

(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2006-62945

(P2006-62945A)

(43) 公開日 平成18年3月9日(2006.3.9)

(51) Int. Cl.	F I	テーマコード (参考)
<b>CO3C</b> 8/08 (2006.01)	CO3C 8/08	4G062
<b>CO8K</b> 9/04 (2006.01)	CO8K 9/04	4J002
<b>CO8L</b> 101/00 (2006.01)	CO8L 101/00	

審査請求 未請求 請求項の数 8 O L (全 20 頁)

(21) 出願番号	特願2005-165769 (P2005-165769)	(71) 出願人	000116792 旭ファイバーグラス株式会社 東京都千代田区神田鍛冶町三丁目六番地三
(22) 出願日	平成17年6月6日(2005.6.6)	(71) 出願人	000000044 旭硝子株式会社 東京都千代田区有楽町一丁目12番1号
(31) 優先権主張番号	特願2004-218951 (P2004-218951)	(74) 代理人	100103584 弁理士 角田 衛
(32) 優先日	平成16年7月27日(2004.7.27)	(72) 発明者	中川 秀樹 神奈川県横浜市神奈川区羽沢町1150番地 旭硝子株式会社内
(33) 優先権主張国	日本国(JP)	(72) 発明者	遠藤 秀樹 東京都千代田区神田鍛冶町三丁目六番地三 旭ファイバーグラス株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 ガラスパウダーおよびそれを配合してなる樹脂組成物

## (57) 【要約】

【課題】樹脂組成物に優れた難燃性または発煙抑制性を付与し、さらに該樹脂組成物の機械的物性を改良することが可能なガラスパウダー、およびそれを含む樹脂組成物を提供する。

【解決手段】樹脂100質量部に対して、平均粒径(体積基準、D50)が0.5μm以上で、5.0μmよりも小さく、且つ比表面積が1.5m<sup>2</sup>/cm<sup>3</sup>以上であって、200より高く、400より低いガラス転移点を有するガラスパウダー0.5~100質量部を含む樹脂組成物は、優れた難燃性または発煙抑制性を得ることができる。

【選択図】なし

## 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

平均粒径が  $0.5 \mu\text{m}$  以上で、 $5.0 \mu\text{m}$  よりも小さく、かつ比表面積が  $1.5 \text{m}^2 / \text{cm}^3$  以上であって、 $200$  より高く、 $400$  より低いガラス転移点を有することを特徴とするガラスパウダー。

## 【請求項 2】

次式で示す粒径分布が  $2.5$  以下である請求項 1 に記載のガラスパウダー。

粒径分布 =  $(D90 - D10) / D50$

(ただし、上式において、 $D10$ 、 $D50$ 、 $D90$ とは、レーザー散乱式粒度測定装置を使用して測定した粒径分布の累積粒度曲線において、その積算量が  $10\%$ 、 $50\%$ 、 $90\%$  を占める時の粒径を表す。)

10

## 【請求項 3】

ガラスパウダーが、モル%表示の酸化物基準で、次の組成を実質的に有し、かつ、 $300$  より高く、 $400$  より低いガラス転移点を有する請求項 1 または 2 に記載のガラスパウダー。

$\text{P}_2\text{O}_5$  :  $22 \sim 27\%$ 、 $\text{SO}_3$  :  $3 \sim 18\%$ 、 $\text{ZnO}$  :  $10 \sim 55\%$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3$  :  $1 \sim 5\%$ 、 $\text{B}_2\text{O}_3$  :  $5 \sim 15\%$ 、 $\text{Li}_2\text{O} + \text{Na}_2\text{O} + \text{K}_2\text{O}$  :  $5 \sim 35\%$  (ただし、 $\text{Li}_2\text{O}$  :  $0 \sim 15\%$ 、 $\text{Na}_2\text{O}$  :  $3 \sim 15\%$ 、 $\text{K}_2\text{O}$  :  $0 \sim 10\%$ )、 $\text{MgO}$  :  $0 \sim 15\%$ 、 $\text{CaO}$  :  $0 \sim 15\%$ 、 $\text{BaO}$  :  $0 \sim 15\%$ 、 $\text{SnO}$  :  $0 \sim 15\%$ 。

20

## 【請求項 4】

ガラスパウダーが、モル%表示の酸化物基準で、次の組成を実質的に有し、かつ、 $200$  より高く、 $300$  より低いガラス転移点を有する請求項 1 または 2 に記載のガラスパウダー。

$\text{P}_2\text{O}_5$  :  $22 \sim 27\%$ 、 $\text{SO}_3$  :  $8 \sim 18\%$ 、 $\text{ZnO}$  :  $25 \sim 40\%$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3$  :  $0 \sim 2\%$ 、 $\text{B}_2\text{O}_3$  :  $0 \sim 10\%$ 、 $\text{Li}_2\text{O} + \text{Na}_2\text{O} + \text{K}_2\text{O}$  :  $25 \sim 35\%$  (ただし、 $\text{Li}_2\text{O}$  :  $5 \sim 15\%$ 、 $\text{Na}_2\text{O}$  :  $8 \sim 20\%$ 、 $\text{K}_2\text{O}$  :  $5 \sim 10\%$ )、 $\text{MgO}$  :  $0 \sim 15\%$ 、 $\text{CaO}$  :  $0 \sim 15\%$ 、 $\text{BaO}$  :  $0 \sim 15\%$ 、 $\text{SnO}$  :  $0 \sim 15\%$ 。

## 【請求項 5】

ガラスパウダーが、少なくともカップリング剤を含む処理剤で表面処理されているガラスパウダーである、請求項 1 ~ 4 に記載のガラスパウダー。

30

## 【請求項 6】

前記カップリング剤がシラン系カップリング剤である請求項 5 に記載のガラスパウダー。

## 【請求項 7】

処理剤がウレタン樹脂またはエポキシ樹脂を含む処理剤である請求項 5 または 6 に記載のガラスパウダー。

## 【請求項 8】

樹脂  $100$  質量部に対して、請求項 1 ~ 7 に記載のガラスパウダー  $0.5 \sim 100$  質量部を含有することを特徴とする樹脂組成物。

40

## 【発明の詳細な説明】

## 【技術分野】

## 【0001】

本発明は、ガラスパウダーに関し、詳しくは、樹脂組成物に優れた難燃性を付与し、さらに該樹脂組成物の機械的物性を改良することが可能なガラスパウダー、およびそれを配合してなる樹脂組成物に関するものである。

## 【背景技術】

## 【0002】

ガラスパウダーは、寸法安定性、成形性などの改良効果があることから主に樹脂の充填材として、広く使用されている。また、特定のガラス組成を有する低融点ガラスは、加熱

50

時に成形物の表面にガラス質の被膜を形成し、酸素を遮断する機能があるため難燃剤としての機能が期待されている。

【0003】

特許文献1には、難燃性付与に関し、硫酸塩からなる低融点ガラスが効果的であることが記載されているが、該ガラスは耐水性に問題があり実用化されていない。それに対し、特許文献2、3には、耐水性が良好な硫酸塩を含んだリン酸塩系ガラスが塩化ビニル系樹脂の燃焼時の発煙抑制効果が高いことが記載されている。しかし、これらリン酸塩系ガラスは100メッシュを通過する粒径であり、100 $\mu\text{m}$ 程度の粒子も含まれるため、樹脂組成物の機械的強度が不十分となる場合がある。

