

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2016-106160

(P2016-106160A)

(43) 公開日 平成28年6月16日(2016.6.16)

(51) Int.Cl.			F I		テーマコード (参考)
<b>CO8K</b>	<b>3/22</b>	<b>(2006.01)</b>	CO8K	3/22	4G076
<b>CO8L</b>	<b>101/00</b>	<b>(2006.01)</b>	CO8L	101/00	4J002
<b>CO8K</b>	<b>9/04</b>	<b>(2006.01)</b>	CO8K	9/04	
<b>CO1F</b>	<b>5/08</b>	<b>(2006.01)</b>	CO1F	5/08	
<b>CO1F</b>	<b>5/22</b>	<b>(2006.01)</b>	CO1F	5/22	

審査請求 未請求 請求項の数 9 O L (全 16 頁)

(21) 出願番号 特願2013-62896 (P2013-62896)  
 (22) 出願日 平成25年3月25日 (2013.3.25)

(71) 出願人 390036722  
 神島化学工業株式会社  
 大阪府大阪市西区阿波座1丁目3番15号  
 (74) 代理人 110000729  
 特許業務法人 ユニアス国際特許事務所  
 (72) 発明者 松井 誠二  
 香川県三豊市詫間町香田80番地 神島化学工業株式会社詫間工場内  
 Fターム(参考) 4G076 AA02 AB04 AB24 BA12 BA15  
 BA38 BA46 BB04 BD02 BF06  
 CA02 CA21 CA26 CA28 CA40  
 DA02

最終頁に続く

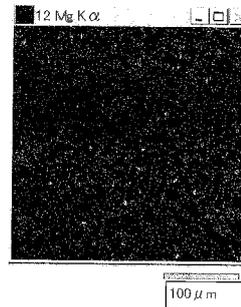
(54) 【発明の名称】 酸化マグネシウム粒子、樹脂組成物、ゴム組成物及び成形体

(57) 【要約】

【課題】樹脂やゴムへの分散性が良好であるとともに、受酸剤やスコーチ防止剤としての機能を充分発揮可能であり樹脂やゴムと組み合わせた後でもその材料物性の低下をきたさない酸化マグネシウム粒子、樹脂組成物、ゴム組成物及び成形体を提供すること。

【解決手段】(A) 平均粒子径が5 μm以下、(B) BET比表面積が20 m<sup>2</sup>/g以上200 m<sup>2</sup>/g以下、(C) 目開き45 μmの篩残分が0.1重量%以下を満たす酸化マグネシウム粒子。

【選択図】 図1



## 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

- (A) 平均粒子径が  $5 \mu\text{m}$  以下、  
 (B) BET 比表面積が  $20 \text{m}^2 / \text{g}$  以上  $200 \text{m}^2 / \text{g}$  以下、  
 (C) 目開き  $45 \mu\text{m}$  の篩残分が  $0.1$  重量% 以下  
 を満たす酸化マグネシウム粒子。

## 【請求項 2】

樹脂用受酸剤である請求項 1 に記載の酸化マグネシウム粒子。

## 【請求項 3】

ゴム用スコーチ防止剤である請求項 1 に記載の酸化マグネシウム粒子。

10

## 【請求項 4】

高級脂肪酸、高級脂肪酸アルカリ土類金属塩、カップリング剤、脂肪酸と多価アルコールとからなるエステル類、及びリン酸と高級アルコールとからなるリン酸エステル類からなる群より選択される少なくとも 1 種の表面処理剤により表面処理されている請求項 1 ~ 3 いずれか 1 項に記載の酸化マグネシウム粒子。

## 【請求項 5】

水溶性マグネシウム塩、海水又は灌水と、アルカリ金属水酸化物水溶液、アルカリ土類金属水酸化物水溶液又はアンモニア水溶液とを反応させて分散液を調製する工程、前記分散液に対し、 $1$  以上  $100$  以下での種晶反応を 1 回以上行うか、又は  $100$  超かつ  $200$  以下で水熱処理を行って、焼成用原料を得る工程、及び前記焼成用原料を  $350$  以上  $900$  以下で焼成する工程を経て得られる請求項 1 ~ 3 のいずれか 1 項に記載の酸化マグネシウム粒子。

20

## 【請求項 6】

ABS 系樹脂、ポリプロピレン系樹脂、ポリスチレン系樹脂、ポリカーボネート系樹脂、ポリフェニレン系樹脂、ポリエステル系樹脂及びポリアミド系樹脂からなる群より選択される少なくとも 1 種の樹脂  $100$  重量部に対し、請求項 2 又は 4 に記載の酸化マグネシウム粒子を  $0.01 \sim 5$  重量部配合した樹脂組成物。

## 【請求項 7】

クロロプレンゴム、アクリルゴム、ニトリルゴム、イソプレンゴム、ウレタンゴム、エチレンプロピレンゴム、クロロスルホン化ポリエチレン、エピクロルヒドリンゴム、シリコーンゴム、スチレン - ブタジエンゴム、ブタジエンゴム、フッ素ゴム及びポリイソブチレンゴムからなる群より選択される少なくとも 1 種のゴム  $100$  重量部に対し、請求項 3 又は 4 に記載の酸化マグネシウム粒子を  $0.01 \sim 10$  重量部配合したゴム組成物。

30

## 【請求項 8】

請求項 6 に記載の樹脂組成物より得られる成形体。

## 【請求項 9】

請求項 7 に記載のゴム組成物より得られる成形体。

## 【発明の詳細な説明】

## 【技術分野】

## 【0001】

本発明は、酸化マグネシウム粒子、樹脂組成物、ゴム組成物及び成形体に関する。

40

## 【背景技術】

## 【0002】

酸化マグネシウムは、安価で、化学的に安定であり、塩基性を示すとともに、無毒性を有するという特性を有することから、各種用途、例えば ABS 系樹脂等の成型加工時に発生する不快臭気の吸着剤（例えば、特許文献 1）や廃プラスチックの受酸剤（例えば、特許文献 2）として、あるいはクロロプレンゴム等のゴムの過架橋を防止するスコーチ防止剤等として用いられている（例えば、非特許文献 1）。

