

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4353565号  
(P4353565)

(45) 発行日 平成21年10月28日(2009.10.28)

(24) 登録日 平成21年8月7日(2009.8.7)

(51) Int.Cl.		F I	
CO8L 77/00	(2006.01)	CO8L 77/00	
CO8J 3/20	(2006.01)	CO8J 3/20	CFGB
CO8K 3/10	(2006.01)	CO8K 3/10	
CO8K 3/16	(2006.01)	CO8K 3/16	
CO8K 7/14	(2006.01)	CO8K 7/14	

請求項の数 6 (全 11 頁)

(21) 出願番号 特願平10-363987  
 (22) 出願日 平成10年12月22日(1998.12.22)  
 (65) 公開番号 特開2000-186199(P2000-186199A)  
 (43) 公開日 平成12年7月4日(2000.7.4)  
 審査請求日 平成17年12月20日(2005.12.20)

(73) 特許権者 303046314  
 旭化成ケミカルズ株式会社  
 東京都千代田区神田神保町一丁目105番地  
 (74) 代理人 100151965  
 弁理士 松井 佳章  
 (74) 代理人 100103436  
 弁理士 武井 英夫  
 (74) 代理人 100108693  
 弁理士 鳴井 義夫  
 (72) 発明者 辻 道弘  
 宮崎県延岡市旭町6丁目4100番地 旭  
 化成工業株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 ポリアミド樹脂組成物

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

(A) ポリアミド樹脂、(B) 無機充填材、(C) 銅化合物、及び、(D) ハロゲン化アルカリからなり、溶融混練前のポリアミド樹脂ペレットの水分率が0.1~1.0重量%であって、(A)、(B)、(C)、及び、(D)の量をそれぞれA重量%、B重量%、C重量%、及び、D重量%とした時、 $A + B + C + D = 100 - 35A - 10B - 60 - 0.003C - 0.2 - 0.03D - 6$ を満足し、ポリアミド樹脂の融点に20を加えた温度ないし340の温度で、溶融混練させて得られることを特徴とするポリアミド樹脂組成物。

【請求項2】

(B) 無機充填材がガラス繊維であることを特徴とする請求項1に記載のポリアミド樹脂組成物。

【請求項3】

(C) 銅化合物が、ヨウ化銅、酢酸銅から選ばれた少なくとも1種であることを特徴とする請求項1または2に記載のポリアミド樹脂組成物。

【請求項4】

(D) ハロゲン化アルカリが、ヨウ化カリウム、臭化カリウム、塩化カリウム、塩化ナトリウムから選ばれた少なくとも1種であることを特徴とする請求項1~3のいずれかに記載のポリアミド樹脂組成物。

【請求項5】

請求項 1 ~ 4 のいずれか記載のポリアミド樹脂組成物を成形してなる成形品。

【請求項 6】

請求項 1 ~ 4 のいずれか記載のポリアミド樹脂組成物において、(C) 及び (D) を熔融重合時に (A) に添加することを特徴とするポリアミド樹脂組成物の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、ポリアミド樹脂組成物、及びそれを用いた成形品に関するものである。詳しくは、押出機等によりポリアミド樹脂ペレットとガラス繊維等の無機充填材を熔融混練（コンパウンド）する際の黄色着色が少ない、耐熱性に優れるポリアミド樹脂組成物、及び、10

【0002】

【従来の技術】

ガラス繊維等の無機充填材で強化されたポリアミド樹脂組成物は、優れた機械的強度、剛性、耐熱性、耐薬品性などの特徴を有するエンジニアリング樹脂として有用であり、自動車用途および工業用途等幅広い分野に使用されている。このポリアミド樹脂は一旦熔融重合で製造されたポリアミド樹脂に、ガラス繊維等の無機充填材や安定剤、離型剤等を配合し、通常、押出機で熔融混練（コンパウンド）して得られている。

