

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B1)

(11) 特許番号

特許第5828950号  
(P5828950)

(45) 発行日 平成27年12月9日 (2015. 12. 9)

(24) 登録日 平成27年10月30日 (2015. 10. 30)

(51) Int. Cl. F I  
**CO8L 75/04 (2006.01)** CO8L 75/04  
**CO8K 3/00 (2006.01)** CO8K 3/00  
**CO8K 5/01 (2006.01)** CO8K 5/01

請求項の数 3 (全 13 頁)

<p>(21) 出願番号 特願2014-236691 (P2014-236691)                  (22) 出願日 平成26年11月21日 (2014. 11. 21)                  審査請求日 平成27年1月5日 (2015. 1. 5)                   早期審査対象出願</p>	<p>(73) 特許権者 391003624                  サンユレック株式会社                  大阪府高槻市道鶴町3丁目5番1号                  (74) 代理人 110000796                  特許業務法人三枝国際特許事務所                  (72) 発明者 凧 富夫                  大阪府高槻市道鶴町3丁目5番1号 サン                  ユレック株式会社内                  (72) 発明者 藤澤 豪                  大阪府高槻市道鶴町3丁目5番1号 サン                  ユレック株式会社内                  (72) 発明者 村上 康太郎                  大阪府高槻市道鶴町3丁目5番1号 サン                  ユレック株式会社内</p>
---	--

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 ポリウレタン樹脂組成物、封止材及び電気電子部品

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

イソシアネート基含有化合物と水酸基含有化合物とが反応してなるポリウレタン樹脂、無機充填剤及び石油系炭化水素を含有するポリウレタン樹脂組成物であって、  
 前記イソシアネート基含有化合物は、ポリイソシアネート化合物のイソシアヌレート変性体を含み、  
 前記無機充填剤の含有量は、ポリウレタン樹脂組成物100質量%に対して、50～85質量%であり、  
 前記石油系炭化水素の含有量は、ポリウレタン樹脂組成物100質量%に対して5～45質量%であり、  
 前記石油系炭化水素は、芳香族系炭化水素又はオレフィン系炭化水素である、  
 ことを特徴とするポリウレタン樹脂組成物。

【請求項2】

請求項1に記載のポリウレタン樹脂組成物からなる封止材。

【請求項3】

請求項2に記載の封止材を用いて樹脂封止された電気電子部品。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、ポリウレタン樹脂組成物、封止材及び電気電子部品に関する。

## 【背景技術】

## 【0002】

近年、電気電子部品の高密度化および高集積化が進み、各部品に対して、信頼性の向上が要求されている。特に、車のエンジンや、給湯器等に用いられる電気電子部品は、高温高湿環境下にあっても高い信頼性が要求される。

## 【0003】

これらの電気電子部品は、耐湿性を付与するために封止材により封止されており、封止材としてポリウレタン樹脂組成物が用いられている。このような封止材に用いられるポリウレタン樹脂組成物には、高温高湿耐久性が要求される。

## 【0004】

熱的耐久性を示すポリウレタン樹脂組成物として、例えば、特定の水酸基含有化合物、イソシアネート基含有化合物および無機充填剤(D)を含有するポリウレタン樹脂組成物であって、無機充填剤(D)の配合量は、ポリウレタン樹脂組成物に対して、50～95質量%であるポリウレタン樹脂組成物が提案されている(特許文献1参照)。

## 【0005】

しかしながら、特許文献1に記載のポリウレタン樹脂組成物は、可塑剤としてエステル系の可塑剤を用いることが記載されており、上述のような高温高湿環境下で用いられる電気電子部品の用途に用いられるポリウレタン樹脂組成物としては、高温高湿耐久性が十分でないという問題がある。

## 【0006】

また、高温環境下で用いられる電気電子部品に用いるポリウレタン樹脂組成物には、発火を抑制するために難燃性が要求されるところ、特許文献1では難燃性については検討されておらず、特許文献1のポリウレタン樹脂組成物は難燃性が十分でないという問題がある。

## 【0007】

更に、特許文献1ではポリウレタン樹脂組成物の硬化前の粘度については検討されておらず、塗布、成型する際の作業性については改善の余地がある。

## 【0008】

よって、高温高湿耐久性及び難燃性に優れ、且つ、作業性に優れたポリウレタン樹脂組成物の開発が求められている。

## 【先行技術文献】

## 【特許文献】

## 【0009】

【特許文献1】特許第5550161号公報

## 【発明の概要】

## 【発明が解決しようとする課題】

## 【0010】

本発明は、高温高湿耐久性及び難燃性に優れ、且つ、作業性に優れたポリウレタン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】

