

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4232225号
(P4232225)

(45) 発行日 平成21年3月4日(2009.3.4)

(24) 登録日 平成20年12月19日(2008.12.19)

(51) Int.Cl. F I
CO8L 75/04 (2006.01) CO8L 75/04
CO3C 25/10 (2006.01) CO3C 25/02
CO8J 5/08 (2006.01) CO8J 5/08 CFF

請求項の数 1 (全 12 頁)

<p>(21) 出願番号 特願平10-227529 (22) 出願日 平成10年7月29日(1998.7.29) (65) 公開番号 特開2000-44793(P2000-44793A) (43) 公開日 平成12年2月15日(2000.2.15) 審査請求日 平成17年7月19日(2005.7.19)</p>	<p>(73) 特許権者 000003975 日東紡績株式会社 福島県福島市郷野目字東1番地 (72) 発明者 佐藤 一智 福島県福島市南沢又字北川原23-7 審査官 堀 洋樹 (56) 参考文献 特開昭57-209855(JP,A) 特開平05-132875(JP,A) 特開平04-338140(JP,A) 特開昭62-275133(JP,A)</p>
--	---

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 ガラス繊維強化熱可塑性樹脂の製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

(A)キシリレンジイソシアネート成分とポリ(ε-カプロラクトン)ポリオール成分とを構成単位として含むポリウレタン樹脂、(B)カップリング剤、及び(C)潤滑剤を主に含有する集束剤を、ガラス繊維フィラメントに対し固形分換算付着率が0.10~0.29%で付着させ、次いで得られるガラスストランドを切断させ、次いで、そのガラスストランドの切断物と熱可塑性樹脂とを、300以上の温度で加熱混練して得ることを特徴とするガラス繊維強化熱可塑性樹脂の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、ガラス繊維強化熱可塑性樹脂の製造方法、ガラスストランドの切断物、及び集束剤に関する。さらに詳しくは、製造時に腐食性ガスが発生しにくく、かつ、ふくれが少なくまた機械的特性に優れたガラス繊維強化熱可塑性樹脂の製造方法、その製造に使用可能なガラスストランドの切断物、及び集束剤に関する。

【0002】

【従来の技術】

従来から、熱可塑性樹脂をガラスチョップドストランドで補強したものは、自動車産業や装置産業等、幅広い分野で用いられている。このようなガラス繊維強化熱可塑性樹脂を製造するには、一般には、ガラスチョップドストランドと熱可塑性樹脂とを300未満で

加熱して成形することが多かった。

【 0 0 0 3 】

しかし、近年、機械部品、電気電子分野などで表面実装技術（SMT）対応部品やリレー封止剤等に用いるための精密製品用のガラス繊維強化熱可塑性樹脂成形品などの需要が高まるにつれ、原料の熱可塑性樹脂として液晶性ポリエステル（LCP）、半芳香族ポリアミド等のさらに高温で処理する必要のあるものを使用することが多くなり、加熱成形するときの温度が300～400等の高温にする必要もでてきている。この場合、ガラスチョップドストランド製造のために用いた集束剤の分解のため、成形時にガスの発生が起こり、そのため、得られる成形品は、ふくれをもったり、また、機械的特性の低下が起こりやすいという問題があった。さらに、そのようにして製造した成形品を、移動体通信、ノート型パソコン等のリレーやコネクタ等に用いると、腐食性のガスを徐々に発生するため、成形品近くの金属を腐食させ、そのため、接触不良の原因となりトラブルを生じやすいという問題があった。

10

【 0 0 0 4 】

腐食性ガスの発生を少なくするため、集束剤を少量付着させたガラスチョップドストランドと、熱可塑性樹脂とから成形品を製造することも考えられるが、混練成形時に、毛羽立ちが発生しやすく、作業能率が著しく低下するという問題があり、作業能率を維持するため、集束剤が0.5%以上付着したガラスストランドを使用しなければならないことが一般的であった。

【 0 0 0 5 】

【発明が解決しようとする課題】

本発明の目的は、かかる問題に鑑み、ガラスストランドの切断物と熱可塑性樹脂とを加熱混練してガラス繊維強化熱可塑性樹脂を製造する際、ふくれが少なく機械的特性の良い成形品を作業効率よく製造する方法を提供することである。