【0003】

しかしながら、ポリアミド樹脂では、コンパウンド時にポリマーが熱酸化劣化で黄色く着色する現象が起こりやすいために、得られた成形品の色調、透明性が悪くなる。特に、耐熱性を向上させた銅系化合物を含有するポリアミド樹脂ではコンパウンドペレットが著しく黄色に着色し、商品価値が低下する。この現象は、熔融重合により製造されたポリアミド樹脂ペレットと無機充填材とをコンパウンドする際に、大気中の酸素を巻き込んだり、コンパウンド前のポリアミド樹脂ペレット表面に酸素を吸着・吸収したりすることによって、コンパウンド時に熱酸化劣化反応が進行し、コンパウンドペレットや成形品が黄色に着色するものと考えられている。この着色を防止するための方法として、ポリアミド樹脂ペレットと空気の接触を防ぐために全工程を窒素シールする方法が考えられるが、特に、銅系の化合物を含有するポリアミド樹脂では、多量の窒素を必要とするため不経済である。20

【0004】

ポリアミド樹脂の着色を防止する他の方法として、ポリアミドにリン酸類またはリン酸塩類の化合物を添加する方法が知られている。例えば、特開昭 59 - 87132 号公報、特開平 1 - 165413 号公報には、次亜リン酸、亜リン酸またはリン酸のアルカリ金属塩もしくはアルカリ土類金属塩をポリアミドに含有させることで色調の良い成形容器を得る方法が開示されている。これらの技術では、これらの安定剤を添加したポリアミド樹脂ペレットから射出成形によって直接成形品を得て、その成形品については、オープン等の機器での加熱による着色をある程度抑制することができる。30

【0005】

しかしながら、銅系化合物を含有するポリアミド樹脂系ではリン酸類またはリン酸塩類を添加しても、その添加による着色防止効果は十分ではなく、例えば、ガラス繊維等の無機充填材とのコンパウンド物の着色を十分に満足し得るほどに防止することはできない。従って、無機充填材を熔融混練で含有させても黄色に着色することがほとんどなく、かつ、耐熱性に優れるポリアミド樹脂組成物が強く望まれている。40

【0006】

【発明が解決しようとする課題】

本発明は、ポリアミド樹脂ペレットとガラス繊維等の無機充填材のコンパウンド時の黄色着色を少なくした、耐熱性及び機械特性、さらに成形品の色調・外観に優れたポリアミド樹脂組成物、及び、その成形品の提供を目的とする。

【0007】

## 【課題を解決するための手段】

本発明者等は、上記ポリアミド樹脂組成物を得べく検討した結果、ポリアミド樹脂と銅系安定剤、無機充填材からなる組成物においては、熔融重合で得られたポリアミド樹脂ペレットのコンパウンド前の微量水分の存在が、全く意外なことに、得られるポリアミド樹脂組成物の耐着色性及び耐熱性を著しく左右することを見だし、本発明に到達したものである。

## 【0008】

すなわち、本発明は、下記の通りである。

1. (A)ポリアミド樹脂、(B)無機充填材、(C)銅化合物、及び、(D)ハロゲン化アルカリからなり、熔融混練前のポリアミド樹脂ペレットの水分率が0.1~1.0重量%であって、(A)、(B)、(C)、及び、(D)の量をそれぞれA重量%、B重量%、C重量%、及び、D重量%とした時、 $A + B + C + D = 100$ 、 $35 \leq A \leq 100$ 、 $0 \leq B \leq 60$ 、 $0 \leq C \leq 3$ 、 $0 \leq D \leq 6$ を満足し、ポリアミド樹脂の融点に20を加えた温度ないし340の温度で、熔融混練させて得られることを特徴とするポリアミド樹脂組成物。

10

## 【0009】

2. (B)無機充填材がガラス繊維であることを特徴とする上記1に記載のポリアミド樹脂組成物。

3. (C)銅化合物が、ヨウ化銅、酢酸銅から選ばれた少なくとも1種であることを特徴とする上記1または2に記載のポリアミド樹脂組成物。

20

4. (D)ハロゲン化アルカリが、ヨウ化カリウム、臭化カリウム、塩化カリウム、塩化ナトリウムから選ばれた少なくとも1種であることを特徴とする上記1~3のいずれかに記載のポリアミド樹脂組成物。