【0004】

また、特許文献4、5には、実用的な耐水性を保持しながら熱可塑性樹脂に対し高い難燃効果を示すリン酸塩系ガラスが記載されている。これらリン酸塩系ガラスの好ましい平均粒径は0.5mm以下であり、特に100メッシュを通過するものが好ましいことが記載されている。しかし、100メッシュを通過する粒径では、100 $\mu\text{m}$ 程度の粒子も含まれるため、樹脂組成物の機械的強度が不十分となる場合がある。

10

【0005】

また、特許文献6には、低融点ガラスの含有率が高く、高い耐湿性を発現するポリエーテルスルホン樹脂組成物が開示されている。平均粒径が約10 $\mu\text{m}$ である低融点ガラスが記載されているが、耐湿性は優れるものの、該樹脂組成物の成形品には未分散が存在する場合があった。特許文献7には、低融点ガラスを含有した高い難燃化効果を発現するポリカーボネート系樹脂組成物が開示されている。実施例では、100メッシュ以下の粒径の低融点ガラスを用いており、難燃性は優れるものの、樹脂組成物の機械的強度が不十分となる場合がある。

20

【0006】

【特許文献1】米国特許第4544695号明細書

【特許文献2】特開平09-003335号公報

【特許文献3】特開平10-101364号公報

【特許文献4】特開2001-64036号公報

【特許文献5】特開2001-64524号公報

【特許文献6】欧州特許出願公開第0643097号明細書

30

【特許文献7】特開2001-335684号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0007】

本発明は、樹脂に対して上記の問題点を解決し、該樹脂に優れた難燃性または発煙抑制性を付与し、さらに樹脂組成物の物性を改善することが可能な、ガラスパウダー、およびそれを配合してなる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】

【0008】

本発明は、上記課題を解決すべく鋭意検討した結果得られた発明である。すなわち、本発明は、平均粒径が0.5 $\mu\text{m}$ 以上で、5.0 $\mu\text{m}$ よりも小さく、且つ比表面積が1.5 $\text{m}^2/\text{cm}^3$ 以上であって、200より高く、400より低いガラス転移点を有することを特徴とするガラスパウダーを提供する。

40

また、本発明は、上記のガラスパウダーが、次式で示す粒径分布が2.5以下であるガラスパウダーを提供する。

$$\text{粒径分布} = (D90 - D10) / D50$$

ただし、上式において、D10、D50、D90とは、レーザー散乱式粒度測定装置を使用して測定した粒径分布の累積粒度曲線において、その積算量が10%、50%、90%を占める時の粒径を表す。

【0009】

50

また、本発明は、ガラスパウダーが、モル%表示の酸化物基準で、次の組成を実質的に有し、かつ、300より高く、400より低いガラス転移点を有する上記ガラスパウダーを提供する。以下、このガラス組成を第1のガラス組成という。

$P_2O_5$  : 22 ~ 27 %、 $SO_3$  : 3 ~ 18 %、 $ZnO$  : 10 ~ 55 %、 $Al_2O_3$  : 1 ~ 5 %、 $B_2O_3$  : 5 ~ 15 %、 $Li_2O + Na_2O + K_2O$  : 5 ~ 35 % (ただし、 $Li_2O$  : 0 ~ 15 %、 $Na_2O$  : 3 ~ 15 %、 $K_2O$  : 0 ~ 10 %)、 $MgO$  : 0 ~ 15 %、 $CaO$  : 0 ~ 15 %、 $BaO$  : 0 ~ 15 %、 $SnO$  : 0 ~ 15 %。

【0010】

また、本発明は、ガラスパウダーが、モル%表示の酸化物基準で、次の組成を実質的に有し、かつ、200より高く、300より低いガラス転移点を有する上記ガラスパウダーを提供する。以下、このガラス組成を第2のガラス組成という。

【0011】

$P_2O_5$  : 22 ~ 27 %、 $SO_3$  : 8 ~ 18 %、 $ZnO$  : 25 ~ 40 %、 $Al_2O_3$  : 0 ~ 2 %、 $B_2O_3$  : 0 ~ 10 %、 $Li_2O + Na_2O + K_2O$  : 25 ~ 35 % (ただし、 $Li_2O$  : 5 ~ 15 %、 $Na_2O$  : 8 ~ 20 %、 $K_2O$  : 5 ~ 10 %)、 $MgO$  : 0 ~ 15 %、 $CaO$  : 0 ~ 15 %、 $BaO$  : 0 ~ 15 %、 $SnO$  : 0 ~ 15 %。

【0012】

また、本発明は、ガラスパウダーが、少なくともカップリング剤を含む処理剤で表面処理されていることを特徴とする上記ガラスパウダーを提供する。

【0013】

また、本発明は、上記カップリング剤がシラン系カップリング剤であることを特徴とする上記ガラスパウダーを提供する。

【0014】

また、本発明は、上記の処理剤がウレタン樹脂またはエポキシ樹脂を含む処理剤であることを特徴とする上記ガラスパウダーを提供する。

【0015】

また、本発明は、樹脂100質量部に対して、上記ガラスパウダー0.5 ~ 100質量部を含有することを特徴とする樹脂組成物を提供する。

【発明の効果】

【0016】

上記本発明のガラスパウダーは、樹脂に優れた難燃性または発煙抑制性を付与し、さらに該樹脂組成物の物性を改善することが可能となる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0017】

本発明のガラスパウダーは、平均粒径(体積基準、 $D_{50}$ )が $0.5 \mu m$ 以上で、 $5.0 \mu m$ よりも小さく、且つ比表面積が $1.5 m^2 / cm^3$ 以上であって、200より高く、400より低いガラス転移点を有することを特徴とする。

【0018】

ガラスパウダーの平均粒径、粒径分布および比表面積は、レーザー散乱式粒度測定装置(堀場製作所社製、LA-700)を用いて測定し、得られた体積基準の球相当粒子径の累積曲線において、その積算量がそれぞれ10%、50%、90%を占める時の粒径を、それぞれ $D_{10}$ 、 $D_{50}$ 、 $D_{90}$ とし、平均粒径として $D_{50}$ の値(体積基準、 $D_{50}$ )を用い、粒径分布としては、次式により求め、また、比表面積は、単位体積( $1 cm^3$ )に含まれる全ガラスパウダーの表面積の総和を用いた。

$$\text{粒径分布} = (D_{90} - D_{10}) / D_{50}$$

(ただし、上式において、 $D_{10}$ 、 $D_{50}$ 、 $D_{90}$ とは、レーザー散乱式粒度測定装置を使用して測定した粒径分布の累積粒度曲線において、その積算量が10%、50%、90%を占める時の球相当の粒径を表す。)