## 【0011】

本発明者は、鋭意研究を重ねた結果、イソシアネート基含有化合物と水酸基含有化合物とが反応してなるポリウレタン樹脂、無機充填剤及び石油系炭化水素を含有するポリウレタン樹脂組成物において、上記イソシアネート基含有化合物がポリイソシアネート化合物のイソシアヌレート変性体を含み、上記無機充填剤の含有量が特定の範囲である構成とすれば、上記目的を達成できることを見出し、本発明を完成するに至った。

即ち、本発明は、以下のポリウレタン樹脂組成物、封止材及び電気電子部品に関する。

1. イソシアネート基含有化合物と水酸基含有化合物とが反応してなるポリウレタン樹脂、無機充填剤及び石油系炭化水素を含有するポリウレタン樹脂組成物であって、

前記イソシアネート基含有化合物は、ポリイソシアネート化合物のイソシアヌレート変

10

20

30

40

50

性体を含み、

前記無機充填剤の含有量は、ポリウレタン樹脂組成物 100 質量% に対して、50 ~ 85 質量% である、

ことを特徴とするポリウレタン樹脂組成物。

2. 前記石油系炭化水素の含有量は、ポリウレタン樹脂組成物 100 質量% に対して 5 ~ 45 質量% である、項 1 に記載のポリウレタン樹脂組成物。

3. 前記石油系炭化水素は芳香族系炭化水素である、項 1 又は 2 に記載のポリウレタン樹脂組成物。

4. 項 1 ~ 3 のいずれかに記載のポリウレタン樹脂組成物からなる封止材。

5. 項 4 に記載の封止材を用いて樹脂封止された電気電子部品。

10

【発明の効果】

【0012】

本発明のポリウレタン樹脂組成物は、高温高湿耐久性及び難燃性に優れ、且つ、作業性に優れている。また、本発明の封止材も、上記ポリウレタン樹脂組成物からなるので、高温高湿耐久性及び難燃性に優れている。更に、本発明の電気電子部品は、上記封止材を用いて樹脂封止されているので、高温高湿環境下においても高い信頼性を示す。

【発明を実施するための形態】

【0013】

以下、本発明のポリウレタン樹脂組成物、封止材及び電気電子部品について詳細に説明する。

20

【0014】

本発明のポリウレタン樹脂組成物は、水酸基含有化合物とイソシアネート基含有化合物とが反応してなるポリウレタン樹脂を含有する。

【0015】

イソシアネート基含有化合物は、ポリイソシアネート化合物のイソシアヌレート変性体を含む。イソシアネート基含有化合物がポリイソシアネート化合物のイソシアヌレート変性体を含むことにより、ポリウレタン樹脂組成物が優れた耐熱性を示し、且つ、優れた難燃性を示す。

【0016】

上記ポリイソシアネート化合物のイソシアヌレート変性体としては、脂肪族ポリイソシアネート化合物、脂環族ポリイソシアネート化合物、芳香族ポリイソシアネート化合物および芳香脂肪族ポリイソシアネート化合物をイソシアヌレート変性したものが挙げられる。

30

【0017】

脂肪族ポリイソシアネート化合物としては、テトラメチレンジイソシアネート、ドデカメチレンジイソシアネート、ヘキサメチレンジイソシアネート (HDI)、2, 2, 4 - トリメチルヘキサメチレンジイソシアネート、2, 4, 4 - トリメチルヘキサメチレンジイソシアネート、リジンジイソシアネート、2 - メチルペンタン - 1, 5 - ジイソシアネート、3 - メチルペンタン - 1, 5 - ジイソシアネート等が挙げられる。

【0018】

脂環族ポリイソシアネート化合物としては、イソホロンジイソシアネート、水添キシリレンジイソシアネート、4, 4' - ジシクロヘキシルメタンジイソシアネート、1, 4 - シクロヘキサジイソシアネート、メチルシクロヘキシルジイソシアネート、1, 3 - ビス (イソシアネートメチル) シクロヘキサン等が挙げられる。

40

【0019】

芳香族ポリイソシアネート化合物としては、トリレンジイソシアネート、2, 2' - ジフェニルメタンジイソシアネート、2, 4' - ジフェニルメタンジイソシアネート、4, 4' - ジフェニルメタンジイソシアネート (MDI)、4, 4' - ジベンジルジイソシアネート、1, 5 - ナフチレンジイソシアネート、キシリレンジイソシアネート、1, 3 - フェニレンジイソシアネート、1, 4 - フェニレンジイソシアネート等が挙げられる。

