

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4366156号
(P4366156)

(45) 発行日 平成21年11月18日(2009.11.18)

(24) 登録日 平成21年8月28日(2009.8.28)

(51) Int.Cl.

F I

G 0 2 B 7/02 (2006.01)

G 0 2 B 7/02 Z

G 1 1 B 7/135 (2006.01)

G 1 1 B 7/135 A

C 0 8 L 67/00 (2006.01)

C 0 8 L 67/00

C 0 8 K 7/14 (2006.01)

C 0 8 K 7/14

請求項の数 2 (全 14 頁)

(21) 出願番号 特願2003-326657 (P2003-326657)
 (22) 出願日 平成15年9月18日(2003.9.18)
 (65) 公開番号 特開2005-89652 (P2005-89652A)
 (43) 公開日 平成17年4月7日(2005.4.7)
 審査請求日 平成18年8月30日(2006.8.30)

(73) 特許権者 000004444
 新日本石油株式会社
 東京都港区西新橋1丁目3番12号
 (74) 代理人 100062225
 弁理士 秋元 輝雄
 (72) 発明者 中山 敏雄
 神奈川県川崎市中原区上平間612-2
 (72) 発明者 室内 聡士
 神奈川県横浜市磯子区栗木1-26-22
 -403
 審査官 中島 芳人

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 全芳香族液晶ポリエステル樹脂組成物を構成材料とする光ピックアップ部材

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

p-ヒドロキシ安息香酸、テレフタル酸および4,4'-ジヒドロキシビフェニル（これらの誘導体を含む）を合計95～100モル%とこれら以外の芳香族ヒドロキシカルボン酸、芳香族ジカルボン酸および芳香族ジオール（これらの誘導体を含む）から選ばれる少なくとも1種の芳香族系化合物を合計0～5モル%（両者を合計して100モル%とする。）とを重縮合して得られる、400℃以上の融点または400℃以上の液晶開始温度を有し、融点+20℃の温度における見かけ粘度が1000ポアズ以上である全芳香族液晶ポリエステル(A)100重量部および数平均繊維長が50～200μmの範囲にあるガラス繊維5～100重量部を含むことを特徴とする全芳香族液晶ポリエステル樹脂組成物、または、前記の全芳香族液晶ポリエステル(A)70～99重量部および融点が250～380℃の範囲にありかつ400℃以下の液晶開始温度を有する全芳香族液晶ポリエステル(B)1～30重量部（両者を合計して100重量部とする。）からなり、かつ（融点+20℃の温度における全芳香族液晶ポリエステル(B)の見かけ粘度（ポアズ））／（融点+20℃の温度における全芳香族液晶ポリエステル(A)の見かけ粘度（ポアズ））の値が0.1～3.0の範囲にある樹脂組成物100重量部および数平均繊維長が50～200μmの範囲にあるガラス繊維5～100重量部を含むことを特徴とする全芳香族液晶ポリエステル樹脂組成物を構成材料とする光ピックアップ部材。

【請求項2】

p-ヒドロキシ安息香酸、テレフタル酸および4,4'-ジヒドロキシビフェニル（こ

10

20

これらの誘導体を含む)を合計95～100モル%とこれら以外の芳香族ヒドロキシカルボン酸、芳香族ジカルボン酸および芳香族ジオール(これらの誘導体を含む)から選ばれる少なくとも1種の芳香族系化合物を合計0～5モル%(両者を合計して100モル%とする。)とを重縮合して得られる、400℃以上の融点または400℃以上の液晶開始温度を有し、融点+20℃の温度における見かけ粘度が1000ポアズ以上である全芳香族液晶ポリエステル(A)100重量部および数平均繊維長が50～200μmの範囲にあるガラス繊維5～100重量部を含むことを特徴とする全芳香族液晶ポリエステル樹脂組成物、または、前記の全芳香族液晶ポリエステル(A)70～99重量部および融点が250～380℃の範囲にありかつ400℃以下の液晶開始温度を有する全芳香族液晶ポリエステル(B)1～30重量部(両者を合計して100重量部とする。)からなり、かつ(融点+20℃の温度における全芳香族液晶ポリエステル(B)の見かけ粘度(ポアズ))/ (融点+20℃の温度における全芳香族液晶ポリエステル(A)の見かけ粘度(ポアズ))の値が0.1～3.0の範囲にある樹脂組成物100重量部および数平均繊維長が50～200μmの範囲にあるガラス繊維5～100重量部を含むことを特徴とする全芳香族液晶ポリエステル樹脂組成物を構成材料とする光ピックアップ用レンズホルダー。

10

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、全芳香族液晶ポリエステル樹脂組成物を構成材料とする情報記録再生装置に使用される光ピックアップ部材に関する。更に詳しくは、特定の全芳香族液晶ポリエステルに特定の数平均繊維長を有するガラス繊維を配合してなる全芳香族液晶ポリエステル樹脂組成物を射出成形して得られる、コンパクトディスク、レーザーディスク、ビデオディスク、光磁気ディスク等に用いる光ピックアップ部材に関する。

20

【背景技術】

【0002】

光ピックアップ部材の軽量化等の要求に応じて、構成材料を金属から樹脂材料に代替する試みがなされ、特にガラス繊維を配合した液晶ポリエステル樹脂組成物は、樹脂材料の中でも、機械的特性、成形性、寸法精度、耐熱性および制振性に優れていることからレンズホルダー、ベースフレーム等の光ピックアップ部材として採用されている。

