

明 細 書

複合難燃剤、樹脂組成物および成形品

5 技術分野

本発明は板状の結晶形態を有し、且つアスペクト比が特定の範囲の水酸化マグネシウム粒子の難燃剤としての利用に関する。

背景技術

- 10 水酸化マグネシウム粒子は、樹脂に配合する難燃剤として用いられている。水酸化マグネシウム粒子は、マグネシウム源として苦汁、海水またはドロマイトを使用し、アルカリ源として石灰または苛性ソーダなどを使用して製造することができる。また酸化マグネシウムの水和反応により製造することが知られている。またマグネシウム塩とアンモニアを反応させて水酸化マグネシウム結晶を晶析させる方法などにより製造することが知られている。
- 15

水酸化マグネシウム粒子の製造工程において、水熱処理時に直接水酸化マグネシウム粒子の製造に関係しない、有機酸、硼酸、珪酸およびそれらの水可溶性塩よりなる群から選ばれた少なくとも一種の化合物を添加して粒子の小さな水酸化マグネシウム粒子を製造することが知られている（特許文献1）。

- 20 このような従来の水酸化マグネシウム粒子を樹脂に含有させ十分な難燃効果を得るためには樹脂100重量部に対し水酸化マグネシウム粒子を160重量部以上含有させることが必要であった。

- また粒子径が大きく、アスペクト比の高い板状の水酸化マグネシウム粒子（特許文献2）は160重量部以下で十分な難燃効果を示すものの、成形物の機械的強度が下がり、樹脂の特性を大きく損なう問題点があった。
- 25

特許文献1 特開2000-233924号公報

特許文献2 国際公開第2012/050222号パンフレット

発明の開示

本発明の目的は、優れた難燃性示し、樹脂中での分散性にも優れ、樹脂の機械的強度の低下を抑制することができる複合難燃剤を提供することにある。また本

- 5 発明の目的は、該複合難燃剤を含有する樹脂組成物を提供することにある。

本発明者は、高アスペクト比を有する水酸化マグネシウム粒子（A）に対し、従来から難燃剤として利用されている水酸化マグネシウム（粒子（B））を一定割合混合すると、比較的少ない含有量でも十分な難燃効果が達成されることを見だし、本発明に到達した。

- 10 すなわち本発明は、（i）100重量部の、10～100nmの平均厚みを有し、2.4 μ m以上の平均幅を有し、且つ20～120の平均アスペクト比を有する水酸化マグネシウム粒子（A）および
- （ii）100～900重量の、平均幅が1 μ m以下であり、20未満の平均アスペクト比を有する水酸化マグネシウム粒子（B）、
- 15 を含有する複合難燃剤である。

また本発明は、100重量部の合成樹脂および50～200重量部の前記複合難燃剤を含有する樹脂組成物である。

図面の簡単な説明

- 20 図1 アスペクト比の求め方を示す図である。
- 図2 比較例2、実施例5、6の酸素指数テスト（LOI）の結果である。
- 図3 実施例1で得られた複合難燃剤C-1のSEM写真（5,000倍）である。

- 25 発明を実施するための最良の形態

<水酸化マグネシウム粒子（A）>

水酸化マグネシウム粒子（A）の平均厚み（Y）は、10～100nm、好ましくは10nm～50nm、より好ましくは10nm～30nmである。平均厚

みは、ナノサーチ顕微鏡で合計10点の粒子の厚みを測定した算術平均値である。

- 水酸化マグネシウム粒子(A)の平均幅(X)は、2.4 μm 以上、好ましくは3 μm 以上、より好ましくは3.5 μm 以上である。上限は好ましくは10 μm 、より好ましくは5 μm である。平均幅は電子線顕微鏡で得られた画像から実測する。平均幅が大きくなるほど、合成樹脂の添加剤として使用する場合、合成樹脂との接触面が減り、熱安定性が良くなるが、機械的強度の低下、意図しない光沢が現れる外観の変化という問題が出てくる。

水酸化マグネシウム粒子(A)の平均アスペクト比は、20~120、好ましくは40~120、より好ましくは50~120である。

- 10 アスペクト比は、平均幅(X)および平均厚み(Y)の実測値からアスペクト比(X/Y)を算出した値である。

また水酸化マグネシウム粒子(A)のBET法による比表面積は、好ましくは1~90 m^2/g 、より好ましくは、2~50 m^2/g 、さらに好ましくは5~30 m^2/g である。