50

## 【0020】

芳香脂肪族ポリイソシアネート化合物としては、ジアルキルジフェニルメタンジイソシアネート、テトラアルキルジフェニルメタンジイソシアネート、  
、  
、  
-テトラメチルキシレンジイソシアネート等が挙げられる。

## 【0021】

上記ポリイソシアネート化合物のイソシアヌレート変性体としては、脂肪族ポリイソシアネート化合物、脂環族ポリイソシアネート化合物、又は芳香族ポリイソシアネート化合物のイソシアヌレート変性体が好ましく、中でも、ヘキサメチレンジイソシアネート、又はジフェニルメタンジイソシアネートのイソシアヌレート変性体がより好ましい。

## 【0022】

上記ポリイソシアネート化合物のイソシアヌレート変性体は、単独で用いてもよいし、2種以上を混合して用いてもよい。

## 【0023】

ポリイソシアネート化合物のイソシアヌレート変性体を含むイソシアネート基含有化合物の市販品としては、コロネート HX (商品名 HDI系イソシアヌレート 日本ポリウレタン社製)、デュラネート TLA-100 (商品名 HDI系イソシアヌレート)等が挙げられる。

## 【0024】

イソシアネート基含有化合物には、上記ポリイソシアネート化合物のイソシアヌレート変性体の他に、他のイソシアネート基含有化合物を含んでいてもよい。他のイソシアネート基含有化合物の例としては、上述の脂肪族ポリイソシアネート化合物、脂環族ポリイソシアネート化合物、芳香族ポリイソシアネート化合物および芳香脂肪族ポリイソシアネート化合物等が挙げられ、また、これらのポリイソシアネート化合物や、これらのアロファネート変性体が挙げられる。

## 【0025】

本発明のポリウレタン樹脂組成物において、用いられるイソシアネート基含有化合物の量は、ポリウレタン樹脂組成物を100質量%として1~30質量%が好ましく、4~20質量%がより好ましい。イソシアネート基含有化合物の含有量が多過ぎるとポリウレタン樹脂組成物が硬化不良を生じるおそれがあり、少な過ぎると硬化したポリウレタン樹脂組成物の高温高湿耐久性が低下するおそれがある。

## 【0026】

本発明のポリウレタン樹脂組成物において、用いられる水酸基含有化合物としては、特に限定されず、ポリウレタン樹脂組成物において従来ポリオール成分として用いられているものを各種使用することが可能である。上記ポリオール成分としては、例えば、ポリブタジエンポリオール、エチレングリコール、1,3-プロパンジオール、1,2-プロパンジオール、2メチル1,3-プロパンジオール、1,4-ブタンジオール、1,3-ブタンジオール、1,4ペンタンジオール、1,5-ペンタンジオール、1,6-ヘキサジオール、1,5-ヘキサジオール、1,2-ヘキサジオール、2,5-ヘキサジオール、オクタンジオール、ノナンジオール、デカンジオール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、ジプロピレングリコール、シクロヘキサジオール、トリメチロールプロパン、グリセリン、2-メチルプロパン-1,2,3-トリオール、1,2,6-ヘキサントリオール、ペンタエリスリット、ポリラクトンジオール、ポリラクトントリオール、エステルグリコール、ポリエステルポリオール、ポリエーテルポリオール、ポリカーボネートポリオール、アクリルポリオール、シリコーンポリオール、フッ素ポリオール、ポリテトラメチレングリコール、ポリプロピレングリコール、ポリエチレングリコール、ポリカプロラクトンポリオール、水酸基含有液状ポリイソプレンの水素化物、水酸基含有液状ポリブタジエンの水素化物等が挙げられる。

## 【0027】

上記ポリオール成分の中でも、ポリブタジエンポリオールを用いることが好ましい。上記ポリブタジエンポリオールとしては、例えば、1,4結合を60~90モル%、及び1

10

20

30

40

50

、2結合を10～40モル%有するポリブタジエンからなる繰り返し単位を有し、繰り返し数は10～14であり、両末端に水酸基を有するポリオールが挙げられる。

【0028】

上記ポリブタジエンポリオールの分子量は、800～4800であることが好ましく、1200～3000であることがより好ましい。

【0029】

上記ポリオール成分としては、また、ひまし油系ポリオールを用いることができる。上記ひまし油系ポリオールとしては、ひまし油、又はひまし油誘導体等が挙げられる。

【0030】

上記ひまし油誘導体としては、ひまし油脂肪酸；ひまし油又はひまし油脂肪酸に水素付加した水素化ひまし油；ひまし油とその他の油脂のエステル交換物；ひまし油と多価アルコールの反応物；ひまし油脂肪酸と多価アルコールとのエステル化反応物；これらにアルキレンオキサイドを付加重合したもの等が挙げられる。