【0003】

30

しかし、近年のデジタルディスク駆動装置の扱う情報の大容量化、高速化に伴い、制振性に対する要求が厳しくなっている。この対策として光ピックアップ部材に係る2次共振振動数を高周波側にシフトさせ、かつゲイン幅を大きくすることが求められているが、従来の液晶ポリエステル樹脂組成物ではこの要求に十分に対応できないことが明らかとなった。

【0004】

光ピックアップ部材に適した液晶ポリエステル樹脂組成物としては、液晶ポリステルとホウ酸アルミニウムウイスキーからなる樹脂組成物(例えば特許文献1を参照)、液晶ポリステルと石英ガラス繊維からなる組成物(例えば特許文献2を参照)、通常のガラスファイバー等の汎用材料を配合した曲げ弾性率10GPa以上の液晶樹脂組成物(例えば特許文献3を参照)が提案されているが、光ピックアップ部材に使用するには、さらに2次共振点の高周波側シフト効果と2次共振点ゲイン幅増大効果のバランスを改善が求められている。

40

このバランスを改善するためには、液晶ポリエステルの分子構造や無機充填剤の物理的形状要因を含めた材料設計が必要と想定されるものの、具体的な解決手段の提案はなされていない。

【特許文献1】特開平11-80517号公報

【特許文献2】特開平11-209590号公報

【特許文献3】特開2002-197691号公報

【発明の開示】

50

【発明が解決しようとする課題】

【0005】

本発明は、近年のデジタルディスク駆動装置の扱う情報の大容量化、高速化に対応可能で、従来の液晶ポリエステルとガラス繊維等の無機重点剤からなる樹脂組成物ではなし得なかった、高性能な光ピックアップ部材用の樹脂組成物を提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0006】

本発明者等は、このような課題を達成するために鋭意研究を行い、特定の全芳香族液晶ポリエステルと特定の数平均繊維長を有するガラス繊維からなる樹脂組成物が光ピックアップ部材に適していることを見出し、本発明を完成するに至った。

【0007】

すなわち、本発明の第1は、p-ヒドロキシ安息香酸、テレフタル酸および4、4'-ジヒドロキシビフェニル（これらの誘導体を含む）を合計95～100モル%とこれら以外の芳香族ヒドロキシカルボン酸、芳香族ジカルボン酸および芳香族ジオール（これらの誘導体を含む）から選ばれる少なくとも1種の芳香族系化合物を合計0～5モル%（両者を合計して100モル%とする。）とを重縮合して得られる、400℃以上の融点または400℃以上の液晶開始温度を有し、融点+20℃の温度における見かけ粘度が1000ポアズ以上である全芳香族液晶ポリエステル（A）100重量部および数平均繊維長が50～200μmの範囲にあるガラス繊維5～100重量部を含むことを特徴とする全芳香族液晶ポリエステル樹脂組成物、または前記の全芳香族液晶ポリエステル（A）70～99重量部および融点が250～380℃の範囲にありかつ400℃以下の液晶開始温度を有する全芳香族液晶ポリエステル（B）1～30重量部（両者を合計して100重量部とする。）からなり、かつ（融点+20℃の温度における全芳香族液晶ポリエステル（B）の見かけ粘度（ポアズ））／（融点+20℃の温度における全芳香族液晶ポリエステル（A）の見かけ粘度（ポアズ））の値が0.1～3.0の範囲にある樹脂組成物100重量部および数平均繊維長が50～200μmの範囲にあるガラス繊維5～100重量部を含むことを特徴とする全芳香族液晶ポリエステル樹脂組成物を構成材料とする光ピックアップ部材に関するものである。

【0008】

本発明の第2は、p-ヒドロキシ安息香酸、テレフタル酸および4、4'-ジヒドロキシビフェニル（これらの誘導体を含む）を合計95～100モル%とこれら以外の芳香族ヒドロキシカルボン酸、芳香族ジカルボン酸および芳香族ジオール（これらの誘導体を含む）から選ばれる少なくとも1種の芳香族系化合物を合計0～5モル%（両者を合計して100モル%とする。）とを重縮合して得られる、400℃以上の融点または400℃以上の液晶開始温度を有し、融点+20℃の温度における見かけ粘度が1000ポアズ以上である全芳香族液晶ポリエステル（A）100重量部および数平均繊維長が50～200μmの範囲にあるガラス繊維5～100重量部を含むことを特徴とする全芳香族液晶ポリエステル樹脂組成物、または前記の全芳香族液晶ポリエステル（A）70～99重量部および融点が250～380℃の範囲にありかつ400℃以下の液晶開始温度を有する全芳香族液晶ポリエステル（B）1～30重量部（両者を合計して100重量部とする。）からなり、かつ（融点+20℃の温度における全芳香族液晶ポリエステル（B）の見かけ粘度（ポアズ））／（融点+20℃の温度における全芳香族液晶ポリエステル（A）の見かけ粘度（ポアズ））の値が0.1～3.0の範囲にある樹脂組成物100重量部および数平均繊維長が50～200μmの範囲にあるガラス繊維5～100重量部を含むことを特徴とする全芳香族液晶ポリエステル樹脂組成物を構成材料とする光ピックアップ用レンズホルダーに関するものである。