## 【先行技術文献】

## 【特許文献】

50

【 0 0 0 3 】

【特許文献 1】特開平 1 0 - 1 8 2 9 2 7 号公報

【特許文献 2】特開 2 0 0 5 - 6 7 1 9 6 号公報

【非特許文献】

【 0 0 0 4 】

【非特許文献 1】郷田兼成ほか著、「国産酸化マグネシウムの特性値とイオウ変性 CR の物性値との関係」、日本ゴム協会誌、第 3 7 巻 第 7 号 ( 1 9 6 4 )、p . 4 2 ~ 4 8

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【 0 0 0 5 】

しかしながら、従来の酸化マグネシウム粒子では受酸剤やスコーチ防止剤としての機能が充分ではなかったり、樹脂ないしゴム材料への分散性が良好でなかったりして、樹脂やゴムに配合した際にはそれらの材料物性の低下を招来している。

【 0 0 0 6 】

そこで、本発明は、樹脂やゴムへの分散性が良好であるとともに、受酸剤やスコーチ防止剤としての機能を充分発揮可能であり樹脂やゴムと組み合わせた後でもその材料物性の低下をきたさない酸化マグネシウム粒子、樹脂組成物、ゴム組成物及び成形体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】

【 0 0 0 7 】

本発明者は、鋭意検討を重ねた結果、所定の粒子形態の酸化マグネシウム粒子を用いることにより、前記した課題を解決できることを見いだした。本発明は、かかる知見に基づいて完成されたものである。

【 0 0 0 8 】

本発明は、( A ) 平均粒子径が 5  $\mu$  m 以下、  
( B ) B E T 比表面積が 2 0 m<sup>2</sup> / g 以上 2 0 0 m<sup>2</sup> / g 以下、  
( C ) 目開き 4 5  $\mu$  m の篩残分が 0 . 1 重量 % 以下  
を満たす酸化マグネシウム粒子である。

【 0 0 0 9 】

当該酸化マグネシウム粒子は上記 ( A ) ~ ( C ) の特性を同時に満たすので、樹脂ないしゴム ( 以下、「樹脂等」ともいう。 ) への分散性も良好であるとともに、受酸剤としてもスコーチ防止剤としても充分な機能を発揮することができ、これにより、樹脂等に配合した際にも所望レベルの材料物性を得ることができる。なお、本明細書において、平均粒子径、B E T 比表面積及び篩残分の測定手順は実施例の記載による。

【 0 0 1 0 】

当該酸化マグネシウム粒子は、樹脂用受酸剤やゴム用スコーチ防止剤として好適に用いることができる。

【 0 0 1 1 】

当該酸化マグネシウム粒子は、高級脂肪酸、高級脂肪酸アルカリ土類金属塩、カップリング剤、脂肪酸と多価アルコールとからなるエステル類、及びリン酸と高級アルコールとからなるリン酸エステル類からなる群より選択される少なくとも 1 種の表面処理剤により表面処理されていることが好ましい。これにより、酸化マグネシウム粒子の樹脂等 ( 又は成形体 ) への分散度をより向上させることができる。

【 0 0 1 2 】

当該酸化マグネシウム粒子は、水溶性マグネシウム塩、海水又は灌水と、アルカリ金属水酸化物水溶液、アルカリ土類金属水酸化物水溶液又はアンモニア水溶液とを反応させて分散液を調製する工程、

前記分散液に対し、1 以上 1 0 0 以下での種晶反応を 1 回以上行うか、又は 1 0 0 超かつ 2 0 0 以下で水熱処理を行って、焼成用原料を得る工程、及び

前記焼成用原料を 3 5 0 以上 9 0 0 以下で焼成する工程を経て得られることが好ま

10

20

30

40

50

しい。

【0013】

上記所定の工程を経ることにより、上記(A)～(C)の特性を同時に満たす酸化マグネシウム粒子を効率良く得ることができる。

【0014】

本発明には、ABS系樹脂、ポリプロピレン系樹脂、ポリスチレン系樹脂、ポリカーボネート系樹脂、ポリフェニレン系樹脂、ポリエステル系樹脂及びポリアミド系樹脂からなる群より選択される少なくとも1種の樹脂100重量部に対し、当該酸化マグネシウム粒子を0.01～5重量部配合した樹脂組成物も含まれる。

【0015】

本発明の樹脂組成物には、当該酸化マグネシウム粒子を受酸剤として配合しているため、樹脂組成物から得られる成形体の強度を十分なレベルとすることができるとともに、樹脂調製の際に存在する酸成分等による変色を効率良く防止することができる。

【0016】

本発明には、クロロプレンゴム、アクリルゴム、ニトリルゴム、イソプレンゴム、ウレタンゴム、エチレンプロピレンゴム、クロロスルホン化ポリエチレン、エピクロルヒドリンゴム、シリコーンゴム、スチレン-ブタジエンゴム、ブタジエンゴム、フッ素ゴム及びポリイソブチレンゴムからなる群より選択される少なくとも1種のゴム100重量部に対し、当該酸化マグネシウム粒子を0.01～10重量部配合したゴム組成物も含まれる。

【0017】

本発明のゴム組成物には、当該酸化マグネシウム粒子をスコーチ防止剤として配合しているため、ゴム組成物ないしその成形体の保管等における過度の架橋進行を防止することができるとともに、酸化マグネシウム粒子の良好な分散性により、粒子が塊状となつたいわゆるブツ等の外観劣化も防止することができる。

【0018】

さらに、本発明には、当該樹脂組成物より得られる成形体、あるいは当該ゴム組成物より得られる成形体も含まれる。

【図面の簡単な説明】

【0019】

【図1】本発明の実施例11におけるゴム組成物のEDX分析によるマッピング結果である。

【図2】本発明の比較例8におけるゴム組成物のEDX分析によるマッピング結果である。

【発明を実施するための形態】

【0020】

<第1実施形態>

本発明の第1実施形態について、以下に説明する。第1実施形態に係る酸化マグネシウム粒子は、(A)平均粒子径が5 $\mu\text{m}$ 以下、(B)BET比表面積が20 $\text{m}^2/\text{g}$ 以上200 $\text{m}^2/\text{g}$ 以下、(C)目開き45 $\mu\text{m}$ の篩残分が0.1重量%以下を満たす。これら(A)～(C)の特性を同時に満たすことにより、樹脂等への分散性が良好であり、受酸剤やスコーチ防止剤といった樹脂等用の機能性添加剤として有用である。

