(19)日本国特許庁(JP)　(12)特　許　公　報(B2)　(11)特許番号

特許第4335443号
(P4335443)

(45)発行日　平成21年9月30日(2009.9.30)　(24)登録日　平成21年7月3日(2009.7.3)

(51)Int.Cl.		F I	
C08L 77/00	(2006.01)	C08L	77/00
C08L 25/18	(2006.01)	C08L	25/18
C08L 67/00	(2006.01)	C08L	67/00
C08L 33/24	(2006.01)	C08L	33/24

請求項の数 12　(全 12 頁)

(21)出願番号	特願2000-534608 (P2000-534608)
(86)(22)出願日	平成11年3月2日(1999.3.2)
(65)公表番号	特表2002-505365 (P2002-505365A)
(43)公表日	平成14年2月19日(2002.2.19)
(86)国際出願番号	PCT/NL1999/000109
(87)国際公開番号	WO1999/045070
(87)国際公開日	平成11年9月10日(1999.9.10)
審査請求日	平成18年2月23日(2006.2.23)
(31)優先権主張番号	1008443
(32)優先日	平成10年3月2日(1998.3.2)
(33)優先権主張国	オランダ(NL)

(73)特許権者　503220392
ディーエスエム　アイピー　アセッツ　ビー．ブイ．
オランダ国，　６４１１　ティーイー　ヘーレン，　ヘット　オーバールーン　１
(74)代理人　100094318
弁理士　山田　行一
(74)代理人　100123995
弁理士　野田　雅一
(74)代理人　100128381
弁理士　清水　義憲

最終頁に続く

(54)【発明の名称】電子用途のための高融点ポリアミド組成物

(57)【特許請求の範囲】

【請求項１】

（ａ）少なくとも２８０℃の融点を有するポリアミド２０～６０重量％、
（ｂ）２３０℃より低い融点を有し、かつポリエステル、コポリエステルおよびポリアミドよりなる群から選択される熱可塑性ポリマー１～２０重量％、
（ｃ）３００℃で１０分間加熱したとき、高々２００ｐｐｍの無機塩素、および高々３５０ｐｐｍの無機臭素を発生する臭素含有スチレンポリマー５～３０重量％、
（ｄ）（ｃ）の難燃活性を支持する化合物０～１５重量％、
（ｅ）無機強化材５～５０重量％、および
（ｆ）酸イミド基を含む化合物を有する他の添加剤０．５～２０重量％
を含み、（ａ）～（ｆ）の合計が１００重量％であるポリアミド組成物。

【請求項２】

（ａ）少なくとも２８０℃の融点を有するポリアミド２３～５５重量％、
（ｂ）２３０℃より低い融点を有し、かつポリエステル、コポリエステルおよびポリアミドよりなる群から選択される熱可塑性ポリマー２～１５重量％、
（ｃ）３００℃で１０分間加熱したとき、高々２００ｐｐｍの無機塩素、および高々３５０ｐｐｍの無機臭素を発生する臭素含有スチレンポリマー８～２５重量％、
（ｄ）（ｃ）の難燃活性を支持する化合物２～１２重量％、
（ｅ）無機強化材１０～４５重量％、および
（ｆ）酸イミド基を含む化合物を有する他の添加剤０．５～１０重量％