5. 上記1~4のいずれか記載のポリアミド樹脂組成物を成形してなる成形品。

6. 上記1~4のいずれか記載のポリアミド樹脂組成物において、(C)及び(D)を熔融重合時に(A)に添加することを特徴とするポリアミド樹脂組成物の製造方法。

## 【0011】

本発明に用いる(A)ポリアミド樹脂は、二塩基酸とジアミンの重縮合物、環状ラクタム開環重合物、アミノカルボン酸の重縮合物、および、これらのコポリマー、ブレンド物等である。より具体的には、ポリアミド66、ポリアミド46、ポリアミド612、ポリアミド610、ポリアミド6、ポリアミド11、ポリアミド12、などの脂肪族ポリアミド樹脂、ポリメタキシレンアジパミド(以下、ポリアミドMXD6という)、ポリヘキサメチレンテレフタラミド(以下、ポリアミド6Tという)、ポリヘキサメチレンイソフタラミド(以下、ポリアミド6Iという)などの脂肪族-芳香族ポリアミド樹脂、および、これらの共重合体やブレンド物等を挙げることができる。特に、本発明において好適なポリアミド樹脂は、耐熱性、機械的強度が優れる点からポリアミド66、ポリアミド6、ポリアミド66/6、ポリアミド66/6I、および、これらの共重合体やブレンド物である。

30

## 【0012】

本発明では、ポリアミド樹脂の重合度を特に限定しないが、射出成形加工性がより優れている理由から、JIS K6810に従って測定される98%硫酸中、25の相対粘度が2.0以上であるポリアミド樹脂が特に好ましく用いられる。

40

本発明に用いるポリアミド樹脂の重合方法は、特に限定されず、熔融重合、界面重合、溶液重合、塊状重合、固相重合、および、これらを組み合わせた方法を利用することができる。しかしながら、得られる組成物の組成をより容易に制御し得ることから、熔融重合が特に好ましく用いられる。

## 【0013】

本発明においては、重合で得られたポリアミド樹脂ペレットをガラス繊維等の無機充填材と熔融混練(コンパウンド)するとき、このペレットの水分率が0.1~1.0重量%であることが必要である。

50

ペレット水分率が0.1重量%より低いと、色調改良効果が充分でなくなる。また、1.0重量%より高い場合は、熔融混練時のフィードが安定せず生産が安定しなかったり、加水分解によりポリアミドの分子量を低下させて機械的特性の低下等の不都合を招く。本発明のポリアミド樹脂ペレットに存在する微量水分は、前記熔融混練時、その水分の一部あるいは大部分がペレット表面に存在してペレット表面を膜状に覆い、ポリアミド樹脂と酸素との接触を防ぐ保護膜を形成しているものと推定される。このような保護膜の機能を十分に発揮させるためのペレット水分率のより好ましい範囲は、0.2~0.6重量%である。特に好ましいのは0.25~0.6重量%である。

#### 【0014】

ポリアミド樹脂ペレットの水分率の調整方法は、既知の方法で行うことができる。熔融重合したポリアミド樹脂を水で冷却固化してペレット化する際に通常よりも水浴への浸漬を長くする方法、ペレットを水とブレンドして攪拌する方法、ペレットに霧状の水を噴霧する方法、ペレットに水蒸気を吹きかける方法、ペレットを大気中で自然吸湿させる方法等が挙げられる。特に、ペレットに霧状の水を噴霧させる方法が、任意の水分率に簡単に調整することができ、かつ、水分の偏在も少なくできるので特に好ましい。水分率の調整はペレット化した後のなるべく早い段階で行うことが、酸素の吸着を防ぐ意味からも好ましい。

#### 【0015】

本発明に用いる(B)無機充填材としては、ガラス繊維、ガラスビーズ、タルク、カオリン、ウォラストナイト、マイカ等が挙げられる。これらの無機充填材は、ポリアミド樹脂とのコンパウンド前に表面処理を行ったものを用いてもよいし、あるいは、コンパウンド時にシランカップリング剤等の処理剤を添加してポリアミド樹脂とのコンパウンドを行ってもよい。無機充填材の配合量は、ポリアミド樹脂組成物100重量%中、10~60重量%である。10重量%未満では機械的強度向上への改良効果が十分でなくなる恐れがある。また、60重量%を越えると成形品の外観が損なわれる恐れがあり、かつ、比重も増加するので好ましくない。