【発明の効果】

【0011】

本発明の全芳香族液晶ポリエステル樹脂組成物は、成形性に優れ、低い圧力で充填でき、0.3mm以下の薄肉成形品の成形が可能である。また、この組成物から得られる成形

10

20

30

40

50

品は制振性に優れており、光ピックアップ用レンズホルダー等の光ピックアップ部材として使用するときには、データ読み込み性能等に優れた性能を発揮する。

【発明を実施するための最良の形態】

【0012】

本発明に係る組成物の好ましい製造方法は、特定組成の原料モノマーを公知の方法で重縮合して得られる、特定の融点または液晶開始温度を有し、融点+20℃の温度における見かけ粘度が特定範囲にある全芳香族液晶ポリエステル(A)とガラス繊維とを溶融混練して、数平均繊維長が特定の範囲にあるガラス繊維を含む全芳香族液晶ポリエステル樹脂組成物を得ること、および当該全芳香族液晶ポリエステル(A)よりも低い融点、低い液晶開始温度を有し、見かけ粘度比が特定の範囲にある他の全芳香族液晶ポリエステル(B)を全芳香族液晶ポリエステル(A)に一定量以下加えて全芳香族液晶ポリエステル樹脂組成物を得ることである。さらに、これらの組成物を構成材料とした光ピックアップ部材を得る。

10

【0013】

本発明に係る全芳香族液晶ポリエステル(A)は、p-ヒドロキシ安息香酸、テレフタル酸および4,4'-ジヒドロキシビフェニル(これらの誘導体を含む)からなる必須モノマーを合計で95~100モル%とこれら以外の芳香族ヒドロキシカルボン酸、芳香族ジカルボン酸および芳香族ジオール(これらの誘導体を含む)から選ばれる少なくとも1種の芳香族系化合物を合計で0~5モル%(必須モノマーと合計して100モル%とする。)を原料モノマーとして用いてこれらを重縮合して得られるものであって、400℃以上の融点または400℃以上の液晶開始温度を有し、融点+20℃の温度における見かけ粘度が1000ポアズ以上を有するものである。

20

【0014】

得られる全芳香族液晶ポリエステル(A)の融点、液晶開始温度および見掛け粘度が規定範囲内にある限り、必須モノマーおよび他の芳香族化合物の量は上記の範囲内で任意に選択できるが、好ましい必須モノマー組成は、p-ヒドロキシ安息香酸(誘導体を含む)が40~80モル%モル%、テレフタル酸(誘導体を含む)が10~40モル%および4,4'-ジヒドロキシジフェニル10~40モル%モル%(3者を合計して100モル%とする。)である。

好ましい芳香族化合物モノマーは、6-ヒドロキシ-2-ナフトエ酸、イソフタル酸、2,6-ヒドロキシナフテン酸およびヒドロキノン等(これらの誘導体を含む)である。

30

【0015】

必須モノマーおよび他の芳香族化合物を重合に供するに際しては、モノマー化合物中のフェノール性水酸基をアシル化したものを用いるのが好ましく、酢酸または無水酢酸によるアセチル化物が特に好ましい。また、モノマー中のカルボキシル基をフェノール類によりフェニルエステル化したものも使用できる。また、重縮合方法は公知の方法なら制限は無く、溶融重合と固相重合を併用しても良い。また、連続重合法でもバッチ重合法でもよい。これらの重縮合反応は無触媒でも、酢酸第一錫、テトラブチルチタネート、酢酸ナトリウムおよび酢酸カリウム、三酸化アンチモン、金属マグネシウム等の触媒存在下でもよい。

40

【0016】

本発明に係るモノマーの種類および組成割合により、パラ位に置換基を有する原料が分子構造を支配し、全芳香族液晶ポリエステル(A)はほぼ直鎖構造状となり、かつ、p-ヒドロキシ安息香酸(誘導体を含む。)がメソゲンを構成することが容易となり、良好な減衰特性を有する分子構造が得られるものと考えられる。本発明者は、この分子構造が、光ピックアップ部材の特性に大きく関与していると考えている。

必須モノマー以外の芳香族化合物が5モル%を超えると、p-ヒドロキシ安息香酸がメソゲンを構成することに障害が出たり、特に、ベンゼン環のメタ位、あるいは、ナフタレン環の2,6位に置換基を有する芳香族化合物を使用した場合には、全芳香族液晶ポリエステル分子の直鎖性が低下して、当該樹脂組成物からなる光ピックアップ部材の制振特性

50

が低下するので好ましくない。これら分子構造は、生成した全芳香族液晶ポリエステル（A）の融点、あるいは、液晶開始温度から確認できる。すなわち、分子構造の直鎖性が高い程、および、分子構造中のp-ヒドロキシ安息香酸の連続重合部にかかるメソゲンの含量が多いほど、融点、液晶開始温度は高くなる。本発明においては、両者のうち少なくともひとつが、400℃以上であることが好ましい。両者が400℃以上であれば、さらに好ましい。