を含み、（ａ）～（ｆ）の合計が１００重量％であるポリアミド組成物。
【請求項３】
高融点ポリアミド（ａ）がコポリアミドであり、前記コポリアミドが、脂肪族－脂環式コポリアミドおよび脂肪族－芳香族コポリアミドよりなる群から選択されることを特徴とする、請求項１記載のポリアミド組成物。
【請求項４】
高融点ポリアミド（ａ）が、脂肪族、脂環式または芳香族ジアミンおよび脂肪族、脂環式または芳香族ジカルボン酸から誘導される主鎖中の繰り返し単位で構成される、あるいはラクタムの開環によって得られる、あるいはそれらの組み合わせによって得られるポリアミドよりなる群から選択されることを特徴とする、請求項１記載のポリアミド組成物。
【請求項５】
高融点ポリアミド（ａ）が、脂肪族ホモポリアミド、脂肪族－脂環式コポリアミドおよび脂肪族－芳香族コポリアミドよりなる群から選択されることを特徴とする、請求項４記載のポリアミド組成物。
【請求項６】
高融点ポリアミドの融点が２８０～３２０℃であることを特徴とする、請求項１～５のいずれか１項記載のポリアミド組成物。
【請求項７】
ポリマー（ｂ）が脂肪族ポリアミドであり、その鎖中の脂肪族Ｃ原子：アミド基の数の比が少なくとも６であることを特徴とする、請求項１～６のいずれか一項に記載のポリアミド組成物。
【請求項８】
化合物（ｄ）が無機化合物よりなる群から選択されることを特徴とする、請求項１～７のいずれか１項記載のポリアミド組成物。
【請求項９】
化合物（ｄ）が酸化アンチモンまたはアンチモン酸ナトリウムであることを特徴とする、請求項８記載のポリアミド組成物。
【請求項１０】
酸イミド基を含む少なくとも１個の化合物が（ｆ）として存在することを特徴とする、請求項１～９のいずれか１項記載のポリアミド組成物。
【請求項１１】
酸イミド基を含む化合物がスチレンマレイミドコポリマーであることを特徴とする、請求項１０記載のポリアミド組成物。
【請求項１２】
電気または電子部品を製造するための請求項１～１１のいずれか１項記載の組成物の使用方法。
【発明の詳細な説明】
【０００１】
【発明の属する技術分野】
本発明は、いわゆるリフローはんだ付けプロセス中に非常に高い温度にさらされることを伴うプリント配線回路のためのいわゆる表面取付け技術（ＳＭＴ）において使用される電気および電子部品の製造に特に適するポリアミド組成物に関する。使用される高温は、特に、赤外線照射または熱空気循環または両方の組み合わせによって得られる。
【０００２】
【従来の技術】
部品の機械的完全性が、２６０℃より上に上昇し得る高温で保持されるべきであることは言うまでもない。ＳＭＴ部品において高融点ポリアミド組成物を使用するための様々な理由がある。
【０００３】
これらの組成物は一般に、繊維強化物質、しばしばガラス繊維および難燃性を促進する物

質を含む。

【０００４】

高融点ポリアミドからＳＭＴ部品を製造するために必要な、３００℃以上の非常に高い加工温度の観点から、難燃剤の化学的安定性の点で高い要求が満たされるべきであり、特に、その活性が、混入されたハロゲンに基づくところの難燃剤が適する。臭素含有スチレンポリマーが非常にしばしば適用される。

【０００５】

実際、特に熱帯的条件下では、高融点ポリアミド由来のＳＭＴ部品がリフローはんだ付けされるとき、はんだ付けされた部品の表面に外乱現象であるふくれ形成が生じる。この現象は、ポリアミドが水を容易に吸収し、吸収された水は、部品の温度が例えば赤外線照射によって非常に短時間で例えば２６０℃に上昇すると、部品中で爆発的に膨張するという事実に起因する。従って、多くの研究が、水の吸収の低下をねらいとしている。例えば、特開昭６３－１９５９５０８は、部品をプリント配線回路板に取り付ける前に、部品を乾燥させて０．８重量％未満の水含量にすることを勧めている。しかし、これは、追加の作業および特別の保管輸送を必要とし、一方、部品の乾燥と取付けとの間はほんの短時間でなければならない。取付けプロセスを妨害する因子は、かなり逆効果である。

【０００６】

非極性ポリマーまたは低い水吸収能を有するポリマーを混入することにより、使用される組成物、特に脂肪族ポリアミド－４．６の水吸収能を低下させる試みも行われている。このために、特に、芳香族ポリエステル、例えばポリブチレンテレフタレート（特開平０３－１９０９６２）、長い炭素鎖を有する無定形脂肪族ポリアミド、例えばポリアミド－１２、無定形芳香族ポリアミド、例えばポリアミド－６．６／６．Ｔ（特開平０６－０６５５０２）、および芳香族ポリスルホン（特開平０５－２３９３４４）が使用されている。これらの組成物から製造された部品の機械的特性に対するマイナスの効果が時々あることの他に、得られた組成物はいずれも、全ての製造条件下でふくれ問題に対する十分な解決となることを示さなかった。

【０００７】

特に、９０％相対湿度および３５℃の熱帯的条件下では、組成物の水吸収能をかなり減少させたとしても、多くの場合において、まだなお、ふくれが生じることが分かっている。

【０００８】

【発明が解決しようとする課題】

本発明の目的は、赤外線または熱空気循環によるリフローはんだ付けプロセス中のふくれに対して一層より大きい耐性を示す、ＳＭＴに適する電気および電子部品において使用するためのポリアミド組成物である。本発明は、特に、０．８重量％より高い水含量にもかかわらず、上記のリフローはんだ付けプロセスにおいて電気および電子部品に加工された場合に、ふくれを生じないポリアミド組成物を目的とする。

