

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2017-61675

(P2017-61675A)

(43) 公開日 平成29年3月30日(2017.3.30)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
C08L 77/00 (2006.01)	C08L 77/00	4 F 0 7 1
C08K 3/22 (2006.01)	C08K 3/22	4 F 2 0 6
C08K 3/38 (2006.01)	C08K 3/38	4 J 0 0 2
C08K 5/13 (2006.01)	C08K 5/13	
C08K 7/20 (2006.01)	C08K 7/20	

審査請求 有 請求項の数 15 O L 外国語出願 (全 30 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願2016-161106 (P2016-161106)	(71) 出願人	505422707
(22) 出願日	平成28年8月19日 (2016.8.19)		ランクセス・ドイツランド・ゲーエムベ ーハー
(31) 優先権主張番号	15181927.3		ドイツ・50569・ケルン・ケネディブ ラッツ・1
(32) 優先日	平成27年8月21日 (2015.8.21)	(74) 代理人	100108453
(33) 優先権主張国	欧州特許庁 (EP)		弁理士 村山 靖彦
		(74) 代理人	100110364
			弁理士 実広 信哉
		(74) 代理人	100133400
			弁理士 阿部 達彦
		(72) 発明者	ヨアヒム・モリック
			ドイツ・51371・レーバークーゼン・ ハインリヒ・ペル・シュトラッセ・39
			最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 ポリアミド組成物

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】 $1.0\text{ W}/(\text{m}\cdot\text{K})$ より高い熱伝導率、UL94規格0.75mm厚みでV0の耐燃性、グローワイヤー燃焼性試験で少なくとも850の着火温度、及び電気電子部品用途に必要とされる曲げ強さ、及び低い反り収縮を示す、ハロゲン系難燃剤を含まないポリアミドベースの成形材料の提供。

【解決手段】 ポリアミド6又はポリアミド66に、ケイ素含有量が5000ppm未満である水酸化マグネシウム、及び窒化ホウ素を、含む組成物。少なくとも、96重量%の純度であり、Feを1500ppm未満含有する、水酸化マグネシウムを含む組成物。ポリアミド類100重量部あたり、水酸化マグネシウムを100~280重量部と窒化ホウ素を10~150重量部有する組成物。

【選択図】 なし

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

- a) ポリアミド 6 または ポリアミド 6 6、
 b) < 1 5 0 0 0 p p m のケイ素含有量を有する水酸化マグネシウム、および
 c) 窒化ホウ素

を含む組成物。

【請求項 2】

成分 b) を少なくとも 9 6 重量 % の純度で含むことを特徴とする、請求項 1 に記載の組成物。

【請求項 3】

成分 b) が、追加的に、< 1 5 0 0 p p m の F e 含有量を有することを特徴とする、請求項 1 または 2 に記載の組成物。

【請求項 4】

1 0 0 重量部の成分 a) あたり、1 0 0 ~ 2 8 0 重量部の成分 b) および 1 0 ~ 1 5 0 重量部の成分 c) が利用されることを特徴とする、請求項 1 ~ 3 のいずれか一項に記載の組成物。

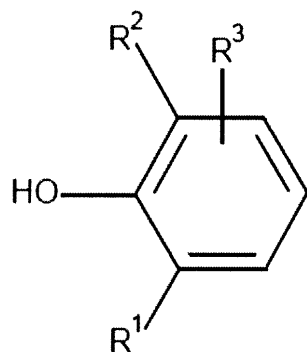
【請求項 5】

d) 二酸化チタンをさらに含むことを特徴とする、請求項 1 ~ 4 のいずれか一項に記載の組成物。

【請求項 6】

- e) 式 (I)

【化 1】



(I)

(式中、R¹ および R² は、アルキル基、置換アルキル基あるいは置換トリアゾール基を表し、基 R¹ および R² は、同一であっても、または異なってもよく、かつ R³ は、アルキル基、置換アルキル基、アルコキシ基または置換アミノ基を表す) の少なくとも 1 種の構造を含む立体障害型フェノールの群からの少なくとも 1 種の熱安定剤をさらに含むことを特徴とする、請求項 1 ~ 5 のいずれか一項に記載の組成物。

【請求項 7】

成分 a) ~ e) に加えて、あるいは成分 d) および / または e) の代わりに、f) ガラスビーズ、粉末ガラス、非晶質シリカ、ケイ酸カルシウム、メタケイ酸カルシウム、炭酸マグネシウム、カオリン、焼成カオリン、白亜、雲母、金雲母、硫酸バリウム、長石およびモンモリロ石の群からの少なくとも 1 種の充てん剤をさらに含むことを特徴とする、請求項 1 ~ 6 のいずれか一項に記載の組成物。

【請求項 8】

成分 a) ~ f) に加えて、あるいは成分 d) および / または e) および / または f) の代わりに、g) 少なくとも 1 種の離型剤をさらに含むことを特徴とする、請求項 5 ~ 7 のいずれか一項に記載の組成物。

【請求項 9】

離型剤として、長鎖脂肪酸、それらの塩、およびそれらのエステル誘導体またはアミド

10

20

30

40

50

誘導体、特にエチレンビスステアリルアミド、モンタンワックスおよび低分子量ポリエチレン/ポリプロピレンワックスを含むことを特徴とする、請求項 8 に記載の組成物。

【請求項 10】

請求項 1～9 のいずれか一項に記載の組成物を含む成形材料および製造物品。

【請求項 11】

繊維、フィルム、形成物品、複合構造およびオーバーモールド複合構造であることを特徴とする、請求項 10 に記載の製造物品。

【請求項 12】

成形方向に平行なプロセス収縮および成形方向に垂直なプロセス収縮の商が 0.8 より大きいことを特徴とする、請求項 11 に記載の製造物品。

10

【請求項 13】

自動車、電気、電子工学、遠距離通信、情報技術、ソーラーおよびコンピュータ産業用、家庭用、スポーツ用、医薬用、レジャー産業用および LED 用途用の物品における請求項 11 または 12 に規定の製造物品の使用。

【請求項 14】

成形材料およびそれから製造可能な製造物品の形態の組成物の製造方法であって、請求項 1～9 のいずれか一項に規定の組成物の前記成分が、少なくとも 1 つの混合装置において混合され、押出物の形態で成形材料を得るために排出され、ペレット化可能となるまで冷却され、そしてペレット化され、そしてマトリックス材料として射出成形操作、吹込成形操作または押出成形を受けることを特徴とする方法。

20

【請求項 15】

ポリイミド、好ましくはポリイミド 6、ならびに繊維、フィルム、形成物品、複合構造およびオーバーモールド複合構造の形態のそれから製造可能である製造物品の難燃性付与方法であって、 $< 15000 \text{ ppm}$ の Si 含有量を有する水酸化マグネシウムおよび窒化ホウ素から構成される安定剤系が利用されることを特徴とする方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、窒化ホウ素および水酸化マグネシウムを含むポリアミドベースの組成物、ならびに高い燃焼抑制必要条件、高い熱伝導度および適切な機械的特性と組み合わせられた等方性収縮を有する製造物品を製造するためのこれらの組成物の使用に関する。

30

【背景技術】

【0002】

ガラス繊維強化熱可塑性成形材料の射出成形のプロセスにおいて、構成部分次第で、種々の組み合わせられた同時流れフォームが生じる。例えば、外延の流れは、射出点の周囲に放射状にガラス短繊維を配向させる傾向があるが、流れ横断面上で生じるせん断流れは、繊維の回転を生じる。利用されたプラスチック、構成部分の幾何学的配置およびプロセス条件次第で、充てん剤として利用されたガラス短繊維の 3 層分布が得られる。構成部分の端部において、上記繊維は成形方向に配向する傾向があるが、中間部では、横断配向が優勢となる傾向がある。