【0019】

上記ガラスパウダーの平均粒径(体積基準、 $D_{50}$ )が、 $0.5 \mu m$ 未満であると、樹

10

20

30

40

50

脂への難燃効果や発煙抑制効果はあるものの、樹脂への添加剤としてのコストが高くなり、その適用範囲が限定されてしまう場合がある。好ましくは $0.7\ \mu\text{m}$ 以上、より好ましくは $1.0\ \mu\text{m}$ 以上である。また、 $5.0\ \mu\text{m}$ 以上であると、樹脂組成物の機械的強度が不十分となる場合がある。好ましくは $4.0\ \mu\text{m}$ よりも小さく、より好ましくは $3.0\ \mu\text{m}$ よりも小さい粒径である。また、比表面積が $1.5\ \text{m}^2/\text{cm}^3$ 未満であると、樹脂と接触する面積が小さくなり、樹脂へ難燃性または発煙抑制性を付与することが困難となる場合があるので好ましくない。比表面積は $1.8\ \text{m}^2/\text{cm}^3$ 以上であることがより好ましい。なお、比表面積とは、単位体積（ここでは $1\ \text{cm}^3$ ）に含まれる全ガラスパウダーの表面積の総和を $\text{m}^2$ で表すこととする。

## 【0020】

10

また、ガラスパウダーのガラス転移点が $200$ 以下であると、樹脂組成物の樹脂成分が燃焼する際の熱によってガラスが溶融しやすくなり、低い温度での難燃効果はあるものの、高温領域では、ガラスの粘性が低くなって流動しやすくなり、ガラスの皮膜を形成し難くなり、結果として難燃性または発煙抑制の効果が劣る。また、ガラス転移点が $400$ 以上であると、樹脂組成物の樹脂成分が燃焼する際の熱によってガラスが溶融し難くなって、ガラスの皮膜を形成し難くなり、結果として難燃性や発煙抑制の効果が劣る。

## 【0021】

また、本発明におけるガラスパウダーは、前述の式で示す粒径分布が $2.5$ 以下であることが好ましい。粒径分布が $2.5$ を超えると、粒径分布がブロードになる傾向があり、特に粒径の大きいものが含まれるので、樹脂組成物中に粒径の大きいガラスパウダーが偏在する場合があります、結果として樹脂へ難燃性または発煙抑制性を付与する効果が不十分となる場合があるので好ましくない。

20

## 【0022】

## [ガラス組成の説明]

本発明におけるガラスパウダーのガラス組成は、樹脂組成物やそれから得られる成形品において難燃性付与や燃焼時の発煙抑制の効果を発現し、かつ、安定した量産が可能であるものであれば、特に限定はされない。特に、難燃性付与や燃焼時の発煙抑制の効果を発現し易くするには、酸化物基準で $\text{ZnO}$ および $\text{SO}_3$ を含んだ組成のガラスパウダーであることが好ましい。

## 【0023】

30

本発明における好ましいガラスパウダーの第1のガラス組成としては、モル%表示の酸化物基準で、次の組成を実質的に有し、かつ、 $300$ より高く、 $400$ より低いガラス転移点を有するガラスパウダーであることが好ましい。

## 【0024】

$\text{P}_2\text{O}_5$  :  $22 \sim 27\%$ 、 $\text{SO}_3$  :  $3 \sim 18\%$ 、 $\text{ZnO}$  :  $10 \sim 55\%$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3$  :  $1 \sim 5\%$ 、 $\text{B}_2\text{O}_3$  :  $5 \sim 15\%$ 、 $\text{Li}_2\text{O} + \text{Na}_2\text{O} + \text{K}_2\text{O}$  :  $5 \sim 35\%$  (ただし、 $\text{Li}_2\text{O}$  :  $0 \sim 15\%$ 、 $\text{Na}_2\text{O}$  :  $3 \sim 15\%$ 、 $\text{K}_2\text{O}$  :  $0 \sim 10\%$ )、 $\text{MgO}$  :  $0 \sim 15\%$ 、 $\text{CaO}$  :  $0 \sim 15\%$ 、 $\text{BaO}$  :  $0 \sim 15\%$ 、 $\text{SnO}$  :  $0 \sim 15\%$ 。

上記のガラス組成にすることにより、ガラスの耐候性や耐水性が良好であり、樹脂組成物を得る際や樹脂組成物を成形する際の熱や圧力に耐えるようにすることができる。

40

## 【0025】

また、本発明における好ましいガラスパウダーの第2のガラス組成としては、モル%表示の酸化物基準で、次の組成を実質的に有し、かつ、 $200$ より高く、 $300$ より低いガラス転移点を有するガラスパウダーであることが好ましい。

## 【0026】

$\text{P}_2\text{O}_5$  :  $22 \sim 27\%$ 、 $\text{SO}_3$  :  $8 \sim 18\%$ 、 $\text{ZnO}$  :  $25 \sim 40\%$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3$  :  $0 \sim 2\%$ 、 $\text{B}_2\text{O}_3$  :  $0 \sim 10\%$ 、 $\text{Li}_2\text{O} + \text{Na}_2\text{O} + \text{K}_2\text{O}$  :  $25 \sim 35\%$  (ただし、 $\text{Li}_2\text{O}$  :  $5 \sim 15\%$ 、 $\text{Na}_2\text{O}$  :  $8 \sim 20\%$ 、 $\text{K}_2\text{O}$  :  $5 \sim 10\%$ )、 $\text{MgO}$  :  $0 \sim 15\%$ 、 $\text{CaO}$  :  $0 \sim 15\%$ 、 $\text{BaO}$  :  $0 \sim 15\%$ 、 $\text{SnO}$  :  $0 \sim 15\%$ 。

## 【0027】

50

上記のガラス組成にすることにより、ガラスの耐候性や耐水性が良好であり、樹脂組成物を得る際や樹脂組成物を成形する際の熱や圧力に耐えるようにすることができる。

【0028】

本発明のガラスパウダーを適用する樹脂の種類とその分解開始温度や燃焼時の性質を考慮すると、ガラス組成をガラス転移点が300より高く、400より低い範囲と、200より高く、300より低い範囲とに区分けすることができ、樹脂の特性に合った、より好ましいガラス転移点を有するガラスパウダーを適用することができる。

【0029】

ガラスの成分のうち、 $SO_3$ は、樹脂組成物、特に塩素を含む熱可塑性樹脂の組成物やそれから得られる成形品の燃焼時の発煙を抑止するためやガラス転移点を下げるための成分である。 $SO_3$ の含有量が低すぎると、発煙抑止の効果が十分に発現されず、その含有量が高すぎると、ガラスの耐水性が著しく低下するため不適當である。

10

【0030】

また、 $ZnO$ は、樹脂組成物、特に塩素を含む熱可塑性樹脂の組成物やそれから得られる成形品の燃焼時の発煙を抑止するための成分である。 $ZnO$ の含有量が低すぎると、発煙を抑止する効果や求められる耐水性が発現されず、その含有量が高すぎると、ガラスの失透性が増大するためガラス化が困難となり不適當である。

【0031】

また、本発明における効果を損なわない範囲において、上記以外に $Sr$ 、 $Ti$ 、 $Fe$ 、 $Co$ 、 $Ni$ 、 $Cu$ 、 $Zr$ 、 $Mo$ などの金属酸化物をガラス組成の成分として含有してもよい。また、 $Mg$ や $Ca$ などのアルカリ土類金属の金属酸化物をガラス組成の成分として含まなくとも、本発明における効果を損なわずに、低いガラス転移点を有する組成を得ることもできる。