【0021】

[酸化マグネシウム粒子]

(A)平均粒子径

酸化マグネシウム粒子の平均粒子径の上限は5 $\mu\text{m}$ 以下であればよいものの、4 $\mu\text{m}$ 以下が好ましく、3 $\mu\text{m}$ 以下がより好ましい。一方、平均粒子径の下限は特に限定されないものの、樹脂中での酸化マグネシウム粒子の再凝集防止の観点から0.1 $\mu\text{m}$ 以上が好ましく、0.2 $\mu\text{m}$ 以上がより好ましい。上記平均粒子径が上記範囲であると、得られる成形体の強度を確保しつつ、良好な外観を達成することができる。上記平均粒子径が5 $\mu\text{m}$ を超えると、樹脂組成物とした際の成形体においてアイゾット衝撃強度が低下したり、ゴ

10

20

30

40

50

ム組成物とした際の成形体においてブツ等の外観不良をきたしたりする。

【0022】

(B) BET比表面積

酸化マグネシウム粒子のBET比表面積は $20\text{ m}^2/\text{g}$ 以上 $200\text{ m}^2/\text{g}$ 以下であれば特に限定されないものの、 $30\text{ m}^2/\text{g}$ 以上 $190\text{ m}^2/\text{g}$ 以下が好ましく、 $40\text{ m}^2/\text{g}$ 以上 $180\text{ m}^2/\text{g}$ 以下がより好ましい。BET比表面積が上記範囲であると、酸化マグネシウム粒子の分散性が良好となり、また、スコーチ防止性も十分に発揮されることになる。BET比表面積が $20\text{ m}^2/\text{g}$ 未満であると、樹脂組成物とした際の受酸作用が低下して成形体の変色をきたしたり、ゴム組成物とした際のスコーチ防止性が低下して貯蔵安定性が低下したりする。また、BET比表面積が $200\text{ m}^2/\text{g}$ を超えると、粒子の樹脂等への分散性が低下するおそれがある。

10

【0023】

(C) 目開き $45\text{ }\mu\text{m}$ の篩残分

酸化マグネシウム粒子を目開き $45\text{ }\mu\text{m}$ の篩にかけた際の篩残分は $0.1$ 重量%以下である限り特に限定されないが、 $0.05$ 重量%以下が好ましく、 $0.01$ 重量%以下がより好ましい。上記篩残分の下限は低ければ低いほどよく、 $0$ 重量%が好ましいが、物理的な制約から $0.001$ 重量%以上であってもよい。上記篩残分が $0.1$ 重量%以下であると、粒子の塊状化ないし粗大化を防止して、良好な外観を得ることができるとともに、成形体の強度を確保することができる。上記篩残分が $0.1$ 重量%を超えると、粒子の粗大な凝集体が形成されて、樹脂組成物とした際の成形体においてアイゾット強度が低下したり、ゴム組成物とした際の成形体においてブツ等の外観不良をきたしたりする。

20

【0024】

(表面処理)

本実施形態の酸化マグネシウム粒子は表面処理されていることが好ましい。表面処理剤としては当該用途に用いられる公知の化合物を用いることができる。前記表面処理は、高級脂肪酸、高級脂肪酸アルカリ土類金属塩、カップリング剤、脂肪酸と多価アルコールとからなるエステル類、及びリン酸と高級アルコールとからなるリン酸エステル類からなる群より選択される少なくとも1種を用いて行われることが好ましい。この構成によれば、酸化マグネシウム粒子が所定の表面処理剤により処理されているので、酸化マグネシウム粒子の樹脂等への分散性の向上、並びにこれによる樹脂組成物、ゴム組成物及び成形体の物性の維持ないし向上を図ることができる。その他、表面処理剤として界面活性剤も用いることができる。

30

【0025】

(高級脂肪酸及び高級脂肪酸アルカリ土類金属塩)

高級脂肪酸としては、例えば、ステアリン酸、エルカ酸、パルミチン酸、ラウリン酸、ベヘニン酸等の炭素数 $10$ 以上の高級脂肪酸が挙げられ、ステアリン酸が分散性やハンドリング性の点で好ましい。高級脂肪酸アルカリ土類金属塩としては、上述の高級脂肪酸のアルカリ土類金属塩が挙げられ、アルカリ土類金属としては、ベリリウム、マグネシウム、カルシウム、ストロンチウム、バリウム、ラジウム等を好適に用いることができる。分散性の観点から高級脂肪酸アルカリ土類金属塩が好ましく、中でも、ステアリン酸マグネシウムがより好ましい。これらは、単独で用いても2種以上併用してもよい。

40

【0026】

(カップリング剤)

カップリング剤としては、例えば、  
 - グリシドキシプロピルトリメトキシシラン、  
 - (3,4-エポキシシクロヘキシル)エチルトリメトキシシラン、  
 - メタクリロキシプロピルトリメトキシシラン、  
 - メタクリロキシプロピルトリエトキシシラン、  
 - アクリロキシプロピルメチルジメトキシシラン、  
 - ビニルトリエトキシシラン、  
 - ビニルトリアセトキシシラン、  
 - p-トリメトキシシリルスチレン、  
 - p-トリエトキシシリルスチレン、  
 - p-トリメトキシシリル-  
 - メチルスチレン、  
 - p-トリエトキシシリル-  
 - メチルスチレン  
 3-アミノプロピルトリメトキシシラン、  
 3-アミノプロピルトリエトキシシラン