【0017】

なお、本発明において融点とは、DSC分析またはTMA分析で、100～500℃の領域において20～50℃/分の昇温条件時に観測される吸熱ピークに対応する温度であり、複数のピークがある場合はその最高温度をいう。すなわち、400℃以上の融点とは、400℃以上領域にピークが検出されることをいい、400℃以下に別個のピークが検出されてもよい。また、液晶開始温度とは、加熱ステージ上で液晶ポリエステルを偏光下で観察して異方性溶融相が確認される温度である。なお、本発明におけるこれらの温度は、本明細書の実施例の欄に記載した測定方法によって得られた温度を意味する。

【0018】

本発明者は、振動が与えられた全芳香族液晶ポリエステルにおいては、その分子構造の剛直性による分子内の減衰特性の他に、その分子間の相互作用による減衰特性が、光ピックアップ部材の制振性能に大きく関与していると考えた。本発明者は、この分子間相互作用の指標として、該液晶ポリエステルについて、その融点+20℃の温度で測定される見かけ粘度が適していることを見出した。ここで見掛け粘度とは、キャピラリーレオメーターにおいて剪断速度100 sec⁻¹で測定される見かけ粘度を意味する。具体的測定方法は実施例に記載したとおりである。融点+20℃の温度における見かけ粘度が1000ポアズ以上である全芳香族液晶ポリエステルは、光ピックアップ部材に使用したときに、該部材の制振性を満足できるものにするのに十分な分子間相互作用を有している。

【0019】

本発明の全芳香族液晶ポリエステル樹脂組成物中におけるガラス繊維の数平均繊維長は、50～200 μmの範囲であり、含有量は、全芳香族液晶ポリエステル100重量部に対して5～100重量部の範囲である。

なお、数平均繊維長は、樹脂組成物を坩堝に入れて電気炉中で灰化した後、残存したガラス繊維をスライドガラス上に展開して、顕微鏡で写真撮影した画像中から任意に選択される500本の繊維を0.01mm間隔で読み取った結果から求めたものである。具体的測定方法は実施例に記載したとおりである。

【0020】

ガラス繊維の数平均繊維長は、全芳香族液晶ポリエステル樹脂組成物の成形性および該組成物から得られる光ピックアップ部材の性能と関連性がある。すなわち、数平均繊維長が50 μm未満のときは制振特性が十分でなく、一方、数平均繊維長が200 μmを超えるときは、50重量部以上使用すると射出成形時の流動特性が低下することがあり、また、光ピックアップ部材成形体のゲイン幅とデータ読み込み性能が劣るので好ましくない。

【0021】

本発明における全芳香族液晶ポリエステル樹脂組成物は、全芳香族液晶ポリエステル（A）100重量部に対してガラス繊維を5～100重量部含有してなるものであるが、ガラス繊維が5重量部未満では成形品の表面外観が悪く、100重量部を超えると成形性が著しく低下して良好な成形を得ることが困難となり、さらには比重が大きくなり光ピックアップとしての駆動感度が低下するので好ましくない。

【0022】

本発明の全芳香族液晶ポリエステル樹脂組成物の好ましい製法において、ガラス繊維と全芳香族液晶ポリエステルおよびその他の任意成分とを、熔融混練により配合するが、熔融混練の過程でガラス繊維の切断等を考慮して、組成物中の数平均ガラス繊維長が所定範囲になり得る条件であれば、熔融混練前におけるガラス繊維の種類および長さ等には特に制限は無く、公知のものを使用できる。すなわち、熔融混練に供するものとしては、ロー

10

20

30

40

50

ピングあるいは平均繊維長50～300 μmのミルドガラスファイバー、平均繊維長2 cm～8 cmのチョップドガラスファイバー、これらをエポキシ系、ウレタン系、アクリル系などの被覆あるいは収束剤で処理したもの、さらに、シラン系、チタネート系などのカップリング剤等の表面処理剤で処理したもののいずれでもよい。ガラス繊維の平均繊維径は5～30 μmの範囲あればよく、3～15 μmの範囲が好ましく、特に、9～11 μmの範囲が好ましい。

【0023】

本発明に係る全芳香族液晶ポリエステル樹脂組成物においては、その成形加工可能温度を400℃以下に低下させたい場合、あるいは、0.3 mm以下の肉厚部を有する光ピックアップ部材を射出成形したい場合には、400℃以上の融点および400℃を超える液晶開始温度を有する全芳香族液晶ポリエステル(A)70～99重量部および融点が250～380℃の範囲にありかつ400℃以下の液晶開始温度を有する全芳香族液晶ポリエステル(B)1～30重量部(両者を合計して100重量部とする。)からなり、かつ(融点+20℃の温度における全芳香族液晶ポリエステル(B)の見かけ粘度(ポアズ))/ (融点+20℃の温度における全芳香族液晶ポリエステル(A)の見かけ粘度(ポアズ))の値が0.1～3.0の範囲にある樹脂組成物100重量部および数平均繊維長が50～200 μmの範囲にあるガラス繊維5～100重量部を含む全芳香族液晶ポリエステル樹脂組成物を用いるのが好ましい。このような組成により、全芳香族液晶ポリエステル(A)が有する上記した分子間相互作用を確保することができる。

【0024】

本発明において、全芳香族液晶ポリエステル(B)は、好ましくは、p-ヒドロキシ安息香酸、テレフタル酸、および、4,4'-ジヒドロキシビフェニル(これらの誘導体を含む。)を85～95モル%と6-ヒドロキシ-2-ナフトエ酸、イソフタル酸、2,6-ヒドロキシナフテン酸およびヒドロキノンから選ばれた少なくとも1種を5～15モル%の組み合わせからなる原料組成(これらを合計して100モル%とする。)、あるいは、p-ヒドロキシ安息香酸50～90モル%、2-ヒドロキシ-6-ナフトエ酸10～50モル%(これらを合計して100モル%とする)を使用する原料組成を重縮合して製造される。