【０００９】

【課題を解決するための手段】

この目的は、下記の組成物により達成される。

１．（ａ）少なくとも２８０℃の融点を有するポリアミド２０～６０重量％、
（ｂ）２３０℃より低い融点を有し、かつポリエステル、コポリエステルおよびポリアミドよりなる群から選択される熱可塑性ポリマー１～２０重量％、
（ｃ）３００℃で１０分間加熱したとき、高々２００ｐｐｍの無機塩素、および高々３５０ｐｐｍの無機臭素を発生する臭素含有スチレンポリマー５～３０重量％、
（ｄ）（ｃ）の難燃活性を支持する化合物０～１５重量％、
（ｅ）無機強化材５～５０重量％、および
（ｆ）酸イミド基を含む化合物を有する他の添加剤０．５～２０重量％
を含み、（ａ）～（ｆ）の合計が１００重量％であるポリアミド組成物。

２．（ａ）少なくとも２８０℃の融点を有するポリアミド２３～５５重量％、
（ｂ）２３０℃より低い融点を有し、かつポリエステル、コポリエステルおよびポリアミ

ドよりなる群から選択される熱可塑性ポリマー２～１５重量％、
（ｃ）３００℃で１０分間加熱したとき、高々２００ｐｐｍの無機塩素、および高々３５０ｐｐｍの無機臭素を発生する臭素含有スチレンポリマー８～２５重量％、
（ｄ）（ｃ）の難燃活性を支持する化合物２～１２重量％、
（ｅ）無機強化材１０～４５重量％、および
（ｆ）酸イミド基を含む化合物を有する他の添加剤０．５～１０重量％
を含み、（ａ）～（ｆ）の合計が１００重量％であるポリアミド組成物。

【００１０】

【発明の実施の形態】

ポリアミド（ａ）は、ホモポリアミドまたはコポリアミドのいずれかであり、ジアミンおよびジカルボン酸から誘導される繰り返し単位で構成することができ、または、ラクタムの開環によって得られ得る。

【００１１】

適するジアミンは、脂肪族ジアミン、脂環式ジアミンおよび芳香族ジアミンである。例として、テトラメチレンジアミン、ヘキサメチレンジアミン、２－メチルペンタメチレンジアミン（２ＭＰ）、１，４－シクロヘキサンジアミン（ＣＨＤＡ）、１，４－フェニレンジアミン（ＰＤＡ）およびｐ－キシリレンジアミン（ＰＸＤＡ）が挙げられる。適するジカルボン酸は、脂肪族、脂環式および芳香族ジカルボン酸である。例としては、アジピン酸、ピメリン酸、１，４－シクロヘキサンジカルボン酸（ＣＨＤＣ）、テレフタル酸（Ｔ）およびイソフタル酸（Ｉ）が挙げられる。適するホモポリアミドおよびコポリアミドとしては、ポリアミド４．６、ポリアミド－４．Ｔ、ポリアミド－４．６／４．Ｔ、ポリアミド－６．６／６．ＣＨＤＣ、ポリアミド６．６／６．Ｔ、ポリアミド－６／６．６／６Ｔおよびポリアミド－６Ｔ／６Ｉ／２ＭＰＴが挙げられる。これらのポリアミドのいくつかは、種々の商標で市販されている。ポリアミドは、モノマー成分または対応するナイロン塩から出発する重縮合によって得られ得る。当業者に公知のこれらの方法は、特に、Encyclopaedia of polymer science and engineering, Vol.11. p.315 ff (1988), ISBN 0-471-80943-8 (v.11)およびそこに引用されている文献に記載されている。

【００１２】

好ましくは、２８０～３４０℃の融点を有するポリアミドが選択される。より高い温度では、構成成分の安定性が一般に不十分であり、とりわけ射出成形による加工処理は、技術的問題を呈する。

【００１３】

好ましくは、融点は、２８０～３２０℃である。ポリアミドのより高い分子量によって、ふくれ挙動および機械的特性の両方が好ましい影響を受ける。当業者は、なおも容易に処理され得る、最も高い可能な重合度を有するポリアミドを使用することを目指すであろう。