50

、N - 2 (アミノエチル) 3 - アミノプロピルメチルジメトキシシラン、N - 2 (アミノエチル) 3 - アミノプロピルトリメトキシシラン、N - 2 (アミノエチル) 3 - アミノプロピルトリエトキシシラン、N - フェニル - 3 - アミノプロピルトリメトキシシラン、N - フェニル - 3 - アミノプロピルトリエトキシシラン、N - プロピル - 3 - アミノプロピルトリメトキシシラン、4 - アミノブチルトリメトキシシラン、デシルトリメトキシシランなどシラン系カップリング剤や、イソプロピルトリイソステアロイルチタネート、イソプロピルトリス (ジオクチルパイロフォスフェート) チタネート、イソプロピルトリ (N - アミノエチル - アミノエチル) チタネート、イソプロピルトリデシルベンゼンスルホニルチタネート等のチタネート系カップリング剤、さらには、アセトアルコキシアルミニウムジイソプロピレート等のアルミニウム系カップリング剤が挙げられる。このようなカップリング剤は、単独で用いても2種以上併用してもよい。

10

## 【0027】

(脂肪酸と多価アルコールとからなるエステル類)

脂肪酸と多価アルコールとからなるエステル類としては、例えば、グリセリンモノステアレート、グリセリンモノオレート等の多価アルコールと脂肪酸とのエステル等が挙げられる。リン酸エステルとしては、例えば、オルトリン酸とオレイルアルコール、ステアリルアルコール等のモノ又はジエステル又は両者の混合物であって、それらの酸型又はアルカリ土類金属塩等のリン酸エステル等が挙げられる。

## 【0028】

(リン酸と高級アルコールとからなるリン酸エステル類)

リン酸と高級アルコールとからなるリン酸エステル類としては、例えば、オルトリン酸とオレイルアルコール、ステアリルアルコール等のモノまたはジエステルまたは両者の混合物であって、それらの酸型またはアルカリ土類金属塩等のリン酸エステル等が挙げられる。

20

## 【0029】

(界面活性剤)

界面活性剤としては、非イオン系界面活性剤が好適に使用可能である。非イオン系界面活性剤としては、ポリオキシエチレンラウリルエーテル、ポリオキシエチレンセチルエーテル、ポリオキシエチレンステアリルエーテル、ポリオキシエチレンオレイルエーテル、ポリオキシエチレン高級アルコールエーテル等のポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレンノニルフェニルエーテル等のポリオキシエチレンアルキルアリアルエーテル；ポリオキシエチレン誘導体；ソルビタンモノラウレート、ソルビタンモノパルミテート、ソルビタンモノステアレート、ソルビタントリステアレート、ソルビタンモノオレート、ソルビタントリオレート、ソルビタンセスキオレート、ソルビタンジステアレート等のソルビタン脂肪酸エステル；ポリオキシエチレンソルビタンモノラウレート、ポリオキシエチレンソルビタンモノラウレート、ポリオキシエチレンソルビタンモノパルミテート、ポリオキシエチレンソルビタンモノステアレート、ポリオキシエチレンソルビタントリステアレート、ポリオキシエチレンソルビタンモノオレート、ポリオキシエチレンソルビタントリオレート等のポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステル；テトラオレイン酸ポリオキシエチレンソルビット等のポリオキシエチレンソルビトール脂肪酸エステル；グリセロールモノステアレート、グリセロールモノオレート、自己乳化型グリセロールモノステアレート等のグリセリン脂肪酸エステル；ポリエチレングリコールモノラウレート、ポリエチレングリコールモノステアレート、ポリエチレングリコールジステアレート、ポリエチレングリコールモノオレート等のポリオキシエチレン脂肪酸エステル；ポリオキシエチレンアルキルアミン；ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油；アルキルアルカノールアミド等が挙げられる。

30

40

## 【0030】

(表面処理法)

このような表面処理剤を用いて、酸化マグネシウム粒子の表面処理を行うには、公知の乾式法ないし湿式法を適用することができる。乾式法としては、酸化マグネシウムの粉末

50

をヘンシェルミキサー等の混合機により、攪拌下で表面処理剤を液状、エマルジョン状、あるいは固体状に加え、加熱又は非加熱下に十分に混合すればよい。湿式法としては、上記酸化マグネシウム粒子の製造方法にて得た酸化マグネシウムの非水系溶媒スラリーに表面処理剤を溶液状態又はエマルジョン状態で加え、例えば1～100程度の温度で機械的に混合し、その後、乾燥等によって非水系溶媒を除去すればよい。非水系溶媒としては、例えばイソプロピルアルコールやメチルエチルケトン等が挙げられる。表面処理剤の添加量は適宜選択することができるが、乾式法を採用する場合、湿式法に比べて不均一な表面処理レベルとなりやすいため、湿式法よりは若干多めの添加量とした方がよい。具体的には、酸化マグネシウム粒子100重量%に対して0.5～10重量%の範囲が好ましく、1～5重量%の範囲がより好ましい。湿式法を採用する場合、十分な表面処理及び表面

10

#### 【0031】

表面処理を行った酸化マグネシウム粒子は、必要に応じて、造粒、乾燥、粉碎、及び分級等の手段を適宜選択して実施し、最終的な製品（受酸剤、スコーチ防止剤）とすることができる。

#### 【0032】

##### [酸化マグネシウム粒子の製造方法]

本実施形態の酸化マグネシウム粒子は、水溶性マグネシウム塩、海水又は灌水と、アルカリ金属水酸化物水溶液、アルカリ土類金属水酸化物水溶液又はアンモニア水溶液とを反応させて分散液を調製する工程、前記分散液に対し、1以上100以下での種晶反応を1回以上行うか、又は100超かつ200以下で水熱処理を行って、焼成用原料を得る工程、及び前記焼成用原料を350以上900以下で焼成する工程を経て得られることが好ましい。

20

#### 【0033】

##### (分散液調製工程)

該工程で用い得る水溶性マグネシウム塩としては、塩化マグネシウム六水和物、塩化マグネシウム二水和物、塩化マグネシウム無水和物が好適に挙げられる。通常、水溶性マグネシウム塩は水溶液として用いる。その他、マグネシウム原料として海水、灌水を用いてもよい。各水溶液中のマグネシウムイオン濃度としては、反応を十分に進行させる観点から、0.01～5mol/Lが好ましく、0.05～4mol/Lがより好ましい。

30

#### 【0034】

アルカリ原料であるアルカリ金属水酸化物としては、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム等を用いることができる。また、アルカリ土類金属水酸化物としては、水酸化マグネシウム、水酸化カルシウム等を用いることができる。アルカリ水溶液のアルカリ濃度としては、0.1～18N程度であればよく、0.5～15Nが好ましい。