40

【0003】

結果として生じる層の厚さは、溶融物の流動学的性質に非常に強く依存する。流れの幾何学的配置および構造粘性の程度次第で、異なる層厚分布が構成部分に関して確立される。異なる方向で異なる物理的特性を示すガラス繊維などの充てん剤の特性は、異方性と記載される。

【0004】

機械的特性は、特に、異方性繊維の分布によって有意な範囲まで影響を受ける。繊維含有量次第で、剛性および耐性応力の両方は、方向の関数として、2 倍異なり得る。(非特許文献 1) を参照のこと。

【0005】

50

したがって、ガラス繊維強化プラスチックにおいて、特に異方性が考慮されるべきである。プラスチックに包埋されたガラス、カーボンなどから製造されたマイクロファイバーおよびマイクロボディの形態の強化材は、改善された剛性、高められた機械的強度および耐熱性を有する機械的に負荷された構成部分に浸透する。プラスチックマトリックスは強化材上の構成部分に対して負荷作用を配分し、そして材料の個別の成分を一緒にして、補足的な材料系を可能にする。

【0006】

(特許文献1)は、ハロゲンを含まない難燃性ガラス繊維によって強化されたポリアミド成形材料であって、難燃性付与成分として、特に、水酸化マグネシウムを含むものを開示する。(特許文献1)の組成物の不都合な点は、V0難燃性クラス評点が可能であるが、ガラス繊維の使用によって等方性収縮を達成することは不可能であり、かつ $1\text{ W}/(\text{m}\cdot\text{K})$ 未満の不適切な熱伝導率のみが可能であるということである。

10

【0007】

(特許文献2)は、伝導率充てん剤および少なくとも1種の強化充てん剤として窒化ホウ素を含み、かつ高い熱伝導率および高い機械的特性を有するポリアミド6またはポリイミド66成形材料を記載する。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0008】

【特許文献1】欧州特許第0605861A2号明細書

20

【特許文献2】国際公開第2014/202649A1号パンフレット

【非特許文献】

【0009】

【非特許文献1】http://www.plasticsportal.net/wa/plasticsEU~de_DE/portal/show/content/technical_resources/ultrasim/ultrasim_work_areas_anisotropie

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0010】

このような従来技術から発して、本発明が取り組んだ課題は、 $1.0\text{ W}/(\text{m}\cdot\text{K})$ より高い熱伝導率(流れ方向に対して垂直に、面外方向(through-plane)で測定)および少なくともV0評点を達成し、 0.75 mm の壁厚においてさえ少なくとも850のGWFIを示し、かつ電流および電圧伝導構成部品ための製造物品および構成要素の用途に必要とされる曲げ強さ、特に端部繊維伸びに関して機械的特性を維持する非常に大きい等方性収縮を有する、ハロゲンを含まない燃焼抑制ポリアミドベースの成形材料およびそれから製造可能な製造物品を供給することであった。ここで、非常に大きい等方性収縮または低い反り収縮は、本発明に従って、成形方向に平行なプロセス収縮および成形方向に垂直なプロセス収縮の商が0.8より大きく、好ましくは0.9より大きい収縮を意味するものとして理解される。

30

40

【0011】

電圧伝導部分における使用により、高められた熱伝導率は、強化された導電性によって伴わされず、そして比表面積抵抗性は、可能な限り、IEC60093に従って測定した場合、 $1\text{ E}11$ オーム未満まで低下してはならない。

【0012】

LED用途での使用のための潜在的な機会のため、少なくとも80%の反射がさらに有利であるとみなされ、そして求められる。反射の値を提供するために、DIN5033-4に従って500nmにおいて光沢を測定する。本発明に関して、上記光沢は、D65光を使用して、Minolta(CM2600D)分光光度計において決定された。

【課題を解決するための手段】

50

【 0 0 1 3 】

課題の解決策および本発明の主題は、

- a) ポリアミド 6 または ポリアミド 6 6、
- b) < 1 5 0 0 0 p p m の S i 含有量を有する水酸化マグネシウム、および
- c) 窒化ホウ素

を含む組成物である。

【 0 0 1 4 】

なお、疑いを回避するため、本発明の範囲は、一般用語で参照されたか、または好ましい範囲内の全ての以下に記載された定義およびパラメーターを所望の組み合わせで包含する。

10

【 発明を実施するための形態 】

【 0 0 1 5 】

本発明は、好ましくは、少なくとも 9 6 重量 % の純度で成分 b) を追加的に含む組成物に関する。

【 0 0 1 6 】

本発明は、特に好ましくは、成分 b) が追加的に < 1 5 0 0 p p m の F e 含有量を有する組成物に関する。

【 0 0 1 7 】

本発明は、好ましくは、成分 a)、b) および c) に加えて、d) 二酸化チタンをさらに含む組成物に関する。

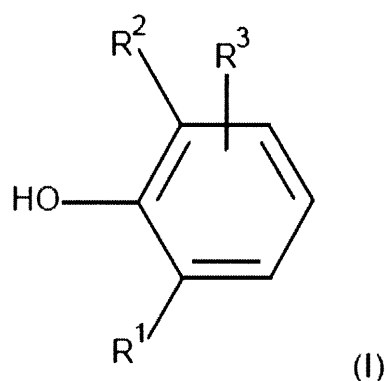
20

【 0 0 1 8 】

本発明は、好ましくは、成分 a)、b)、c) および d) に加えて、

e) 式 (I)

【 化 1 】



30

(式中、 R^1 および R^2 は、アルキル基、置換アルキル基あるいは置換トリアゾール基を表し、基 R^1 および R^2 は、同一であっても、または異なってもよく、かつ R^3 は、アルキル基、置換アルキル基、アルコキシ基または置換アミノ基を表す) の少なくとも 1 種の構造を含む立体障害型フェノールの群からの少なくとも 1 種の熱安定剤をさらに含む組成物に関する。

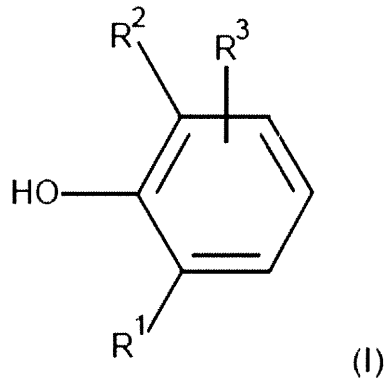
40

【 0 0 1 9 】

別の実施形態において、本発明は、成分 a)、b) および c) に加えて、すなわち、d) を用いずに、

e) 式 (I)

【化 2】



10

(式中、 R^1 および R^2 は、アルキル基、置換アルキル基あるいは置換トリアゾール基を表し、基 R^1 および R^2 は、同一であっても、または異なってもよく、かつ R^3 は、アルキル基、置換アルキル基、アルコキシ基または置換アミノ基を表す) の少なくとも 1 種の構造を含む立体障害型フェノールの群からの少なくとも 1 種の熱安定剤をさらに含む組成物に関する。