【００１４】

熱可塑性ポリマー（ｂ）の場合は、原則として、２３０℃より下の融点を有する任意のポリマーが選択され得る。しかし、組成物の良好な物理的特性を保持するためには、少なくともある程度、ポリアミド（ａ）と相溶性であるポリマーが好ましい。この理由のため、例えばポリオレフィンは、ポリマー（ｂ）としての使用にはあまり適さないが、ポリアミドとの相溶性を改善する極性基が導入されるように、ポリオレフィンが例えば無水マレイン酸によるグラフト化により変性されると、ポリオレフィンを適用することができる。同じことが、特にカルボン酸、アミンおよびエポキシ基による変性によってポリアミドとの相溶性がより良好になる他の非極性ポリマーに当てはまる。好ましくは、融点が２２０℃より低く、さらに好ましくは２００℃より低い。

【００１５】

特に適するのは、ポリエステル、コポリエステルおよびポリアミドである。エステルの例は、ポリブチレンテレフタレート、ポリエチレンテレフタレート、ポリカーボネートおよびコポリエーテルエステル、例えばポリブチレンテレフタエートおよびポリテトラヒドロ

フランから誘導されるコポリエステルである。適するポリアミドは、ポリアミド６、ポリアミド８、ポリアミド１１およびポリアミド１２である。好ましくは、その鎖中の脂肪族Ｃ原子：アミド基の比が、少なくとも６、より好ましくは少なくとも８である。

【００１６】

好ましくは、成分（ｂ）は、（ａ）のマトリックスに非常に良く分散される。最良の効果は、固体状の組成物中の成分（ｂ）の分散された粒子の平均断面が、粒子の少なくとも９０％に関して３μｍ未満、好ましくは１μｍ未満である場合に得られる。

【００１７】

ハロゲン含有有機化合物（ｃ）は、ポリアミドのための難燃剤として使用されるハロゲン含有有機化合物よりなる群から選択される。この群から公知の最良のものは、ハロゲン含有ポリマーである。高い加工温度および比較的低分子量の生成物のより高い揮発性故にこれらの温度で出現し得る複雑さの観点から、ポリマー状のハロゲン含有化合物が好ましく、そのうち、臭素含有物が最も広く入手可能であり、引き起こされる環境上の問題が最も少ない。

【００１８】

高い加工温度では、より低い分子量のハロゲン含有化合物は一般に、非常に高い蒸気圧を有し、しばしばブリードアウトを示す。従って、分子量M_wは、好ましくは＞２５，０００であり、より好ましくは＞３０，０００であり、一方、その場合は加工性が問題になるので、一般に分子量は１００，０００を超えない。

【００１９】

３００℃に加熱すると高々５０ｐｐｍの無機塩素および高々３５０ｐｐｍの無機臭素を発生する、ハロゲン含有ポリマー、特に臭素含有スチレンポリマーの使用は、特開平０８－２０８９７８から公知である。該特許では、無機塩素または臭素による型の劣化および電気的腐食という悪影響を防ぐために、同様の臭素含有ポリスチレン化合物が使用される。生じ得る低い無機ハライド含量の、ふくれ現象およびポリマー（ｂ）との組み合わせに対する好ましい効果については何ら言及されていない。

【００２０】

成分（ｃ）としての使用に適する臭素含有ポリマー状難燃剤の製造は、とりわけ、ＷＯ－Ａ－９１／１３９１５、米国特許第５３６９２０２号および特開平０５－２８７０１４に記載されている。

【００２１】

３００℃に加熱したときに発生する無機塩素および臭素含量は、窒素流中の成分（ｃ）の秤量された量を加熱し、この窒素流を過酸化水素の希釈溶液（１％）に通すことにより容易に測定され得る。ここで、無機塩素および臭素は、該希釈溶液に吸収され、次いで、例えばイオンクロマトグラフィーまたは他の標準的な方法によって測定される。この測定では、サンプルは３００℃で１０分間保持され、細かく分割された形状で存在する。

【００２２】

高い加工温度でポリマー組成物が使用される場合、上記の最大量の無機塩素および臭素が、３２０℃での加熱が生じる場合のみに発生するのが有利であり、３４０℃の温度でのみ発生するとさらに有利である。