【0031】

上記ひまし油系ポリオールとしては、水素化ひまし油を用いることが好ましい。

【0032】

上記ポリオール成分は、ポリブタジエンポリオール、及びひまし油系ポリオールを含んでいてもよい。この場合、ポリブタジエンポリオールと、ひまし油系ポリオールとの配合比は、ポリブタジエンポリオールと、ひまし油系ポリオールとの総量を100質量%として、(ポリブタジエンポリオール)：(ひまし油系ポリオール) = 90：10質量%～50：50質量%であることが好ましく、90：10質量%～70：30質量%であることがより好ましい。上記配合比のポリオール成分を用いると、ポリイソシアネート成分との相溶性に優れ、また、ポリウレタン樹脂組成物の粘度が低くなり、より作業性に優れた特性を示すことができる。

【0033】

上記ポリオール成分の市販品としては、出光興産化学株式会社製水酸基含有液状ポリブタジエン Poly bd (登録商標) R-15HT (商品名)、R-45HT (商品名)等が挙げられる。

【0034】

本発明のポリウレタン樹脂組成物において、用いられる水酸基含有化合物の量は、ポリウレタン樹脂組成物を100質量%として、5～40質量%が好ましく、10～40質量%がより好ましい。水酸基含有化合物の含有量が多過ぎると硬化不良を生じるおそれがあり、少な過ぎると得られるポリウレタン樹脂組成物の耐熱性が低くなるおそれがある。

【0035】

本発明のポリウレタン樹脂組成物は、上記イソシアネート基含有化合物と、上記水酸基含有化合物とのNCO/OH比が0.6～2.0であることが好ましく、0.7～1.5であることがより好ましい。NCO/OH比が小さ過ぎるとポリウレタン樹脂組成物の耐熱性が低下するおそれがある。NCO/OH比が大き過ぎるとポリウレタン樹脂組成物が硬化不良を生じるおそれがある。

【0036】

本発明のポリウレタン樹脂組成物は、無機充填剤を含む。上記無機充填剤としては特に限定されないが、従来公知の無機充填剤を用いることができる。このような無機充填剤としては、例えば、アルミナ、水酸化アルミニウム、窒化アルミニウム、窒化ホウ素、水酸化マグネシウム、酸化マグネシウムである。これらのうち、放熱性に優れることから、アルミナ、酸化マグネシウム、窒化アルミニウム、窒化ホウ素、ゼオライト等が挙げられるが、難燃性に優れる点で、水酸化アルミニウム、水酸化マグネシウム等の金属水和化合物が好ましい。

【0037】

本発明のポリウレタン樹脂組成物において、無機充填剤の含有量は、ポリウレタン樹脂組成物100質量%に対して50～85質量%である。無機充填剤の含有量が50質量%

10

20

30

40

50

より少ないと、ポリウレタン樹脂組成物が難燃性に劣る。無機充填剤の量が85質量%を超えるとポリウレタン樹脂組成物の製造時の混合粘度が高くなり、作業性が低下する。

【0038】

本発明のポリウレタン樹脂組成物は、石油系炭化水素を含有する。石油系炭化水素は、ガソリン・重油・軽油等の石油由来の炭化水素である。石油系炭化水素としては、パラフィン系炭化水素、オレフィン系炭化水素、ナフテン系炭化水素、芳香族系炭化水素が挙げられる。

【0039】

パラフィン系炭化水素は、分子式 $C_n H_{2n+2}$ で示される飽和鎖状化合物である。本発明のポリウレタン樹脂組成物に用いられるパラフィン系炭化水素の市販品としては、例えば、ダイアナプロセスオイルPW-32（商品名 出光興産社製）等が挙げられる。

10

【0040】

オレフィン系炭化水素は、二重結合を有する鎖状炭化水素であり、例えば、分子内に二重結合が1個存在する場合は $C_n H_{2n}$ の一般式で示される。本発明のポリウレタン樹脂組成物に用いられるオレフィン系炭化水素の市販品としては、例えば、DURASYN（登録商標）170 Polyalphaolefins（商品名 イネオスオリゴマーズジャパン社製）等が挙げられる。

【0041】

ナフテン系炭化水素は、1分子中に少なくとも1個の飽和環（ナフテン環）を含む炭化水素であり、シクロペンタン、シクロヘキサン等が挙げられる。本発明のポリウレタン樹脂組成物に用いられるナフテン系炭化水素の市販品としては、例えば、SUN No. 6 INSULATING OIL（商品名 日本サン石油社製）等が挙げられる。