【0025】

全芳香族液晶ポリエステル(B)の原料モノマーとして、上記化合物の誘導体も好ましく使用できる。誘導体としては、原料中のフェノール性水酸基をアシル化したものが好ましく、酢酸または無水酢酸によるアセチル化物が特に好ましい。また、モノマー中のカルボキシル基をフェノール類によりフェニルエステル化したものも使用できる。また、重縮合方法は公知の方法なら制限は無く、熔融重合と固相重合を併用しても良い。また、連続重合法でもバッチ重合法でもよい。これらの重縮合反応は無触媒でも、酢酸第一錫、テトラブチルチタネート、酢酸ナトリウムおよび酢酸カリウム、三酸化アンチモン、金属マグネシウム等の触媒存在下でもよい。

【0026】

本発明の組成物には、必要に応じてガラス繊維以外に他の充填材、着色剤、分散剤、可塑剤、酸化防止剤、難燃剤等を添加することができる。例示すれば、二硫化モリブデン、タルク、マイカ、ガラスフレーク、クレー、セリサイト、炭酸カルシウム、珪酸カルシウム、シリカ、アルミナ、水酸化アルミニウム、水酸化カルシウム、黒鉛、非晶質炭素、チタン酸カリウム、上記以外のガラス繊維、炭素繊維、各種ウィスカー等が挙げられる。これらは、単独で使用しても2種類以上使用してもよい。

【0027】

本発明の全芳香族液晶ポリエステル樹脂組成物は、全芳香族液晶ポリエステル(A)、(B)とガラス繊維およびその他の配合成分とを公知の熔融混練機を使用して熔融混練して得られる。好ましくは、リボンブレンダー、タンブラーミキサー、ヘンシェルミキサー等の混合機により全芳香族液晶ポリエステルとガラス繊維を混合し、該混合物を2軸混練機を用い、スクリュウセグメントを調整して、ガラス繊維の数平均繊維長を所望範囲にな

るような条件で全芳香族液晶ポリエステル樹脂組成物を製造する。当該組成物から射出成形等の成形方法により光ピックアップ部材を製造する。

【0028】

以下、実施例および比較例により本発明をさらに具体的に説明するが、本発明は以下の実施例に限定されるものではない。

【0029】

実施例に記載されている物性値は次の方法で測定した。

(1) 融点

示差走査熱量計（セイコー電子工業（株）社製）により、リファレンスとして α -アルミナを用いて融点測定を行った。測定温度条件は $20^{\circ}\text{C}/\text{分}$ で室温から昇温してポリマーを融解させて得られた吸熱ピークを T_{m1} とし、 $10^{\circ}\text{C}/\text{分}$ で 150°C まで冷却して、さらに $20^{\circ}\text{C}/\text{分}$ で昇温したときに得られる吸熱ピークを T_{m2} とし、この T_{m2} を融点とした。

【0030】

(2) 液晶開始温度

加熱ステージ上に置かれた液晶ポリエステルの偏光下 $10^{\circ}\text{C}/\text{分}$ で昇温して肉眼観察により行った。なお、静圧下で完全に溶融しない場合はスプリング圧を利用して加圧下で行った。

【0031】

(3) 見かけ粘度

見かけ粘度測定は、インテスコ（株）社製キャピラリーレオメーター（Model 2010）を用い、キャピラリーとして径 1.0mm 、長さ 40mm 、流入角 90° のものを用い、せん断速度 100sec^{-1} で融点 -30°C から $+4^{\circ}\text{C}/\text{分}$ の昇温速度で等速加熱を用いながら見かけ粘度測定を行い、 $T_{m2}+20^{\circ}\text{C}$ における見かけ粘度を求めた。

【0032】

(4) 数平均繊維長

組成物ペレット約 5g をるつぼ中で灰化した後、残存したガラス繊維のうちから 100mg を採取し、 100cc の石鹼水中に分散させ、その分散液をスポイトを用いて $1\sim 2$ 滴スライドガラス上に置き、顕微鏡下に観察して、写真撮影した。この写真に撮影されたガラス繊維の繊維長の測定を 500 本行い、数平均繊維長を求めた。

【0033】

(5) 曲げ弾性率

幅 12.7mm 、厚さ 3.0mm 、長さ 50mm の試験片を成形し、スパン間距離 25mm でASTMD-790に準拠して行った。

【0034】

(6) 光ピックアップレンズホルダーの成形性

射出成形機により図1記載の光ピックアップレンズホルダーを成形した。射出成形による成形が可能で射出圧力が比較的良かったものを◎、射出成形による成形が可能で射出圧力が比較的高かったものを○、射出成形が不能、または、可能であるが型付着の発生、ショートショットの発生が起こったものを×として評価した。

さらに、外縁を形成する薄肉部（約 0.3mm ）のエッジ部分の外観をルーペで観察し、エッジ形状が極めて明瞭に再現されているものを◎、良好に再現されているものを○、若干の表面荒れが見られるものを△、未充填部（ショートショット）が見られるものを×で示した。