20

【0032】

本発明におけるガラスパウダーは、少なくともカップリング剤を含む処理剤で表面処理されていることが好ましい。それは、ガラスパウダーと樹脂とから樹脂組成物を得る際や、この樹脂組成物を成形する際に、ガラスパウダーと樹脂との接着性を向上させる。ガラスパウダーと樹脂との接着性が不充分であると、それらの界面に空間ができ、この空間が燃焼時にガラスパウダーが溶融してガラスの皮膜を形成することの妨げとなり、結果として難燃性付与効果が不充分となるので、この欠点を防止することが重要であるからである。また、ガラスパウダーを取り扱う上で、静電気の発生を抑えてハンドリング性を改善することができるからである。また、樹脂とガラスパウダーとの接着性が向上することにより、樹脂組成物の機械的物性が改善することができるので好ましい。

30

【0033】

上記カップリング剤としては、シラン系カップリング剤またはチタネート系カップリング剤などを使用することができる。特に、樹脂とガラスパウダーとの接着性が良好である点からシラン系カップリング剤を用いるのが好ましい。上記シラン系カップリング剤としては、アミノシラン系カップリング剤、エポキシシラン系カップリング剤、メタクリロキシドシラン系カップリング剤などを使用することができる。それらのシラン系カップリング剤の中でも、樹脂とガラスパウダーとの接着性が特に優れている点から、アミノシラン系カップリング剤を用いるのが特に好ましい。

40

【0034】

また、上記の処理剤に、更にウレタン樹脂またはエポキシ樹脂が含まれていることが好ましい。これは、処理剤にウレタン樹脂またはエポキシ樹脂が含まれることにより、樹脂とガラスパウダーとの接着性がより一層優れ、難燃性または発煙抑制性が改善されたり、樹脂組成物の機械的物性が改善されたりするので好ましい。

【0035】

また、処理剤には、上記のカップリング剤、ウレタン樹脂またはエポキシ樹脂以外に、ガラスパウダーまたは樹脂組成物の性能を損なわない範囲で、フィルムフォーマー、潤滑剤および帯電防止剤などが含まれていてもよい。前記フィルムフォーマーとしては、酢酸

50

ビニル樹脂、アクリル樹脂、ポリエステル樹脂、ポリエーテル樹脂、フェノキシ樹脂、ポリアミド樹脂もしくはポリオレフィン樹脂などのポリマーまたはそれらの変性物を使用することができる。前記潤滑剤としては、脂肪族エステル系、脂肪族エーテル系、芳香族エステル系または芳香族エーテル系の界面活性剤を使用することができる。前記帯電防止剤としては、塩化リチウムもしくはヨウ化カリウムなどの無機塩またはアンモニウムクロライド型もしくはアンモニウムエトサルフェート型などの4級アンモニウム塩を使用することができる。

#### 【0036】

また、処理剤に含まれる上記成分の配合割合は、用いる樹脂の種類に応じて適宜選択すればよい。処理剤のガラスパウダーへの付与量は、付与後のガラスパウダーの質量を基準にして固形分として0.2~2.0質量%であることが好ましい。付与量が0.2質量%より少ないとガラスを取り扱う上でのハンドリング性および樹脂との接着性を十分に改善することやガラスパウダーを保護することが難しくなるので好ましくない。また、付与量が2.0質量%より多いと前記樹脂へのガラスパウダーの分散を低下させることになり易いので好ましくない。

10

#### 【0037】

##### [ガラスパウダーの製法]

本発明のガラスパウダーの製造方法について説明する。本発明のガラスパウダーは、公知の方法および装置を用いて、所望するガラス組成となるように、ガラス原料を混合し溶解させてから固化させてガラスカレットを作製し、所定の平均粒径となるように粉碎することにより得ることができる。

20

#### 【0038】

ガラスカレットを粉碎する粉碎方法として、媒体攪拌ミル、コロイドミル、湿式ボールミルなどの湿式粉碎方法、ジェットミル、乾式ボールミル、ロールクラッシャーなどの乾式粉碎方法などが挙げられ、複数の粉碎方法を組合せて用いてもよい。上記の粉碎方法を用いて、所定の平均粒径を有するガラスパウダーを得ることができる。また、粉碎して得られるガラスパウダーの平均粒径が0.5 $\mu$ m以上で、5.0 $\mu$ mよりも小さくなるように、分級処理を行ってもよい。分級処理としては特に限定されないが、風力式分級機や篩い分け装置等を用いるのが好ましい。

#### 【0039】

##### [樹脂の説明]

本発明の樹脂組成物に用いる樹脂は、樹脂組成物とした場合に、難燃性または発煙抑制性が求められる熱可塑性樹脂および熱硬化性樹脂である。

30

#### 【0040】

本発明の樹脂組成物に用いる熱可塑性樹脂としては、特に限定されないが、例えば、ポリエチレン、ポリプロピレンなどに代表されるポリオレフィン、ポリアミド、ポリエチレンテレフタレート、ポリブチレンテレフタレート、ポリスチレン、シンジオタクチックポリスチレン、スチレン-アクリロニトリル共重合体、アクリロニトリル-ブタジエン-スチレン共重合体、ポリメチルメタクリレート、ポリ酢酸ビニル、ポリエチレンオキサイド、ポリビニルアルコール、ポリイミド、ポリエーテルイミド、ポリカーボネート、ポリフェニレンスルフィド、熱可塑性ポリウレタン樹脂、フッ素樹脂、ポリ塩化ビニル、塩素化塩化ビニル、塩素化ポリエチレン、ポリエピクロロヒドリン、ポリ塩化ビニリデン等を挙げることができる。

40

#### 【0041】

特に本発明のガラスパウダーは、塩素を含む熱可塑性樹脂に対して燃焼時の発煙を抑止する機能を付与することができる。前記の塩素を含む熱可塑性樹脂としては、ポリ塩化ビニル、塩素化塩化ビニル、塩素化ポリエチレン、ポリエピクロロヒドリン、ポリ塩化ビニリデンからなる群より選択される少なくとも1種の塩素を含む熱可塑性樹脂であることが好ましい。

#### 【0042】

50

また、本発明のガラスパウダーは、特に電気部品用途に使用され、難燃化の必要性が高い樹脂である熱可塑性樹脂、特に耐熱性のエンジニアリングプラスチックに対して、難燃化の効果を顕著に発揮させることができる。前記エンジニアリングプラスチックとして、ポリカーボネート系樹脂、ポリスチレン樹脂、アクリロニトリル-ブタジエン-スチレン系共重合体樹脂、芳香族ポリエステル系樹脂、ポリアミド系樹脂、ポリアリレート系樹脂、ポリフェニレンスルフィド系樹脂、ポリフェニレンエーテル系樹脂、ポリスルホン系樹脂、ポリエーテルスルホン系樹脂、ポリエーテルエーテルケトン系樹脂、ポリエーテルイミド系樹脂からなる群より選択される少なくとも1種のエンジニアリングプラスチックであることが好ましい。