#### 【0035】

上記手順でそれぞれ調製した水溶性マグネシウム塩とアルカリ水溶液とを5～95程度で0.01～10時間反応させることで水酸化マグネシウムを含む分散液を調製する。

#### 【0036】

##### (焼成用原料調製工程)

当該工程で種晶反応（種結晶から結晶成長させて粒子を得る手法）を採用する場合には、上記で得られた分散液を種とし、これに上記マグネシウム原料と同じ塩化マグネシウム水溶液を加え、さらに水酸化ナトリウム等のアルカリ水溶液を添加して攪拌するという手順を1サイクルの種晶反応とし、これを1～50サイクル繰り返すことにより水酸化マグネシウムスラリーを調製することができる。種晶反応の際のマグネシウムイオン濃度としては、反応を十分に進行させる観点から、0.05～4mol/Lが好ましい。また、アルカリ水溶液のアルカリ濃度としては、0.5～15N程度が好ましい。塩化マグネシウム水溶液とアルカリ水溶液とを混合した後の攪拌温度としては1～100が好ましく、5～95がより好ましく、10～90がさらに好ましい。また、攪拌時間としては、

40

50

0.01～10時間が好ましく、0.1～8時間がより好ましい。

【0037】

当該工程で上記種晶反応に代えて水熱処理を採用する場合には、オートクレーブ等の公知の耐圧加熱容器に上記分散液を投入し、攪拌下、100 超でかつ200 以下の温度範囲、好ましくは110 以上190 以下の温度範囲で、好ましくは0.01～10時間、より好ましくは0.1～8時間程度にて水熱処理を行うことにより水酸化マグネシウムスラリーを調製することができる。

【0038】

種晶反応又は水熱処理を経て得られる水酸化マグネシウムスラリーをろ過し、水にて洗浄、乾燥、必要に応じて粉碎処理を施すことにより、焼成用原料である水酸化マグネシウム粒子を得ることができる。

10

【0039】

(焼成工程)

焼成用の水酸化マグネシウム粒子を350～900 の加熱炉にて0.1～8時間焼成し、その後必要に応じて粉碎することにより、本実施形態に係る酸化マグネシウム粒子を得ることができる。

【0040】

得られた酸化マグネシウム粒子に対し、必要に応じて上記表面処理の手順により表面処理を行ってもよい。

【0041】

<第2実施形態>

[樹脂組成物]

第2実施形態は、第1実施形態の酸化マグネシウム粒子を所定の樹脂に配合した樹脂組成物である。本実施形態における酸化マグネシウム粒子は、樹脂の調製の際に系内に存在する触媒成分や酸成分を中和するための受酸剤として好適に機能し得る。

20

【0042】

本実施形態の樹脂組成物に含まれる樹脂としては、ABS系樹脂、ポリプロピレン系樹脂、ポリスチレン系樹脂、ポリカーボネート系樹脂、ポリフェニレン系樹脂、ポリエステル系樹脂及びポリアミド系樹脂からなる群より選択される少なくとも1種が好ましい。これらは用途に応じて選択すればよい。

30

【0043】

上記樹脂組成物では、上記樹脂100重量部に対し、当該酸化マグネシウム粒子を0.01～5重量部配合しており、好ましくは0.05～3重量部、より好ましくは0.1～1重量部配合する。酸化マグネシウム粒子の配合量を上記範囲とすることで、受酸剤としての機能を十分に発揮可能であるとともに、樹脂組成物ないし成形体において凝集を防止して所望の材料物性及び外観を発揮することができる。

【0044】

(他の添加剤)

上記樹脂組成物には、本発明の効果を損なわない限り、上記成分以外に他の添加剤を配合してもよい。このような添加剤としては、例えば酸化防止剤、帯電防止剤、顔料、発泡剤、可塑剤、充填剤、補強剤、難燃剤、架橋剤、光安定剤、紫外線吸収剤、及び滑剤等が挙げられる。

40

【0045】

[成形体]

本実施形態の成形体は前記樹脂組成物を用いて得られる。このような成形体は、樹脂に所定量の酸化マグネシウム粒子を配合した後、公知の成形方法により得ることができる。このような成形方法としては、例えば押出成形、射出成形、カレンダー成形などである。

【0046】

本実施形態の成形体によれば、前述した所定の酸化マグネシウム粒子が配合されているので、衝撃強度に優れるとともに、成形品の外観にも優れている。このような成形体は耐

50

衝撃性等が求められる各種用途に用いることができ、例えば、OA機器、自動車部品（内外装品）、ゲーム機、建築部材（室内用）、電気製品（エアコン、冷蔵庫の外側、いわゆる電子・電気機器全般のハウジング用途）、雑貨、文具、家具、楽器（リコーダー）、機械部品等の用途に用いることができる。

【0047】

<第3実施形態>

[ゴム組成物]

第3実施形態は、第1実施形態の酸化マグネシウム粒子を所定のゴムに配合したゴム組成物である。本実施形態における酸化マグネシウム粒子は、ゴム組成物を貯蔵する際の架橋進行を防ぎ、次工程で成型加硫し易くするためのスコーチ防止剤として好適に機能し得る。

10

【0048】

本実施形態の樹脂組成物に含まれるゴムとしては、クロロプレンゴム、アクリルゴム、ニトリルゴム、イソプレンゴム、ウレタンゴム、エチレンプロピレンゴム、クロロスルホン化ポリエチレン、エピクロルヒドリンゴム、シリコンゴム、スチレン-ブタジエンゴム、ブタジエンゴム、フッ素ゴム及びポリイソブチレンゴムからなる群より選択される少なくとも1種が好ましい。これらは用途に応じて選択すればよい。

【0049】

上記ゴム組成物では、上記ゴム100重量部に対し、当該酸化マグネシウム粒子を0.01~10重量部、好ましくは0.1~8重量部、より好ましくは1~6重量部配合する。酸化マグネシウム粒子の配合量を上記範囲とすることで、スコーチ防止剤としての機能を十分に発揮可能であるとともに、ゴム組成物ないし成形体において凝集を防止して所望の材料物性及び外観を発揮することができる。

20

【0050】

[成形体]

