

明 細 書

発明の名称：タルク粉末、樹脂物性向上剤、樹脂組成物

技術分野

[0001] 本発明は、タルク粉末、樹脂物性向上剤、樹脂組成物に関する。

背景技術

[0002] 樹脂成形体を作製する際には、機械的強度等の物性向上を目的として、樹脂原料に種々の充填材が配合される。このような充填材としては、例えばタルクが汎用されている。タルクは造岩鉱物の中で最も柔らかく、劈開性をもち剥離しやすく、滑感にも富み、さらに化学的にも安定していることから、各種原料と混合して広く使われている。

[0003] タルクはその優れた汎用性から、プラスチック（樹脂）、製紙、化粧品、医薬、肥料、塗料、セラミックス等の幅広い分野で適用されている。例えば、タルクを配合した樹脂組成物は、自動車部品、家電製品部品又は事務機器部品等の各種の分野に広く使用されている。

[0004] 一方で、種々の分野における技術の高度化に伴い、材料設計の段階で高度な物性レベルを実現しようとする傾向が高まっている。汎用されているタルクについても、その本来有している有効な物性を引き出すべく、種々の改良がなされている。

[0005] 例えば、特許文献1では、平均一次粒子径0.1～10 μ mの粉末タルクを直に圧縮することなく脱気した後に圧縮して得られる顆粒状のタルクであって、嵩密度が0.6～0.94 g/cm³であり、かつ、破壊率が70～100重量%であるタルクが提案されている。

先行技術文献

特許文献

[0006] 特許文献1：特開2005-104794号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0007] しかし、特許文献1では、熱可塑性樹脂に添加して溶融混合する場合に、分散性に優れるかどうかについての検討はなされているが、樹脂物性（例えば、曲げ弾性率のような物性）を向上できるかどうかについての検討はなされていない。すなわち、材料設計の段階で高度な物性レベルを実現しようとするものとはいえない。

[0008] 以上から、本発明は、タルク粉末を添加して樹脂組成物とした際に、従来のタルク粉末を添加した場合より、その樹脂物性を向上させることができるタルク粉末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

[0009] 上記課題を解決すべく鋭意検討した結果、本発明者らは、下記本発明により当該課題を解決できることを見出した。すなわち、本発明は下記のとおりである。

[0010] [1] BET比表面積をA (m^2/g)とし、 $200\sim700^\circ\text{C}$ における熱重量示差熱分析による重量減少率をB (質量%)とした際のB/Aが、0.10以下であるタルク粉末。

[2] 前記BET比表面積が $3\sim20\text{m}^2/\text{g}$ である[1]に記載のタルク粉末。

[3] 嵩密度が $0.05\sim0.35\text{g}/\text{cm}^3$ である[1]又は[2]に記載のタルク粉末。

[4] メジアン径(D50)が $1\sim10\mu\text{m}$ である[1]～[3]のいずれか1つに記載のタルク粉末。

[5] [1]～[4]のいずれか1つに記載のタルク粉末を含む、樹脂物性向上剤。

[6] [1]～[4]のいずれか1つに記載のタルク粉末と樹脂とを含む樹脂組成物。

[7] [5]に記載の樹脂物性向上剤と樹脂とを含む樹脂組成物。

発明の効果

[0011] 本発明によれば、タルク粉末を添加して樹脂組成物とした際に、従来のタ

ルク粉末を添加した場合より、その樹脂物性を向上させることができるタルク粉末を提供することができる。

発明を実施するための形態

[0012] [タルク粉末]

本発明の一実施形態（本実施形態）に係るタルク粉末は、BET比表面積を A (m^2/g) とし、 $200\sim 700^\circ\text{C}$ における熱重量示差熱分析による重量減少率を B (質量%) とした際の B/A が、 0.10 以下でとなっている。

[0013] 上記の B/A が 0.10 以下となっているということは、従来のタルク粉末上に存在する水分量が非常に低いことを示す。つまり、タルク粉末の表面は疎水性が高まった状態になっていると推察でき、これにより樹脂との親和性が高まり、樹脂の物性（特に、弾性率）を向上させることができると考えられる。

B/A は、 $0.02\sim 0.09$ であることが好ましく、 $0.025\sim 0.085$ であることがより好ましい。

[0014] なお、熱重量示差熱分析による重量減少率 B は、例えば、公知の装置により、下記の方法で測定し求めることができる。

タルク粉末試料 7mg を示差熱天秤（例えば、（株）リガク社製、装置名：ThermoPlus2）に入れて昇温し（室温 $\sim 950^\circ\text{C}$ ）、その際、温度 200°C から 700°C までにおける重量減少率（質量%）を求める。昇温速度は $10^\circ\text{C}/\text{min}$ とする。測定雰囲気は窒素雰囲気とすることが好ましい。