20

【 0 0 0 6 】

【課題を解決するための手段】

本発明者らは、上記のように、成形時に発生するガスの問題と混練成形時の作業能率低下との問題、すなわち、これら相反する問題を同時に解決するため鋭意努力した。

その結果、意外にも、ある種の集束剤を少量付着させたガラス繊維チョップドストランドを、熱可塑性樹脂とともに高温で成形すると、本発明の目的が達成しうることを見だし、本発明をなすに到った。

30

【 0 0 0 7 】

本発明は、（A）キシリレンジイソシアネート成分とポリエステルポリオール成分とを構成単位として含むポリウレタン樹脂、（B）カップリング剤、及び（C）潤滑剤を主に含有する集束剤を、ガラス繊維フィラメントに対し固形分換算付着率が0.40%以下で付着させ次いで得られるガラスストランドを切断させ、次いで、そのガラスストランドの切断物と熱可塑性樹脂とを加熱混練して得ることを特徴とするガラス繊維強化熱可塑性樹脂の製造方法である。

【 0 0 0 8 】

【発明の実施の形態】

本発明に用いるポリウレタン樹脂（A）は、キシリレンジイソシアネート成分（キシリレンジイソシアネート単位）とポリエステルポリオール成分（ポリエステルポリオール単位）とを含む。

キシリレンジイソシアネートとしては、オルトキシリレンジイソシアネート、メタキシリレンジイソシアネート、パラキシリレンジイソシアネート、又はそれらの混合物が使用できるが、メタキシリレンジイソシアネートが好適である。

40

【 0 0 0 9 】

ポリエステルポリオールとしては、例えば、アルコール成分と酸成分との脱水結合により得られる公知のものを使用できる。

そのアルコール成分としては、エチレングリコール、プロピレングリコール、1,3-ブ

50

ロパンジオール、ブチレングリコール、1,4-ブタンジオール、1,5-ペンタンジオール、ヘキシレングリコール、グリセリン、トリメチロールプロパン、トリメチロールエタン、ペンタエリスロール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、テトラエチレングリコール、ポリエチレングリコール、ジプロピレングリコール等を例示することができる。

ポリエステルポリオール成分を形成するための酸成分としては、コハク酸、アジピン酸、アゼラン酸、セバシン酸、ドデカンジカルボン酸、無水マレイン酸、フマル酸、1,3-シクロペンタンジカルボン酸、1,4-シクロヘキサジカルボン酸、テレフタル酸、イソフタル酸、フタル酸、1,4-ナフタレンジカルボン酸、ピフエニルジカルボン酸、トリメリット酸等を例示することができる。ポリエステルポリオール成分は、上記以外にも、 ϵ -カプロラクトン等の環状エステルの開環重合反応によって得られるポリエステルポリオール（例えば、ポリ(ϵ -カプロラクトン)ポリオール)及びこれらの共重合ポリエステルポリオールをも使用できる。これらのポリエステルポリオールは、公知のものを使用することができるが、分子量が500~4000の範囲にあるものが好ましい。

【0010】

ポリウレタンポリマーを製造するには、例えば、キシリレンジイソシアネートとポリエステルポリオールとを、30~130℃で無溶媒下又は少量の有機溶媒存在下に加熱することにより行うことができる。なお、加熱反応を行うときには、前記ポリエステルポリオールの説明中で述べたアルコール成分から選ばれるポリオールを共存させて行うこともできる。

【0011】

ポリウレタンポリマーを製造するとき有機溶媒を使用する際は、イソシアネートと反応せず、かつ、水に溶解するものであれば特に限定されないが、メチルエチルケトン、テトラヒドロフラン、ジメチルホルムアミド(DMF)等を使用することができる。

【0012】

ポリウレタンポリマーを乳化してポリウレタンエマルジョンを製造する方法としては、以下の自己乳化法と乳化剤使用法とがあるが、これらを適当に組みあわせても良い。

1) ポリウレタンポリマーの側鎖又は末端にイオン性基(スルホン酸基、アミノ基、カルボキシル基等)又は非イオン性親水性基(ポリエチレングリコール、ポリオキシアルキレングリコール等)を導入することにより親水性を付与した後、自己乳化により水中に分散又は溶解する方法。