#### 【0016】

本発明に用いる(C)銅化合物の配合量は、ポリアミド樹脂組成物100重量%中、0.003~0.2重量%である。銅化合物の配合量が0.003重量%未満では耐熱性を充分に発揮できなくなる可能性がある。また、0.2重量%を越えると成形片中に銅が析出し、かえって強度低下を引き起こす恐れがある。本発明に用いる銅化合物としては、ヨウ化銅、臭化第一銅、臭化第二銅、塩化第一銅、酢酸銅、プロピオン酸銅、安息香酸銅、アジピン酸銅、テレフタル酸銅、イソフタル酸銅等が挙げられる。キレート剤に配位した銅錯塩等でもよい。これらの銅化合物は、単独で用いてもよく、2種以上を混合して用いてもよい。本発明においてはこれらの中でもヨウ化銅、酢酸銅が特に好ましく用いられる。これらの銅化合物は、ポリアミド樹脂の重合時に添加しても差し支えないし、或いは、熔融混練時に無機充填材とともにコンパウンドする方法で配合してもよく、本発明では、ポリアミド樹脂組成物中に均一に配合されていればその添加方法は限定されない。

#### 【0017】

本発明に用いる(D)ハロゲン化アルカリの配合量はポリアミド樹脂組成物100重量%中、0.03~6重量%である。ハロゲン化アルカリの配合量が0.03重量%未満では耐熱性が劣るようになり、6重量%を越えると配合量の増加に見合うほどの配合効果が認められ難くなる。本発明におけるハロゲン化アルカリは、(C)銅化合物を共存させることによってより耐熱性を改良するように作用する。ハロゲン化アルカリとしては、ヨウ化カリウム、臭化カリウム、塩化カリウム、塩化ナトリウムが好ましい。これらのハロゲン化アルカリは単独で用いてもよく、また併用してもよい。これらハロゲン化アルカリも銅化合物と同様の方法で添加してよく、ポリアミド樹脂組成物中に均一に配合されていればよく、その添加方法は限定されない。

#### 【0018】

本発明のポリアミド樹脂組成物は、熔融混練時の温度がポリアミド樹脂の融点に20を

10

20

30

40

50

加えた温度から340の温度範囲で得られたものが望ましい。本発明で言うポリアミド樹脂の融点とは、ポリアミド樹脂を示差走査熱量計（Perkin Elmer社製DSC-7型）を用いて窒素雰囲気下、20/minの昇温速度で昇温した時、得られる吸熱ピークの温度である。コンパウンド時の温度が340より高くなるとポリアミド樹脂の黄色着色の度合いが大きくなる傾向を示すので好ましくない。また、ポリアミド樹脂の融点に20を加えた温度未満ではポリアミド樹脂が十分に溶融し難くなり、溶融混練（コンパウンド）が不安定になる恐れがある。

#### 【0019】

本発明のポリアミド樹脂組成物は、従来公知の方法によって得てよく、たとえば、ポリアミド樹脂、無機充填材、銅化合物、ハロゲン化アルカリと必要に応じて他の添加剤等を加え溶融混練する方法や、ポリアミドモノマーと銅化合物、ハロゲン化アルカリ、及び、添加剤等を加えてポリアミド樹脂を重合し、このポリアミド樹脂と無機充填材添加剤等を溶融混練する方法等、で得ることが出来る。本発明では、混練条件（温度、スクリュージェイン、押出機の種類）等の製造方法は特に限定しない。

10

#### 【0020】

また、本発明のポリアミド樹脂組成物には、本発明の目的を損なわない範囲で1種または2種以上の添加物、例えば、他の樹脂ポリマー、酸化劣化、熱劣化、紫外線劣化に対する安定剤および禁止剤、滑剤および離形剤、染料および顔料を含む着色剤、核形成剤、可塑剤、発泡剤、難燃剤、帯電防止剤などを必要に応じて適宜加えることが出来る。

20

#### 【0021】

本発明のポリアミド樹脂組成物は、射出成形、押出成形、圧縮成形、ブロー成形などの公知の成形方法によって各種成形品に成形される。該樹脂組成物から得られる成形品は、金型形状を変えることにより、いかなる形状の成形品も作成可能であるが、耐熱性が求められる自動車部品や強度と外観が求められる家具等の構造部材等への適用が特に期待される。