20

【0042】

芳香族系炭化水素は、1分子中に少なくとも1個の芳香族環を含む炭化水素であり、ベンゼンを基本構造とする芳香族化合物が挙げられる。より具体的には、ベンゼンおよびベンゼンに側鎖のついた単環化合物が挙げられるが、2環、3環の多環縮合芳香族化合物や、芳香族環とナフテン環の両方を含む化合物も挙げられる。本発明のポリウレタン樹脂組成物に用いられる芳香族炭化水素としては、ベンゼン、ナフタレン等が挙げられる。また、本発明のポリウレタン樹脂組成物に用いられる芳香族系炭化水素の市販品としては、例えば、ダイアナプロセスオイルAC-460（商品名 出光興産社製）等が挙げられる。

30

【0043】

本発明のポリウレタン樹脂組成物に用いる石油系炭化水素としては、水酸基含有化合物との相溶性に優れる点で、芳香族系炭化水素、ナフテン系炭化水素が好ましく、芳香族系炭化水素がより好ましい。

【0044】

石油系炭化水素の含有量は、ポリウレタン樹脂組成物100質量%に対して0.1~45質量%が好ましく、5~45質量%がより好ましく、5~30質量%が更に好ましい。石油系炭化水素が少な過ぎるとポリウレタン樹脂組成物の相溶性が低下するおそれがある。

【0045】

本発明のポリウレタン樹脂組成物は、上記イソシアネート基含有化合物と水酸基含有化合物とが反応してなるポリウレタン樹脂、無機充填剤、及び石油系炭化水素の他に、可塑剤を含有していてもよいが、より高い高温高湿耐久性を示すことができる点で、可塑剤を含有しないことが好ましい。本発明のポリウレタン樹脂組成物が可塑剤を含有する場合、可塑剤の含有量の上限は、ポリウレタン樹脂組成物を100質量%として20質量%が好ましく、15質量%がより好ましい。

40

【0046】

可塑剤としては、例えば、ジオクチルフタレート、ジイソニルフタレート、ジウンデシルフタレート等のフタル酸エステル、ジオクチルアジペート、ジイソニルアジペート等のアジピン酸エステル、メチルアセチルリシノレート、ブチルアセチルリシノレート、

50

アセチル化リシノール酸トリグリセリド、アセチル化ポリリシノール酸トリグリセリド等のひまし油系エステル、トリオクチルトリメリテート、トリイソノニルトリメリテート等のトリメリット酸エステル、テトラオクチルピロメリテート、テトライソノニルピロメリテート等のピロメリット酸エステル等が挙げられる。これらのうち、トリメリット酸エステルがより好ましい。

【0047】

本発明のポリウレタン樹脂組成物は、また、リン酸エステル系難燃剤を含有していてもよい。リン酸エステル系難燃剤としては、リンを含有する難燃剤であれば特に限定されないが、例えば、トリメチルホスフェート(TMP)、トリエチルホスフェート(TEP)、トリフェニルホスフェート(TPP)、トリクレジルホスフェート(TCP)、トリキシレニルホスフェート(TXP)、クレジルジフェニルホスフェート(CDP)、クレジルジ2,6-キシレニルホスフェート等の非ハロゲン酸エステル；芳香族縮合リン酸エステル等の非ハロゲン縮合リン酸エステル等が挙げられる。中でも、トリクレジルホスフェート、トリキシレニルホスフェートが好ましい。

10

【0048】

リン酸エステル系難燃剤の含有量は、ポリウレタン樹脂組成物100質量%に対して15~40質量%が好ましく、20~35質量%がより好ましい。本発明のポリウレタン系樹脂組成物のリン酸エステル系難燃剤の含有量が多過ぎると高温高湿耐久性が低下するおそれがあり、少な過ぎると十分な難燃性を示せないおそれがある。

【0049】

本発明のポリウレタン樹脂組成物には、触媒、酸化防止剤、吸湿剤、防黴剤、シランカップリング剤等、必要に応じて各種の添加剤を添加することができる。

20

【0050】

触媒としては特に限定されないが、ウレタン樹脂組成物に用いられる従来公知の触媒を用いることができる。このような触媒としては、ジオクチル錫ジラウレート、ジブチル錫ジラウレート、ジオクチル錫ジアセテート等の錫触媒；オクチル酸鉛、オクテン酸鉛、ナフテン酸鉛等の鉛触媒；オクチル酸ビスマス、ネオデカン酸ビスマス等のビスマス触媒、ジエチレントリアミン等のアミン系触媒等が挙げられる。また、上記触媒としては、有機金属化合物、金属錯体化合物等を用いてもよい。