【0020】

100 重量部の成分 a) あたり、100 ~ 280 重量部の成分 b)、および 10 ~ 150 重量部の成分 c) が利用されることが好ましい。100 重量部の成分 a) あたり、120 ~ 250 重量部の成分 b)、および 15 ~ 60 重量部の成分 c) が利用されることが特に好ましい。100 重量部の成分 a) あたり、150 ~ 210 重量部の成分 b)、および 20 ~ 45 重量部の成分 c) が利用されることが非常に特に好ましい。

20

【0021】

成分 d) が追加的に使用される場合、100 重量部の成分 a) あたり、1 ~ 150 重量部、好ましくは 10 ~ 100 重量部、そして特に好ましくは 30 ~ 70 重量部の二酸化チタンが使用される。

【0022】

成分 e) が追加的に使用される場合、100 重量部の成分 a) あたり、0.01 ~ 3 重量部、好ましくは 0.05 ~ 1 重量部、そして特に好ましくは 0.1 ~ 0.5 重量部の熱安定剤が使用される。

30

【0023】

一般に、プラスチック産業において、成形材料と言われる、本発明による組成物は、プロセス成分 a) ~ c)、ならびに任意に d) および e) に基づき、好ましくは、ペレット化された材料として、押出物の形態で、または粉末として得られる。調製は、少なくとも 1 種の混合装置、好ましくはコンパウンダー、特に好ましくは共回転二軸スクリュウ押出機において本発明の組成物を混合することによって実行される。粉末、ペレット化された材料または押出物の形態で本発明による組成物を製造するための、成分 a) ~ c)、ならびに任意に少なくとも 1 種のさらなる成分 d) および / または e) を混合する手順は、しばしば、プラスチック産業において、コンパウンディングとも呼ばれる。これによって、本発明による組成物をベースとする中間成形材料が得られる。熱可塑性成形材料としても知られるこれらの成形材料は、成分 a)、b) および c) から排他的に構成されてもよく、あるいは成分 a)、b) および c) に加えて、さらなる成分、好ましくは、成分 d) および / または e)、ならびに / あるいは以下に定義される成分 f) ~ h) を含んでもよい。成形材料およびそれから製造可能な製造物品の場合、その中に存在する本発明による組成物の割合は、好ましくは、40 ~ 100 重量%の範囲であり、その残りの成分は、製造物品のその後の使用に従って、当業者によって、好ましくは、成分 d) ~ h) の少なくとも 1 つから選択された、添加された物質である。成形材料が、成分 a)、b) および c) に加えて、さらなる成分、特に、以下に記載される成分 d) および / または e) および /

40

50

または f) および / または g) および / または h) を含む場合、成分 a) 、 b) 、 c) の少なくとも 1 つは、成形材料中の全重量パーセントの合計が 1 0 0 であるような範囲まで低下する。

【 0 0 2 4 】

好ましい実施形態において、組成物および成形材料およびそれから製造可能な製造物品は、成分 a) ~ e) に加えて、あるいは成分 d) および / または e) の代わりに、f) ガラスビーズ、粉末ガラス、非晶質シリカ、ケイ酸カルシウム、メタケイ酸カルシウム、炭酸マグネシウム、カオリン、焼成カオリン、白亜、雲母、金雲母、硫酸バリウム、長石およびモンモリロ石の群からの少なくとも 1 種の充てん剤をさらに含む。好ましくは、1 0 0 重量部の成分 a) あたり、5 ~ 1 0 0 重量部、特に好ましくは 1 0 ~ 6 0 重量部、非常に特に好ましくは 2 0 ~ 4 0 重量部の成分 f) が使用される。

10

【 0 0 2 5 】

好ましい実施形態において、組成物および成形材料およびそれから製造可能な製造物品は、成分 a) ~ f) に加えて、あるいは成分 d) および / または e) および / または f) の代わりに、g) 少なくとも 1 種の離型剤をさらに含む。好ましくは、1 0 0 重量部の成分 a) あたり、0 . 0 5 ~ 5 重量部、特に好ましくは 0 . 2 ~ 2 重量部、非常に特に好ましくは 0 . 5 ~ 1 . 6 重量部の成分 g) が使用される。

【 0 0 2 6 】

好ましい実施形態において、組成物および成形材料およびそれから製造可能な製造物品は、成分 a) ~ g) に加えて、あるいは成分 d) および / または e) および / または f) および / または g) の代わりに、h) 少なくとも 1 種の添加剤をさらに含む。好ましくは、1 0 0 重量部の成分 a) あたり、0 . 0 1 ~ 1 0 重量部、特に好ましくは 0 . 0 5 ~ 5 重量部、非常に特に好ましくは 0 . 1 ~ 2 重量部の成分 h) が使用される。

20

【 0 0 2 7 】

成分 a)

成分 a) として、組成物は、P A 6 [C A S 番号 2 5 0 3 8 - 5 4 - 4] または P A 6 6 [C A S 番号 3 2 1 3 1 - 1 7 - 2] を含む。P A 6 および / または P A 6 6 をベースとするコポリアミドは、本発明の主題によって包含される。

【 0 0 2 8 】

本出願に関連して使用されるポリアミドの命名法は、国際規格に対応しており、最初の数が出発ジアミン中の炭素原子数を示し、そして最後の数がジカルボン酸中の炭素原子数を示す。P A 6 の場合のように、1 つのみの数が見られる場合、出発原料が、 - アミノカルボン酸またはそれから誘導されるラクタムであったことを意味し、すなわち、P A 6 の場合、 - カプロラクタムであったことを意味する。さらなる情報に関しては、H . Dom in i n g h a u s , Die K u n s t s t o f f e u n d i h r e E i g e n s c h a f t e n , p a g e s 2 7 2 f f . , V D I - V e r l a g , 1 9 7 6 を参照のこと。成分 a) として好ましく利用されるものは、I S O 3 0 7 に従って、2 5 で、9 6 重量%硫酸中 0 . 5 重量%の溶液で決定された 8 0 ~ 1 8 0 m l / g の範囲の粘度数を有するポリイミド 6 またはポリイミド 6 6 である。

30

【 0 0 2 9 】

成分 a) として特に好ましく利用されるものは、8 5 ~ 1 6 0 m l / g の範囲の粘度数を有するポリイミド 6 、非常に特に好ましくは、9 0 ~ 1 4 0 m l / g の範囲の粘度数を有するポリイミド 6 である。

40

【 0 0 3 0 】

成分 a) として特に好ましく利用されるものは、1 0 0 ~ 1 7 0 m l / g の範囲の粘度数を有するポリイミド 6 6 、非常に特に好ましくは、1 1 0 ~ 1 6 0 m l / g の範囲の粘度数を有するポリイミド 6 6 である。

【 0 0 3 1 】

溶液中での粘度測定を使用して、K 値、分子パラメーターを決定し、それによって、プラスチックの流れ特性を特徴づけることができる。簡易化された形態で：[] = 2 . 3

50

$0.3 \times (75k^2 + k)$ であり、 K 値 = $1000k$ および $[\eta] = \text{シュタウディンガー粘度}$ である。 cm^3/g の粘度数 J は、いずれかの複雑な変換も必要とせず、DIN 53726 に従って、それから決定され得る。

【数 1】

$$J = \left(\frac{\eta}{\eta_0} - 1 \right) \cdot \frac{1}{c}$$

<http://www.mhaeberl.de/KUT/3Kunststoffschmelze.htm> を参照のこと。実際、 K 値を粘度数 J に変換するための表が存在する。