#### 【0022】

##### 【発明の実施の形態】

以下、実施例、比較例により本発明を更に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

なお実施例及び比較例における樹脂組成物及び成形品の評価方法は次の通りである。

30

##### （1）水分率

ポリアミド樹脂の水分率は、JIS-K6810に規定されている方法で測定した。

##### （2）融点

ポリアミド樹脂の融点は、示差走査熱量計（Perkin Elmer社製DSC-7型）を用い、窒素雰囲気下にて、ポリアミド樹脂を20/minの昇温速度で昇温しながら測定した吸熱ピークの温度とした。

##### （3）ペレット及び成形品の色調

色調は、日本電色（株）製ND-300Aを用い、反射測定により、L値、a値、b値を測定し、黄色度をb値で判定することによって評価した。なお、b値は-で絶対値が大きいほど色調が白くて良好であり、+で絶対値が大きくなるほど黄色く着色が起きていることを示す。

40

##### （4）試験片の成形

溶融混練（コンパウンド）で得られたポリアミド樹脂組成物を、射出成形機（日精樹脂製：PS40E）を用い、シリンダー温度290、金型温度80で、ASTM D638 TYPE I試験片を成形した。

##### （5）静的引張強度

静的引張強度は、ASTM D638に準じて、試験片を引張試験機（東洋精機製：UTM25）で、23、クロスヘッドスピード5mm/minの条件で測定した。

##### （6）溶融混練時の温度

ポリアミド樹脂組成物の溶融混練時、押出機シリンダー内部の樹脂温度及び紡口の吐出樹

50

脂の温度をそれぞれ測定して、それらの中で最も高い温度を溶融混練時の温度とした。

(7) ポリアミド樹脂組成物の耐熱性

(3) で作成した試験片を 180 のギヤオープン中(大気雰囲気下)で所定時間エージングさせた後、(4)の方法で試験片の強度を測定して、初期の静的引張強度に対する半減期を求めた。単位は時間である。

【0023】

【実施例1】

400Lのオートクレーブ中に、表1の成分組成になるように40%AH塩(アジピン酸/ヘキサメチレンジアミンの等モル塩)水溶液、ヨウ化銅、ヨウ化カリウムを仕込み、1.8MPa加圧下で加熱溶融重合を行った。この溶融ポリマーを紡口より吐出してストラ  
10  
ンドを形成し、このストランドを冷却水浴に通して冷却固化、造粒してポリアミドペレットを得た。このペレットの水分率を表1に示す。このペレットに対してガラス繊維(アミノシランカップリング剤と無水マレイン酸系集束剤の混合物で表面処理したガラス繊維、繊維径10μm、長さ3mmのチョップドストランド)を表1に示す割合で配合し、2軸  
押し出し機(東芝機械製;TEM35)を用いて、シリンダー設定温度を290、スクリュ  
ュー回転数を300rpm、ベント減圧度を360torrの条件でコンパウンドし、ポ  
リアミド樹脂組成物ペレット(コンパウンドペレット)を得た。得られたコンパウンドペ  
レットを用いて、前記(4)の射出条件で試験片を作成した。この試験片を用いて、諸特  
性を測定した結果を表1に示す。

【0024】

【実施例2,3】

ガラス繊維を表1に示す割合となるように配合した以外は実施例1と同様にしてコンパ  
20  
ウンドペレットを得た。このコンパウンドペレットを実施例1と同じ条件で射出成形し試験  
片を作成した。この試験片の諸特性の測定結果を表1に示す。

【0025】

【実施例4】

実施例1で得られたポリアミドペレットを100、10torrで減圧乾燥して水分率  
30  
を表1に示す様に変えた以外は、実施例1と同様にしてコンパウンドペレットを得た。こ  
のコンパウンドペレットを実施例1と同様にして射出成形し、試験片を作成した。この試  
験片の諸特性の測定結果を表1に示す。

【0026】

【実施例5】

実施例1で得たポリアミドペレットの水分率を表1に示す水分率に調整した以外は、実施  
例1と同様にしてコンパウンドペレットを得た。このコンパウンドペレットを実施例1と  
同様に射出成形し試験片を作成した。この試験片の諸特性の測定結果を表1に示す。