- 15 水酸化マグネシウム粒子(A)は、盤状の結晶形態を有し、2.4~10 μm の平均幅を有することが好ましい。

- 水酸化マグネシウム粒子(A)は、塩化マグネシウムまたは酸化マグネシウムを原料としてそれ自体公知の方法で水酸化マグネシウム粒子を製造する方法において、その反応工程または水熱処理工程に、一価のカルボン酸およびそれらの水可溶性塩よりなる群から選ばれた少なくとも一種の化合物を特定割合存在させることにより得ることができる。水酸化マグネシウム粒子(A)の製造方法として下記(I)~(IV)の方法を示すことができる。

(製造方法(I))

- 25 製造方法(I)は、塩化マグネシウムとアルカリ物質とを水性媒体中で反応させて水酸化マグネシウム粒子を製造する方法において、1価のカルボン酸およびそれらの水可溶性塩よりなる群から選ばれた少なくとも一種の化合物(以下”添加化合物”と略称することがある。)を塩化マグネシウムに対して10~200 $\text{mol}\%$ 添加して行なうことを特徴とする。

製造方法（I）は、塩化マグネシウムとアルカリ物質との水性媒体中における反応によるそれ自体公知の水酸化マグネシウム粒子の製造において、その反応系に所定量の添加化合物を存在させる点に特徴がある。アルカリ物質としては、例えば、アンモニア、水酸化アルカリ金属（代表的には水酸化カリウムおよび水酸化ナトリウム）および水酸化カルシウムが好適なものとして挙げられる。これらアルカリ物質は、塩化マグネシウム1当量当り、0.5～1.0当量、好ましくは0.6～0.8当量の割合で使用される。

反応系に存在せしめる添加化合物は、1価のカルボン酸またはこれらの水可溶性塩であり、これらは2種以上を組合せて使用することもできる。酢酸、プロピオン酸、および酪酸を例示することができる。これら1価のカルボン酸の水可溶性塩としては、アルカリ金属塩、アルカリ土類金属塩、アンモニウム塩および有機アミン塩などが挙げられる。

添加化合物は、塩化マグネシウムに対して10～200mol%、好ましくは50～100mol%の割合で使用される。この添加化合物の割合をこの範囲で変化させることにより、得られる水酸化マグネシウム粒子のアスペクト比（H）を任意にコントロールすることができる。所望の値のアスペクト比（H）の粒子を得るためには、予め簡単な実験により主として添加化合物の種類およびその割合を決定することができる。概して、添加化合物の割合（濃度）が高い方が低い場合に比べて、アスペクト比（H）の大きいものが得られる傾向にある。添加化合物の添加割合の好適な範囲は、添加化合物の種類より異なり、酢酸またはそれらの塩の場合は、塩化マグネシウムに対して、好ましくは10～200mol%、特に好ましくは50～100mol%が適当である。一方、添加化合物が、プロピオン酸、酪酸またはその水可溶性塩の場合は、塩化マグネシウムに対して、好ましくは30～80mol%の範囲である。前記塩化マグネシウムとアルカリ物質との水性媒体（好ましくは水中）での反応は、通常0～60℃、好ましくは10～50℃の範囲の温度で攪拌下を実施される。

得られた水酸化マグネシウム粒子をさらに水熱処理をすることにより、均一性があり、粒度分布が狭い優れた粒子とすることができる。水熱処理は、水性媒体

中100～250℃、好ましくは120～200℃の温度で20分～48時間、好ましくは2～12時間実施するのが適当である。

(製造方法 (I I))

この製造方法は、塩化マグネシウムとアルカリ物質とを水性媒体中で反応させて、次いで得られた水酸化マグネシウム粒子スラリーを水熱処理して水酸化マグネシウム粒子を製造する方法において、水熱処理は1価のカルボン酸およびそれらの水可溶性塩よりなる群から選ばれた少なくとも一種の化合物を水酸化マグネシウムに対して10～200mol%添加して行なうことを特徴とする。

この製造方法 (I I) は、製造方法 (I) の反応工程においては添加化合物を存在させずに、水熱処理工程に添加化合物を存在させる点において実質的に相違する。従ってこの製造方法 (I I) において塩化マグネシウムとアルカリ物質との反応は、アルカリ物質の種類と割合、反応条件など製造方法 (I) に説明した内容と変更はない。水熱処理における添加化合物の種類も同様に前記したとおりであり添加化合物の割合も、生成した水酸化マグネシウムを基準にすることを除けば実質的に変更はない。