10

【0032】

Hans Dominighaus の “Die Kunststoffe und ihre Eigenschaften”, 5th edition (1998), p. 14 によると、熱塑性ポリアミドという用語は、その分子鎖が側枝を有さないか、またはより長い、もしくは短い長さの、および数が違う側枝を有し、これは、加熱時に軟化し、かつ実際に非常に変形可能であるポリイミドを意味するものとして理解される。

【0033】

本発明に従って、成分 a) として利用される PA6 および PA66 は、様々な方法によって製造されてもよく、一実施形態において、加工助剤、安定剤、または他のポリマーアロイパートナー、好ましくは、エラストマーと組み合わせて、特定の特性の組み合わせを有する材料を製造してもよい。他のポリマー、好ましくは、ポリエチレン、ポリプロピレン、アクリロニトリル-ブタジエン-スチレンコポリマー (ABS) の割合を含むブレンドも適切であり、1 種またはそれ以上の相溶化剤が任意に利用可能である。成分 a) として利用される PA6 および PA66 の特性は、例えば、耐衝撃性に関して、エラストマーの添加によって高めることができる。多数の可能な組み合わせによって、非常に広範な種類の異なる特性を有する非常に多数の製品が可能となる。

20

【0034】

ポリイミドを調製するための多数の手順が知られており、所望の最終生成物次第で、所望の分子量またはその後の段階で意図される後処理のための反応基を有する他のモノマーを達成するために、種々のモノマー単位および様々な連鎖移動剤が利用される。

30

【0035】

工業的に関連性のあるポリイミドの調製方法は、通常、溶融状態での重縮合を介して進行する。本発明に関して、ラクタムの加水分解重合も重縮合と考えられる。

【0036】

成分 a) として利用されるポリアミド PA6 および PA66 は、半結晶質ポリアミドである。独国特許出願公開第 102011084519A1 号明細書によると、半結晶質ポリアミドは、第 2 の加熱時の ISO 11357 による DSC 法および溶融ピークの積分によって測定された $4 \sim 25 \text{ J/g}$ の範囲の融解エンタルピーを有する。対照的に、非晶質ポリアミドは、第 2 の加熱時の ISO 11357 による DSC 法および溶融ピークの積分によって測定された 4 J/g 未満の融解エンタルピーを有する。

40

【0037】

成分 a) として利用されるポリアミド PA6 は、 ϵ -カプロラクタムから入手可能である。成分 a) として利用されるポリアミド PA66 は、ヘキサメチレンジアミンおよびアジピン酸から入手可能である。

【0038】

さらに、ポリマー鎖中の各ポリアミドに対して $3 \sim 11$ 個のメチレン基、特に非常に好ましくは、 $4 \sim 6$ 個のメチレン基が存在する、PA6、PA66 をベースとするほとんどの化合物またはそれらのコポリアミドが好ましい。

50

【0039】

本発明によると、PA66と比べて、PA6は非常に特に好ましい。

【0040】

ポリアミド6は、例えば、Lanxess Deutschland GmbH, CologneからDurethan(登録商標)B26の名称で、ポリアミド66は、BASF SE, LudwigshafenからUltramid(登録商標)A27Eの名称で入手可能である。

【0041】

成分b)

水酸化マグネシウム[CAS番号1309-42-8]は、その由来および製造モードの結果として不純物を含有し得る。典型的な不純物としては、例えば、酸化物の形態でゲスト核種として水酸化マグネシウムの結晶に存在し得る、例えば、ケイ素、鉄、カルシウムおよび/またはアルミニウム含有核種が含まれる。水酸化マグネシウムの純度は、可能な限り小さい水酸化マグネシウム以外の核種の割合に起因する。成分b)として使用される水酸化マグネシウムは、ISO12677に従って、焼成物質上で蛍光X線(XRF)によって決定された、 $< 15000 \text{ ppm}$ 、好ましくは $< 5000 \text{ ppm}$ 、特に好ましくは $< 500 \text{ ppm}$ のケイ素の割合を有する。

10

【0042】

本発明に従って使用される水酸化マグネシウムは、好ましくは、少なくとも96重量%、好ましくは少なくとも98重量%の純度、すなわち、 $\text{Mg}(\text{OH})_2$ の割合を有する。

20

【0043】

最終的に、好ましい実施形態において、本発明に従って使用される水酸化マグネシウムは、ケイ素含有率に加えて、および/または純度に加えて、ISO12677に従って、焼成物質上で蛍光X線(XRF)によって決定された、 $< 1500 \text{ ppm}$ 、好ましくは $< 1000 \text{ ppm}$ 、特に好ましくは $< 300 \text{ ppm}$ の鉄含有量(Fe)を有する。

【0044】

特に、水酸化マグネシウムは、非鉱物質、すなわち、合成由来である。好ましくは、合成由来の成分b)の考察された製造方法は、塩化マグネシウム水溶液の熱加水分解、または焼成された消化ドロマイトもしくは乳状石灰によるマグネシウム塩溶液の沈殿である。

【0045】

成分b)として使用される水酸化マグネシウムは、サイズが定められていなくても、または他のサイズに定められていてもよい。サイズは、特性のプロフィールまたは成分の加工性を改善するために、成分、この場合、水酸化マグネシウムのさらなるの加工の前に噴霧または浸漬によって適用された含浸液体である。成分b)は、好ましくは、ステアレートまたはアミノシロキサン、特に好ましくは、アミノシロキサンに基づいてサイズが提供される。

30

【0046】

成分b)として好ましく利用される水酸化マグネシウムは、 $0.5 \mu\text{m} \sim 6 \mu\text{m}$ の範囲の平均粒径d50、好ましくは $0.7 \mu\text{m} \sim 3.8 \mu\text{m}$ の範囲のd50、特に好ましくは $1.0 \mu\text{m} \sim 2.6 \mu\text{m}$ の範囲のd50を有する。d50を決定するための適切な測定方法は、例えば、レーザー回折であり、例えば、Malvern Mastersizer 2000で測定される。望ましい粒径は、例えば、水酸化マグネシウムの粉碎によって達成されてもよい。本出願において、平均粒径に関して、それらの測定およびそれらの意味は、Chemie Ingenieur Technik(72)pp.273-276, 3/2000, Wiley-VCH Verlags GmbH, Weinheim, 2000が参照され、上記文献によると、d50値は、その下に50%の量の粒子が存在する粒径(中間値)である。成分b)のd50値は、ISO14887に従って水中での分散後、ISO13320に従ってレーザー回折(光散乱)によって、本発明に基づいて決定される。別の分散剤は、Horiba Instruments Inc, Albany, New York, 2013からの白書“Dispersing Powder

40

50

s in Liquid for Particle Size Analysis”の表2に記載される。

【0047】

本発明による適切な水酸化マグネシウムの種類には、例えば、Martinswerk GmbH, Bergheim, GermanyからのMagnifin(登録商標)H5IV、またはPenoles, Mexico City, MexicoからのHidromag(登録商標)Q2015 TCが含まれる。

【0048】

成分c)

成分c)として利用される窒化ホウ素[CAS番号10043-11-5]は、好ましくは、 $0.5\mu\text{m} \sim 100\mu\text{m}$ の範囲の一次粒子に基づく平均粒径(d_{50})を有し、 $2\mu\text{m} \sim 50\mu\text{m}$ の範囲の平均粒径が好ましく、かつ $5\mu\text{m} \sim 20\mu\text{m}$ の範囲の平均粒径が特に好ましい。本発明に関して、成分c)の平均粒径は、ISO 13320による分散中のレーザー回折を使用して決定する。

