【 0 0 7 8 】

これらの中でも、(b 1) 成分の硬化性に優れる点から、トリフェニルホスフィン及び1, 8 - ジアザビシクロ - [5 . 4 . 0] - 7 - ウンデセンが好ましく、トリフェニルホスフィンがより好ましい。

【 0 0 7 9 】

(E) 成分としては、(B) 成分が (b 2) 成分の場合には、スズ触媒等が挙げられる。

【 0 0 8 0 】

スズ触媒の具体例としては、オクチル酸スズ、トリブチルスズラウレート、ジブチルスズジラウレート及びジ - ノルマルブチルスズラウレートポリマー等が挙げられる。

【 0 0 8 1 】

(E) 成分は、1種を単独で用いてもよく、2種以上を併用してもよい。

30

【 0 0 8 2 】

(E) 成分の含有割合としては、触媒効果とポットライフを両立できる点で、(B) 成分及び(C) 成分の合計量 1 0 0 質量部に対して、0 . 0 1 ~ 5 . 0 質量部が好ましく、より好ましくは 0 . 0 1 ~ 3 . 0 質量部である。

5 . 粉体塗料用組成物の製造方法

本発明の粉体塗料用組成物は、公知の方法で製造できる。

【 0 0 8 3 】

具体的には、後記方法 (1) ~ (3) 等が挙げられる。

(1) (A) ~ (C) 成分と、必要に応じて (D) ~ (E) 成分、顔料、レベリング剤及びピンホール防止剤 (以下、まとめて「原料」ともいう) をそれぞれ予め粉末状に粉碎した後に混合する方法

40

(2) 原料を固体状態で混合した後に粉末状に粉碎する方法

(3) 原料を固体状態で混合した後、熔融混練し、冷却して塊状とし、これを粉末状に粉碎する方法

【 0 0 8 4 】

得られる粉末中に均一に各成分が分布することで、得られる硬化膜の均質性に優れる点で、方法 (3) が好ましい。

【 0 0 8 5 】

原料の固体状態での混合は、高速ミキサー、V型ミキサー及び反転ミキサー等の混合機を

50

用いて行うことができる。

【0086】

溶融混練は、一軸、二軸及び遊星ギア等の各種形式の押出機を用いて行うことができる。各成分の混合物を加熱溶融状態で練り合わせて、各成分の均一化を図る。押し出された溶融混練物を冷却してペレットとすることが好ましい。

【0087】

ペレットの粉碎は、ピンミル、ハンマーミル及びジェットミル等の粉碎機を用いて行うことができる。粉碎後、サイクロン及び分級機（振動ふるいなど）を用い、一定の粒度範囲に揃えること（以下、分級という）が好ましい。分級を行う場合は、粒子径が5 μm未満の微粉及び粒子径が150 μmを超える粗粉の少なくともいずれかを除去することが好ましい。

10

【0088】

6. 塗装物品

本発明の塗装物品は、基材の表面に、粉体塗料用組成物から形成された硬化膜を有する。

【0089】

基材の材質としては、鉄、鋼、銅及びアルミニウム等の金属、当該金属の合金、当該金属又は当該合金を表面処理したもの等が挙げられる。また、金属以外の材質を含む機械部品や電気回路等を一部に組み込んだ構造体も挙げることができる。

【0090】

基材の形状の例としては、板状、フィン状、棒状又はコイル状等が挙げられるが、特に限定されるものではない。

20

【0091】

基材のサイズとしては、特に限定されず、用途等に応じて適宜設定すれば良い。

【0092】

[塗装物品の製造方法]

本発明の塗装物品は、本発明の粉体塗料用組成物を基材に塗装して、基材上に当該組成物の溶融物からなる塗膜を形成し、当該組成物中の反応成分を反応させ、次いで、溶融状態の硬化膜を室温まで冷却して固化させて製造することが好ましい。

【0093】

粉体塗料用組成物の溶融物からなる溶融膜は、基材への当該組成物の塗装と同時に形成しても良く、基材に当該組成物の粉体を付着させた後に基材上で粉体を加熱溶融させて形成しても良い。

30

【0094】

粉体塗料用組成物が加熱溶融されるとほぼ同時に、当該組成物中の反応成分の硬化反応が開始するため、当該組成物の加熱溶融と基材への付着はほぼ同時に行うか、当該組成物の基材への付着の後に当該組成物の加熱溶融を行う必要がある。

【0095】

粉体塗料用組成物を加熱して溶融し、その溶融状態を所定時間維持するための加熱温度（以下、「焼付け温度」という。）と加熱維持時間（以下、「焼付け時間」という。）は、粉体塗料用組成物の原料成分の種類や組成、所望する硬化膜の膜厚等により適宜設定される。特に、焼付け温度は、160～220 程度であることが好ましい。焼付け時間は、1秒～120分が好ましく、より好ましくは1～60分である。