【００２３】

組成物の難燃性は、成分（ｄ）の存在によってされに改善され得る。原則として、これは、ハロゲン含有難燃剤化合物（ｂ）との相乗効果を有する任意の物質であり得る。非常に高い加工温度の観点から、好ましくは無機化合物がこのために使用され得る。例としては、金属酸化物、例えば酸化アンチモンおよびアルカリ土類金属の酸化物、金属水酸化物、例えば水酸化マグネシウムおよび水酸化アルミニウム、ヒドロキシカーボネートおよびリンまたはホウ素含有化合物が挙げられる。酸化アンチモンおよびアンチモン酸ナトリウムがしばしば使用される。

【００２４】

必要とされる剛性のために、組成物は一般に、強化繊維物質、例えばガラス繊維を含む。

強化繊維物質の長さおよび直径は、広い範囲内で変わり得る。例えば長さは６０～６００μであり、直径は１～２０μである。他の強化フィラー、例えば板状の強化物質、例えばマイカ、タルクおよび粘土が存在してもよい。好ましくは、これらの強化物質は、十分分散された形状で存在する。

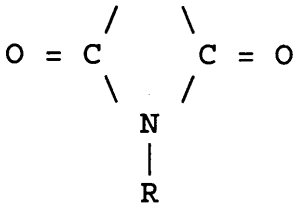
【００２５】

組成物はさらに、慣用の添加剤、例えば、高温、ＵＶ光および加水分解の影響に対する安定剤、加工助剤、例えば離型剤および流れ促進剤、着色剤および顔料および靭性改善剤を含み得る。

【００２６】

驚いたことに、下記式に従う酸イミド基を含む化合物も組成物に存在すると、さらに良好なふくれ耐性が得られることが分かった。

【化１】



［式中、ＲはH、または１～１２個の炭素原子を有するアルキル、アリール、アルカリルもしくはアラルキルから選択される基である。］

【００２７】

かかる化合物の例は、スチレンマレイミドコポリマー、ポリエーテルイミドおよびイミド化されたポリアクリレートである。好ましくはスチレンマレイミドコポリマー（ＳＭＩ）である。これは市販されており、例えば、スチレンマレイン酸コポリマー（ＳＭＡ）のイミド化により製造されるDenka　SMI（商標）（DenkiKagaku Kogyo K.K.）が挙げられる。

【００２８】

非常に驚いたことに、ＳＭＡを添加すると、ふくれに対する正の効果が存在しない。

【００２９】

更なる利点は、組成物中に合計でより少ない難燃性成分で十分であるように酸イミド含有化合物を添加することにより難燃性が改善され、それは機械的特性に好ましい効果を及ぼすということである。

【００３０】

種々の成分が組成物に存在し得る割合は、広い範囲内で変わり、一部は、望ましい機械的特性によって決定される。一般に、組成物は下記の範囲内にある。ここで、％は全組成物に関する重量％として表される。

２０～６０重量％、好ましくは２３～５５重量％の（ａ）
１～２０重量％、好ましくは２～１５重量％の（ｂ）
５～３０重量％、好ましくは８～２５重量％の（ｃ）
０～１５重量％、好ましくは２～１２重量％の（ｄ）
５～５０重量％、好ましくは１０～４５重量％の（ｅ）
０～２０重量％、好ましくは０～１５重量％の（ｆ）

【００３１】

酸イミド基を含む組成物を使用すると、その含量は一般に、０．５～２０重量％、好ましくは１～１０重量％、さらに好ましくは１～５重量％である。

【００３２】

酸イミド基を含む組成物の活性は、一部は、酸イミド基含量に依存する。

【００３３】

本発明を下記実施例および比較例を参照して説明する。明らかなように、本発明はこれらに限定されるものではなく、種々の成分、特に（ａ）、（ｂ）および（ｃ）は、同様の特性を示す物質によって簡単に置き換えられ得る。

【００３４】

種々の添加の効果の比較をできる限り厳密に保つために、全ての実施例において、特に断らない限り、同じ種類のガラス繊維、０．５重量％の離型剤および０．３３重量％の熱酸化安定剤を使用した。

【００３５】

個々の成分を乾燥させた後、組成物を、ＺＳＫ２５二軸スクリュ押出機により製造した。使用される投入法は特性の絶対レベルに影響を及ぼす。しかし、本出願での実施例および比較例は、特に断らない限り、全て同じ方法で行なわれた。