10

【0049】

窒化ホウ素は、好ましくは、プレートレットの形態、または凝集体の形態で直接利用され、プレートレットの使用が特に好ましい。

【0050】

成分b)と同様に、成分c)もサイズが定められていない形態で、または他に表面就職された形態で利用されてもよい。適切な窒化ホウ素品質には、例えば、RD Consuulting, Oberscheinfeld, GermanyからのBT BN006-HMおよび/またはBT BN012-TCP窒化ホウ素が含まれる。

20

【0051】

成分d)

成分d)として利用される二酸化チタン[CAS番号13463-67-7]は、好ましくは、ISO 13320による分散中のレーザー回折を使用して決定される、 $90\mu\text{m} \sim 2000\mu\text{m}$ の範囲、特に好ましくは、 $200\mu\text{m} \sim 800\mu\text{m}$ の範囲の平均粒径を有する。

【0052】

本発明に従って成分d)として利用される二酸化チタンとして予想される二酸化チタン顔料は、その基本構造が硫酸塩(SP)または塩化物(CP)法によって製造され得、かつアナターゼおよび/またはルチル構造、好ましくは、ルチル構造を有するものである。基本構造は、安定化される必要はないが、特定の安定化が好まれ、CP基本構造の場合、(Al_2O_3 として計算される)0.3~3.0重量%のAlドーピング、および四塩化チタンから二酸化チタンへの酸化の間の気相中の酸素ガス過剰によって、SP基本構造の場合、好ましくは、Al、Sb、NbまたはZnによるドーピングによって安定化される。Alによる「光」安定化、または、より高い量のAlドーピングに関しては、アンチモンによる埋め合わせが特に好ましい。二酸化チタンが塗料およびコーティング、プラスチック類などで白色顔料として使用される場合、UV吸収によって引き起こされる望ましくない光触媒反応が色素性物質の破壊を導くことが知られている。これには、二酸化チタン顔料による近紫外範囲における光の吸収と、それによって、二酸化チタン表面において高反応性フリーラジカルを生成する電子-正孔対の形成が伴われる。形成されたフリーラジカルは、有機媒体中の結合剤分解をもたらす。本発明に従って、その無機の後処理によって、特に好ましくは、Siおよび/またはAlおよび/またはZrの酸化物によって、ならびに/あるいはSn化学種の使用によって、二酸化チタンの光活性を低下させることが好ましい。

30

40

【0053】

好ましくは、顔料二酸化チタンの表面を、化学種 SiO_2 および/または Al_2O_3 の非晶質沈殿酸化物水和物、ならびに/あるいは酸化ジルコニウムによって被覆する。 Al_2O_3 シェルは、ポリマーマトリックス中での顔料の分散を促進し、そして SiO_2 シェ

50

ルは、顔料表面における電荷交換を阻害し、したがって、ポリマー分解を防止する。

【0054】

本発明に従って、二酸化チタンは、好ましくは親水性および/または疎水性有機サイズ、特にシロキサンまたはポリアルコールによって提供される。

【0055】

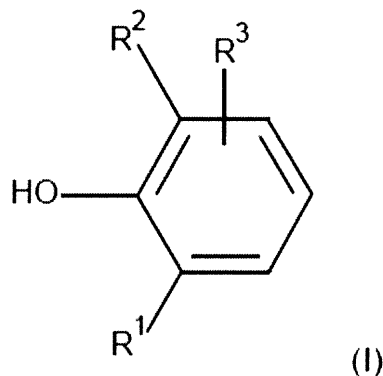
市販品として入手可能な製品は、例えば、Kronos, Dallas, USAからのKronos (登録商標) 2230、Kronos (登録商標) 2233およびKronos (登録商標) 2225である。二酸化チタンは、粉末として、またはマスターバッチの形態で直接使用することが可能であり、その場合、マスターバッチは、好ましくは、ポリアミドをベースとする。あるいは、ポリカーボネート、ポリブチレンテレフタレート、
10
ポリエチレン、無水マレイン酸グラフト化ポリエチレンおよび/または無水マレイン酸グラフト化ポリプロピレンをベースとする二酸化チタンマスターバッチを使用することも可能であり、かつマスターバッチ用に上記ポリマーの混合物を使用することも可能である。

【0056】

成分e)

一実施形態において、本発明による組成物は、式(I)

【化3】



(式中、 R^1 および R^2 は、アルキル基、置換アルキル基または置換トリアゾール基を表し、基 R^1 および R^2 は同一であるか、または異なってもよく、かつ R^3 は、アルキル基、置換アルキル基、アルコキシ基または置換アミノ基を表す) の少なくとも1つの構造を含む立体障害型フェノールの群からの少なくとも1種の熱安定剤を含む。

【0057】

本発明に関して、立体障害型のかさ高い基は、好ましくは、tert-ブチル基、イソプロピル基およびアリール基であって、立体的にかさ高い基によって置換されている。本発明に関して、立体的にかさ高い基は、特にtert-ブチル基である。

【0058】

非常に特に好ましい式(I)の熱安定剤は、例えば、その内容が完全に本出願によって包括される、独国特許出願公開第A 2 7 0 2 6 6 1号明細書(米国特許第4 3 6 0 6 1 7号明細書)に酸化防止剤として記載されている。好ましい立体障害型フェノールのさらなる群は、置換ベンゼンカルボン酸、特に、置換ベンゼンプロピオン酸から誘導される。この種類からの特に好ましい化学種は、式(II)