【0051】

これらの添加剤の使用量は、その使用目的に応じて、ポリウレタン樹脂組成物の所望の特性を阻害することのないように、通常の添加量と同定の範囲から適宜決定すればよい。

30

【0052】

本発明のポリウレタン樹脂組成物が硬化前の液状である場合、その粘度は500~200000mPa・sが好ましく、500~100000mPa・sがより好ましい。粘度を上記範囲とすることにより、本発明のポリウレタン樹脂組成物が、より高い作業性を示すことができる。なお、本明細書において、硬化前のポリウレタン樹脂組成物の粘度は、以下に示す測定方法により測定される値である。すなわち、水酸基含有化合物を含む成分を調製してB成分とし、混合機(商品名：あわとり練太郎、シンキ-社製)を用いて2000rpmで3分混合した後23に調整する。また、別途イソシアネート基含有化合物を含む成分を調製してA成分とし、23に調整する。次いで、B成分にA成分を添加して、上記混合機を用いて2000rpmで60秒間混合する。混合開始から2分後の混合液の粘度をBH型粘度計を用いて測定し、硬化前のポリウレタン樹脂組成物の粘度の測定値とする。

40

【0053】

本発明のポリウレタン樹脂組成物を製造する方法としては特に限定されず、ポリウレタン樹脂組成物を製造する方法として用いられる従来公知の方法により製造することができる。

【0054】

このような製造方法としては、例えば、イソシアネート基含有化合物を含む成分を調製

50

してA成分、水酸基含有化合物を含む成分を調製してB成分とし、A成分とB成分とを混合することにより反応させてポリウレタン樹脂として、当該ポリウレタン樹脂を含有するポリウレタン樹脂組成物を製造する方法が挙げられる。

【0055】

上記A成分がイソシアネート基含有化合物を含有し、上記B成分が水酸基含有化合物を含有していれば、他の成分は、A成分又はB成分のどちらに含有されていてもよい。中でも、B成分に無機充填剤が含まれている構成が好ましい。このような構成とすることにより、無機充填剤に含まれる水分とポリイソシアネート基含有化合物が反応することによるポリウレタン樹脂の硬化不良を抑制することができる。

【0056】

上記A成分及びB成分の構成の組み合わせとしては、具体的には、A成分がイソシアネート基含有化合物のみを含有し、B成分が水酸基含有化合物、無機充填剤、石油系炭化水素、並びに、必要に応じて可塑剤、リン酸エステル系難燃剤、及び、上述の添加剤を含有する構成、A成分がイソシアネート基含有化合物及びリン酸エステル系難燃剤を含有し、B成分が、水酸基含有化合物、無機充填剤、石油系炭化水素、並びに、必要に応じて可塑剤、及び、上述の添加剤を含有する構成が好ましい。このような構成とすることにより、A成分及びB成分が液安定性に優れる。また、より具体的には、A成分がイソシアネート基含有化合物、可塑剤を含有し、B成分が水酸基含有化合物、リン酸エステル系難燃剤、無機充填剤、石油系炭化水素を含有する構成、A成分がイソシアネート基含有化合物、石油系炭化水素、リン酸エステル系難燃剤、可塑剤及び無機充填剤を含有し、B成分が水酸基含有化合物、可塑剤を含有する構成であってもよい。また、イソシアネート基含有化合物及び水酸基含有化合物以外は、A成分及びB成分に含まれず、別途C成分として調製され、添加されてもよい。

【0057】

ポリウレタン樹脂組成物は、硬化前の液状であってもよいし、硬化していてもよい。ポリウレタン樹脂組成物を硬化させる方法としては、上記A成分及びB成分を混合することにより、イソシアネート基含有化合物と水酸基含有化合物とを反応させてポリウレタン樹脂とすることによりポリウレタン樹脂組成物を経時的に硬化させる方法が挙げられるが、加熱により硬化させてもよい。この場合、加熱温度は40～120程度が好ましく、加熱時間は、0.1～2.4時間程度が好ましい。

【0058】

本発明は、また、上記ポリウレタン樹脂組成物からなる封止材でもある。上記ポリウレタン樹脂組成物からなる封止材は、高温高湿耐久性及び難燃性に優れ、且つ、作業性に優れているので、高温高湿環境下で使用される電気電子部品や、発熱を伴う電気電子部品等に好適に使用することができる。このような電気電子部品としては、トランスコイル、チョークコイル及びリアクトルコイル等の変圧器や機器制御基盤、各種センサー等が挙げられる。このような電気電子部品も、本発明の一つである。本発明の電気電子部品は、電気洗濯機、便座、湯沸し器、浄水器、風呂、食器洗浄機、電動工具、自動車、バイク等に用いることができる。