[0015] 重量減少率 B (質量%) は、疎水性に起因する効果発現の観点から、 1.2 質量%以下が好ましく、 1 質量%以下がより好ましく、 0.7 質量%以下がさらに好ましい。下限は特に限定されないが、実際的には 0.05 質量%程度である。

[0016] 本実施形態に係る B/A を 0.10 以下とするには、例えば、通常のジェットミルによる粉碎条件よりも高温、高せん断力の条件にて、原料タルクを

粉碎することが好ましい。具体的には、後述するスチームジェットミルのような、流体エネルギーとして過熱水蒸気（飽和水蒸気、及び飽和水蒸気をさらに加熱した水蒸気）を用いた高温で、高せん断力を瞬間的に付与できる粉碎手段を用いて、温度、圧力等を調整して作製することが好ましい。

[0017] 本実施形態において、タルク粉末の嵩密度（固め）は、 $0.05 \sim 0.35 \text{ g/cm}^3$ であることが好ましく、 $0.10 \sim 0.30 \text{ g/cm}^3$ であることがより好ましく、 $0.13 \sim 0.28 \text{ g/cm}^3$ であることがさらに好ましい。 $0.05 \sim 0.35 \text{ g/cm}^3$ であることで、樹脂と混合した際により高い弾性率を得られやすくなる。

[0018] 上記のような嵩密度は、本実施形態のタルク粉末が非常に嵩高い状態にあることを示す。通常は、輸送等の取り扱い性を考慮して、嵩密度を高くすることを前提とし、タルク粉末の粒径やアスペクト比を最適なものに設計することが行われる。これに対して、本実施形態では、技術常識的に検討から排除されやすい「嵩密度の低い状態（＝非常に嵩高い状態）」に着目し、通常の技術常識にとらわれない着想で本発明に到達したものである。

[0019] ここで、嵩密度は、粉体特性評価装置（ホソカワミクロン（株）製パウダテストPT-X）を使用して測定した固め嵩密度にて求めることができる。測定条件は、目開き $710 \mu\text{m}$ の篩に試料を供給し、振幅 1.5 mm の振動により 100 cm^3 嵩密度測定用カップに被せたキャップの粉面位置が一定となるように試料を追加し、 180 回タッピングを行う。

[0020] また、本実施形態に係るタルク粉末のメジアン径（体積基準、 $D50$ ）は、樹脂と混合した際に高弾性率を得る観点から、 $1 \sim 10 \mu\text{m}$ であることが好ましく、 $1.5 \sim 9.5 \mu\text{m}$ であることがより好ましく、 $1.7 \sim 8.5 \mu\text{m}$ であることがさらに好ましい。また、 $D50$ は、 $2.3 \sim 8 \mu\text{m}$ であることが好ましく、 $2.3 \sim 7 \mu\text{m}$ であることがよりに好ましい。

[0021] ここで、メジアン径は、レーザー回折式粒度分布測定装置（（株）島津製作所製SALD-200VER）を使用して粒度分布を測定することにより、体積基準のメジアン径（ $D50$ ：小粒径側からの累積体積 50% における

粒子径)にて求めることができる。

[0022] 本実施形態のタルク粉末の比表面積 (BET比表面積) は、 $3 \sim 20 \text{ m}^2/\text{g}$ であることが好ましく、 $3 \sim 18 \text{ m}^2/\text{g}$ であることが好ましく、 $6.0 \sim 16.0 \text{ m}^2/\text{g}$ であることがより好ましく、 $6.5 \sim 15.0 \text{ m}^2/\text{g}$ であることがさらに好ましく、 $6.5 \sim 14.0 \text{ m}^2/\text{g}$ であることがよりさらに好ましい。

比表面積が $3 \sim 20 \text{ m}^2/\text{g}$ であることで、樹脂と混合した際に高弾性率を得ることができる。

ここで、比表面積は、比表面積・細孔分布測定装置 (マイクロトラック・ベル (株) 製 BELSORP MINI II) を使用して測定することにより、比表面積を求めることができる。試料調製として、真空乾燥機を使用して 100°C で 90 分間乾燥を行うことが好ましい。