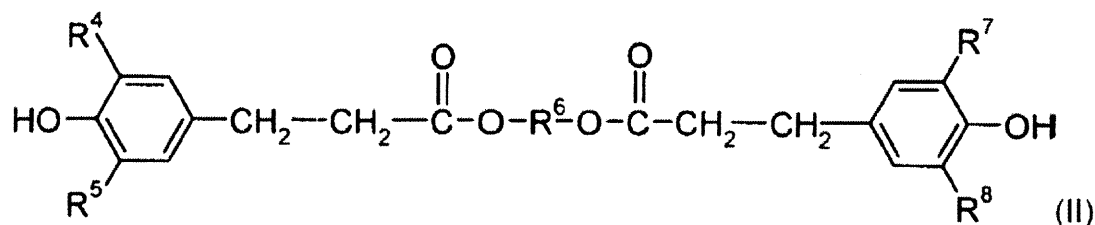
10

20

30

40

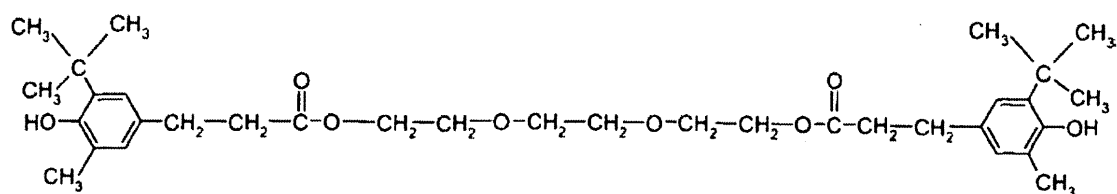
【化 4】



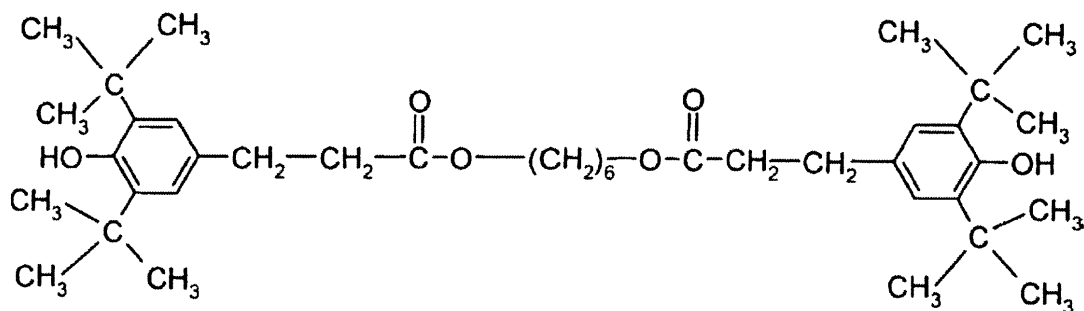
(式中、 R^4 、 R^5 、 R^7 および R^8 は、互いに独立して、それ自体が置換されていてもよく、かつそのうちの少なくとも1つが立体的にかさ高い基である $C_1 \sim C_8$ アルキル基を表し、かつ R^6 は、主鎖に $C-O$ 結合を有していてもよい $1 \sim 10$ 個の炭素原子を有する二価脂肪族基を表す) の化学種である。式 (II) の化学種の例には、方式 (III)、(IV) および (V) の化学種が含まれる。

10

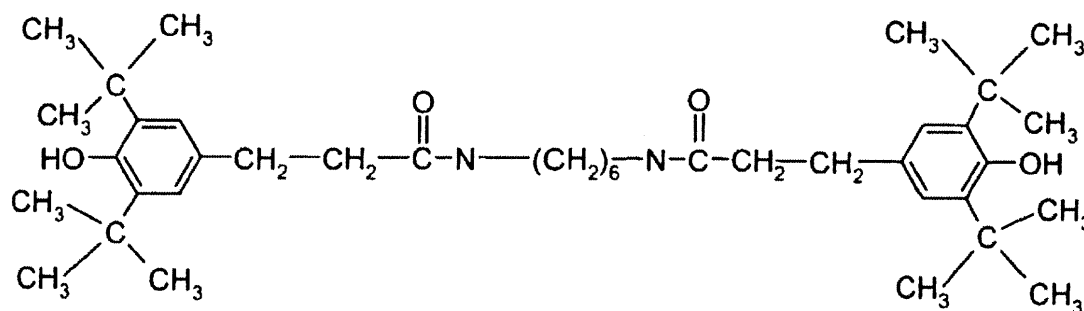
【化 5】



20

(III) (BASF SE からの Irganox[®] 245)

30

(IV) (BASF SE からの Irganox[®] 259)

40

(V) (BASF SE からの Irganox[®] 1098)

【0059】

非常に特に好ましい熱安定剤は、2, 2'-メチレンビス(4-メチル-6-tert-ブチルフェノール)、1, 6-ヘキサンジオールビス[3-(3, 5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシフェニル)プロピオネート]、ペンタエリスリチルテトラキス[3-(3, 5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシフェニル)プロピオネート]、ジ

50

ステアリル 3, 5 - ジ - tert - ブチル - 4 - ヒドロキシベンジルホスホネート、2, 6, 7 - トリオキサ - 1 - ホスファビシクロ [2 . 2 . 2] オクト - 4 - イルメチル 3, 5 - ジ - tert - ブチル - 4 - ヒドロキシヒドロシナメート、3, 5 - ジ - tert - ブチル - 4 - ヒドロキシフェニル - 3, 5 - ジステアリルチオトリアジリアミン、2 - (2' - ヒドロキシ - 3' - ヒドロキシ - 3' , 5' - ジ - tert - ブチルフェニル) - 5 - クロロベンゾトリアゾール、2, 6 - ジ - tert - ブチル - 4 - ヒドロキシメチルフェノール、1, 3, 5 - トリメチル - 2, 4, 6 - トリス (3, 5 - ジ - tert - ブチル - 4 - ヒドロキシベンジル) ベンゼン、4, 4' - メチレンビス (2, 6 - ジ - tert - ブチルフェノール)、3, 5 - ジ - tert - ブチル - 4 - ヒドロキシベンジルジメチルアミンの群から選択される。

10

【0060】

特に好ましい熱安定剤は、2, 2' - メチレンビス (4 - メチル - 6 - tert - ブチルフェノール)、1, 6 - ヘキサジオールビス [3 - (3, 5 - ジ - tert - ブチル - 4 - ヒドロキシフェニル) プロピオネート] (Irganox (登録商標) 259)、ペンタエリスリチルテトラキス [3 - (3, 5 - ジ - tert - ブチル - 4 - ヒドロキシフェニル) プロピオネート] および N, N' - ヘキサメチレンビス - 3, 5 - ジ - tert - ブチル - 4 - ヒドロキシヒドロシナミド (Irganox (登録商標) 1098) からなる群から選択される。

【0061】

BASF SE, Ludwigshafen, Germany から Irganox (登録商標) 1098 の名称で入手可能な N, N' - ヘキサメチレンビス - 3, 5 - ジ - tert - ブチル - 4 - ヒドロキシヒドロシナミドの熱安定剤としての使用が、本発明に従って、特に非常に好ましい。

20

【0062】

成分 f)

一実施形態において、本発明の組成物は、ガラスビーズ、粉末ガラス、非晶質シリカ、ケイ酸カルシウム [CAS 番号 1344 - 95 - 2]、メタケイ酸カルシウム [CAS 番号 10101 - 39 - 0]、炭酸マグネシウム [CAS 番号 546 - 93 - 0]、カオリン [CAS 番号 1332 - 58 - 7]、焼成カオリン [CAS 番号 92704 - 41 - 1]、白亜 [CAS 番号 1317 - 65 - 3]、雲母 [CAS 番号 1318 - 94 - 1]、金雲母 [CAS 番号 12251 - 00 - 2]、硫酸バリウム [CAS 番号 7727 - 43 - 7]、長石 [CAS 番号 68476 - 25 - 5] およびモンモリロ石 [CAS 番号 67479 - 91 - 8] の群からの少なくとも 1 種の充てん剤を含む。

30

【0063】

成分 f) として使用される充てん剤は、好ましくは、表面変性された形態で利用され、特に好ましくは接着促進剤 / 接着促進剤系によって、特に好ましくはシランをベースとする接着促進剤 / 接着促進剤系によって表面変性された形態で利用される。これ为目标として、シラン化学種は、一般に、表面コーティング用鉱物質充てん剤に基づき、0.05 ~ 2 重量 %、好ましくは、0.25 ~ 1.5 重量 %、特に 0.5 ~ 1 重量 % の量で使用される。しかしながら、前処理は必ずしも必要ではない。

40

【0064】

成分 f) として利用される充てん剤は、好ましくは、すでにコンパウンディングの間に、成形材料を得るため、またはその後の加工で成形物品 / 製造物品を得るための加工の結果、成形材料において、または成形物品 / 製造物品において、最初に使用される充てん剤と同様の d50 値を有する。

【0065】

別の実施形態において、収縮間の異方性の不都合が必要とされ、考慮される場合、繊維状または針状充てん剤も利用されてよい。カーボン繊維、特に、ポリアクリロニトリル [CAS 番号 308063 - 67 - 4]、珪灰石 [CAS 番号 13983 - 17 - 0] またはガラス繊維 [CAS 番号 65997 - 17 - 3] をベースとするカーボン繊維が好まし