【0027】

【実施例6】

ヨウ化銅の量を表1に示す割合にした以外は、実施例1と同様にしてコンパウンドペ  
40  
レットを得た。このコンパウンドペレットを実施例1と同様ににして射出成形し試験片を  
作成した。この試験片の諸特性の測定結果を表1に示す。

【0028】

【実施例7】

ヨウ化銅に変えて酢酸銅を用いた以外は実施例1と同様にしてコンパウンドペ  
レットを得た。このコンパウンドペレットを実施例1と同様ににして射出成形し試験片  
を作成した。この試験片の諸特性の測定結果を表1に示す。

【0029】

【実施例8】

ヨウ化カリウムに変えて臭化カリウムを用いた以外は実施例1と同様にしてコンパ  
50  
ウンドペレットを得た。このコンパウンドペレットを実施例1と同様ににして射出成形  
し試験片を作成した。この試験片の諸特性の測定結果を表1に示す。

## 【 0 0 3 0 】

## 【 実施例 9 】

400Lのオートクレーブ中に表1の成分組成になる様に、40%AH塩（アジピン酸/ヘキサメチレンジアミンの等モル塩）水溶液、70%のε-カプロラクタム水溶液、ヨウ化銅、ヨウ化カリウムを仕込み、1.8MPa加圧下で加熱溶融重合を行ってポリアミドペレットを得た以外は、実施例1と同様にしてコンパウンドペレットを得た。このコンパウンドペレットを実施例1と同様ににして射出成形し試験片を作成した。この試験片の諸特性の測定結果を表1に示す。

## 【 0 0 3 1 】

## 【 実施例 10 】

400Lのオートクレーブ中に表1の成分組成になる様に、40%AH塩（アジピン酸/ヘキサメチレンジアミンの等モル塩）水溶液、40%のIH塩（イソフタル酸/ヘキサメチレンジアミンの等モル塩）水溶液、ヨウ化銅、ヨウ化カリウムを仕込み、1.8MPa加圧下で加熱溶融重合を行ってポリアミドペレットを得た以外は、実施例1と同様にしてコンパウンドペレットを得た。このコンパウンドペレットを実施例1と同様ににして射出成形し試験片を作成した。この試験片の諸特性の測定結果を表1に示す。

## 【 0 0 3 2 】

## 【 表 1 】

実施例 1	実施例 2	実施例 3	実施例 4	実施例 5	実施例 6	実施例 7	実施例 8	実施例 9	実施例 10
ポリアミド	PA66	PA66	PA66	PA66	PA66	PA66	PA66	PA66/6 (90/10)	PA66/6I (82/18)
	66.31	74.60	49.735	66.31	66.31	66.31	66.31	66.31	66.31
銅化合物	CuI	CuI	CuI	CuI	CuI	Cu(OAc) <sub>2</sub>	CuI	CuI	CuI
	0.02	0.02	0.015	0.02	0.005	0.02	0.02	0.02	0.02
ハロゲン化	KI	KI	KI	KI	KI	KI	KBr	KI	KI
アルカリ	0.34	0.38	0.25	0.34	0.083	0.34	0.34	0.34	0.34
ポリアミドペレット	0.20	0.20	0.20	0.12	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20
	265	265	265	265	265	265	265	247	240
無機充填材	GF	GF	GF	GF	GF	GF	GF	GF	GF
	33.33	25.00	50.00	33.33	33.33	33.33	33.33	33.33	33.33
熔融混練時の温度 (°C)	330	325	335	330	330	330	330	330	335
色調	12	11	12	12	9	12	11	8	9
(b 値)	2	0	3	3	-1	3	2	-3	-1
初期引張強度 (MPa)	205	190	245	205	205	205	205	205	205
180°C エージング 引張強度半減期 (h)	3800	3700	3900	3700	3800	3500	3500	3500	3500

【0033】

【比較例1】

実施例1で得たポリアミドペレットを100、1 torrで減圧乾燥して表2に示す水分率に調整した以外は、実施例1と同様にしてコンパウンドペレットを得た。このコンパウンドペレットを実施例1と同様ににして射出成形し試験片を作成した。この試験片の諸