40

【0096】

硬化膜の膜厚としては、通常、20～700 μmであり、本発明の効果を奏する点で、200 μm以下が好ましく、150 μm以下がより好ましい。

【0097】

[塗装方法]

塗装方法としては、静電塗装法、静電吹付法、静電浸漬法、噴霧法、流動浸漬法、吹付法、スプレー法、溶射法及びプラズマ溶射法等が挙げられる。溶融膜の薄膜平滑性に優れ、硬化膜の隠ぺい性に優れる点から、粉体塗装ガンを用いた静電塗装法が好ましい。

50

【 0 0 9 8 】

粉体塗装ガンとしては、コロナ帯電型塗装ガン及び摩擦帯電型塗装ガンが挙げられる。コロナ帯電型塗装ガンは、粉体塗料をコロナ放電処理して吹き付けるものである。摩擦帯電型塗装ガンは、粉体塗料を摩擦帯電処理して吹き付けるものである。

【 0 0 9 9 】

粉体塗装ガンからの粉体塗料の吐出量は、50～200g/分が好ましい。

【 0 1 0 0 】

粉体塗装ガンのガン部分の先端から基材までの距離は、塗着効率の点から、100～400mmが好ましい。

【 0 1 0 1 】

コロナ帯電型塗装ガンを用いる場合、コロナ放電処理によって粉体塗料を構成する成分に加える印加電圧は、-20～-100kVが好ましく、塗着効率（粉体塗料が基材に付着する割合）と硬化膜の外観に優れる点から、-50～-80kVが好ましい。

【 0 1 0 2 】

摩擦帯電型塗装ガンを用いる場合、摩擦帯電処理による粉体塗料の内部発生電流値は、塗着効率と硬化膜の外観に優れる点から、1～8μAが好ましい。

【 0 1 0 3 】

静電塗装法を工業的に実施する場合には、例えば、未塗装の基材を設置し、かつアースを
するための、アースが取られた導電性水平ベルトコンベアを、塗装室に敷設し、塗装室上
部にガンを設置する。塗装パターン幅は50～500mmが好ましく、ガンの運行スピー
ドは1～30m/分が好ましく、コンベアスピードは1～50m/分が好ましく、目的に
合わせて前記範囲から適した条件を選択すれば良い。

【 0 1 0 4 】

7. 用途

本発明の組成物から形成される塗装物品は、電気・電子分野等の様々な工業用製品分野において使用することができる。

【 0 1 0 5 】

特に、好ましい用途の具体例としては、LED照明及び有機EL照明等の照明装置、半導体モジュール、プリント配線基板及びフレキシブル配線基板等の電子回路基板、小型モーター及び車載用モーター等の電動回転機器、変圧器等の電源機器、リチウム電池等の蓄電機器、並びに、太陽光パネル等の発電装置等が挙げられる。

【 実施例 】

【 0 1 0 6 】

以下に、実施例及び比較例を示し、本発明をより具体的に説明する。

【 0 1 0 7 】

1. 実施例1～7、比較例1及び同2

1) 粉体塗料用組成物の調製

下記表1に示す化合物を表1に示す質量部で高速ミキサーを用いて混合した後、熔融混練し、冷却して塊状とし、これを、ハンマーミルを用いて粉末状に粉砕することで、粉体塗料用組成物を調製した。