2) ポリウレタンポリマーを製造する際、モノマーとして、ポリエステルポリオール成分及びキシリレンジイソシアネート成分以外に、ポリエチレングリコール又はモノアルコキシポリエチレングリコールのような水溶性ポリオールを共存させて行い、水に比較的溶解しやすいポリウレタン樹脂として水中に分散又は溶解させて自己乳化する方法。

3) ポリウレタンポリマーに存在するイソシアネートをブロック剤(アルコール、オキシム等)でブロックしたポリマーを乳化剤と機械的剪断力を用いて強制的に分散する方法。

4) ポリウレタンポリマーを特にブロック剤を使用せずに乳化剤と機械的剪断力により強制的に水中で分散させる方法。

また、乳化させるときあるいは乳化させた後、イソシアネート基を有するポリウレタンポリマーに鎖延長剤を加えることにより、さらに分子量の高いポリウレタンエマルジョンを製造することもできる。その際の鎖延長剤としては、例えば、エチレングリコール、ジエチレングリコール、プロピレングリコール、ヒドラジン、N,N-ジメチルヒドラジン等の公知のものを使用することができる。

【0013】

本発明では、ポリウレタン樹脂として、通常、以上のようにして製造したポリウレタンエマルジョンを用いることができる。

【0014】

本発明に用いるカップリング剤(B)としては、通常、シランカップリング剤を用いる。シランカップリング剤としては、例えば、 γ -アミノプロピルトリエトキシシラン、N-

10

20

30

40

50

- (アミノエチル) - - アミノプロピルトリメトキシシラン、N - - (ビニルベンジルアミノエチル) - - アミノプロピルトリメトキシシラン塩酸塩、 - メタアクリロキシプロピルトリメトキシシラン、ビニル - トリ (- メトキシエトキシ) シラン、 - グリシドキシプロピルトリメトキシシラン、又はそれらの混合物が好適である。

【 0 0 1 5 】

本発明に用いる潤滑剤 (C) としては、テトラエチレンペンタミンジステアレート、プチルステアレート等を用いることができる。

【 0 0 1 6 】

本発明においては、必要に応じて集束剤中に、帯電防止剤の他、従来公知のポリ酢酸ビニル共重合体エマルジョン、エポキシ樹脂エマルジョン、ポリエステル樹脂エマルジョン等、通常の集束剤中に用いる公知の成分を含ますこともできる。

10

【 0 0 1 7 】

本発明において集束剤を製造するときは、ポリウレタン樹脂、カップリング剤、潤滑剤を、固形分換算 (重量 %) で、それぞれ、 (1 ~ 2 0) : (0 . 1 ~ 5) : (0 . 0 1 ~ 5) の割合で混合して水で希釈し 1 0 0 重量部にして集束剤を製造する方法が好ましい。

【 0 0 1 8 】

このような集束剤を、公知の方法によりガラス繊維フィラメントに付着してガラスストランドを得ることができる。例えば、溶融したガラスをプッシングから紡糸してガラス繊維フィラメントを作成するときにサイズアプリーターを適用してガラスストランドを得ることができる。

20

【 0 0 1 9 】

本発明に用いられるガラス繊維としては、一般に熱可塑性樹脂を強化するものに使用されるものであれば特に限定されないが、Eガラスが好適に使用できる。

【 0 0 2 0 】

集束剤をガラス繊維フィラメントに付着させてガラスストランドを得る場合、本発明においては、集束剤の付着率 (固形物換算) を、通常に使用するときよりも少なく適用する。少量の付着量 (0 . 4 0 % 以下) で皮膜の伸びが良く、接着性も良いからである。なお、本明細書において、集束剤の付着率は、特に断らない限り、固形物換算で表すものとする。

【 0 0 2 1 】

ガラス繊維に付着される集束剤の量は、固形物換算でガラス繊維に対して 0 . 4 0 % 以下、好ましくは、0 . 1 0 ~ 0 . 2 9 % である。付着率が 0 . 1 0 % を越えないと集束性が悪くなりやすく、ガラスストランドの切断物と熱可塑性樹脂とを混練して成形品を製造する際、糸割れや毛羽立ちが発生しやすく作業性が悪くなりやすい。付着率が 0 . 4 0 % を越えると、成形時にガスの発生が起こり、また、得られる成形品のふくれがおこり、その機械的特性が悪くなる。成形品のふくれをさらに抑制させ機械的特性を良くするためには、付着率が 0 . 2 9 % 以下であることが好ましい。