第3実施形態の成形体は、上記ゴム組成物より得られる。成形体の成形方法及び用途等は第2実施形態と同様のものを好適に採用することができる。

【実施例】

【0051】

以下、本発明に関し実施例を用いて詳細に説明するが、本発明はその要旨を超えない限り、以下の実施例に限定されるものではない。

30

【0052】

[実施例1]

3L容量のポリエチレン製容器に、マグネシウム原料として高純度 $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ を480g秤量し、純水1Lを加えて攪拌し、 $MgCl_2$ 水溶液を調製した。これにアルカリ原料として8.3Nの $NaOH$ 水溶液510mLを攪拌下にゆっくりと添加し（ $Mg^{2+}$ モル数： $OH^-$ モル数は1：1.8であった）、さらに純水を加え、2Lのサスペンションを調製した。このサスペンションを3L容量のハステロイC-276製の接液部を有するオートクレーブ内に流し込み、攪拌下で140℃、5時間の水熱処理を行った。水熱処理後のスラリーを真空ろ過後、固形分に対し20倍容量以上の純水で充分洗浄し、乾燥後、パンタムミルで粉砕して焼成用 $Mg(OH)_2$ 粉末の原料a-1を得た。

40

【0053】

300mL容量のアルミナ製るつぼに原料a-1を100g充填し、電気炉を用いて、450℃で2時間焼成し、その後、パンタムミルで粉砕して $MgO$ 粉末の試料A-1を得た。

【0054】

[実施例2]

3L容量のポリエチレン製容器に、マグネシウム原料として高純度 $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ を480g秤量し、純水1Lを加えて攪拌し、 $MgCl_2$ 水溶液を調製した。これにアルカリ原料として25g/dLの $Ca(OH)_2$ スラリー630mLを攪拌下にゆっくり

50

と添加し ( $Mg^{2+}$  モル数 :  $OH^{-}$  モル数は 1 : 1.8 であった)、さらに純水を加え、2 L のサスペンションを調製した。このサスペンションを 3 L 容量のハステロイ C - 276 製の接液部を有するオートクレーブ内に流し込み、攪拌下で 115℃、5 時間の水熱処理を行った。これら一連の操作以外は、実施例 1 の原料 a - 1 及び試料 A - 1 の調製と同様な操作を行って、原料 a - 2 及び試料 A - 2 を得た。

【0055】

[実施例 3]

1.5 L 容量のポリエチレン製容器に、マグネシウム原料として高純度  $MgCl_2 \cdot 6H_2O$  を 480 g 秤量し、純水 1 L を加えて攪拌し、 $MgCl_2$  水溶液を調製した。これにアルカリ原料として 8.3 N の  $NaOH$  水溶液 510 mL を攪拌下にゆっくりと添加し ( $Mg^{2+}$  モル数 :  $OH^{-}$  モル数は 1 : 1.8 であった)、 $Mg(OH)_2$  サスペンションを調製した。この  $Mg(OH)_2$  サスペンションを種とし、その上から高純度  $MgCl_2 \cdot 6H_2O$  の 480 g を純水 1 L で溶解した  $MgCl_2$  水溶液を加え、さらに 8.3 N の  $NaOH$  水溶液 510 mL を攪拌下にゆっくりと添加後、5 分間攪拌して、第 1 回目の種晶反応を行った。このような種晶反応を合計 8 回繰り返した。これら一連の操作以外は、実施例 1 の原料 a - 1 及び試料 A - 1 の調製と同様な操作を行って、原料 a - 3 及び試料 A - 3 を得た。

10

【0056】

[実施例 4]

種晶反応を合計 7 回繰り返し、焼成温度を 700℃ にしたこと以外は、実施例 3 の原料 a - 3 及び試料 A - 3 と同様な操作を行って、原料 a - 4 及び試料 A - 4 を得た。

20

【0057】

[実施例 5]

種晶反応を合計 5 回繰り返したこと以外は、実施例 3 の原料 a - 3 の調製と同様な操作を行って、原料 a - 5 を得た。その後、300 mL 容量のアルミナ製るつばに原料 a - 5 を 100 g 充填し、電気炉を用いて、450℃ で 2 時間焼成して  $MgO$  粉末を生成させた。この  $MgO$  粉末を 60 g 採取し、これにステアリン酸 (St 酸) 粉末 1.2 g を添加してポリ袋中で 5 分間良く混合した後、パンタムミルで粉砕することで、2 質量% のステアリン酸で乾式表面処理された  $MgO$  粉末 (試料 A - 5) を得た。

30

【0058】

[比較例 1]

3 L 容量のポリエチレン製容器に、マグネシウム原料として高純度  $MgCl_2 \cdot 6H_2O$  を 480 g 秤量し、純水 1 L を加えて攪拌し、 $MgCl_2$  水溶液を調製した。これにアルカリ原料として 8.3 N の  $NaOH$  水溶液 510 mL を攪拌下にゆっくりと添加し ( $Mg^{2+}$  モル数 :  $OH^{-}$  モル数は 1 : 1.8 である)、 $Mg(OH)_2$  を生成させたのみで種晶反応はしなかった (一発反応)。これら一連の操作以外は、実施例 1 の原料 a - 1 及び試料 A - 1 と同様な操作を行って、原料 b - 1 及び試料 B - 1 を得た。

【0059】

[比較例 2]

種晶反応を合計 6 回繰り返し、焼成温度を 950℃ にした以外は、実施例 3 の原料 a - 3 及び試料 A - 3 と同様な操作を行って、原料 b - 2 及び試料 B - 2 を得た。

40

【0060】

[比較例 3]

焼成用原料 b - 3 として天然マグネサイト粉末を、300 mL 容量のアルミナ製るつばに 100 g 充填し、電気炉を用いて、450℃ で 2 時間焼成し、その後、パンタムミルで粉砕して  $MgO$  粉末の試料 B - 3 を得た。

【0061】

[比較例 4]