(製造方法 (I I I))

この製造方法は、酸化マグネシウムを水性媒体中で水和反応させて水酸化マグネシウム粒子を製造する方法において、水和反応は1価のカルボン酸およびそれらの水可溶性塩よりなる群から選ばれた少なくとも一種の化合物を酸化マグネシウムに対して10～200mol%以上添加して行なうことを特徴とする。製造方法 (I I I) は、酸化マグネシウムの水性媒体中における水和反応によるそれ自体公知の水酸化マグネシウム粒子の製造方法において、その反応系に所定量の添加化合物を存在させる点に特徴がある。この水和反応は通常0～100℃、好ましくは20～80℃の温度で、20分～5時間、好ましくは30分～4時間攪拌下に実施される。

反応系に加えられる添加化合物は、製造方法 (I) において説明したのと同じ化合物から選択される。その添加化合物の使用割合は、酸化マグネシウムに対して10～200mol%、好ましくは50～100mol%である。前記水和

反応により、水酸化マグネシウム粒子（A）が得られる。また得られた水酸化マグネシウム粒子をさらに水熱処理することにより、粒子がより均一になり、粒度分布が狭い優れた粒子とすることができる。この水熱処理は、水性媒体中、100～250℃、好ましくは120～200℃の温度で20分～48時間、好ましくは2～12時間実施するのが望ましい。

（製造方法（I V））

この製造方法は、酸化マグネシウムを水性媒体中で水和反応させて、次いで得られた水酸化マグネシウム粒子のスラリーを水熱処理して水酸化マグネシウム粒子を製造する方法において、前記水熱処理は1価のカルボン酸およびそれらの水可溶性塩よりなる群から選ばれた少なくとも一種の化合物を、水酸化マグネシウムに対して10～200mol%添加して行なうことを特徴とする。

この製造方法（I V）は、製造方法（I I I）の水和反応においては添加化合物を存在させずに、水熱処理工程に添加化合物を存在させる点において実質的に相違する。従ってこの製造方法（I V）において水和反応の条件は、製造方法（I I I）に説明した内容と実質的に変わらない。水熱処理における添加化合物の種類も同様に製造方法（I）で説明したものが挙げられる。添加化合物の割合も、生成した水酸化マグネシウムを基準にすることを除けば実質的に前記製造方法（I I I）と特に変わらない。

前記した製造方法（I）～（I V）のいずれの方法によっても、水酸化マグネシウム粒子（A）を得ることができる。これらの方法のうち、製造方法（I）および（I I I）が、他の方法に比べて好ましく、特にこれらの方法において反応後に水熱処理を施すことにより、粒径並びにアスペクト比が均一で良好な品質の粒子を得ることができる。得られた水酸化マグネシウム粒子（A）は濾過、脱水後乾燥、粉碎などの手段によって粉末とすることができる。

＜水酸化マグネシウム粒子（B）＞

本発明の複合難燃剤において、水酸化マグネシウム粒子（A）に混合して使用される水酸化マグネシウム粒子（B）は、アスペクト比が20未満であって、従来難燃剤として知られたものであればよい。具体的には、水酸化マグネシウム粒

子（Ｂ）は、平均アスペクト比が１～１５であり、平均幅が１μm以下、好ましくは０．７μm以下であり、且つＢＥＴが１～１５０m²/gであることが好ましい。

- 水酸化マグネシウム粒子（Ｂ）のアスペクト比、平均幅、ＢＥＴ比表面積等は、
- 5 水酸化マグネシウム粒子（Ａ）と同じ方法で測定する。

水酸化マグネシウム粒子（Ｂ）の含有量は、水酸化マグネシウム粒子（Ａ）１００重量部に対し、１００～９００重量部、好ましくは２００～７００重量部、より好ましくは２００～４００重量部である。

<樹脂組成物>

- 10 本発明の複合難燃剤は、水酸化マグネシウム粒子を難燃剤として使用する合成樹脂に配合することができる。複合難燃剤の含有量は、合成樹脂１００重量部当たり、５０～２００重量部、好ましくは６０～１９０重量部である。