【0035】

(7) ゲイン幅

図1に示した形状および寸法のレンズホルダーを射出成形により成形し、対物レンズおよびコイルを装着して光ピックアップレンズホルダーを作成した。周波数特性分析器と作成した光ピックアップレンズホルダーをピックアップ駆動アンプを介して接続し、各周波数における光ピックアップレンズホルダーの変位をレーザドップラ式変位計で読み取るこ

10

20

30

40

50

とにより周波数特性を測定した。ゲイン幅は、2次共振点のピークゲインと0 dBの差から求めた。

【0036】

(8) 光ピックアップの性能

作成した光ピックアップレンズホルダーをCD-ROMが読み取れるプレーヤーに装着し、10枚のCD-ROMを読み取る際の読み取りエラー回数を調査した。その結果、読み取りエラーが起こらなかったものを○、5回未満の読み取りエラーが発生したものを△、5回以上の読み取りエラーが発生したものを×として評価した。

【0037】

全芳香族液晶ポリエステルの製造例を以下に示す。

全芳香族液晶ポリエステル(1)(全芳香族液晶ポリエステル(A)に相当)の製造:
SUS316を材質とし、ダブルヘリカル攪拌翼を有する6L重合槽(日東高压社製)にp-ヒドロキシ安息香酸1105.0g(8.00モル)、テレフタル酸664.5g(4.00モル)、4,4'-ジヒドロキシビフェニル774.8g(4.00モル)を仕込み、重合槽の減圧-窒素注入を2回し、窒素置換を行った後、無水酢酸1731.4g(16.96モル)を添加し、攪拌翼の回転数100rpmで150℃まで1時間で昇温して還留状態で2時間アセチル化反応を行った。アセチル化終了後、酢酸留出状態にして0.5℃/分で昇温して、330℃において重合物をリアクター下部の抜き出し口から取り出した。取り出した重合体を粉碎機により2.5mm以下に粉碎し、円筒型回転式リアクターを有する加熱装置(旭硝工(株)製)により固相重合を行った。円筒型回転式リアクターに粉碎した重合体を投入し、窒素を1リットル/分流通させ、回転数20rpmで280℃まで2時間かけて昇温して280℃で3時間保持した後、300℃まで30分で昇温して3時間保持し、320℃まで30分で昇温して3時間保持し、一部抜き出しを行った後(この時点で抜き出した全芳香族液晶ポリエステルを「全芳香族液晶ポリエステル(1-)」という。)、さらに、340℃まで30分で昇温して2時間保持した後、室温まで1時間で冷却して重合体を得た。得られた重合体の融点をDSCで測定したところ、Tm1は410℃、Tm2は430℃であった。また、見かけ粘度は450℃において2500ポアズであった。また、液晶開始温度は425℃であった。

なお「全芳香族液晶ポリエステル(1-)」のTm1は365℃、Tm2は395℃であった。また、見かけ粘度は415℃において950ポアズであった。また、液晶開始温度は385℃であった。

【0038】

全芳香族液晶ポリエステル(2)(全芳香族液晶ポリエステル(B)に相当)の製造:
SUS316を材質とし、ダブルヘリカル攪拌翼を有する6L重合槽(日東高压社製)にp-アセトキシ安息香酸828.7g(6.00モル)、イソフタル酸83.0g(0.50モル)、テレフタル酸249.2g(1.50モル)、4,4'-ジアセトキシビフェニル372.4g(2.00モル)を仕込み、重合槽の減圧-窒素注入を2回し、窒素置換を行った後、無水酢酸1082.2g(10.60モル)を添加し、攪拌翼の回転数100rpmで150℃まで1時間で昇温して還留状態で2時間アセチル化反応を行った。アセチル化終了後、酢酸留出状態にして0.5℃/分で昇温して、330℃において重合物をリアクター下部の抜き出し口から取り出した。取り出した重合体を粉碎機により2.5mm以下に粉碎し、円筒型回転式リアクターを有する加熱装置(旭硝工(株)製)により固相重合を行った。円筒型回転式リアクターに粉碎した重合体を投入し、窒素を1リットル/分流通させ、回転数20rpmで280℃まで2時間かけて昇温して280℃で3時間保持した後、室温まで1時間で冷却して重合体を得た。得られた重合体の融点をDSCで測定したところ、Tm1は352℃、Tm2は360℃であった。また、見かけ粘度は380℃において910ポアズであった。また、液晶開始温度は340℃であった。

【0039】

全芳香族液晶ポリエステル(3)(全芳香族液晶ポリエステル(A)に相当)の製造:
SUS316を材質とし、ダブルヘリカル攪拌翼を有する6L重合槽(日東高压社製)