30

【 0 0 2 2 】

本発明においては、ガラスストランドを切断させることにより、通常、ガラスチョップドストランドとしてガラスストランドの切断物を得、次いで、そのガラスストランドの切断物と熱可塑性樹脂とを加熱混練してガラス繊維強化熱可塑性樹脂を製造する。

40

【 0 0 2 3 】

本発明において加熱混練するときの温度は、通常、3 0 0 以上、好ましくは 3 0 0 ~ 4 0 0 である。

【 0 0 2 4 】

本発明で用いる熱可塑性樹脂は 3 0 0 以上で成形する必要があるものが好適であり、3 0 0 ~ 4 0 0 で成形するものがさらに好適である。

そのような熱可塑性樹脂としては、液晶性ポリエステル (L C P)、半芳香族ナイロン、ポリフェニレンスルフィド、ポリエーテルイミド、ポリエーテルエーテルケトン、ポリスルホン、ポリエーテルスルホン、ポリエーテルケトンを例示できる。そのうち、熱可塑性

50

樹脂としてＬＣＰを用いると本発明の製造方法においては、ふくれが発生するときの温度が高くなるので特に好適である。

【 0 0 2 5 】

本明細書でいう液晶性ポリエステルとは、例えば、芳香族オキシカルボキシレート単位、芳香族ジオキシ単位、芳香族ジカルボニル単位、エチレンジオキシド単位などを含む熔融成形可能な液晶性ポリエステルポリマーである。

芳香族オキシカルボキシレート単位を構成するためのヒドロキシカルボン酸モノマーとしては、４ - ヒドロキシ安息香酸、３ - ヒドロキシ安息香酸、６ - ヒドロキシ - ２ - ナフタレンカルボン酸、アルキル基又はハロゲン基を有する４ - ヒドロキシ安息香酸等を例示することができる。

10

【 0 0 2 6 】

芳香族ジオキシ単位を構成するための芳香族ジオールモノマーとしては、ハイドロキノン、２位又はノ及び４位にアルキル基又はアリアル又はハロゲン基を有するハイドロキノン、２，６ ジヒドロキシナフタレン、４，４' - ビフェノール、レゾルシノール、４，４' - ジヒドロキシジフェニルメタンを例示することができる。

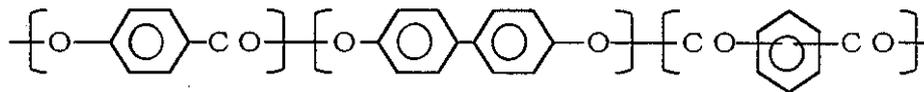
芳香族ジカルボニル単位を構成するための芳香族ジカルボン酸としては、テレフタル酸、アルキル基又はハロゲン基を有するテレフタル酸、４，４' - ビフェニルジカルボン酸、２，６ ナフタレンジカルボン酸、４，４' - ジカルボキシジフェニルエーテル、イソフタル酸を例示することができる。

そのようなＬＣＰの中では、エコノール系液晶ポリエステル（下記式Ⅰで示される）、ベクトラ系液晶ポリエステル（下記式Ⅱで示される）、Ｘ７Ｇ系液晶性ポリエステル（下記式Ⅲで示される）等が好適である。なお、これらは、それぞれ、耐熱性の違いにより、Ⅰ型、Ⅱ型、Ⅲ型に分類されるものである。

20

【 0 0 2 7 】

【化 1】

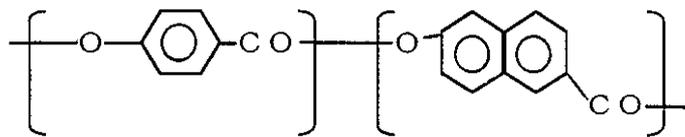


[I]

30

【 0 0 2 8 】

【化 2】

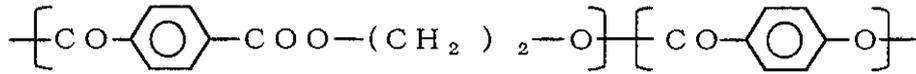


[II]

40

【 0 0 2 9 】

【化 3】



[III]

本発明に用いることができる半芳香族ナイロンとしては、変成PA6T、例えば、PA6TとPA66との共重合体等が好適である。また、三井石油化学製の商品名アールも好適である。