- 合成樹脂として、ポリエチレン、ポリプロピレン、エチレン／プロピレン共重合体、ポリブデン、ポリ・４－メチルペンテンー１等の如きC₂～C₈オレフィン（α－オレフィン）の重合体もしくは共重合体、これらオレフィンとジエンとの共重合体類、エチレン－アクリレート共重合体、ポリスチレン、ＡＢＳ樹脂、ＡＡＳ樹脂、ＡＳ樹脂、ＭＢＳ樹脂、エチレン／塩ビ共重合樹脂、エチレン酢ビコポリマー樹脂、エチレン－塩ビ－酢ビグラフト重合樹脂、塩化ビニリデン、ポリ塩化ビニル、塩素化ポリエチレン、塩素化ポリプロピレン、塩ビプロピレン共
- 15 重合体、酢酸ビニル樹脂、フェノキシ樹脂、ポリアセタール、ポリアミド、ポリイミド、ポリカーボネート、ポリスルホン、ポリフェニレンオキサイド、ポリフェニレンサルファイド、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、メタクリル樹脂等の熱可塑性樹脂が例示できる。
- 20

- これらの熱可塑性樹脂のうち好ましい例としては、ポリオレフィンまたはその
- 25 共重合体であり、具体的には、ポリプロピレンホモポリマー、エチレンプロピレン共重合体の様なポリプロピレン系樹脂、高密度ポリエチレン、低密度ポリエチレン、直鎖状低密度ポリエチレン、超低密度ポリエチレン、ＥＶＡ（エチレンビニルアセテート樹脂）、ＥＥＡ（エチレンエチルアクリレート樹脂）、ＥＭＡ（エ

チレンアクリル酸メチル共重合樹脂)、EAA(エチレンアクリル酸共重合樹脂)、超高分子量ポリエチレンの様なポリエチレン系樹脂、およびポリブテン、ポリ4-メチルペンテン-1等の $C_2 \sim C_6$ のオレフィン(α -エチレン)の重合体もしくは共重合体である。

- 5 さらに、エポキシ樹脂、フェノール樹脂、メラミン樹脂、不飽和ポリエステル樹脂、アルキド樹脂、尿素樹脂等の熱硬化性樹脂およびEPDM、ブチルゴム、イソプレンゴム、SBR、NBR、クロロスルホン化ポリエチレン、NIR、ウレタンゴム、ブタジエンゴム、アクリルゴム、シリコーンゴム、フッ素ゴム等の合成ゴムを例示することができる。
- 10 水酸化マグネシウム粒子(A)および(B)は、合成樹脂にそのまま配合することができるが、表面処理剤で処理して使用することができる。

表面処理剤として、ステアリン酸、エルカ酸、パルミチン酸、ラウリン酸、ベヘン酸等の炭素数10以上の高級脂肪酸類が挙げられる。

- また、前記高級脂肪酸のアルカリ金属塩が挙げられる。また、ステアリルアルコール、オレイルアルコール等の高級アルコールの硫酸エステル塩が挙げられる。
- 15 コール、オレイルアルコール等の高級アルコールの硫酸エステル塩が挙げられる。

- また、ポリエチレンとグリコールエーテルの硫酸エステル塩、アミド結合硫酸エステル塩、エステル結合硫酸エステル塩、エステル結合スルホネート、アミド結合スルホン酸塩、エーテル結合スルホン酸塩、エーテル結合アルキルアリールスルホン酸塩、エステル結合アルキルアリールスルホン酸塩、アミド結合アルキルアリールスルホン酸塩等のアニオン系界面活性剤類が挙げられる。
- 20 ルアリールスルホン酸塩等のアニオン系界面活性剤類が挙げられる。

また、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金属塩またはアミン塩等のリン酸エステル類が挙げられる。

- また、ビニルトリクロルシラン、ビニルトリメトキシシラン、ビニルトリエトキシシラン、ビニルトリス(β -メトキシエトキシ)シラン、 β -(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、 γ -グリシドキシプロピルトリメトキシシラン、 γ -グリシドキシプロピルメチルジエトキシシラン、 γ -グリシドキシプロピルトリエトキシシラン、 γ -メタクリロキシプロピルメチルジメ
- 25 キシシラン、ビニルトリス(β -メトキシエトキシ)シラン、 β -(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、 γ -グリシドキシプロピルトリメトキシシラン、 γ -グリシドキシプロピルメチルジエトキシシラン、 γ -グリシドキシプロピルトリエトキシシラン、 γ -メタクリロキシプロピルメチルジメ