得られた組成物を使用し、後記する評価を行った。それらの結果を表1に示す。

【 0 1 0 8 】

尚、表1における数字は質量部を意味する。

又、表1における略号は下記を意味する。

・YD013：ビスフェノールA型エポキシ樹脂（エポキシ当量：850、軟化点：95）、新日鉄住金化学(株)製エポトート（登録商標）YD-013

・YDCN704：o-クレゾールノボラック型エポキシ樹脂（エポキシ当量650、軟化点：90）、新日鉄住金化学(株)製エポトート（登録商標）YDCN-704

・TMTAC：トリメリット酸無水物、新日本理化(株)製リカシッド（登録商標）TMTA-C

10

20

30

40

50

- ・ T P P : トリフェニルホスフィン、ケイアイ化成(株)製 P P - 3 6 0
- ・ A S 5 0 : アルミナ(平均一次粒子径: 9 μ m)、昭和電工(株)製 A S - 5 0
- ・ A R 6 0 : アルミナ(平均一次粒子径: 3 μ m)、昭和電工(株)製 A R - 6 0
- ・ C B P 1 0 : アルミナ(平均一次粒子径: 8 μ m)、昭和電工(株)製 C B - P 1 0
- ・ C B P 0 2 : アルミナ(平均一次粒子径: 2 μ m)、昭和電工(株)製 C B - P 0 2
- ・ V 3 2 5 F : アルミナ(平均一次粒子径: 1 2 μ m)、日本軽金属(株)製 V 3 2 5 F
- ・ S A 3 4 : アルミナ(平均一次粒子径: 4 μ m)、日本軽金属(株)製 S A 3 4
- ・ L 4 0 0 : 塩基性基を有する 型の高分子量分散剤、日本ルーブリゾール(株)製ソルプラス L - 4 0 0
- ・ L 3 0 0 : 酸性基を有する 型の高分子量分散剤、日本ルーブリゾール(株)製ソルプラス L - 3 0 0
- ・ 2 0 L : カーボンブラック、オリオン・エンジニアドカーボنز(株)製ハイブラック 2 0 L
- ・ R L 4 : アクリル系レベリング剤、三井化学(株)製レジミックス(登録商標) R L - 4 2) 熱伝導性フィラーの平均円形度の測定

10

下記表 1 に示す熱伝導性フィラーの平均円形度について、粒子画像分析装置(シスメックス社製、商品名 F P I A - 3 0 0 0) を用いて撮影した熱伝導性フィラーの粒子投影像から下記 L 0 及び L 1 を得て、次式に従って算出される円形度の平均値を測定した。

$$\text{円形度} = L 0 / L 1$$

L 0 : 実際に測定した対象の熱伝導性フィラーの粒子投影像から算出された面積と同一の面積を有する理想円(真円)の周囲長

20

L 1 : 前記測定対象の熱伝導性フィラーの粒子投影像から測定した実際の周囲長
それらの結果を以下に示す。

- ・ A S 5 0 の平均円形度 : 0 . 9 3
- ・ A R 6 0 の平均円形度 : 0 . 9 3
- ・ C B P 1 0 の平均円形度 : 0 . 9 4
- ・ C B P 0 2 の平均円形度 : 0 . 9 4
- ・ V 3 2 5 F の平均円形度 : 0 . 9 1
- ・ S A 3 4 の平均円形度 : 0 . 9 1

【 0 1 0 9 】

30

3) 塗装物品の製造

前記 1 . 1) で得られた粉体塗料用組成物を用い、リン酸亜鉛による化成処理を行なった冷間圧延鋼板(以下、「鋼板」という)の一面に、静電塗装機(日本パーカライズン(株)製、商品名: G X 7 5 0 0 C) を用いて静電塗装を行い、2 0 0 雰囲気中で 1 5 分間保持し、次いで、放置して室温まで冷却し、平均膜厚 6 0 μ m の硬化膜付き鋼板(以下、「塗装鋼板」という)を得た。

【 0 1 1 0 】

4) 粉体塗料用組成物の評価

前記 1 . 1) で得られた粉体塗料用組成物を用い、後記する評価を行った。

(1) 溶融フロー性

40

前記 1 . 1) で得られた粉体塗料用組成物 1 . 0 g を錠剤状のペレット(直径 1 6 m m) に加圧成型し、当該ペレットを 1 6 0 に加熱した鋼板の上で 1 0 分間溶融させた。1 0 分間溶融後のペレット直径を測定し、次式に従って、水平フロー率を算出した。

$$\text{水平フロー率}(\%) = (D - 1 6) / 1 6 \times 1 0 0$$

D : 1 0 分間溶融後のペレット直径(m m)

水平フロー率が大きいほど、粉体塗料用組成物の溶融フロー性が良好であることを意味し、以下の 5 水準で評価を行った。それらの評価結果を表 1 に示す。

- : 水平フロー率が 5 . 0 % 以上
- : 水平フロー率が 1 . 0 % 以上、5 . 0 % 未満
- : 水平フロー率が 0 . 5 % 以上、1 . 0 % 未満

50

× : 水平フロー率が 0.1% 以上、0.5% 未満

×× : 水平フロー率が 0.1% 未満

【0111】

5) 塗装鋼板の評価

前記 1.2) で得られた塗装鋼板を用い、後記する評価を行った。

【0112】

(1) 薄膜平滑性

塗装鋼板表面の平滑性を目視観察し、以下の 4 水準で評価を行った。それらの結果を表 1 に示す。

○ : 極めて良好

○ : 良好

○ : やや悪い

× : 非常に悪い

【0113】

(2) 電気絶縁性

塗装鋼板の絶縁破壊強さを、耐圧試験機（菊水電子工業（株）製、商品名 TOS 8700）を用いて、直流電流、昇圧速度 1 kV / 秒にて測定し、以下の 5 水準で評価を行った。それらの結果を表 1 に示す。