【実施例】

【0059】

以下に実施例及び比較例を示して本発明を具体的に説明する。但し、本発明は実施例に限定されない。

【0060】

実施例、及び比較例に使用する原料を下記に示す。

- ・水酸基含有化合物：ポリブタジエンポリオ-ル 商品名；Poly bd R-15HT（出光興産社製）
- ・無機充填剤1：水酸化アルミニウム 商品名；ハイジライト H-32（昭和電工社製）
- ・無機充填剤2：水酸化アルミニウム 商品名；ハイジライト H-42（昭和電工社製）
- ・石油系炭化水素1：芳香族系炭化水素 商品名；ダイアナプロセスオイルAC-460（出光

10

20

30

40

50



興産社製)

- ・石油系炭化水素 2 : ナフテン系炭化水素 商品名 ; SUN No.6 INSULATING OIL (日本サン石油社製)
- ・石油系炭化水素 3 : オレフィン系炭化水素 商品名 ; DURASYN(登録商標)170 Polyalpha olefins(デュラシン 170) (イネオスオリゴマ - ズ ジャパン社製)
- ・可塑剤 : ジウンデシルフタレ - ト 商品名 ; サンソサイザー-DINP (新日本理化社製)
- ・触媒 : ジオクチル錫ジラウレ - ト 商品名 ; ネオスタンU-810 (日東化成社製)
- ・酸化防止剤 : 商品名 ; イルガノックス1010 (チバスペシャリティ - ケミカルズ社製)
- ・イソシアネート基含有化合物 : HDI系イソシアヌレート 商品名 ; デュラネ - ト TLA-100 (旭化成ケミカルズ社製)

10

【0061】

(ポリウレタン樹脂組成物の調製)

表1に示すB剤の配合の原料を、加熱、冷却、減圧装置を備えた反応釜に投入し、100、10mmHg以下の圧力で2時間かけて脱水し、ポリオール成分(B剤)を調製した。

【0062】

ポリイソシアネート成分として、上記原料のイソシアネート基含有化合物を用意して、A剤とした。

【0063】

表1に示す配合量で、B剤にA剤を加えて攪拌し、脱泡して混合することによりポリウレタン樹脂組成物を得た。B剤とA剤との混合は、ポリオール成分(B剤)を23に調整し、続いて23に調整したポリイソシアネート成分(A剤)を添加し、自転・公転ミキサー(あわとり練太郎、シンキー社製)を用いて、回転数2000rpmで1分間攪拌することにより行った。

20

【0064】

なお、A剤とB剤との配合比率は、ポリイソシアネート成分中のイソシアネート基1当量に対してポリオール成分中の活性水素が1当量となるように調製した。

【0065】

(試験片の作成)

130×130×1.5mmの成型用型A、および内径30mm、高さ10mmの成型用型Bに、調製したポリウレタン樹脂組成物を注入した。それぞれを60で16時間加熱した後、室温で1日放置して硬化させ、試験片A及びBを調製した。調製した試験片A及びBを用い、以下に示す方法で相溶性、高温高湿耐久性、及び難燃性の試験を行った。

30

【0066】

以上のように調製した実施例及び比較例のポリウレタン樹脂組成物を用いて、下記の試験を行った。

【0067】

作業性

硬化前のポリウレタン樹脂組成物の粘度を、以下に示す測定方法により測定した。すなわち、水酸基含有化合物を含む成分を調製してB成分とし、混合機(商品名:あわとり練太郎、シンキー社製)を用いて2000rpmで3分混合した後23に調整した。また、別途イソシアネート基含有化合物を含む成分を調製してA成分とし、23に調整した。次いで、B成分にA成分を添加して、上記混合機を用いて2000rpmで60秒間混合した。混合開始から2分後の混合液の粘度をBH型粘度計を用いて測定し、硬化前のポリウレタン樹脂組成物の粘度を測定した。測定された粘度に基づいて、下記評価基準に従って作業性を評価した。

40

: 粘度が120000mPa・s未満

: 粘度が120000~200000mPa・s

x: 粘度が200000mPa・sを超える

【0068】

50

硬化物外観（相溶性）

硬化後のポリウレタン樹脂組成物である試験片Bの表面状態を目視で観察し、下記評価基準に従って相溶性を評価した。

：表面に液滴及び曇りが見られない

：液滴は殆ど確認できないが、若干曇りが生じている

×：表面から液滴が生じている（ブリードアウト発生）

【0069】

高温高湿耐久性1

硬化後のポリウレタン樹脂組成物である試験片Bを用いて、151、100%RH 5気圧/200時間の条件でプレッシャークッカー試験を行った。プレッシャークッカー試験後の外観を目視で観察し、下記評価基準に従って高温高湿耐久性1を評価した。