[0023] 本実施形態に係るタルク粉末には、合成タルクよりも天然タルク (非合成タルク) であることが好ましい。合成タルクは、化学合成により作製されたタルクで、例えば、マグネシウム及びケイ素を含む原料を加圧下に高温で加熱する水熱合成法によって得られる。一方、天然タルクは天然に産出する鉱物である。天然タルクは、微量成分として炭酸カルシウムやドロマイト等を含有していることがある。このような微量成分は、樹脂に添加した際に耐衝撃性を改善する機能を発揮する。したがって、本実施形態に係るタルク粉末としては、天然タルク粉末が好ましい。

[0024] [タルク粉末の製造方法]

本実施形態に係るタルク粉末の製造方法は、原料タルクをスチームジェットミルで粉砕する粉砕工程を含む。

既述のとおり、スチームジェットミルを用いた粉砕処理は、粉砕用の流体エネルギーとして過熱水蒸気を用いているため、高せん断力を瞬間的に付与できる。そのため、流体エネルギーとして圧縮空気を用いた一般条件のジェットミルよりも、瞬間的に大きなせん断力が原料タルク粉末に作用することで、表面の水分が効率よく脱離し、良好な疎水性が発現する。そのため、樹

脂と混合して樹脂組成物とした際に、タルク粉末の本来有する物性向上効果が高いレベルで発現されやすくなると考えられる。

[0025] スチームジェットミルによる粉砕処理においては、例えば、スチームジェットミル粉砕の過熱水蒸気の温度（粉砕エリアに入る前の温度）を300～500℃とすることが好ましく、過熱水蒸気の圧力（粉砕圧力）をゲージ圧で、3.5～15.0MPaとすることが好ましい。

上記の範囲で適宜調整することで、既述のB/A、嵩密度、比表面積、平均粒径（D50）等を所望の範囲とすることができる。

なお、過熱水蒸気は市販のボイラー及びスーパーヒーター（蒸気過熱器）等で所望の温度で発生させることができる。

[0026] また、原料タルクのメジアン径 D_0 は、11～20 μm であることが好ましく、また、嵩密度は、0.5～2g/cm³であることが好ましい。これらの範囲にあることで、良好な粉砕効率が得られ、本実施形態に係るタルク粉末が得られやすくなる。

[0027] 以上のようにして得られたタルク粉末（粉砕タルク粉末）は、必要に応じて分級処理等を行って、種々の用途に適用することができる。

[0028] [樹脂物性向上剤]

本実施形態に係る樹脂物性向上剤は、本実施形態に係るタルク粉末を含む。当該樹脂物性向上剤を樹脂（例えば、後述する熱可塑性樹脂）と混合することで、その樹脂物性（特に弾性率）を向上させることができる。すなわち、樹脂（樹脂組成物を含む）添加用の樹脂物性向上剤として好適である。

[0029] 樹脂物性向上剤における本実施形態に係るタルク粉末の含有量は、その効果を十分に発揮させる観点から、90質量%以上であることが好ましく、95質量%以上であることが好ましく、100質量%であることがより好ましい。

[0030] 樹脂物性向上剤においては、例えば、シランカップリング剤、酸変性ポリマー（例えば、マレイン酸変性PP等）といった表面処理剤等が含まれていてもよい。

[0031] [樹脂組成物]