に p-ヒドロキシ安息香酸 994.5 g (7.20 モル)、p, p'-ビフェノール 819.3 g (4.40 モル)、テレフタル酸 691.1 g (4.16 モル)、イソフタル酸 39.9 g (0.24 モル) を仕込み、重合槽の減圧-窒素注入を 2 回行なって窒素置換を行なった後、無水酢酸 1731.4 g (16.96 モル) を添加し、攪拌翼の回転数 100 rpm で 150℃ まで 1 時間で昇温して還留状態で 2 時間アセチル化反応を行なった。アセチル化終了後、酢酸留出状態にして 0.5℃/分で昇温して、330℃ において重合物をリアクター下部の抜き出し口から取り出した。取り出した重合体を粉碎機により 20 メッシュ以下に粉碎し、円筒型回転式リアクターを有する加熱装置（旭硝工(株)製）により固相重合を行なった。円筒型回転式リアクターに粉碎した重合体を投入し、窒素を 1 リットル/分流通させ、回転数 20 rpm で 280℃ まで 2 時間かけて昇温して 280℃ で 3 時間保持した後、300℃ まで 30 分で昇温して 3 時間保持し、320℃ まで 30 分で昇温して 3 時間保持し、さらに、340℃ まで 30 分で昇温して 2 時間保持した後、室温まで 1 時間で冷却して重合体を得た。得られた重合体の融点を DSC で測定したところ、 T_{m1} は 411℃、 T_{m2} は 425℃ であった。また、見かけ粘度は 445℃ において 1800 poise であった。また、液晶開始温度は 415℃ であった。

【0040】

全芳香族液晶ポリエステル (1)、(2)、(3) の見かけ粘度の関係は、全芳香族液晶ポリエステル (2) の見かけ粘度 (= 910) / 全芳香族液晶ポリエステル (1) の見かけ粘度 (= 2500) = 0.36、全芳香族液晶ポリエステル (2) の見かけ粘度 (= 910) / 全芳香族液晶ポリエステル (3) の見かけ粘度 (= 1800) = 0.51 である。

【0041】

以下の実施例および比較例で使用した充填剤を示す。

(1) チョップドガラスファイバー：平均繊維径 11 μm、平均繊維長さ 3 mm（旭ファイバーグラス(株)製、CS03JAPX-1）

(2) ミルドガラスファイバー：平均繊維径 11 μm、平均繊維長さ約 250 μm（旭ファイバーグラス(株)製、MF20JMH1）

【実施例 1】

【0042】

全芳香族液晶ポリエステル (1) 100 重量部と上記チョップドガラスファイバー 40 重量部をあらかじめリボンブレンダーで混合し、この混合物を 2 軸押出機（池貝鉄鋼(株)製 PCM-30）によりシリンダーの最高温度 430℃ で熔融混練してペレットを得た。なお、スクリュは、2 箇所のニーディングゾーンを有するものを用いて熔融混練した。得られたペレットを射出成形機（住友重機械工業(株)製 SG-25）を用いて、シリンダー温度 420℃ において試験片および光ピックアップレンズホルダーを成形し試験を行った。

【実施例 2】

【0043】

全芳香族液晶ポリエステル (1) 80 重量部と全芳香族液晶ポリエステル (2) 20 重量部および上記チョップドガラスファイバー 40 重量部をあらかじめリボンブレンダーで混合し、この混合物を実施例 1 と同様に熔融混練してペレットを得て、シリンダー温度 390℃ において試験片および光ピックアップレンズホルダーを成形し試験を行った。

【実施例 3】

【0044】

全芳香族液晶ポリエステル (1) 100 重量部と上記ミルドガラスファイバー 40 重量部をあらかじめリボンブレンダーで混合し、この混合物を実施例 1 と同様に熔融混練してペレットを得て、シリンダー温度 420℃ において試験片および光ピックアップレンズホルダーを成形し試験を行った。

【実施例 4】

【0045】

全芳香族液晶ポリエステル(1) 80重量部と全芳香族液晶ポリエステル(2) 20重量部および上記ミルドガラスファイバー40重量部をあらかじめリボンブレンダーで混合し、この混合物を実施例1と同様に熔融混練してペレットを得て、シリンダー温度390℃において試験片および光ピックアップレンズホルダーを成形し試験を行った。

【実施例5】

【0046】

全芳香族液晶ポリエステル(3) 100重量部と上記チョップガラスファイバー40重量部をあらかじめリボンブレンダーで混合し、この混合物を実施例1と同様に熔融混練してペレットを得て、シリンダー温度410℃において試験片および光ピックアップレンズホルダーを成形し試験を行った。

10

【比較例1】

【0047】

全芳香族液晶ポリエステル(1) 100重量部と上記チョップドガラスファイバー40重量部をあらかじめリボンブレンダーで混合し、この混合物を2軸押出機(池貝鉄鋼(株)製PCM-30)によりシリンダーの最高温度430℃で熔融混練してペレットを得た。なお、スクリュは、1箇所のニーディングゾーンを有するものを用いて熔融混練した。得られたペレットを射出成形機(住友重機械工業(株)製SG-25)を用いて、シリンダー温度420℃において試験片および光ピックアップレンズホルダーを成形し試験を行った。

【比較例2】

20

【0048】

全芳香族液晶ポリエステル(1) 80重量部と全芳香族液晶ポリエステル(2) 20重量部およびチョップドガラスファイバー40重量部をあらかじめリボンブレンダーで混合し、この混合物を比較例1と同様に熔融混練してペレットを得て、シリンダー温度390℃において試験片および光ピックアップレンズホルダーを成形し試験を行った。

【比較例3】

【0049】

全芳香族液晶ポリエステル(3) 100重量部と上記チョップドガラスファイバー40重量部をあらかじめリボンブレンダーで混合し、この混合物を比較例1と同様に熔融混練してペレットを得て、シリンダー温度390℃において試験片および光ピックアップレンズホルダーを成形し試験を行った。