3 L 容量のポリエチレン製容器に、マグネシウム原料として高純度  $MgCl_2 \cdot 6H_2O$  を 480 g 秤量し、純水 1 L を加えて攪拌し、 $MgCl_2$  水溶液を調製した。これにア

50

ルカリ原料として 8.3 N の NaOH 水溶液 510 mL を攪拌下にゆっくりと添加し (Mg<sup>2+</sup> モル数 : OH<sup>-</sup> モル数は 1 : 1.8 である)、さらに純水を加え、2 L のサスペンションを調製した。このサスペンションを 3 L 容量の SUS 316 製容器に流し込み、攪拌下で 90、8 時間の常圧養生を行った。これら一連の操作以外は、実施例 1 の原料 a-1 及び試料 A-1 と同様な操作を行って、原料 b-4 及び試料 B-4 を得た。

【0062】

[ 試料の分析 ]

実施例及び比較例で得られた試料について、以下のような分析を行った。各分析結果を表 1 に示す。

【0063】

(1) 平均粒子径の測定

エタノール 50 mL を 100 mL 容量のビーカーに採り、約 0.2 g の試料粉末を入れ、3 分間の超音波処理を施した分散液を調製した。この調製液についてレーザー回折法 - 粒度分布計 (日機装株式会社製 Microtrac HRA Model 9320-X100) を用いて体積基準の D<sub>50</sub> 値を平均粒子径 [μm] として測定した。

【0064】

(2) BET 比表面積の測定

試料粉末について、BET 法 - 比表面積計 (日機装株式会社製 sorb Model 4200) を用いて BET 比表面積を測定した。

【0065】

(3) 目開き 45 μm 篩残分の測定

エタノール 200 mL を 500 mL 容量のポリエチレン製ビーカーに採り、試料粉末 20 g を入れて攪拌棒で掻き混ぜ、さらに水 200 mL を加えて良く掻き混ぜてスラリー化した。これを目開き 45 μm の篩上に移し、次いで篩上を、シャワーにて水を強く注ぎかけながら、シリコン樹脂製のハケで軽く掃いた。試料が通過しなくなった時点で少量の水で洗い、篩ごと 110 で 30 分間乾燥させた。冷却後、篩上の残渣を集めて電子天秤で秤量し、下式により 45 μm 篩残分を算出した。

$$45 \mu\text{m 篩残分} (\%) = (45 \mu\text{m 篩残渣重量} (g) \div \text{試料粉末重量} (g)) \times 100$$

【0066】

[ 実施例 6 ~ 10 及び比較例 5 ~ 7 ]

実施例 1 ~ 5 の試料 A-1 ~ A-5 及び比較例 1 ~ 3 の試料 B-1 ~ B-3 を ABS 樹脂にそれぞれ配合して樹脂組成物とし、これを成形した成形体について以下の評価を行った。評価結果を粒子調製手順とともに表 1 に示す。

【0067】

(樹脂組成物及び成形体の作製)

ABS 樹脂 (UMG ABS 株式会社製 EX-120) 100 質量部、MgO 試料粉末各 0.5 質量部を、ラボプラストミル (東洋精機製) により 200 で 5 分間溶融混練した。この混練物をシュレッダーにて径 5 mm 以下に切断してペレット状の樹脂組成物を作成した。この樹脂組成物を射出成型機 (株式会社日本製鋼所製、J-50E2) を用いて、出口温度 220 で射出成型し、幅 12 mm x 厚さ 3 mm x 長さ 65 mm の ABS 試験片を得た。

【0068】

(ノッチ付きアイゾット衝撃強度の測定)

JIS K 7110 に準拠して各 ABS 試験片を測定した。アイゾット衝撃強度の目標値として 6.0 kJ/m<sup>2</sup> 以上とした。

【0069】

(耐熱試験)

100 のギヤオープン中に各 ABS 試験片を入れ、30 日後の色目を目視確認した。色目の変化がなかったか、又はほとんどなかった場合を「○」、色目に変化した場合を「×」として評価した。

10

20

30

40

50

【 0 0 7 0 】

【 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
原料	原料a-1	高純度 MgCl <sub>2</sub> ・ 6H <sub>2</sub> O塩	原料a-2	原料a-3	原料a-4	原料a-5	原料b-1	原料b-2	原料b-3
	種類	高純度 MgCl <sub>2</sub> ・ 6H <sub>2</sub> O塩	天然マグ ネサイト						
	使用量	480g	-						
	アルカリ原料	8.3N- NaOH溶液	25g/dL- Ca(OH) <sub>2</sub> スラリー	8.3N- NaOH溶液	8.3N- NaOH溶液	8.3N- NaOH溶液	8.3N- NaOH溶液	8.3N- NaOH溶液	-
試料	調製方法	510mL	630mL	510mL	510mL	510mL	510mL	510mL	-
	反応温度	140	115	25	25	25	25	25	-
	焼成温度	試料A-1	試料A-2	試料A-3	試料A-4	試料A-5	試料B-1	試料B-2	試料B-3
	酸化マグネシ ウムの性状	450	450	450	700	450	450	950	600
ABS樹脂組成物 物性	平均粒子径	1.2	0.5	3.8	3.7	3.0	6.9	3.6	13.1
	BET比表面積	165	153	147	40	143	157	8	50
	45μm篩残分	0.01	0.03	0.02	0.05	0.01	3.9	0.04	0.3
	表面処理	なし	なし	なし	なし	St酸2%	なし	なし	なし
アイゾット衝撃強度	実施例6	実施例7	実施例8	実施例9	実施例10	比較例5	比較例6	比較例7	
150°C×30日の色目	8.5	9.4	6.4	8.1	7.3	5.1	9.2	3.5	
	○	○	○	○	○	○	×	○	

10

20

30

40

50

## 【 0 0 7 1 】

表 1 より、実施例 6 ~ 1 0 の成形体ではアイゾット衝撃強度が充分であり、加熱後の色目も変化しなかった。一方、比較例 5 及び 7 の成形体では、加熱後の色目の変化は生じなかったものの、アイゾット衝撃強度が低下していた。これは、酸化マグネシウム粒子の平均粒子径が大きすぎ、ABS 中での分散性が劣ることに起因すると考えられる。比較例 6 の成形体では、アイゾット衝撃強度は良好であったものの、加熱後の色目に変化が生じていた。これは、酸化マグネシウム粒子の BET 比表面積が小さすぎて粒子の活性度が低下し、その結果受酸作用が低下したことに起因すると考えられる。