トキシシラン、 γ -メタクリロキシプロピルトリメトキシシラン、 γ -メタクリ
 ロキシプロピルメチルジエトキシシラン、 γ -メタクリロキシプロピルトリエト
 キシシラン、N- β (アミノエチル) γ -アミノプロピルメチルジメトキシシラ
 ン、N- β (アミノエチル) γ -アミノプロピルトリメトキシシラン、N- β
 5 (アミノエチル) γ -アミノプロピルトリエトキシシラン、 γ -アミノプロピル
 トリメトキシシラン、 γ -アミノプロピルトリエトキシシラン、N-フェニルー
 γ -アミノプロピルトリメトキシシラン、 γ -メルカプトプロピルトリメトキシ
 シラン等のシランカップリング剤が挙げられる。

また、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
 10 (ジオクチルバ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
 ノエチルーアミノエチル) 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、テトラオクチルビス (ジトリデシルホスファイト) チタネート、
 ビス (ジオクチルバイロフォスフェート) オキシアセテートチタネート、イソプ
 ロピルトリドデシルベンゼンスルホニルチタネート、テトライソプロピルビス
 15 (ジオクチルフォスファイト) チタネート、テトラ (2, 2-ジアリルオキシメ
 チルー1-ブチル1ビス- (ジトリデシル) ホスファイト) チタネート、ビス (ジ
 オクチルバイロフォスフェート) エチレンチタネート、イソプロピルトリオクタ
 ノイルチタネート、イソプロピルジメタクリルイソステアロイルチタネート、イ
 ソプロピルイソステアロイルジアクリルチタネート、イソプロピルトリ (ジオク
 20 チルホスフェート) チタネート、イソプロピルトリクミルフェニルチタネート、
 ジクミルフェニルオキシアセテートチタネート、ジイソステアロイルエチレンチ
 タネート等のチタネート系カップング剤類が挙げられる。

また、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
 カップリング剤類が挙げられる。

25 また、トリフェニルホスファイト、ジフェニル・トリデシルホスファイト、フ
 ェニル・ジトリデシルホスファイト、フェニル・イソデシルホスファイト、ト
 リ・ノニルフェニルホスファイト、4, 4'-ブチリデン-ビス (3-メチルー
 6-t-ブチルフェニル) -ジトリデシルホスファイト、トリラウリルチオホス

ファイト等が挙げられる。

また、グリセリンモノステアレート、グリセリンモノオレエート等の多価アルコールと脂肪酸のエステル類が挙げられる。

表面処理剤を使用して、水酸化マグネシウム粒子の表面コーティング処理をするには、それ自体公知の湿式または乾式法により実施できる。例えば湿式法としては、水酸化マグネシウム粒子のスラリーに該表面処理剤を液状またはエマルジョン状に加え、約100℃までの温度で機械的に十分混合すればよい。乾式法としては、水酸化マグネシウム粒子をヘンシェルミキサー等の混合機により、十分攪拌下で表面処理剤を液状、エマルジョン状、固形状に加え、加熱または非加熱下で十分混合すればよい。表面処理剤の添加量は、適宜選択できるが、該水酸化マグネシウム粒子の重量に基づいて、約10重量%以下とするのが好ましい。表面処理をした水酸化マグネシウム粒子は、必要により、例えば水洗、脱水、造粒、乾燥、粉砕、分級等の手段を適宜選択して実施し、最終製品形態とすることができ

15 <成形品>

本発明は、前記樹脂組成物より形成された成形品を包含する。成形品として、前記樹脂組成物より被覆された難燃性電線ケーブルを包含する。

<使用>

本発明は、(i) 100重量部の、10～100nmの平均厚みを有し、2.4μm以上の平均幅を有し、且つ20～120の平均アスペクト比を有する水酸化マグネシウム粒子(A)および(ii) 100～900重量の、平均幅が1μm以下であり、20未満の平均アスペクト比を有する水酸化マグネシウム粒子(B)を含有する複合難燃剤を、合成樹脂の難燃剤として使用する方法を包含する。