：形状が保持されている

×：形状が保持されていない、又は、膨れあがっている

【0070】

高温高湿耐久性2

硬化後のポリウレタン樹脂組成物である試験片Bを用いて、151、100%RH 5気圧/200時間の条件でプレッシャークッカー試験を行った。プレッシャークッカー試験後の硬度（タイプA）をJIS K6253に従って測定し、プレッシャークッカー試験前の硬度に対するプレッシャークッカー試験後の硬度の割合（%）を算出して硬度保持率とし、下記評価基準に従って高温高湿耐久性2を評価した。

：硬度保持率が40%以上

×：硬度保持率が40%未満

【0071】

放熱性

調製したポリウレタン樹脂組成物を6cm×12cm×1cmの金型に流し込み、60、16時間の条件で硬化させた後に脱型し、更に23で24時間放置することにより熱伝導率測定用の試験片を調製した。調製した試験片を用いて、京都電子機器社製 QTM-500により熱伝導率を測定し、下記評価基準に従って放熱性を評価した。

：熱伝導率が0.6W/m・k以上

×：熱伝導率が0.6W/m・k未満

【0072】

難燃性

硬化後のポリウレタン樹脂組成物である試験片Aを用いて難燃性試験を行った。試験は、米国のUnderwriters Laboratories, Inc.により制定された燃焼試験規格（UL94）に基づいて行った。下記評価基準に従って難燃性を評価した。

：V-0

：V-2

×：HB

【0073】

結果を表1に示す。

【0074】

10

20

30

40

## 【表 1】

配合(質量%)	実施例 1	実施例 2	実施例 3	実施例 4	実施例 5	実施例 6	比較例 1	比較例 2	比較例 3
	ポリオール成分(B剤)								
ポリブタジエンポリオール	17.8	17.1	15.7	15.1	17.1	17.1	18.6	17.1	27.6
無機充填剤1	56.9	54.3	50.2	48.2	54.3	54.3	59.6	54.3	38.6
無機充填剤2	14.2	13.6	12.5	12.1	13.6	13.6	14.9	13.6	9.7
石油系炭化水素1	4.5	8.6	15.7	18.9					13.8
石油系炭化水素2					8.6				
石油系炭化水素3						8.6			
可塑剤								8.6	
触媒	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03
酸化防止剤	0.47	0.47	0.47	0.47	0.47	0.47	0.47	0.47	0.47
ポリイソシアネート成分(A剤)									
イソシアレート変性体	6.1	5.9	5.4	5.2	5.9	5.9	6.4	5.9	9.5
合計	100	100	100	100	100	100	100	100	100
NCO/OH比	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
作業性	○	○	○	○	○	○	×	○	○
硬化物外観	○	○	○	○	△	○	○	○	○
高温高湿耐久性1	○	○	○	○	○	○	○	×	○
高温高湿耐久性2	○	○	○	○	○	○	○	×	○
放熱性	○	○	○	○	○	○	○	○	×
難燃性(U.L)	○	○	○	○	○	○	○	○	×

## 【産業上の利用可能性】

## 【0075】

本発明のポリウレタン樹脂組成物は、高温高湿耐久性及び難燃性に優れ、且つ、作業性に優れている。このため、電気製品等の分野で利用が可能である。

## 【要約】

【課題】高温高湿耐久性及び難燃性に優れ、且つ、作業性に優れたポリウレタン樹脂組成

10

20

30

40

50

物を提供することを目的とする。

【解決手段】イソシアネート基含有化合物と水酸基含有化合物とが反応してなるポリウレタン樹脂、無機充填剤及び石油系炭化水素を含有するポリウレタン樹脂組成物であって、

前記イソシアネート基含有化合物は、ポリイソシアネート化合物のイソシアヌレート変性体を含み、

前記無機充填剤の含有量は、ポリウレタン樹脂組成物 100 質量% に対して、50 ~ 85 質量% である、

ことを特徴とするポリウレタン樹脂組成物。

【選択図】 なし

---

フロントページの続き

審査官 大木 みのり

- (56)参考文献 特開平11-140219(JP,A)  
特表平11-503181(JP,A)  
特表2013-533898(JP,A)  
特表2013-533332(JP,A)  
特表2004-512403(JP,A)  
特表平05-505634(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C08L	1/00	- 101/14
C08K	3/00	- 13/08
C09K	3/10	- 3/12