## 【 0 0 7 2 】

[ 実施例 1 1 ~ 1 5 及び比較例 8 ~ 1 1 ]

実施例 1 ~ 5 の試料 A - 1 ~ A - 5 及び比較例 1 ~ 4 の試料 B - 1 ~ B - 4 をクロロプレネゴムにそれぞれ配合してゴム組成物とし、これを成形した成形体について以下の評価を行った。評価結果を粒子調製手順とともに表 2 に示す。

## 【 0 0 7 3 】

(クロロプレネゴム組成物の調整)

ネオプレン GNR をゴム成分として 1 0 0 質量部、ステアリン酸 0 . 5 質量部、フェニル - ナフチルアミン 2 質量部、亜鉛華 5 質量部、MgO 試料粉末各 4 質量部を、ロールを用いて常温で 5 分間混練し、クロロプレネゴム組成物を得た。

## 【 0 0 7 4 】

(スコーチ時間の測定)

ムーニー粘度計にてクロロプレネゴム組成物のスコーチ時間を ML 1 2 5 で測定した。スコーチ時間の目標値として 2 0 分以上とした。

## 【 0 0 7 5 】

(外観の評価)

クロロプレネゴム組成物を 1 5 3 で 1 5 分間加硫させたシートの外観を目視判断した。酸化マグネシウム粒子が凝集ないし集合して塊となった部分が確認されなかったか、又はほとんど確認されなかった場合を「○」、塊が若干確認された場合を「△」、塊が多いものを「×」として評価した。

## 【 0 0 7 6 】

(分散性の評価)

実施例 1 1 及び比較例 8 のクロロプレネゴム組成物を液体窒素にて凍結破断させた後の断面について EDX 分析 (エネルギー分散型 X 線分析 ; 機種は HORIBA 製 EMAX 7 0 0 0、測定条件は加速電圧 1 5 kV、プローブ電流 0 . 5 nA で測定) を行った。すなわち、ゴム組成物断面の Mg マッピングを行い、MgO 粒子の分散性評価を行った。図 1 に実施例 1 1 の Mg マッピング結果を、図 2 に比較例 8 の Mg マッピング結果をそれぞれ示す。

## 【 0 0 7 7 】

10

20

30

【表 2】

		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	
原料	マグネシウム原料	原料a-1	原料a-2	原料a-3	原料a-4	原料a-5	原料b-1	原料b-2	原料b-3	原料b-4	
	種類	高純度 MgCl <sub>2</sub> ・ 6H <sub>2</sub> O塩	天然マゼ ネサイト	高純度 MgCl <sub>2</sub> ・ 6H <sub>2</sub> O塩							
	使用量	480g	-	-	480g						
	種類	8.3N- NaOH溶液	25g/dL- Ca(OH) <sub>2</sub> スラリー	8.3N- NaOH溶液	8.3N- NaOH溶液	8.3N- NaOH溶液	8.3N- NaOH溶液	8.3N- NaOH溶液	8.3N- NaOH溶液	-	8.3N- NaOH溶液
調製方法	使用方法	510mL	630mL	510mL	510mL	510mL	510mL	510mL	-	-	630mL
	反応温度	水熱処理	水熱処理	種晶8回	種晶7回	種晶5回	種晶5回	種晶6回	-	-	常圧養生
		140	115	25	25	25	25	25	-	-	90
		試料A-1	試料A-2	試料A-3	試料A-4	試料A-5	試料B-1	試料B-2	試料B-3	試料B-4	
試料	焼成温度	450	450	450	700	450	450	950	600	450	
	平均粒子径	1.2	0.5	3.8	3.7	3.0	6.9	3.6	13.1	0.7	
	BET比表面積	165	153	147	40	143	157	8	50	162	
	45μm篩残分	0.01	0.03	0.02	0.05	0.01	3.9	0.04	0.3	0.2	
表面処理	なし	なし	なし	なし	St酸2%	なし	なし	なし	なし	なし	
ゴム組成物 物性	スコッチ時間	39	35	36	23	28	33	11	22	34	
	組成物外観(分散性)	○	○	○	○	○	×	○	△	△	

10

20

30

40

50

## 【 0 0 7 8 】

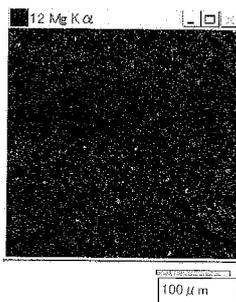
表 2 より、実施例 1 1 ~ 1 5 のゴム組成物では十分なスコーチ時間を確保することができており、また、ゴム組成物の外観も良好であった。一方、比較例 8、1 0 及び 1 1 では、スコーチ時間は充分であったものの、ゴム組成物の外観に酸化マグネシウム粒子の塊が生じていた。これは、4 5  $\mu$ m 篩残分の値が 0 . 1 重量 % を超えており、粗大粒子が存在していたことに起因すると考えられる。比較例 9 では、外観は良好であったものの、スコーチ時間が短かった。これは、原料焼成温度が 9 0 0 を超えて酸化マグネシウムの結晶が成長しすぎ、その結果、B E T 比表面積が小さくなってスコーチ防止作用が低減したことに起因すると考えられる。

10

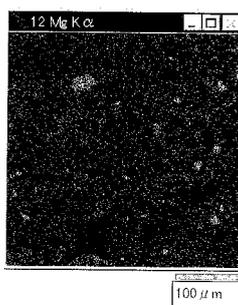
## 【 0 0 7 9 】

また、E D X 分析による M g マッピング結果より、実施例 1 1 では酸化マグネシウム粒子の塊がほとんど存在せず、粒子が良好に分散していたことが分かる。一方、比較例 8 では、酸化マグネシウム粒子が塊となった部分が点在していたことが分かる。

【 図 1 】



【 図 2 】



---

フロントページの続き

Fターム(参考) 4J002 AC031 AC061 AC071 AC081 AC091 BB121 BB151 BB181 BB271 BC031  
BD121 BG041 BN151 CE001 CF001 CG001 CK021 CL001 DE076 FB096  
FB236 FB246 FD016 FD206 GC00 GN00 GQ00