本発明において、ガラスストランドの切断物と熱可塑性樹脂とから成形品を製造するには、公知の方法を使用することができる。

例えば、バンバリーミキサー、ゴムロール機、ニーダー、単軸若しくは二軸押し出し機などを用い、300～400の温度で熔融混練して成形品を製造することができる。

【0030】

【発明の効果】

本発明の方法においては、少量の集束剤で付着させたガラスストランドを用いるにもかかわらず、糸割れや毛羽立ち等をほとんど発生させることなくガラスストランドの切断物と熱可塑性樹脂とを混練させることができ、また、300以上の温度で適用しても、高温成形時の集束剤分解による腐食性ガスの発生が少ない。そのため、ガラス繊維強化熱可塑性樹脂（成形品）製造用の金型の耐久性が良く、また、得られる成形品のふくれが極めて少なく機械的特性も良好である。したがって、この成形品を電子部品の材料（例えば、封止剤等）に用いた場合、電子部品の耐久性が極めて良くなることになる。

【0031】

【実施例】

実施例1

ポリ（ε-カプロラクトン）ポリオール（平均分子量2000，150重量部）、トリメチロールプロパン2.3重量部、m-キシリレンジイソシアネート30重量部を加え、80で2時間反応させた。次に得られる混合物100重量部に少量のDMFを加えて、さらに分子量16000のポリオキシエチレン・ポリオキシプロピレングリコール（ポリオキシエチレン含有率約80重量%、ポリオキシプロピレンの分子量3250）6部を含む水溶液75重量部を加え、激しく攪拌することにより乳化分散物を得、次いで1%ヒドラジン水溶液20重量部を攪拌しながら加え鎖延長しさらに水で希釈することにより固形分30%のポリウレタンエマルジョンを得た。このポリウレタンエマルジョンを用いて以下の組成の集束剤を製造した。

ポリウレタンエマルジョン（固形分30%）	4	重量部
アミノプロピルトリメトキシシラン	1.3	重量部
テトラエチレンペンタミンジステアレート（固形分26%）	0.1	重量部

これらの成分を水で希釈して合計100重量部に調整した。

以上のようにして得られた集束剤を直径11μmのEガラス繊維フィラメントの表面に付着率0.25重量%（固形物換算）付与することにより1600本集束してストランドとした後、このストランドを3mm長に切断し、120で8時間乾燥することにより、ガラスチョップドストランド（ガラスストランドの切断物）を製造した。

【0032】

実施例2～3及び比較例1

集束剤に用いたポリウレタンエマルジョンを、4.64重量部、6.08重量部、7.68重量部に代えた以外は、実施例1と同様に操作し、それぞれ、付着率0.29%（実施例2）、0.38%（実施例3）、0.48%（比較例1）のチョップドストランドを製造した。

【0033】

10

20

30

40

50

実施例 4

平均分子量 2000 のブチレンアジペートポリエステルポリオール 150 重量部、1,4-ブタンジオール 8 重量部、m-キシリレンジイソシアネート 63 重量部を、実施例 1 と同様に操作し固形分 30% のポリウレタンエマルジョンを製造した。

ポリウレタンエマルジョン (固形分 30%)	4	重量部
アミノプロピルトリメトキシシラン	1.3	重量部
テトラエチレンペンタミンジステアレート (固形分 26%)	0.1	重量部

水で合計 100 重量部に調整した。

【0034】

実施例 5 ~ 6 及び比較例 2

集束剤に用いたポリウレタンエマルジョンを、4.64 重量部、6.08 重量部、7.68 重量部に代えた以外は、実施例 4 と同様に操作し、それぞれ、付着率 0.29% (実施例 5)、0.38% (実施例 6)、0.48% (比較例 2) のガラスチョップドストランドを製造した。

【0035】

比較例 3

m-キシリレンジイソシアネートの代わりに、同じモル量の 3'-イソシアネートメチル-3,5,5-トリメチルシクロヘキシルイソシアネートを用いて実施例 1 と同様に操作して固形分 30% のポリウレタンエマルジョンを得た。このポリウレタンエマルジョンを用いて以下の集束剤を製造した。

ポリウレタンエマルジョン (固形分 30%)	4	重量部
アミノプロピルトリメトキシシラン	1.3	重量部
テトラエチレンペンタミンジステアレート (固形分 26%)	0.1	重量部