#### 【0043】

上記の本発明の樹脂組成物に用いる熱可塑性樹脂には、これら熱可塑性樹脂の相互の混合物でもよく、例えば、ポリカーボネート系樹脂とポリスチレン系樹脂の混合物、ポリフェニレンエーテル系樹脂とポリプロピレン樹脂とのポリマーアロイであってもよい。また、これらの熱可塑性樹脂はそのポリマー構造中に他のモノマー単位を主たるモノマー単位よりも少量有していてもよく、たとえばポリスチレン系樹脂としてはブタジエン単位を有するポリスチレン系樹脂であってもよい。

#### 【0044】

本発明の樹脂組成物に用いる樹脂の形態は、特に制限なく、ペレット状、粒状、粉末状、繊維状、液体状などの種々の形態を用いることができる。また、前記樹脂の内の熱可塑性樹脂については、熱可塑性樹脂組成物を成形して得られる成形品を、リサイクルして得られる熱可塑性樹脂組成物を含んでもよい。

#### 【0045】

##### [組成物の説明]

本発明の樹脂組成物は、樹脂100質量部に対して、ガラスパウダーが0.5~100質量部を含有する。さらに、ガラスパウダーの配合割合として、1~70質量部が好ましい。特に、ポリカーボネート系樹脂などの比較的燃焼性の低い熱可塑性樹脂に対しては0.5~50質量部の配合で十分な難燃性が達成され、更に好ましくは1~30質量部の配合が好ましい。また、塩化ビニル系樹脂に対しては1~100質量部の配合で十分な発煙抑制性の効果と機械的物性の向上が達成され、更に好ましくは5~70質量部の配合が好ましい。

#### 【0046】

また、本発明の樹脂組成物に用いる熱可塑性樹脂の内、成形温度が比較的低い温度で成形する熱可塑性樹脂(例えば、ポリフェニレンエーテル系樹脂など)である場合には、本発明の好ましい第2のガラス組成を有するガラスパウダーを用いるのがより好ましい。

#### 【0047】

本発明の樹脂組成物には、ガラスパウダー以外にさらに滴下防止剤を含有することが好ましい。滴下防止剤は、燃焼時に軟化、溶融した熱可塑性樹脂が流動して滴下することを抑制するように機能する目的で配合される。滴下防止剤としては、主にフッ素系樹脂が用いられる。フッ素系樹脂としては、ポリモノフルオロエチレン、ポリクロロトリフルオロエチレン、ポリテトラフルオロエチレン(以下PTFEとする)、ポリフッ化ビニリデン、テトラフルオロエチレン/ヘキサフルオロプロピレン共重合体、テトラフルオロエチレン/パーフルオロ(アルキルビニルエーテル)共重合体、エチレン/テトラフルオロエチレン共重合体を挙げることができる。特に少量の添加で滴下防止性が優れる点で、PTFEを用いるのが好ましい。滴下防止剤の配合量としては、樹脂100質量部に対して0.05~2質量部であることが好ましい。0.05質量部未満では、滴下防止の効果が得られず、2質量部超では、該樹脂組成物の機械的強度が低下したり、流動性が低下したりするためである。

#### 【0048】

本発明の樹脂組成物には、難燃性をさらに向上させるために、ガラスパウダー以外にさらに難燃剤を含有してもよい。難燃剤としては、リン酸エステル系難燃剤、含ハロゲンリ

10

20

30

40

50



ン酸エステル系難燃剤、ポリリン酸塩系難燃剤、赤リン系難燃剤等のリン系難燃剤、水酸化マグネシウム、水酸化アルミニウム等の金属水酸化物系難燃剤、三酸化アンチモン、酸化モリブデン、酸化スズ(SnO)、酸化亜鉛(ZnO)等の金属酸化物系難燃剤、デカブロモジフェニルエーテル、トリプロモフェニルアリルエーテル等の臭素系難燃剤、塩素化パラフィン等の塩素系難燃剤、等が挙げられる。これら難燃剤としては、リン系難燃剤、金属水酸化物系難燃剤および金属酸化物系難燃剤が好ましく、臭素系難燃剤や塩素系難燃剤は実質的に使用されないことが好ましい。なお、これらの添加剤は、予め樹脂成分に含有させておくことが好ましい。

#### 【0049】

特に、リン系難燃剤としては、塩素原子や臭素原子などのハロゲン原子を含まないリン系難燃剤が好ましい。リン酸エステル系難燃剤としては、トリフェニルホスフェート(TPP)などのモノマー型リン酸エステル系難燃剤、レゾルシノールビス(ジフェニルホスフェート)、ビスフェノールA-ビス(ジフェニルホスフェート)(BADP)などの縮合型リン酸エステル系難燃剤が挙げられる。ポリリン酸塩系難燃剤としては、ポリリン酸アンモニウム(APP)、ポリリン酸メラミン(MPP)などが挙げられる。含ハロゲンリン酸エステル系難燃剤としては、トリス(クロロエチル)ホスフェートなどが挙げられる。特に難燃性の効果が優れる点から、モノマー型リン酸エステル系難燃剤および縮合型リン酸エステル系難燃剤からなる群より選択される少なくとも1種であるリン系難燃剤を用いるのが好ましい。モノマー型リン酸エステル系難燃剤としては上記以外にビス(ノリルフェニル)フェニルホスフェート、トリ(イソピルフェニル)ホスフェートなどがあり、縮合型リン酸エステル系難燃剤としては上記以外にビスフェノールA-ビス(ジクレジルホスフェート)などがある。常温で固体であるリン系難燃剤としては特にレゾルシノールビス(ジキシレニル)ホスフェートが好ましい。

#### 【0050】

また、本発明の樹脂組成物には、前述したガラスパウダーの処理剤に含まれるものとは別個に、カップリング剤、フィルムフォーマー、潤滑剤、帯電防止剤などを含有させることができ、またそれら以外に安定剤、滑剤等の種々の添加剤を含有させることができる。このような添加剤として、例えば、シラン系カップリング剤などのカップリング剤、フタル酸エステルなどの可塑剤、ステアリン酸誘導体などの滑剤、ヒンダードフェノール類などの酸化防止剤、有機スズ化合物などの熱安定剤、ベンゾトリアゾール系化合物などの紫外線吸収剤、顔料などの着色剤、界面活性剤などの帯電防止剤、炭酸カルシウムなどの充填剤、ガラス繊維などの補強材などが適宜採用される。

#### 【0051】

本発明の樹脂組成物は、樹脂とガラスパウダーとを、さらに必要に応じて配合されるそれら以外の添加剤とを、溶融混合することにより製造できる。特に、混合と同時の溶融(例えば溶融混練)または混合後の溶融混練などの従来の樹脂組成物の製造方法と同様の方法により成形材料としての組成物を製造することが好ましい。特に、上記各成分を溶融混練し、押出成形してペレット状または粒状の成形材料とすることが好ましい。成形材料としての本発明の樹脂の形態は、特に制限なく、ペレット状、粒状、粉末状などの種々の形態を用いることができ、特にペレット状または粒状の形態であることが好ましい。

#### 【0052】

成形材料である本発明の樹脂組成物は、従来の樹脂組成物と同様に各種の方法によって成形して成形品とすることができる。その成形の方法としては、プレス成形、押出し成形、カレンダー成形、射出成形、引き抜き成形などがある。このような成形方法により、成形品である本発明の樹脂組成物が得られる。また、成形材料である本発明の樹脂組成物を、射出成形機や押出し成形機などの成形機中で溶融混合するとともにその溶融混合物を成形し、成形品である本発明の樹脂組成物を得ることもできる。