10

20

30

40

50

特性の測定結果を表 2 に示す。

【 0 0 3 4 】

【 比較例 2 】

実施例 1 で得たポリアミドペレットの水分率を表 2 に示す水分率に調整した以外は、実施例 1 と同様にしてコンパウンドペレットを得た。このコンパウンドペレットを実施例 1 と同様ににして射出成形し試験片を作成した。この試験片の諸特性の測定結果を表 2 に示す。このコンパウンドの時、ポリアミドペレットの供給不安定で吐出量が安定しなかった。

【 0 0 3 5 】

【 比較例 3 】

4 0 0 L のオートクレーブ中に表 2 の成分組成になる様に、4 0 % A H 塩（アジピン酸 / ヘキサメチレンジアミンの等モル塩）水溶液、ヨウ化カリウムを仕込み、1 . 8 M P a 加圧下で加熱溶解重合を行ってポリアミドペレットを得た以外は、実施例 1 と同様にしてコンパウンドペレットを得た。このコンパウンドペレットを実施例 1 と同様ににして射出成形し試験片を作成した。この試験片の諸特性の測定結果を表 2 に示す。

10

【 0 0 3 6 】

【 比較例 4 】

4 0 0 L のオートクレーブ中に表 2 の成分組成になる様に、4 0 % A H 塩（アジピン酸 / ヘキサメチレンジアミンの等モル塩）水溶液、ヨウ化銅を仕込み、1 . 8 M P a 加圧下で加熱溶解重合を行ってポリアミドペレットを得た以外は、実施例 1 と同様にしてコンパウンドペレットを得た。このコンパウンドペレットを実施例 1 と同様ににして射出成形し試験片を作成した。この試験片の諸特性の測定結果を表 2 に示す。

20

【 0 0 3 7 】

【 比較例 5 】

押出機のシリンダー設定温度を 3 0 0 とした以外は実施例 1 と同様にしてコンパウンドペレットを得た。この時の熔融混練時の樹脂温度は 3 4 0 を越え、コンパウンドペレットは黄色みを帯びていた。このコンパウンドペレットを実施例 1 と同様にして射出成形し試験片を作成した。この試験片の諸特性の測定結果を表 2 に示す。

【 0 0 3 8 】

【 表 2 】

			比較例 1	比較例 2	比較例 3	比較例 4	比較例 5
ポリアミド	種類 (wt%/wt%)		PA66	PA66	PA66	PA66	PA66
	配合量	重量%	66.31	66.31	66.33	66.65	66.31
銅化合物	種類		CuI	CuI	-	CuI	CuI
	配合量	重量%	0.02	0.02	0	0.02	0.02
ハロゲン化 アルカリ	種類		KI	KI	KI	-	KI
	配合量	重量%	0.34	0.34	0.34	0	0.34
ポリアミドペレット	水分率	重量%	0.08	1.15	0.20	0.50	0.20
	融点	℃	265	265	265	265	265
無機充填材	種類		GF	GF	GF	GF	GF
	配合量	重量%	33.33	33.33	33.33	33.33	33.33
溶融混練時の温度 (℃)			330	330	330	330	345
色調 (b 値)	コンパウンドペレット		17	13	10	11	16
	試験片		7	3	3	1	6
初期引張強度 (MP a)			206	205	200	205	205
180℃エージング 引張強度半減期(h)			3800	3700	1800	2000	3500
コンパウンド状態				ポリアミド ペレット 供給不安定			

10

20

## 【0039】

## 【発明の効果】

本発明のポリアミド樹脂組成物は、ガラス繊維等の無機充填材をコンパウンドする際、ポリアミド樹脂の溶融混練前の水分率を特定の範囲に制御されているので、溶融混練時にポリアミド樹脂の熱酸化劣化が著しく軽減され、ポリアミド樹脂が本来有する優れた性質をほとんど損なうことがない。従って、本発明によれば、耐熱性に優れ、かつ、黄色着色が抑制され、色調・外観が優れたポリアミド樹脂組成物、及び、成形品を得ることができる。

30

---

フロントページの続き

(72)発明者 中島 志朗  
宮崎県延岡市旭町6丁目4100番地 旭化成工業株式会社内

審査官 村上 騎見高

(56)参考文献 特開平10-195291(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)  
C08L 77/00 - 77/12