50

い。

【0066】

本発明に従って、針状鉱物質充てん剤という用語は、非常に顕著な針状特徴を有する鉱物質充てん剤を意味するものとして理解される。例としては、特に針状珪灰石が含まれる。鉱物質は、好ましくは、2 : 1 ~ 35 : 1の範囲、特に好ましくは3 : 1 ~ 19 : 1の範囲、最も好ましくは4 : 1 ~ 12 : 1の範囲の長さ : 直径比を有する。針状鉱物質充てん剤の平均粒径は、CILAS GRANULOMETERによって決定した場合、好ましくは < 20 μm、特に好ましくは < 15 μm、特に好ましくは < 10 μmである。

【0067】

ガラス繊維が利用される場合、E - グラスから製造されたガラス繊維を使用することが好ましい。好ましい実施形態において、繊維状または針状充てん剤は、成分a)とのより良好な共溶性のため、適切な表面変性、特にシラン化学種を含む表面変性が提供される。

【0068】

別の実施形態において、繊維状充てん剤として、円形断面積および6 ~ 18 μm、好ましくは9 ~ 15 μmのフィラメント直径を有するガラス繊維、あるいは、その第1の断面軸が6 ~ 40 μmの範囲の幅を有し、かつその第2の断面軸が3 ~ 20 μmの幅を有する非円形断面積を有するフラットガラス繊維を使用することが特に好ましい。ガラス繊維製造業者技術データシートに報告されるデータを使用して、ガラス繊維製品がこの寸法範囲に属するかどうか決定する。例えば、Lanxess Deutschland GmbHからのガラス繊維CS7928(円形断面、平均直径11 μm)が特に好ましく使用され得る。本発明に関して、断面積 / フィラメント直径は、DIN 65571による少なくとも1つの光学的方法によって決定される。光学式方法は、a) 光学顕微鏡および接眼マイクロメーター(距離測定円筒径)、b) 光学顕微鏡およびデジタルカメラ、その後のプランメトリ(断面測定)、c) レーザー干渉分析法ならびにd) プロジェクションである。

【0069】

“<http://de.wikipedia.org/wiki/Faser-Kunststoff-Verbund>”によると、ガラス繊維の中でも、0.1 ~ 1 mmの範囲の長さを有する短繊維とも呼ばれるチョップド繊維、1 ~ 50 mmの範囲の長さを有する中繊維、および長さL > 50 mmを有する連続繊維で区別される。短繊維は、射出成形技術において利用され、そして押出成形機によって直接加工され得る。中繊維も同様に押出成形機において加工が可能である。上記繊維は繊維噴霧において広範に使用される。中繊維はしばしば、充てん剤として熱硬化物質に添加される。連続繊維は、粗糸または布の形態で繊維強化プラスチックにおいて使用される。連続繊維を含む製品が最も高い剛性および強度値を達成する。ガラス粉末において、繊維長は70 ~ 200 μmの範囲である。

【0070】

本発明によると、短ガラス繊維、中ガラス繊維または連続ガラス繊維を使用することが可能である。中ガラス繊維または連続ガラス繊維を使用することが好ましく、中ガラス繊維を使用することが特に好ましい。しかしながら、ガラス繊維は、粉末ガラス繊維として使用することもできる。

【0071】

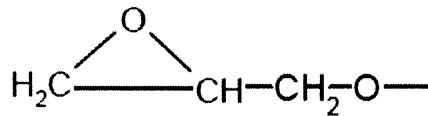
ガラス繊維は、特に好ましくはシランをベースとする適切なサイズ系 / 接着促進剤 / 接着促進剤系で変性されることが好ましい。

【0072】

非常に特に好ましいシランベースの接着促進剤は、一般式(IV)

$$(X - (CH_2)_q)_k - Si - (O - C_rH_{2r+1})_4 - k \quad (IV)$$
 のシラン化学種であり、式中、置換基は以下の通りに定義される。
 X : NH₂ - 、HO - 、

【化 6】



q : 2 ~ 10、好ましくは 3 ~ 4 の整数、

r : 1 ~ 5、好ましくは 1 ~ 2 の整数、

k : 1 ~ 3、好ましくは 1 の整数。

【0073】

特に好ましい接着促進剤は、アミノプロピルトリメトキシシラン、アミノブチルトリメトキシシラン、アミノプロピルトリエトキシシラン、アミノブチルトリエトキシシランおよび置換基 X としてグリシジル基を含む対応するシランの群からのシラン化学種である。

【0074】

別の実施形態において利用されるガラス繊維を変性するために、シラン化学種は、好ましくは、表面コーティング用ガラス繊維の量に基づき、0.05 ~ 2 重量%の範囲、特に好ましくは 0.25 ~ 1.5 重量%の範囲、特に 0.5 ~ 1 重量%の範囲の量で使用される。

【0075】

ガラス繊維は、成形材料またはそれから製造される製造物品を得るための加工 / コンパウンディングの結果、成形材料または製造物品において、最初に使用されるガラス繊維と同様の d97 または d50 値を有する。ガラス繊維は、成形材料 (コンパウンディング) または成形物品 (射出成形または押出成形) 得るための加工の結果、成形材料または製造物品において、最初に使用される成形物品よりも短い長さ分布を有する。

【0076】

成分 g)

成分 g) として利用される離型剤は、好ましくは、長鎖脂肪酸、特に、ステアリン酸またはベヘン酸、それらの塩、特にステアリン酸カルシウムまたはステアリン酸亜鉛、およびそれらのエステル誘導体またはアミド誘導体、特にエチレンビスステアリルアミド、モンタンワックスおよび低分子量ポリエチレン / ポリプロピレンワックスである。本発明に

【0077】

本発明によると、8 ~ 40 個の炭素原子を有する飽和または不飽和脂肪族カルボン酸と、2 ~ 40 個の炭素原子を有する脂肪族飽和アルコールまたはアミンとのエステルまたはアミド、および 8 ~ 40 個の炭素原子を有する飽和または不飽和脂肪族カルボン酸の金属塩の群からの潤滑剤および / または離型剤を使用することが特に好ましい。

【0078】

エチレンビスステアリルアミド、ステアリン酸カルシウムおよびエチレングリコールジモンタネートの群からの少なくとも 1 種の潤滑剤および / または離型剤を使用することが非常に特に好ましい。

【0079】

ステアリン酸カルシウム [CAS 番号 1592 - 23 - 0] またはエチレンビスステアリルアミド [CAS 番号 110 - 30 - 5] の使用が特に好ましい。エチレンビスステアリルアミド (Emery Oleochemicals からの Loxiol (登録商標) EBS) の使用が特に好ましい。

【0080】

成分 h)

成分 h) の習慣的な添加物は、成分 b)、c)、d)、e)、f) および g) とは異なる成分であり、好ましくは、安定剤、UV 安定剤、ガンマ線安定剤、レーザー吸収剤、静

10

20

30

40

50

電防止剤、レオロジー変性剤、エラストマー変性剤、乳化剤、核剤、酸掃去剤、可塑剤、潤滑剤、染料、レーザーマーキング添加剤、顔料および燃焼抑制剤である。添加物は、単独で、または混合物でノマスターバッチの形態で使用されてもよい。

【0081】

利用された安定剤は、ホスフィット、ヒドロキノン、芳香族第2級アミン、特にジフェニルアミン、置換レソルシノール、サリチレート、シトレート、ベンゾトリアゾールおよびベンゾフェノン、ならびにまたこれらの群の様々な置換された代表またはそれらの混合物である。