#### 【0053】

成形品としては、例えば、電機製品のハウジング材、電線の被覆材、半導体の封止材、

プリント配線基盤などの電子用途、座席クッション、ドアパネル、フロントパネル、リアパネルなどの内装部材を中心とする車両用途などが挙げられる。また、屋根、庇、雨樋等の屋根関連部材、サイディング材、デッキ材、フェンス材等の外装外壁部材、窓枠、ドア、門扉等の開口部関連部材、壁材、床材、天井材、断熱材等の内装関連部材、その他の建築部材や建装品、家具材、防災トラフ、看板などが挙げられる。

【実施例】

【0054】

以下に、本発明の具体例を説明するが、本発明はこれらに限定されない。

【0055】

各測定・評価方法を以下に示す。

ガラスパウダーの平均粒径、粒径分布および比表面積は、レーザー散乱式粒度測定装置（堀場製作所社製、LA-700）で測定した。得られる体積基準の球相当粒子径の累積曲線において、その積算量がそれぞれ10%、50%、90%を占める時の粒径を、それぞれD10、D50、D90とした。平均粒径にはD50の値を用い、粒径分布には前記式により求めた。また、比表面積は、単位体積（ $1\text{ cm}^3$ ）に含まれる全ガラスパウダーの表面積の総和を用いた。

【0056】

ガラス転移点は、ガラスカレットを所定の粒径に粉砕したものを測定に供し、示差熱分析装置（DTA）を用いて、加熱速度10 /分、窒素雰囲気下で測定を行った。DTA曲線において第一吸熱部の肩の温度をガラス転移点として読み取った。

【0057】

難燃性の試験は、UL94規格に従い、幅12.7mm、長さ127mm、厚み1.6mmの試験片を用いて、同一組成物の試験片について垂直燃焼試験を5回行った。各試験片の5回の燃焼時間を合計して、総燃焼時間（秒）とし、250秒を超える場合は測定不可とした。前記規格の判定基準に従って、V-0、V-1またはV-2のいずれかの燃焼性クラスに分類した。総燃焼時間が50秒以下であって、燃焼物または落下物による脱脂綿の着火が無い場合にはV-0に分類され、総燃焼時間が50秒を超えて250秒以下であって、燃焼物または落下物による脱脂綿の着火が無い場合にはV-1に分類され、総燃焼時間が50秒を超えて250秒以下であって、燃焼物または落下物による脱脂綿の着火が有る場合にはV-2に分類される。なお、V-0、V-1またはV-2のいずれにも該当しない場合にV-OUTとした。

【0058】

発煙抑止性の試験は、ASTM-E662の試験法に準拠して、NBS発煙性試験装置によって、幅76.2mm、長さ76.2mm、厚み3mmの試験片を測定に供した。試験では、無炎燃焼方法にて平均25kW/m<sup>2</sup>の輻射エネルギーを与えて試験片を加熱した時に、試験箱内で発生した煙による透過光の減衰を測定した。発煙量を最大特定光学密度（Dmax）として求め、発煙抑制性を評価した。

【0059】

耐熱強度の指標である荷重たわみ温度（以下DTULとする）の試験は、ASTM-D648に従って行い、厚み3.2mm、幅12.7mm、長さ127mmの試験片を測定に供した。また、曲げ強度の試験は、ASTM-D790に従って行い、IZOD衝撃強度の試験は、厚みが1/8インチでVノッチ付きの試験片を用いて、ASTM-D256に従って行った。

【0060】

[ガラスカレットの調製]

第1のガラス組成として、モル百分率表示で、4.1%のLi<sub>2</sub>O、5.7%のNa<sub>2</sub>O、4.4%のK<sub>2</sub>O、24.9%のP<sub>2</sub>O<sub>5</sub>、9.3%のSO<sub>3</sub>、40.5%のZnO、1.5%のAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>および9.6%のB<sub>2</sub>O<sub>3</sub>のガラス組成となるように、ガラス原料を混合し溶融させてから固化させてガラスカレット（A1）を作製した。前記カレットA1のガラス転移点を測定したところ、354であった。

10

20

30

40

50

## 【0061】

また、第2のガラス組成として、モル百分率表示で、9.0%の $\text{Li}_2\text{O}$ 、10.6%の $\text{Na}_2\text{O}$ 、7.4%の $\text{K}_2\text{O}$ 、24.8%の $\text{P}_2\text{O}_5$ 、14.6%の $\text{SO}_3$ および33.6%の $\text{ZnO}$ のガラス組成となるように、ガラス原料を混合し熔融させてから固化させてガラスカレット(A2)を作製した。前記カレットA2のガラス転移点を測定したところ、240であった。

## 【0062】

前記カレットA1を用いて、平均粒径(体積基準、D50、目標値)が3.5 $\mu\text{m}$ 、7.0 $\mu\text{m}$ 、20.0 $\mu\text{m}$ となるように粉碎して3種のガラスパウダーをそれぞれ得た。さらに、前記平均粒径が3.5 $\mu\text{m}$ のガラスパウダーを分級して、平均粒径が1.0 $\mu\text{m}$ および0.7 $\mu\text{m}$ となるようなガラスパウダーをそれぞれ得た。また、前記カレットA2を用いて、平均粒径(体積基準、D50、目標値)が3.5 $\mu\text{m}$ 、2.5 $\mu\text{m}$ 、7.0 $\mu\text{m}$ 、となるように粉碎してガラスパウダーをそれぞれ得た。ここで、A1のガラスから作製された平均粒径3.5 $\mu\text{m}$ のガラスパウダーを実施例1、平均粒径7.0 $\mu\text{m}$ のガラスパウダーを比較例1、平均粒径20.0 $\mu\text{m}$ のガラスパウダーを比較例2とし、平均粒径1.0 $\mu\text{m}$ のガラスパウダーを実施例2、平均粒径0.7 $\mu\text{m}$ のガラスパウダーを実施例3とした。また、A2のガラスから作製された平均粒径3.5 $\mu\text{m}$ のガラスパウダーを実施例4、平均粒径2.5 $\mu\text{m}$ のガラスパウダーを実施例5、平均粒径7.0 $\mu\text{m}$ のガラスパウダーを比較例3とした。実施例1~5および比較例1~3の8種のガラスパウダーについて、平均粒径、粒径分布および比表面積を測定した結果をまとめて表1に示す。

10

20

## 【0063】

【表 1】

	実施例1 A1	比較例1 A1	比較例2 A1	実施例2 A1	実施例3 A1	実施例4 A2	実施例5 A2	比較例3 A2
カレット								
平均粒径(目標値)	3.5 $\mu$ m	7.0 $\mu$ m	20.0 $\mu$ m	1.0 $\mu$ m	0.7 $\mu$ m	3.5 $\mu$ m	2.5 $\mu$ m	7.0 $\mu$ m
<測定結果>								
平均粒径								
D10	1.2	1.9	3.4	0.5	0.4	1.2	1.3	1.6
D50	3.5	7.1	19.2	1.2	0.7	3.4	2.6	7.0
D90	8.1	23.9	64.9	1.9	1.0	7.9	4.8	22.4
比表面積	3.0	1.4	0.7	7.6	8.7	3.1	3.4	1.4
粒径分布	2.0	3.1	3.2	1.2	0.9	2.0	1.3	3.0