25

実施例

以下、実施例により本発明をより詳細に説明するが、本発明はこれらの実施例のみに限定されるものではない。実施例中、水酸化マグネシウム粒子の(1)平

均幅、(2) B E T法比表面積、(3) 平均厚み、(4) 平均アスペクト比は、以下に記載する測定方法によって測定または算出された値である。

(1) 平均幅

走査型電子顕微鏡（日立社製、S-3000N）を用いて測定をした。試料粉末5mgを5mlのエタノールに加えて、超音波10分間処理した後、アルミ試料台上で蒸発させ、金蒸着を行い、測定サンプルとした。10,000倍の視野で合計10粒子の長径を実測し、それらの算術平均値を平均幅とした。

(2) 水酸化マグネシウム粒子のB E T法による比表面積

液体窒素の吸着法により測定した。

10 (3) 平均厚み

ナノサーチ顕微鏡（OLYMPUS社製、SPMモード）を用いて測定した。試料粉末1mgをエタノール5ml中に加え、超音波10分間処理した後、マイカ結晶板上で蒸発させ、測定サンプルとした。合計10点の測定を行い、それらの算術平均を平均幅とした。

15 (4) 平均アスペクト比

水酸化マグネシウム粒子は、図1に示すように単一結晶で同一粒子径の正六角柱の構造であるとして、下記A、Yの実測値を基礎にしてX求め、アスペクト比を算出した。

X：平均幅（nm）

20 Y：平均厚み（nm）

H：平均アスペクト比（X/Y）

(5) 粒子（A）および粒子（B）の重量比

走査型電子顕微鏡（日立社製、S-3000N）を用いて測定をした。試料粉末5mgを5mlのエタノールに加えて、超音波10分間処理した後、アルミ試料台上で蒸発させ、金蒸着を行い、測定サンプルとした。10,000倍の視野を合計10点測定を行い、実測または解析ソフトを用いて粒子（A）、粒子（B）の視野内占有面積を測定し、算術平均を平均占有面積とした。平均占有面積に、粒子（A）、粒子（B）の平均厚みを乗じ、粒子（A）および粒子（B）

の重量比を求めた。

合成例 1 (水酸化マグネシウム粒子 A-1)

オートクレーブに 4.28 mol/L の濃度に調整された塩化マグネシウム水
5 溶液 (和光純薬 (株)) 200 ml および塩化マグネシウムに対して 50 mol
1% の酢酸ナトリウム三水和物 (和光純薬 (株)) を入れ攪拌条件下に、3.33
3 N の苛性ソーダ溶液 412 ml を滴下しながら添加し、30℃ にて 20 分間反
応させて水酸化マグネシウム粒子サスペンション液を得た。このサスペンション
液を 170℃、4 時間の条件下で水熱処理し、脱水後、水洗し (200 ml)、
10 105℃ で 24 時間乾燥して水酸化マグネシウム粒子 A-1 を得た。

粒子 A-1 の平均幅、平均厚み、BET 法比表面積、および平均アスペクト比
を下記表 1 に示す。

合成例 2 (水酸化マグネシウム粒子 A-2)

15 オートクレーブに 4.28 mol/L の濃度に調整された塩化マグネシウム水
溶液 (和光純薬 (株)) 200 ml を入れ、攪拌条件下に 3.33 N の苛性ソー
ダ水溶液 412 ml を滴下しながら添加し、30℃ にて 20 分間反応させて水酸
化マグネシウム粒子サスペンション液を得た。このサスペンション液に塩化マグ
ネシウムに対して 100 mol% の酢酸ナトリウム三水和物 (和光純薬 (株))
20 を入れ、5 分間攪拌した後、170℃、12 時間の条件下で水熱処理し、脱水後、
水洗し (200 ml)、105℃ で 24 時間乾燥して水酸化マグネシウム粒子 A
-2 を得た。

粒子 A-2 の平均幅、平均厚み、BET 法比表面積、および平均アスペクト比
を下記表 1 に示す。

25

合成例 3 (水酸化マグネシウム粒子 A-3)

オートクレーブに 1.50 mol/L の濃度に調整された塩化マグネシウム水
溶液 (和光純薬 (株)) 500 ml を入れ、攪拌条件下に 3.00 N の苛性ソー

ダ水溶液 350 ml を滴下しながら添加し、30℃にて20分間反応させて水酸化マグネシウム粒子サスペンション液を得た。このサスペンション液に塩化マグネシウムに対して60mol%のプロピオン酸ナトリウム（和光純薬（株））を入れ、5分間攪拌した後、170℃、4時間の条件下で水熱処理し、脱水後、水洗し（200 ml）、105℃で24時間乾燥して水酸化マグネシウム粒子A-3を得た。