【００３６】

組成物から、試験棒を、Arburg CMD 射出成形機により製造した。溶融温度は、高融点ポリアミドの融点に依存して、３１０～３５０℃であった。

【００３７】

使用された物質は以下の通りであった。

（ａ）１．STANYL（商標）KS200：低分子量ポリアミド４．６（DSM（オランダ国）製）

２．STANYL（商標）KS300：中分子量ポリアミド４．６（DSM製）

３．AMODEL（商標）AF1113：芳香族コポリアミド６．６／６．Ｉ／６．Ｔ（Amoco（米国）製）

４．AMODEL（商標）AF4133：芳香族コポリアミド６．６／６．Ｔ（Amoco（米国）製）

５．Arlene（商標）CH230：芳香族コポリアミド６．６／６．Ｔ（Mitsui（日本）製）

６．Grivory（商標）HTVS－3X2V0：６．６／６．Ｔ（EMS（スイス国）製）

７．Grivory（商標）HTV－4X2V0：６．６／６．Ｔ

（ｂ）１．ポリブチレンテレフタレート（t_m＝２２５℃）

２．ポリアミド－１１：Rilsan（商標）B MNO（Elf Atochem（フランス国）製）（t_m＝１８５℃）

３．ポリアミド－１２：X－1988（Huls（ドイツ国）製）（t_m＝１８０℃）

４．ポリエーテルスルホン：Victrex（商標）3600（ICI（英国）製）（t_g＝１７９℃）

（ｃ）１．Pyro－check（商標）68 PB：臭素化ポリスチレン（Ferro（米国）製）（３２０℃で無機Ｃｌ＝７３０ｐｐｍおよびＢｒ＝７６０ｐｐｍ）

２．PDBS（商標）80：ポリジブロモスチレン（Great Llakes(米国）製）（Ｃｌ＝３ｐｐｍおよびＢｒ＝７４ｐｐｍ）

（ｄ）Sb_2O_3：三酸化アンチモン

（ｅ）ガラス繊維：直径１０μｍ、長さ３ｍｍ

（ｆ）ＳＭＩ：Denka（商標）SMI MS－NA（Denki Kagaku（日本）製）

【００３８】

引張試験は、ＡＳＴＭ　Ｄ－６３８に従って行なわれた。

【００３９】

難燃性は、ＵＳ　Underwriters　Laboratoryの方法（ＵＬ９４）に従って測定された。試験棒の厚さは０．８ｍｍであった。

【００４０】

水の吸収を、規定された環境にさらしたときの試験棒の重量増加に基づいて測定した。

【００４１】

実験の最初のシリーズを、下記組成物を用いて行った。

実施例Ｉ～Ｖ

比較例Ａ～Ｆ（表１を参照）

ふくれ試験のための試験棒の状態調整を、８０℃および９５％相対湿度で１時間行った。リフローはんだ付け耐性の尺度として、熱空気－ＩＲ兼備のリフローはんだ付け装置において、最初のふくれが試験プレート上に生じたときの温度を使用した。このために、試験

プレートを１５０℃で６０秒間予熱し、次いで規定温度で２０秒間保持した。後者の温度は、試験プレートの表面上で測定される。

【表１】

表　1

	成分(a) 重量%	成分(b) 重量%	成分(c) 重量%	成分(d) Sb_2O_3 重量%	成分(e) ガラス繊維 重量%	引張強度 MPa	UL-94	水含量 重量%	ふくれ温度 °C
比較例A	43.3 (a.2.)	0.0	19.5 (c.1.)	6.1	31.2	208	V-O	2.4	249
比較例B	43.3 (a.2.)	0.0	19.5 (c.2.)	6.1	31.2	179	V-O	2.2	252
比較例C	30.3 (a.2.)	13.1 (b.2.)	19.8 (c.1.)	6.2	30.6	168	V-O	1.8	237
比較例D	25.1 (a.2.)	10.8 (b.2.)	17.9 (c.1.)	5.6	40.6	173	V-O	1.5	220
比較例E	33 (a.2.)	8 (b.1.)	19 (c.1.)	5	35	194	V-O	1.8	245
比較例F	33 (a.2.)	8 (b.4.)	19 (c.1.)	5	35	194	V-O	1.6	245
実施例I	30.3	13.1	19.8	6.0	30.8	140	V-O	2.1	270