10

20

30

40

## 【0064】

実施例 1、2、4 および 5、比較例 1、2 および 3 のガラスパウダーを用いて、モノアミノシランカップリング剤を含む処理剤を、付与後の前記ガラスパウダーの質量を基準にして固形分として 1.2 質量% 付着させて、乾燥させて、実施例 6 ~ 9 および比較例 4 ~ 6 となる表面処理をしたガラスパウダーをそれぞれ得た。

## 【0065】

実施例 1 および比較例 2 のガラスパウダーを用いて、モノアミノシランカップリング剤

50

50質量%とウレタン樹脂50質量%とを含む処理剤を、付与後の前記ガラスパウダーの質量を基準にして固形分として1.2質量%付着させて、乾燥させて、実施例10および比較例7となる表面処理をしたガラスパウダーをそれぞれ得た。

【0066】

実施例1のガラスパウダーを用いて、モノアミノシランカップリング剤50質量%とエポキシ樹脂50質量%とを含む処理剤を、付与後の前記ガラスパウダーの質量を基準にして固形分として1.2質量%付着させて、乾燥させて、実施例11となる表面処理をしたガラスパウダーを得た。

【0067】

得られた実施例6～11および比較例4～7のガラスパウダーについて、用いたガラスパウダーと、その平均粒径（以下、特段の記載がない場合には、体積基準、D50、測定結果の値とする）と処理剤との関係を表2に示す。

10

【0068】

【表 2】

処理剤	実施例6 モノアミノシラン	実施例7 モノアミノシラン	実施例8 モノアミノシラン	実施例9 モノアミノシラン	比較例4 モノアミノシラン
ガラスカレット	A1	A1	A2	A2	A1
平均粒径(μm)	1.2	3.5	3.4	2.6	7.1
用いたガラスパウダー	実施例2	実施例1	実施例4	実施例5	比較例1
処理剤	比較例5 モノアミノシラン	比較例6 モノアミノシラン	実施例10 モノアミノシラン +ウレタン樹脂	比較例7 モノアミノシラン +ウレタン樹脂	実施例11 モノアミノシラン +エポキシ樹脂
ガラスカレット	A1	A2	A1	A1	A1
平均粒径(μm)	19.2	7.0	3.5	19.2	3.5
用いたガラスパウダー	比較例2	比較例3	実施例1	比較例2	実施例1

10

20

30

## 【0069】

40

[塩化ビニル樹脂組成物の調製]

&lt;実施例12&gt;

ポリ塩化ビニル樹脂（PVC：TK800、信越ポリマー社製）100質量部、実施例1のガラスパウダー50質量部、安定剤としてジブチル錫メルカプタイド（アデカスタブ1291、旭電化社製）3質量部および滑剤としてステアリン酸カルシウム（GF-200、日本油脂社製）1質量部を、設定温度180でロール回転数20rpmのダブルニーディングロール装置に投入し、8分間溶融混練して樹脂組成物を得た。この樹脂組成物を、平板プレス成形機を用いて、金型温度180、成形圧力10MPa、成形時間5分で成形し、実施例12の塩化ビニル樹脂組成物の成形品を得た。

## 【0070】

50

## &lt; 比較例 8 &gt;

比較例 1 のガラスパウダーを用いる以外は、実施例 1 2 と同様の方法によって、比較例 8 となる塩化ビニル樹脂組成物の成形品を得た。

【 0 0 7 1 】

## &lt; 比較例 9 &gt;

比較例 2 のガラスパウダーを用いる以外は、実施例 1 2 と同様の方法によって、比較例 9 となる塩化ビニル樹脂組成物の成形品を得た。

【 0 0 7 2 】

実施例 1 2、比較例 8 および 9 の成形品から、発煙抑制性の試験および I Z O D 衝撃強度の試験に用いる試験片を得て、前記試験を行い、その評価結果を表 3 に示す。

10

【 0 0 7 3 】

【 表 3 】

ガラスパウダー	実施例 12	比較例 8	比較例 9
	実施例 1	比較例 1	比較例 2
ガラスカレット	A1	A1	A1
平均粒径(μm)	3.5	7.1	19.2
処理剤	無し	無し	無し
発煙抑制性	Dmax 110	165	250
IZOD 衝撃強度	KJ/m <sup>2</sup> 3.3	2.8	2.4

20

30

【 0 0 7 4 】

平均粒径が 3.5 μm であるガラスパウダーを用いた実施例 1 2 の樹脂組成物は、平均粒径が 7.1 μm および 19.2 μm であるガラスパウダーを用いた比較例 8 および 9 の樹脂組成物よりも、発煙量が少なく、衝撃強度も高くなる。

40

【 0 0 7 5 】

[ ポリカーボネート系樹脂組成物の調製 ]

&lt; 実施例 1 3 &gt;

ポリカーボネート系樹脂 ( P C : レキサン 1 2 1 R、日本ジーイープラスチック社製 ) 1 0 0 質量部、実施例 1 のガラスパウダー 5 質量部および滴下防止剤として P T F E ( 平均粒径 4 7 5 μm、旭硝子社製 ) 0.2 質量部をあらかじめ混合した後、シリンダーの設定温度が 2 6 0 の 2 軸押し出し機を用いて熔融混練して、ペレット状の熱可塑性樹脂組成物を得た。このペレットを、1 2 0 で 5 時間乾燥後、射出成形機を用い、シリンダー温度 2 9 0、金型温度 1 0 5 にて成形し、実施例 1 3 となる試験片を得た。

50

## 【 0 0 7 6 】

< 実施例 1 4 ~ 1 9 >

表 4 に記載の通りの各種実施例に係るガラスパウダーを使用した以外は、実施例 1 3 と同様の方法によって、実施例 1 4 ~ 1 9 となるポリカーボネート系樹脂組成物の成形品の試験片を得た。

## 【 0 0 7 7 】

< 比較例 1 0 ~ 1 2 >

表 4 に記載の通りの各種比較例に係るガラスパウダーを使用した以外は、実施例 1 3 と同様の方法によって、比較例 1 0 ~ 1 2 となるポリカーボネート系樹脂組成物の成形品の試験片を得た。

10

## 【 0 0 7 8 】

実施例 1 3 ~ 1 9 および比較例 1 0 ~ 1 2 の試験片を用いて、難燃性の試験、荷重たわみ温度の試験（以下、DTULとする）、曲げ強度試験およびIZOD衝撃強度の試験を行い、その評価結果を表 4 に併せて示す。

## 【 0 0 7 9 】



【表 4】

	実施例13 実施例1	実施例14 実施例3	実施例15 実施例6	実施例16 実施例7	実施例17 実施例10
ガラスパウダー	ガラスカレット 平均粒径( $\mu\text{m}$ ) 処理剤	A1 0.7 無し	A1 1.2 モノアミノシラン	A1 3.5 モノアミノシラン	A1 3.5 モノアミノシラン +ウレタン樹脂
UL94	総燃焼時間(秒) 判定	38 V-0	34 V-0	26 V-0	30 V-0
DTUL	$^{\circ}\text{C}$	124	126	125	125
IZOD衝撃強度	$\text{KJ}/\text{m}^2$	6.9	8.6	8.2	8.5
曲げ強度	$\text{M Pa}$	103	104	106	107