粒子A-3の平均幅、平均厚み、BET法比表面積、および平均アスペクト比を下記表1に示す。

10 合成例4（水酸化マグネシウム粒子B-1）

オートクレープに4.28 mol/Lの濃度に調整された塩化マグネシウム水溶液（和光純薬（株））200 ml を入れ、攪拌条件下に3.33 Nの苛性ソーダ水溶液 412 ml を滴下しながら添加し、30℃にて20分間反応させて水酸化マグネシウム粒子サスペンション液を得た。このサスペンション液を170℃、4時間の条件下で水熱処理し、脱水後、水洗し（200 ml）、105℃で24時間乾燥して水酸化マグネシウム粒子B-1を得た。

粒子B-1の平均幅、平均厚み、BET法比表面積および平均アスペクト比を下記表1に示す。

表 1

	単位	合成例 1	合成例 2	合成例 3	合成例 4
粒子名	—	A-1	A-2	A-3	B-1
平均幅 (X)	μm	2.495	3.546	4.609	0.685
平均厚み (Y)	nm	55	45	44	180
平均スペクト比 (H)	—	45.4	78.8	104.8	3.8
BET 法比表面積	m ² /g	7.68	8.23	7.30	5.80

実施例1（複合難燃剤C-1）

合成例2で得られた粒子（A-2）30重量部（100重量部）に対し、合成例4で得られた粒子（B-1）を120重量部（400重量部）混合して、複合難燃剤C-1を製造した。複合難燃剤C-1の走査型電子顕微鏡（SEM）写真

(5, 000倍)を図3に示す。

実施例2 (複合難燃剤C-2)

合成例2で得られた粒子(A-2) 40重量部(100重量部)に対し、合成
5 例4で得られた粒子(B-1)を110重量部(275重量部)混合して、複合
難燃剤C-2を製造した。

比較例1 (樹脂組成物の製造)

ポリエチレン(PE) 100重量部に対して、合成例4で得られた粒子(B-
10 1)を150重量部添加して樹脂組成物を製造した。PEと水酸化マグネシウム
粒子はプラストミル(BRABENDER社製)を用いて150℃で熔融混練し、
得られた樹脂組成物をプレス成形(神藤金属社製、シンドー式SF型油圧プレ
ス)によって任意の厚さに加工、試験片を作成した。

試験片についてUL94の垂直試験法(1/8インチ)に従って難燃性試験を
15 行った。また得られた樹脂組成物についてJIS K7161に従って引張り伸
び率を測定した。これらの結果を表2に示す。

実施例3 (樹脂組成物の製造)

ポリエチレン(PE) 100重量部に対して、実施例1で得られた複合難燃剤
20 C-1を150重量部配合して樹脂組成物を製造した。混練方法、試験片作成方
法は比較例1と同様にした。

試験片についてUL94の垂直試験法(1/8インチ)に従って難燃性試験を
行った。また得られた樹脂組成物についてJIS K7161に従って引張り伸
び率を測定した。これらの結果を表2に示す。

25

実施例4 (樹脂組成物の製造)

ポリエチレン(PE) 100重量部に対して、実施例2で得られた複合難燃剤
C-2を150重量部配合して樹脂組成物を製造した。混練方法、試験片作成方

法は比較例 1 と同様にした。

試験片について U L 9 4 の垂直試験法（1／8 インチ）に従って難燃性試験を行った。また得られた樹脂組成物について J I S K 7 1 6 1 に従って引張り伸び率を測定した。これらの結果を表 2 に示す。

5

表 2

	配合比（重量部）			UL94V	引張り伸び率（%）
	PE	複合難燃剤			
		B-1	A-2		
比較例 1	100	150	—	規格外	20
実施例 3	100	120	30	V-0	16
実施例 4	100	110	40	V-1	18

水酸化マグネシウム（B）単独で V-0 規格を満たすためには、160 重量部以上の配合が必要である。しかし実施例 3～4 から分かるように、水酸化マグネシウム（A）と水酸化マグネシウム（B）とを併用することで、従来よりも少ない量で高い難燃効果を得られることが分かる。