	成分 (a) 重量％	成分 (b) 重量％	成分 (c) 重量％	成分 (d) Sb_2O_3 重量％	成分 (e) ガラス繊維 重量％	引張強度 MPa	UL-94	水含量 重量％	ふくれ温度 ℃
	(a.2.)	(b.2)	(c.2.)						
実施例 II	30.3 (a.2.)	13.1 (b.3.)	19.8 (c.2.)	6.0	30.8	139	V-O	2.0	270
実施例 III	25.1 (a.2.)	10.8 (b.2.)	18.9 (c.2.)	5.5	39.7	162	V-O	1.9	270
実施例 IV	33 (a.2.)	8 (b.1.)	19 (c.2.)	5	35	190	V-O	1.8	255
実施例 V	33 (a.2.)	8 (b.4.)	19 (c.2)	5	35		V-O	1.6	255

ふくれ挙動に対するポリアミド－１１および－１２の効果は、本発明にかかる組成物ではほとんど同じである。しかし、難燃剤（ｃ．２）と組み合わせたポリブチレンテレフタレートおよびポリエーテルスルホンの効果は、水吸収に対してかなり効果があるにもかかわ

らず、比較的小さい。
恐らく説明は、実施例ＩおよびＩＶの組成物の電子顕微鏡写真において明らかであるように、高融点ポリアミド中の低融点ポリアミドのはるかに良好な分散に見出され得る。ポリアミド－１１相は、その粒子の少なくとも９０％が３μｍ未満の直径を有して分散する。ポリブチレンテレフタレート粒子は、はるかに粗い寸法を有する。
【００４２】
実施例ＶＩおよび比較例ＧおよびＨ
これらは、多数の他の高融点コポリアミドに関する本発明に係る組成物の利点を示す。０．４：０．６のモル比を有するコポリアミド６．６／６．Ｔを、３．０の相対粘度（H_2SO_4中で測定）を伴って合成した。このコポリアミドを使用して、実施例ＶＩおよび比較例Ｇの組成物を製造した。これらの組成物を用いて製造された試験棒の状態調整を種々の時間行った後、ふくれ耐性を測定した。ふくれ実験に使用された試験棒を、３５℃および９０％の相対湿度で種々の時間保持した後、ふくれを、種々の温度で、ＩＲリフローの条件下および熱空気循環リフローの条件下で測定した。図１および図２は各々、熱空気オーブンおよび赤外線照射オーブン中での試験の代表的な温度プロファイルを示す。温度は、試験棒の表面上の３箇所で測定された。これは、２個の棒について生じたふくれの数のカウントを伴った。さらに、多数の試験棒の水含量を、種々の状態調整期間後に測定した。試験棒は、長さ１１５ｍｍ、幅１２ｍｍおよび厚さ０．８ｍｍであった。
比較例Ｈとして、市販の組成物であるAmodel AF 1133 VONTを包含させた。これらの組成物の吸収された水含量は、ポリアミドの芳香族性に基づいて予想され得るように、比較的低い。
にもかかわらず、１０日間状態調整した後、２６０℃でのＩＲリフローの条件下での比較例Ｇの組成物および比較例Ｈの市販の組成物は、かなりの度合のふくれを示すように思われる。すなわち、２個の試験棒について５０より多くのふくれがカウントされる。比較例Ｇでは、５日間の状態調整の後にすでに何らかのふくれが生じる。本発明に係る組成物は、２０日間の状態調整の後もふくれを何ら示さない。
組成物は、３３～３５重量％のガラス繊維を含む。実施例ＶＩおよび比較例Ｇでは、９重量％のポリアミド－１１も存在した。
実施例ＶＩでは、ＰＤＢＳ（商標）８０が使用され、他の実験では、Pyrocheck（商標）６８ＰＢが使用された。難燃剤の量は、組成物のＢｒ含量が全ての場合において同じであるように選択された（比較例Ｈの組成物での１３．７重量％のPyrocheck（商標）６８ＰＢに基づく）。
【００４３】
実施例ＶＩＩおよびＶＩＩＩ
実施例IIIの組成物におけるＰＤＢＳ８０（成分（ｃ．２））の一部を、イミド化されたＳＭＡ（ＳＭＩ）２．８重量％によって置き換えた（実施例ＶＩＩ）。次いで、実施例IIIの組成物から試験棒を射出成形し（現実施例ＶＩＩＩ）、実施例ＶＩおよび比較例ＧおよびＨに記載された方法でそのふくれ挙動の試験を行った。
実施例ＶＩＩの組成物は、２６０℃での熱空気循環オーブン条件下および赤外線照射条件下共に、１０日間の状態調整を行った後ですら何らふくれを示さなかった。
実施例III（実施例ＶＩＩＩ）の組成物は、５日間の状態調整の後でのみ、ＩＲリフロー条件下でふくれを生じ始めた。
ＵＬ－９４試験では、両方の組成物とも、Ｖ－０分類を満たした。ＳＭＩが存在する実施例ＶＩＩの組成物は、第一回目の火炎接触の後も第二回目の後も、滴りを何ら生じなかった。この現象は、ＳＭＩを含まない組成物の第二回目の火炎接触のときに生じた。
更なる試験は、ＳＭＩの存在下でのＵＬ－９４　Ｖ－０分類の実現に必要な難燃剤のＳＭＩを含む総量が、ＳＭＩの不存在下の場合よりも少ないことを示した。
【００４４】
【図面の簡単な説明】
【図１】　熱空気オーブン中での試験の代表的な温度プロファイルを示す。