○ : 50 kV / mm 以上

○ : 10 kV / mm 以上、50 kV / mm 未満

○ : 1 kV / mm 以上、10 kV / mm 未満

× : 1 kV / mm 未満

×× : 硬化膜欠損により測定不能

(3) 熱伝導性

塗装鋼板の熱伝導率を、キセノンフラッシュアナライザー（ネッチ・ジャパン（株）製、商品名 LFA - 467）を用いて測定し、以下の 5 水準で評価を行った。それらの結果を表 1 に示す。

○ : 1.0 W / (m · K) 以上

○ : 0.5 W / (m · K) 以上、1.0 W / (m · K) 未満

○ : 0.1 W / (m · K) 以上、0.5 W / (m · K) 未満

× : 0.1 W / (m · K) 未満

×× : 硬化膜欠損により測定不能

【0114】

10

20

30

40

50

【表 1】

			実施例							比較例		
			1	2	3	4	5	6	7	1	2	
	(A)	AS50	325	225	325	225		225	225			
		AR60		100		100		100	100			
		CBP10					225					
		CBP02					100					
		V325F								325	225	
		SA34									100	
	(B)	YD013	90	90	90	90	90	90	90	90	90	
		YDCN704	10	10	10	10	10	10	10	10	10	
	(C)	TMTAC	30	30	30	30	30	30	30	30	30	
	(D)	L400			3	3	3	9			3	
		L300							3			
	(E)	TPP	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	
		20L	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	
		RL4	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	
	(A) 成分含有量 (質量%)		71.1	71.1	70.6	70.6	70.6	69.7	70.6	71.1	70.6	
最小フィラーに対する最大フィラーの質量比		—	2.25	—	2.25	2.25	2.25	2.25	—	2.25		
(D) 成分含有量 ((A) 成分 100 質量部に対する質量部)		0	0	0.9	0.9	0.9	2.8	0.9	0	0.9		
評価結果	組成物	熔融フロ一性	判定	○	○	◎	◎	◎	○	○	×	△
		水平フロ一率 (%)		1.8	1.1	8.2	10.4	6.7	2.4	3.8	0.4	0.7
	硬化膜	薄膜平滑性	判定	△	△	○	◎	◎	○	○	×	×
		電気絶縁性	判定	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	××	××
			絶縁破壊強さ (kV/mm)	>50	>50	>50	>50	>50	>50	>50	硬化膜欠損により測定不能	硬化膜欠損により測定不能
		熱伝導性	判定	○	○	◎	◎	◎	○	◎	××	××
熱伝導率 (W/(m・K))	0.8		0.9	1.2	1.3	1.0	0.9	1.3	硬化膜欠損により測定不能	硬化膜欠損により測定不能		

【0115】

5) 評価結果

実施例 1 ~ 7 の結果から明らかなように、本発明の組成物は、硬化膜の薄膜平滑性、電気絶縁性及び熱伝導性のいずれの物性にも優れるものであった。

これに対して、比較例 1 及び同 2 の組成物は、(A) 成分の円形度の要件を満たさない熱伝導性フィラーを含む組成物であり、実施例の組成物と比較して、硬化膜の薄膜平滑性が非常に悪く、電気絶縁性及び熱伝導性を測定することができないほど硬化膜が欠損しており、実用に耐えないものであった。

【産業上の利用可能性】

【0116】

本発明は、粉体塗料用組成物及び塗装物品に関し、本発明の組成物から形成される塗装物品は、電気・電子分野等の様々な工業用製品分野において使用することができる。特に、LED 照明及び有機 EL 照明等の照明装置、半導体モジュール、プリント配線基板及びフレキシブル配線基板等の電子回路基板、小型モーター及び車載用モーター等の電動回転機器、変圧器等の電源機器、リチウム電池等の蓄電機器、並びに、太陽光パネル等の発電装置等に好ましく使用することが可能である。

フロントページの続き

- (51)国際特許分類
- | | | | |
|----------------|-----------------------|----------------|-------------|
| <i>C 0 9 D</i> | <i>7/65 (2018.01)</i> | F I | |
| | | <i>C 0 9 D</i> | <i>7/65</i> |
- (56)参考文献
- 特開 2 0 0 0 - 2 2 6 5 3 8 (J P , A)
 - 特開 2 0 1 7 - 1 0 9 1 9 3 (J P , A)
 - 特開 2 0 1 3 - 1 6 6 6 6 7 (J P , A)
 - 国際公開第 2 0 1 6 / 1 3 3 0 1 0 (W O , A 1)
 - 特開 2 0 1 0 - 1 3 2 7 9 4 (J P , A)
 - 国際公開第 2 0 1 1 / 0 4 6 1 7 9 (W O , A 1)
- (58)調査した分野 (Int.Cl., D B 名)
- C 0 9 D*