30

【比較例4】

【0050】

全芳香族液晶ポリエステル(1)を用い、ガラス繊維を配合しないで比較例1と同様に熔融混練してペレットを得て、得られたペレットをシリンダー温度410℃において試験片および光ピックアップレンズホルダーを成形し試験を行った。

【比較例5】

【0051】

全芳香族液晶ポリエステル(1) 100重量部と上記チョップドガラスファイバー250重量部をあらかじめリボンブレンダーで混合し、この混合物を比較例1と同様に熔融混練してペレットを得て、シリンダー温度410℃において試験片および光ピックアップレンズホルダーを成形し試験を行った。

40

評価結果を表1に評価結果を示した。

【比較例6】

【0052】

全芳香族液晶ポリエステル(1-) 100重量部と上記チョップドガラスファイバー40重量部をあらかじめリボンブレンダーで混合し、この混合物を実施例1と同様に熔融混練してペレットを得て、シリンダー温度400℃において試験片および光ピックアップレンズホルダーを成形し試験を行った。

【比較例7】

50

【0053】

全芳香族液晶ポリエステル（2）100重量部と上記チョップドガラスファイバー40重量部をあらかじめリボンブレンダーで混合し、この混合物を実施例1と同様に溶融混練してペレットを得て、シリンダー温度380℃において試験片および光ピックアップレンズホルダーを成形し試験を行った。

【表 1】

	実施例 1	実施例 2	実施例 3	実施例 4	実施例 5	比較例 1	比較例 2	比較例 3	比較例 4	比較例 5	比較例 6	比較例 7
全芳香族 液晶ポリエステル (重量部)	1	100	80	100	80	100	80		100	100		
	2		20		20		20					100
	3				100			100				
	1 ~										100	
チヨップドグラスファイバー (重量部)	40	40			40	40	40	40		250	40	40
ミルドグラスファイバー (重量部)			40	40								
成形温度(°C)	420	390	420	390	410	420	390	410	420	410	400	380
ガラス繊維の数平均繊維長 (μm)	120	180	70	80	170	230	260	250	—	70	140	170
曲げ弾性率 (GPa)	35	34	31	29	33	36	35	27	—	—	—	—
成形性 1 (充填必要圧力)	○	◎	◎	◎	◎	○	◎	◎	x 成形不可	x 成形不可	○	△
成形性 2 (薄肉エッジ部形状)	○	◎	○	○	○	○	△	△	x	x	○	△
2次共振点のゲイン幅 (dB)	40	39	38	37	38	32	31	20	—	—	31	22
データ読み込み性能	○	○	○	○	○	△	△	x	—	—	△	△

【0054】

表 1 より、本発明に従って製造された全芳香族液晶ポリエステル樹脂組成物（実施例 1

10

20

30

40

50

～５）は、良好な成形性を示し、かつ、ピックアップとしてのゲイン幅が大きく、その性能に優れていた。それに対し、比較例１～５においては、使用した全芳香族液晶ポリエステルは同じであるが、ガラス繊維の数平均繊維長または含有重量部が請求の範囲外であるため、光ピックアップ部材としての性能が劣る結果となった。また、比較例６および７は全芳香族液晶ポリエステルが本発明と異なるものであるため、ガラス繊維の配合量、数平均繊維長が本発明の範囲内であるにもかかわらず、ゲイン幅が小さく、データ読み込み性能においても劣っていた。

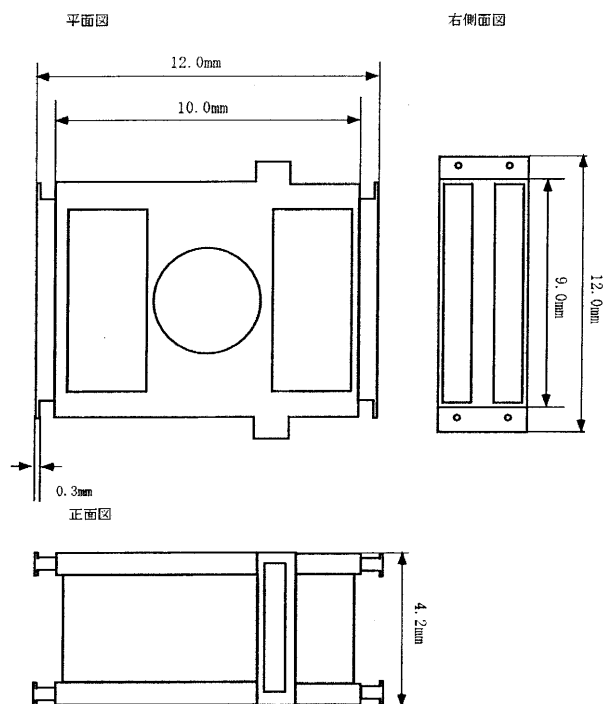
【図面の簡単な説明】

【００５５】

【図１】性能評価に使用した光ピックアップレンズホルダーの形状を示す図面

10

【図１】



フロントページの続き

- (56)参考文献 特開平05-065393 (JP, A)
特開平02-077443 (JP, A)
特開2002-249647 (JP, A)
特開平08-231832 (JP, A)
特開2004-027021 (JP, A)
特開2004-143270 (JP, A)

- (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
C08L 1/00~101/14
G02B
C11B