【図２】　赤外線照射オーブン中での試験の代表的な温度プロファイルを示す。

【図１】

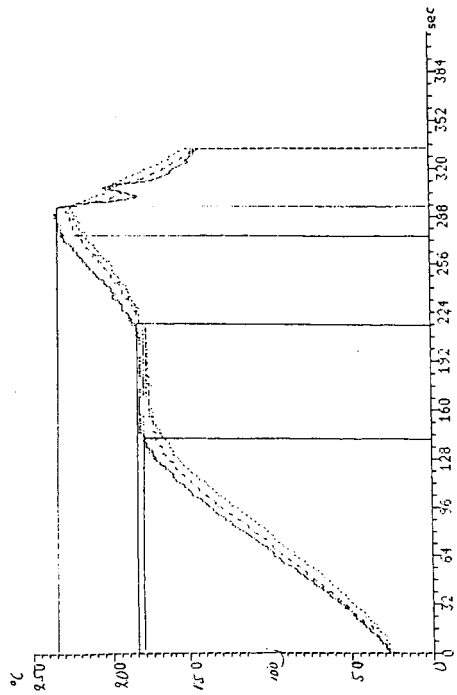


FIG. 1

【図２】

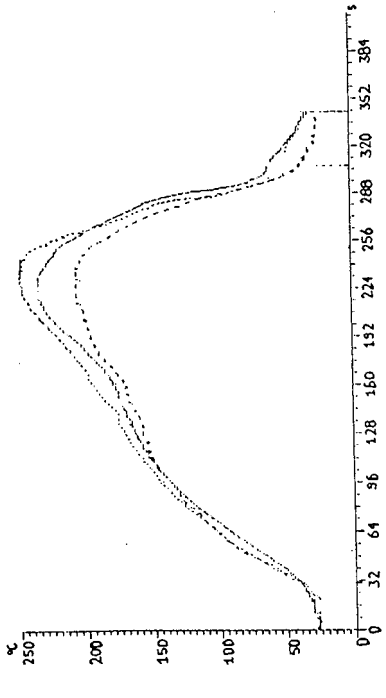


FIG. 2

フロントページの続き

(72)発明者 ハベニス，フベルタス，ゲラルダス，ヨゼフ
オランダ国， ６４６１ シービー ケルクラデ， クルーステルラデストラート ５９
(72)発明者 ソウル，ウィルフェルムス，ヨゼフス，マリア
オランダ国， ６２２９ エイチピー マーストリヒト， プラーグラーン １１０
(72)発明者 ティッセン，ヨハネス
オランダ国， ６１７６ イーゼット ベーク， メレルストラート １６
(72)発明者 レーウウェンダル，ロバート，マーテン
イギリス国， ギルドフォード ジーユー２ ５アールキュー， プリーストレイ ロード １７０

審査官 渡辺 陽子

(56)参考文献 特開平１０－０７７４０４（ＪＰ，Ａ）
特開平０８－００３３２７（ＪＰ，Ａ）
特開平０８－２８３５７１（ＪＰ，Ａ）
特開平０９－２７９０２３（ＪＰ，Ａ）
特開平０７－１９６８７５（ＪＰ，Ａ）
特開平０６－３２９８５３（ＪＰ，Ａ）

(58)調査した分野(Int.Cl.，ＤＢ名)
C08L