10

実施例 3～4 および比較例 1 から分かるように、本発明の複合難燃剤を含有する樹脂組成物は、水酸化マグネシウム（B）を含有する樹脂組成物と同等の引張り伸び率を示す。

15

実施例 5（複合難燃剤 C-3）

合成例 3 で得られた粒子（A-3）30 重量部（100 重量部）に対し、合成例 4 で得られた粒子（B-1）を 120 重量部（400 重量部）混合して、複合難燃剤 C-3 を製造した。

20

実施例 6（複合難燃剤 C-4）

合成例 3 で得られた粒子（A-3）40 重量部（100 重量部）に対し、合成例 4 で得られた粒子（B-1）を 110 重量部（275 重量部）混合して、複合

難燃剤C-4を製造した。

比較例2（樹脂組成物の製造）

エチレン酢酸ビニルコポリマー（EVA、日本ユニカー社製）100重量部に
5 対して、シランカップリング剤（日本ユニカー社製）2重量部、ジクミルパーオ
キサイド（DCP、三井石油化学工業製）2重量部、ヒンダードフェノール系酸
化防止剤（チバガイギー社製）2重量部および合成例4で得られた粒子（B-
1）を150重量部添加して樹脂組成物を製造した。前述の原料をプラストミル
（BRABENDER社製）を用いて80℃で熔融混練し、得られた樹脂組成物
10 をプレス成形（神藤金属社製、シンドー式SF型油圧プレス）によって任意の厚
さに加工、試験片を作成した。

試験片について燃焼継続性を評価するため、ASTM D2863に従って酸素指数テストLOIを測定した。これらの結果を表3および図2に示す。

15 実施例5（樹脂組成物の製造）

エチレン酢酸ビニルコポリマー（EVA、日本ユニカー社製）100重量部に
対して、シランカップリング剤（日本ユニカー社製）2重量部、ジクミルパーオ
キサイド（DCP、三井石油化学工業製）2重量部、ヒンダードフェノール系酸
化防止剤（チバガイギー社製）2重量部および実施例5で得られた粒子（C-
20 3）を150重量部添加して樹脂組成物を製造した。混練方法、試験片作成方法
は比較例2と同様にした。

試験片について燃焼継続性を評価するため、ASTM D2863に従って酸素指数テストLOIを測定した。これらの結果を表3および図2に示す。

25 実施例6（樹脂組成物の製造）

エチレン酢酸ビニルコポリマー（EVA、日本ユニカー社製）100重量部に
対して、シランカップリング剤（日本ユニカー社製、A-172）2重量部、ジ
クミルパーオキサイド（DCP、三井石油化学工業製）2重量部、ヒンダードフ

エノール系酸化防止剤（チバガイギー社製、IRGANOX 1010）2重量部および実施例5で得られた粒子（C-4）を150重量部添加して樹脂組成物を製造した。混練方法、試験片作成方法は比較例2と同様にした。

- 試験片について燃焼継続性を評価するため、ASTM D2863に従って酸素指数テストLOIを測定した。これらの結果を表3および図2に示す。

表3

	配合比（重量部）						LOI
	EVA	A-172	DCP	IRGANOX1010	複合難燃剤		
					B-1	A-3	
比較例 2	100	2	2	2	150	－	39.5
実施例 5	100	2	2	2	120	30	42.0
実施例 6	100	2	2	2	110	40	44.0

発明の効果

- 10 本発明の複合難燃剤は、高アスペクト比を有する水酸化マグネシウム粒子（A）およびそれ以外の水酸化マグネシウム粒子（B）を一定割合で含有するので、樹脂に対し比較的少ない含有量で十分な難燃効果が達成される。また本発明の複合難燃剤は、樹脂中での分散性にも優れる。

請 求 の 範 囲

1. (i) 100重量部の、10～100nmの平均厚みを有し、2. 4 μ m以上の平均幅を有し、且つ20～120の平均アスペクト比を有する水酸化マグネシウム粒子 (A) および
- (ii) 100～900重量の、平均幅が1 μ m以下であり、20未満の平均アスペクト比を有する水酸化マグネシウム粒子 (B)、
を含有する複合難燃剤。
- 10 2. 100重量部の合成樹脂および50～200重量部の請求項1記載の複合難燃剤を含有する樹脂組成物。
3. 請求項2記載の樹脂組成物より形成された成形品。
- 15 4. 請求項2記載の樹脂組成物で被覆された難燃性電線ケーブル。