本実施形態に係る樹脂組成物は、既述の本実施形態のタルク粉末（又は、既述の本実施形態の樹脂物性向上剤）と樹脂とを含む。

樹脂としては、熱可塑性樹脂（便宜的に、熱可塑性エラストマーを含む）、熱硬化性樹脂、ゴム、セルロース系樹脂等が挙げられる。

[0032] 上記熱可塑性樹脂としては、ポリプロピレン、ポリエチレン、4-メチルペンテン-1樹脂、ポリブテン-1樹脂、エチレン-プロピレンランダム共重合体、エチレン-プロピレンブロック共重合体、プロピレン-1-ブテン共重合体、プロピレン-エチレン-ブテン-1共重合体、プロピレン-4-メチルペンテン共重合体、エチレン-ブテン-1共重合体、エチレン-ヘキセン共重合体、エチレン-ヘプテン共重合体、エチレン-オクテン共重合体、エチレン-4-メチルペンテン共重合体、エチレン-酢酸ビニル共重合体、エチレン-アクリル酸共重合体、エチレン-アクリル酸エステル共重合体、エチレン-メタクリル酸共重合体、エチレン-メタクリル酸エステル共重合体等のオレフィン系樹脂；スチレン単独重合体、アクリロニトリル・スチレン共重合体（AS樹脂）、アクリロニトリル・ブタジエン・スチレン共重合体（ABS樹脂）等のスチレン系樹脂；ポリ塩化ビニル、ポリ塩化ビニリデン；ポリテトラフルオロエチレン、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、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、エチレン・テトラフルオロエチレン共重合体、ポリクロロトリフルオロエチレン樹脂、ポリフッ化ビニリデン等のフッ素樹脂；ポリビニルアルコール；ナイロン6、ナイロン6, 6、ナイロン6, 10、ナイロン11、ナイロン12、ナイロン6, 12、ポリヘキサメチレンジアミンテレフタルアミド、ポリヘキサメチレンジアミンイソフタルアミド、キシレン基含有ポリアミド等のポリアミド系樹脂；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等のポリエステル系樹脂；ポリアクリル酸メチルやポリメタクリル酸メチル等のアクリル系樹脂；ポリオキシメチレンホモポリマー、ポリオキシメチレンコポリマー等のポリオキシメチレン系

樹脂；ポリカーボネート；ポリアセタール；ポリフェニレンエーテル；ポリエーテルスルホン；ポリエーテルケトン；液状ポリエステル等を挙げることができる。

[0033] 上記熱可塑性エラストマーとしては、ポリオレフィン系熱可塑性エラストマー、ポリスチレン系熱可塑性エラストマー、ポリエステル系熱可塑性エラストマー、ポリアミド系熱可塑性エラストマー、低結晶性1，2-ポリブタジエン系熱可塑性エラストマー、フッ素系熱可塑性エラストマー、塩素化ポリマー系熱可塑性エラストマー、イオン架橋熱可塑性エラストマー等を挙げることができる。

[0034] 上記熱硬化性樹脂としては、フェノール樹脂、尿素樹脂、メラミン樹脂、アルキド樹脂、熱硬化性アクリル樹脂、不飽和ポリエステル樹脂、ジアリルフタレート樹脂、エポキシ樹脂、熱硬化性シリコーン樹脂、熱硬化性ポリイミド、シクロペンタジエン由来の熱硬化性樹脂、芳香族ニトリル由来の熱硬化性樹脂；フラン樹脂、ケトン樹脂、キシレン樹脂、縮合多環芳香族を含む熱硬化性樹脂；等を挙げることができる。

[0035] 上記ゴムとしては、天然ゴム、スチレンブタジエンゴム、ブタジエンゴム、クロロプレンゴム、イソプレンゴム、イソブチレン-イソプレンゴム、ブチルゴム、エチレンプロピレンゴム、アクリロニトリルブタジエンゴム、ニトリルゴム、シリコーンゴム、フッ素ゴム、アクリルゴム、エピクロロヒドリンゴム等を挙げることができる。

[0036] 上記セルロース系樹脂としては、アセチルセルロース、アセチルプロピオニルセルロース、アセチルブチルセルロース、エチルセルロース、ニトロセルロース等を挙げることができる。

[0037] 本発明の一態様に係るタルク粉末の含有量は、樹脂組成物中の樹脂100質量部当たり、0.5～60質量部であることが好ましく、1～35質量部であることがより好ましい。

[0038] 本発明の一態様に係る樹脂組成物は、必要に応じて、酸化防止剤、熱安定剤、耐候性向上剤、離型剤、滑剤、顔料、染料、可塑剤、帯電防止剤、難燃

剤等の1種または2種以上を含有することができる。また、必要に応じて、本発明の一態様に係るタルク粉末以外のフィラーを含有させてもよい。かかるフィラーとしては、炭酸カルシウム、クレー、合成珪素、酸化チタン、カーボンブラック、硫酸バリウム、マイカ、ガラス繊維、ウイスキー、炭素繊維、炭酸マグネシウム、カオリン、グラファイト、二硫化モリブデン、酸化亜鉛等が挙げられる。

さらに、用途によっては、溶媒や分散媒を含有させて液状の樹脂組成物としてもよい。

[0039] 樹脂へのタルク粉末の配合、混練は、公知の方法を適用することができる。例えば、ポリプロピレンへの配合、混練には、一般に使用されている単軸混練押出機や二軸混練押出機等が利用できる。

また、本実施形態に係る樹脂組成物は、自動車内外装品、家電製品部品、事務機器部品等の種々の用途に使用することができる。

実施例

[0040] 次に、実施例により本発明を具体的に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

[0041] [タルク粉末]