  

	実施例18 実施例11	比較例10 比較例4	比較例11 比較例5	比較例12 比較例7	実施例19 実施例8
ガラスパウダー	ガラスカレット 平均粒径( $\mu\text{m}$ ) 処理剤	A1 7.1 モノアミノシラン +エポキシ樹脂	A1 19.2 モノアミノシラン	A1 19.2 モノアミノシラン +ウレタン樹脂	A2 3.4 モノアミノシラン
UL94	総燃焼時間(秒) 判定	28 V-0	- V-OUT	71 V-1	32 V-0
DTUL	$^{\circ}\text{C}$	125	124	124	125
IZOD衝撃強度	$\text{KJ}/\text{m}^2$	8.3	6.6	7.0	7.5
曲げ強度	$\text{M Pa}$	106	100	102	104

10

20

30

40

## 【0080】

平均粒径が $0.7\mu\text{m}$ 、 $1.2\mu\text{m}$ および $3.5\mu\text{m}$ のガラスパウダーを用いた実施例13~18の樹脂組成物の難燃性はV-0であり、平均粒径が $7.1\mu\text{m}$ および $19.2\mu\text{m}$ であるガラスパウダーを用いた比較例10~12の樹脂組成物の難燃性はV-1またはV-OUTである。平均粒径が本発明の $0.5\mu\text{m}$ 以上で、 $5.0\mu\text{m}$ よりも小さく、比表面積が $1.5\text{m}^2/\text{cm}^3$ 以上のガラスパウダーを用いることで、難燃性効果が向上した。

## 【0081】

50

処理剤を付着させたガラスパウダーを用いた実施例 16 ~ 18 の樹脂組成物は、実施例 13 の樹脂組成物と比較して、ガラスパウダーに処理剤を付着させることにより、難燃性効果を損なわずに、衝撃強度および曲げ強度が向上した。また、モノアミノシランに加えて、ウレタン樹脂またはエポキシ樹脂を添加した処理剤を付着させたガラスパウダーを用いることにより、さらに衝撃強度および曲げ強度が向上した。

【0082】

比較例 11 と比較例 12 とを比較すると、ガラスパウダー処理剤にモノアミノシランに加えて、ウレタン樹脂を添加した処理剤を付着させたガラスパウダーを用いた樹脂組成物は、衝撃強度は向上するものの、難燃性は不十分であった。

【0083】

ガラス転移点がそれぞれ 354、240 のガラスパウダーを用いた実施例 16 および 19 の樹脂組成物の難燃性は、それぞれ V - 0 であり、難燃性付与の効果は同等であった。

【0084】

[ ポリフェニレンエーテル系樹脂とポリプロピレン系樹脂とのポリマーアロイ組成物の調製 ]

< 実施例 20 >

ポリフェニレンエーテル系樹脂とポリプロピレン系樹脂とのポリマーアロイ ( P P E / P P : ザイロン T 0 7 0 0、旭化成株式会社製 ) 1 0 0 質量部、実施例 9 のガラスパウダー 1 0 質量部、リン系難燃剤としてレゾルシノールビス ( ジキシレニル ) ホスフェート ( R D P、大八化学工業社製 P X - 2 0 0 ) 2 0 質量部、および滴下防止剤として P T F E ( 平均粒径 4 7 5 μ m、旭硝子社製 ) 0 . 2 質量部をあらかじめ混合した後、シリンダーの設定温度が 2 6 0 の 2 軸押し出し機を用いて熔融混練して、ペレット状のポリマーアロイ組成物を得た。このポリマーアロイ組成物を 1 0 0 で 3 時間乾燥後、射出成形機を用い、シリンダー温度 2 7 0、金型温度 6 0 にて成形して、実施例 20 となる試験片を得た。

【0085】

< 比較例 13 >

比較例 6 のガラスパウダーを使用した以外は、実施例 20 と同様の方法によって、比較例 13 となるポリマーアロイ組成物の成形品の試験片を得た。

実施例 20 および比較例 13 の試験片を用いて、難燃性の試験、D T U L の試験、曲げ強度試験および I Z O D 衝撃強度の試験を行い、その評価結果を表 5 に示す。

【0086】

10

20

30

【表 5】

	実施例20	比較例13
	実施例9	比較例6
ガラスパウダー	A2	A2
平均粒径(μm)	2.6	7.0
処理剤	モノアミノシラン	モノアミノシラン
UL94	42	75
	V-1	V-1
DTUL	92	90
IZOD衝撃強度	3.5	3.4
曲げ強度	83	81
	総燃焼時間(秒)	
	判定	
	°C	
	KJ/m <sup>2</sup>	
	MPa	

10

20

## 【0087】

平均粒径が2.6 μmのガラスパウダーを用いた実施例20の樹脂組成物と平均粒径が7.0 μmであるガラスパウダーを用いた比較例13の樹脂組成物との難燃性を比較すると、難燃性の判定は共にV-1であったが、平均粒径が本発明の0.5 μm以上で、5.0 μmよりも小さく、比表面積が1.5 m<sup>2</sup> / cm<sup>3</sup>以上のガラスパウダーを用いることで、総燃焼時間が短縮された。 30

## 【産業上の利用可能性】

## 【0088】

本発明のガラスパウダーは、各種熱可塑性樹脂や熱硬化性樹脂に配合する難燃剤として有用である。本発明の樹脂組成物は、各種成形品を得るための成形材料として有用である。成形品としての本発明の樹脂組成物は、電子電気関連部材、車両関連部材等の用途に使用でき、また、屋根関連部材、開口部関連部材、その他の建築部材等の用途に使用できる。

。

## フロントページの続き

F ターム(参考) 4G062 AA10 BB08 BB09 CC08 CC10 DA01 DB03 DC03 DC04 DD04  
DE04 DE05 DE06 DF01 EA01 EA02 EA03 EA04 EB03 EB04  
EC01 EC02 EC03 ED01 ED02 ED03 ED04 EE01 EE02 EE03  
EE04 EF01 EG01 EG02 EG03 EG04 FA01 FA10 FB01 FC01  
FD01 FE01 FE02 FE03 FE04 FF01 FG01 FH01 FJ01 FK01  
FL01 GA01 GB03 GB04 GC01 GD01 GE01 HH01 HH03 HH05  
HH07 HH09 HH11 HH13 HH15 HH17 HH20 JJ01 JJ03 JJ05  
JJ07 JJ10 KK01 KK03 KK05 KK07 KK10 MM15 NN32 NN33  
NN34  
4J002 AA001 BB031 BB121 BB241 BC031 BC061 BD051 BD101 BD121 BD181  
BE011 BF021 BG061 BN151 CF061 CF071 CF161 CG011 CH021 CH041  
CH071 CK021 CL001 CM041 CN011 CN031 DL006 FB096 FB266 FD160  
GL00 GN00 GQ00