水で合計 100 重量部に調整した。

この集束剤を用いた以外は、実施例 1 と同様に操作し、比較例 3 のチョップドストランドを得た。

【0036】

比較例 4 ~ 6

集束剤に用いたポリウレタンエマルジョンを、4.64 重量部、6.08 重量部、7.68 重量部に代えた以外は、比較例 3 と同様に操作し、それぞれ、付着率 0.29% (比較例 4)、0.38% (比較例 5)、0.48% (比較例 6) のチョップドストランドを製造した。

【0037】

比較例 7

アクリルエマルジョン (日本カーバイト製 TS1097, 固形分 39%)

3 重量部		
アミノプロピルトリメトキシシラン	1.3	重量部
テトラエチレンペンタミンジステアレート (固形分 26%)	0.1	重量部

水で合計 100 重量部に調整した。

この集束剤を用いた以外は、実施例 1 と同様に操作し、比較例 7 のチョップドストランドを得た。

【0038】

比較例 8 ~ 10

集束剤に用いたポリアクリルエマルジョンを、3.57 重量部、4.68 重量部、5.91 重量部に代えた以外は、比較例 7 と同様に操作し、それぞれ、付着率 0.29% (比較例 8)、0.38% (比較例 9)、0.48% (比較例 10) のチョップドストランドを製造した。

【0039】

毛羽発生試験:

実施例又は比較例で製造した各チョップドストランド 200 g と LCP 樹脂ペレット 10

10

20

30

40

50

0 g とをビーカーに入れ、室温で攪拌したのち、これを篩にかけ、篩に残った毛羽の重量をもとめた。その結果を表 1 に示す。

【 0 0 4 0 】

【表 1】

表 1. チョップドストランドの毛羽発生試験

	エマルジョン	付着率 (%)	発生毛羽量 (g)
実施例 1	XDI/ポリ(ε-カプロラクトン)ポリオール	0.25	2
実施例 2	XDI/ポリ(ε-カプロラクトン)ポリオール	0.29	0
実施例 3	XDI/ポリ(ε-カプロラクトン)ポリオール	0.38	0
比較例 1	XDI/ポリ(ε-カプロラクトン)ポリオール	0.48	0
実施例 4	XDI/ブチレンアジペートポリエステルポリオール	0.25	5
実施例 5	XDI/ブチレンアジペートポリエステルポリオール	0.29	3
実施例 6	XDI/ブチレンアジペートポリエステルポリオール	0.38	1
比較例 2	XDI/ブチレンアジペートポリエステルポリオール	0.48	1
比較例 3	IPDI/ポリ(ε-カプロラクトン)ポリオール	0.25	33
比較例 4	IPDI/ポリ(ε-カプロラクトン)ポリオール	0.29	21
比較例 5	IPDI/ポリ(ε-カプロラクトン)ポリオール	0.38	15
比較例 6	IPDI/ポリ(ε-カプロラクトン)ポリオール	0.48	8
比較例 7	アクリルエマルジョン	0.25	35
比較例 8	アクリルエマルジョン	0.29	33
比較例 9	アクリルエマルジョン	0.38	28
比較例 10	アクリルエマルジョン	0.48	25

【 0 0 4 1 】

成形品(ガラス繊維強化熱可塑性樹脂)の製造:

実施例 1 ~ 6 及び比較例 1 ~ 10 から選ばれるチョップドストランドをガラス繊維含有率が 30% となるように熱可塑性樹脂を押し出し成形機に投入し 300 ~ 360 で混練、押出、切断してガラス繊維含有ペレット等の射出成形品を製造した。

原料の熱可塑性樹脂としては、LCP としてエコノール系液晶ポリエステル、変成 PA6T として PA6T と PA66 との共重合体を用いた。得られた成形品を下記に示す方法で、アウトガス腐食性試験、ふくれ発生温度試験、機械的特性試験を行なった。LCP でのそれらの結果を表 2、変成 PA6T での結果を表 3 に示した。

【 0 0 4 2 】

アウトガス腐食性試験：

ガラス製のアンプル管に、混練したガラス樹脂ペレットと純銀製の粒を入れた。このとき、このペレットと粒が直接、混わらないようにガラスクロスで仕切りをして間接的に接触させるようにした。その状態でアンプル管を密封してから300℃で4時間加熱した後、銀の腐食を目視で確認した。腐食しないものを○、少し腐食するものを△、腐食が激しいものを×として評価した。