メジアン径(D50)が $12.7\mu\text{m}$ 、嵩密度が $0.72\text{g}/\text{cm}^3$ の原料タルク(パキスタン産のタルクをローラーミルにより粗粉碎し、上記のD50とした)を、スチームジェットミル(以下、「s-JET」ということがある)及びジェットミルのそれぞれにより、表1に示す各メジアン径に粉碎した。

[0042] (1) スチームジェットミルによる粉碎条件

- ・装置は、Netzsch Trockenmahltechnik製スチーム・ジェットミルs-JET150を用いた。
- ・過熱水蒸気の温度(粉碎エリアに入る前の温度): 360°C
- ・粉碎圧力(ゲージ圧): 3.8MPa

なお、粒度調整は、スチームジェットミルに付随した分級機の回転数調整

により行った。

[0043] (2) ジェットミルによる粉砕条件

・装置は、ホソカワミクロン株式会社製カウンタジェットミルA F G 7 1 0 / 4 を用いた。粒度調整は、ジェットミルに付随した分級機の回転数調整により行った。

なお、 $D 5 0 = 2.2 \mu m$ の場合（比較例1）は、粉砕後に分級を行って調整した。

[0044] s-J E Tでは、嵩高い粉砕タルク粉末が得られた。一方で、ジェットミルでは、s-J E Tと同じ $D 5 0$ でみたときに、嵩の小さい粉砕タルク粉末が得られた。これは、通常条件のジェットミルだと粉砕の滞留時間が長いいため、せん断的な力だけでなく、等方的な力もタルクに作用するため、面剥離だけにとどまらず、さらなる粉砕が進行してしまったためと考えられる。

[0045] (樹脂組成物)

上記のようにして作製したタルク粉末を用いて作製した樹脂組成物の評価を下記のようにして行った。

[0046] 評価：曲げ弾性率

J I S K 7 1 7 1 に準じて曲げ弾性率を測定した。結果を表2に示す。

射出成型用金型（J I S K 7 1 7 1 タイプB 1）を用いて樹脂組成物の射出成形を行い、それによって得られた成形品（10 mm（幅）×4 mm（厚さ）×80 mm（長さ））をJ I S K 7 1 7 1 に準じて株式会社オートグラフA G-X p l u sで曲げ弾性率を評価した（温度：23℃、曲げ速度：2 mm／分）。

なお、成形品を構成する樹脂組成物の樹脂はポリプロピレン樹脂（サンアロマー株式会社P X-6 0 0 N）を用い、タルク粉末はポリプロピレン樹脂100質量部に対して20質量部とした。

[0047]

[表1]

		実施例			比較例			
		1	2	3	1	2	3	4
D50	μm	2.1	4.9	7.5	2.2	4.8	7.3	4.7
嵩密度 固め	g/cm^3	0.15	0.18	0.27	0.32	0.36	0.41	0.39
比表面積 A	m^2/g	13.5	8.0	7.1	14.0	9.9	8.0	9.8
重量減少率 B	%	0.40	0.58	0.60	1.50	1.66	1.70	1.68
B/A		0.03	0.07	0.08	0.11	0.17	0.21	0.17
曲げ弾性率	MPa	3770	3800	3690	3380	3470	3460	3386

[0048] 表 1 より、B/A が、0.10 以下である実施例 1～3 は、比較例 1～3 よりも樹脂物性を向上させることができた。すなわち、樹脂若しくは樹脂組成物添加用の樹脂物性向上剤として好適であるといえる。

請求の範囲

- [請求項1] B E T比表面積を A (m^2/g)とし、 $200\sim700^\circ\text{C}$ における熱重量示差熱分析による重量減少率を B (質量%)とした際の B/A が、 0.10 以下であるタルク粉末。
- [請求項2] 前記B E T比表面積が $3\sim20\text{m}^2/\text{g}$ である請求項1に記載のタルク粉末。
- [請求項3] 嵩密度が $0.05\sim0.35\text{g}/\text{cm}^3$ である請求項1に記載のタルク粉末。
- [請求項4] メジアン径 (D_{50}) が $1\sim10\mu\text{m}$ である請求項1に記載のタルク粉末。
- [請求項5] 請求項1～4のいずれか1項に記載のタルク粉末を含む、樹脂物性向上剤。
- [請求項6] 請求項1～4のいずれか1項に記載のタルク粉末と樹脂とを含む樹脂組成物。