【0043】

ふくれ発生温度試験：

ガラス繊維含有率30%の射出成形品（厚さ3.2mm、幅12.7mm、長さ50mm）をはんだ浴に60秒間入れて温度を高くしていき、表面にふくれが発生する温度を測定した。

【0044】

機械的特性試験：

機械的特性試験として、引張強度試験を行った。引張強度試験は、ASTM D638で行い、成形した後、そのまま評価した。

【0045】

【表2】

表 2. ガラス繊維強化液晶性ポリエステル(LCP)の結果

	エマルジョン	付着率 (%)	アウトガス腐食試験	ふくれ発生温度(°C)	機械的特性 (kg/cm ²)
実施例 1	XDI/ポリ(ε-カプロラクトン)ポリオール	0.25	○	330	1660
実施例 2	XDI/ポリ(ε-カプロラクトン)ポリオール	0.29	○	330	1655
実施例 3	XDI/ポリ(ε-カプロラクトン)ポリオール	0.38	○	320	1600
比較例 1	XDI/ポリ(ε-カプロラクトン)ポリオール	0.48	△	305	1560
実施例 4	XDI/ブチレンアジペートポリエステルポリオール	0.25	○	330	1630
実施例 5	XDI/ブチレンアジペートポリエステルポリオール	0.29	○	330	1620
実施例 6	XDI/ブチレンアジペートポリエステルポリオール	0.38	○	320	1490
比較例 2	XDI/ブチレンアジペートポリエステルポリオール	0.48	△	305	1430
比較例 3	IPDI/ポリ(ε-カプロラクトン)ポリオール	0.25	△	295	1580
比較例 4	IPDI/ポリ(ε-カプロラクトン)ポリオール	0.29	△	290	1570
比較例 5	IPDI/ポリ(ε-カプロラクトン)ポリオール	0.38	△	280	1550
比較例 6	IPDI/ポリ(ε-カプロラクトン)ポリオール	0.48	△	270	1480
比較例 7	アクリルエマルジョン	0.25	×	275	1570
比較例 8	アクリルエマルジョン	0.29	×	275	1550
比較例 9	アクリルエマルジョン	0.38	×	270	1530
比較例 10	アクリルエマルジョン	0.48	×	270	1520

【 0 0 4 6 】

【 表 3 】

10

20

30

40

表 3. ガラス繊維強化変性 PA6T の結果

	エマルジョン	付着率 (%)	アウトガス腐食試験	ふくれ発生温度 (°C)	機械的特性 (kg/cm ²)
実施例 1	XDI/ポリ(ε-カプロラク톤)ポリオール	0.25	○	250	1620
実施例 2	XDI/ポリ(ε-カプロラク톤)ポリオール	0.29	○	250	1610
実施例 3	XDI/ポリ(ε-カプロラク톤)ポリオール	0.38	○	250	1550
比較例 1	XDI/ポリ(ε-カプロラク톤)ポリオール	0.48	△	230	1520
実施例 4	XDI/ブチレンアジペートポリエステルポリオール	0.25	○	250	1610
実施例 5	XDI/ブチレンアジペートポリエステルポリオール	0.29	○	250	1610
実施例 6	XDI/ブチレンアジペートポリエステルポリオール	0.38	○	240	1560
比較例 2	XDI/ブチレンアジペートポリエステルポリオール	0.48	△	220	1520
比較例 3	IPDI/ポリ(ε-カプロラク톤)ポリオール	0.25	△	220	1580
比較例 4	IPDI/ポリ(ε-カプロラク톤)ポリオール	0.29	△	220	1560
比較例 5	IPDI/ポリ(ε-カプロラク톤)ポリオール	0.38	△	210	1530
比較例 6	IPDI/ポリ(ε-カプロラク톤)ポリオール	0.48	△	210	1530
比較例 7	アクリルエマルジョン	0.25	×	230	1560
比較例 8	アクリルエマルジョン	0.29	×	210	1560
比較例 9	アクリルエマルジョン	0.38	×	210	1540
比較例 10	アクリルエマルジョン	0.48	×	210	1520

10

20

30

フロントページの続き

(58)調査した分野(Int.Cl. , D B名)

C08L 1/00-101/14

C03C 25/10

C08J 5/04-5/10;5/24