【0082】

一実施形態において、ハロゲン化銅、特にヨウ化銅(I)が安定剤として利用される。少なくとも1種のハロゲン化銅を、少なくとも1種のハロゲン化アルカリ金属、好ましくは、ナトリウムまたはカリウムの塩化物、臭化物またはヨウ化物、特にヨウ化カリウムと組み合わせて利用することが好ましい。代わりに、または加えて、次亜燐酸ナトリウム、 NaH_2PO_2 を利用してもよい。

【0083】

安定剤として、ジペンタエリトリール[CAS番号126-58-9]およびトリペンタエリスリトリール[CAS番号78-24-0]の群から好ましくは選択される少なくとも1種の多価アルコールを利用することも可能であり、ジペンタエリトリールが特に好ましい。これらの多価アルコールは、上記安定剤と一緒に利用されてもよい。

【0084】

好ましく利用される顔料/染料は、硫化亜鉛、ウルトラマリン、カーボンブラック、フタロシアニン、キナクリドン、ペリレン、ニグロシンおよびアントラキノンである。

【0085】

好ましく利用される核剤は、タルク、ナトリウムまたはカルシウムフェニルホスフィネートであり、タルクが特に好ましい。タルクは、化学組成 $\text{Mg}_3[\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2]$ 、[CAS番号14807-96-6]を有する粉末状ケイ酸マグネシウム水和物である。

【0086】

好ましく利用される酸掃去剤は、ハイドロタルサイト、チョーク、ペーマイトおよび錫酸亜鉛である。

【0087】

好ましく利用される可塑剤は、ジオクチルフタレート、ジベンジルフタレート、ブチルベンジルフタレート、炭化水素油またはN-(n-ブチル)ベンゼンスルホンアミドである。

【0088】

好ましく利用されるエラストマー変性剤添加剤は、
H. 1 5~95重量%、好ましくは30~90重量%の少なくとも1種のビニルモノマー、
H. 2 95~5重量%、好ましくは70~10重量%の1種またはそれ以上のグラフト基体であって、 $<10^\circ\text{C}$ 、好ましくは $<0^\circ\text{C}$ 、特に好ましくは $<-20^\circ\text{C}$ のガラス転移温度を有するもの
の1種またはそれ以上のグラフトポリマーHである。

【0089】

グラフト基体H. 2は、一般に、 $0.05\sim10\mu\text{m}$ 、好ましくは $0.1\sim5\mu\text{m}$ 、特に好ましくは $0.2\sim1\mu\text{m}$ の平均粒径(d_{50} 値)を有する。

【0090】

モノマーH. 1は、好ましくは、
H. 1.1 50~99重量%のビニル芳香族および/または環置換ビニル芳香族、好ましくはスチレン、 α -メチルスチレン、p-メチルスチレン、p-クロロスチレンおよび/または($\text{C}_1\sim\text{C}_8$)-アルキルメタクリレート、好ましくはメタクリル酸メチル、メ

10

20

30

40

50

タクリル酸エチルと、

H . 1 . 2 1 ~ 5 0 重量 % のシアン化ビニル、好ましくは、不飽和ニトリル、例えば、アクリロニトリルおよびメタクリロニトリル、および / または (C ₁ ~ C ₈) - アルキル (メタ) アクリレート、好ましくはメタクリル酸メチル、アクリル酸 n - ブチル、アクリル酸 t - ブチルおよび / または不飽和カルボン酸の誘導体、好ましくは、無水物およびイミド、好ましくは、マレイン酸無水物および N - フェニルマレイミドと

の混合物である。

【 0 0 9 1 】

好ましいモノマー H . 1 . 1 は、モノマースチレン、 - メチルスチレンおよびメタクリル酸メチルの少なくとも 1 種から選択され、好ましいモノマー H . 1 . 2 は、モノマーアクリロニトリル、無水マレイン酸およびメタクリル酸メチルの少なくとも 1 種から選択される。

10

【 0 0 9 2 】

特に好ましいモノマーは、H . 1 . 1 スチレンおよび H . 1 . 2 アクリロニトリルである。

【 0 0 9 3 】

エラストマー変性剤において使用するためのグラフトポリマーに適切なグラフト基体 H 2 は、好ましくは、ジエンゴム、EP (D) M ゴム、すなわち、エチレン / プロピレン、および任意に、ジエン、アクリレート、ポリウレタン、シリコーン、クロロブレンおよびエチレン - 酢酸ビニルゴムをベースとするものである。

20

【 0 0 9 4 】

好ましいグラフト基体 H . 2 は、ジエンゴム (特に、ブタジエン、イソブレンなどをベースとするもの) またはジエンゴムの混合物、またはジエンゴムもしくはそれらの混合物のさらなる共重合性モノマー (例えば、H 1 . 1 および H 1 . 2 によるもの) とのコポリマーであるが、ただし、成分 H . 2 のガラス転移温度は、< 1 0 、好ましくは、< 0 、特に好ましくは < - 1 0 であることを条件とする。特に好ましいグラフト基体 H . 2 は、純粋なポリブタジエンゴムである。

【 0 0 9 5 】

特に好ましいグラフトポリマー H は、例えば、独国特許出願公開第 A 2 0 3 5 3 9 0 号明細書 (米国特許第 3 6 4 4 5 7 4 号明細書) または独国特許出願公開第 A 2 2 4 8 2 4 2 号明細書 (英国特許出願公開第 A 1 4 0 9 2 7 5 号明細書) または U l l m a n n , E n z y k l o p a e d i e d e r T e c h n i s c h e n C h e m i e , v o l . 1 9 (1 9 8 0) , p . 2 8 0 f f に記載の A B S ポリマー (乳化、塊状および懸濁 A B S) である。

30

【 0 0 9 6 】

グラフト基体 H . 2 のゲル含有量は、(トルエン中で測定した場合) 少なくとも 3 0 重量 % 、好ましくは少なくとも 4 0 重量 % である。A B S は、アクリロニトリル - ブタジエン - スチレンコポリマー [C A S 番号 9 0 0 3 - 5 6 - 9] を意味するものとして理解され、そして 3 つの異なるモノマー型アクリロニトリル、1 , 3 - ブタジエンおよびスチレンから形成された合成ターポリマーである。これは非晶質熱可塑性樹脂である。量比は、1 5 ~ 3 5 % のアクリロニトリル、5 ~ 3 0 % のブタジエンおよび 4 0 ~ 6 0 % のスチレンから変動し得る。

40

【 0 0 9 7 】

エラストマー変性剤 / グラフトコポリマー H は、フリーラジカル重合、例えば、乳化、懸濁、溶液または塊状重合によって、好ましくは、乳化または塊状重合によって製造される。また特に適切なグラフトゴムは、米国特許第 4 9 3 7 2 8 5 号明細書による有機ヒドロペルオキシドおよびアスコルビン酸から構成される重合開始剤系による酸化還元誘導によって製造される A B S ポリマーである。

【 0 0 9 8 】

周知であるように、グラフトモノマーは、グラフト反応において必ずしも完全にグラフ

50

ト基体上にグラフト化されることがないため、本発明によって、グラフトポリマーHは、グラフト基体の存在下でグラフトモノマーの(共)重合によって製造され、かつ仕上げにおいて共製造された生成物を意味するものとして理解される。

【0099】

適切なアクリレートゴムは、好ましくは、任意にH.2をベースとして40重量%までの他の重合性エチレン性不飽和モノマーとのアルキルアクリレートのポリマーである、グラフト基体H.2をベースとする。好ましい重合性アクリル酸エステルとしては、 $C_1 \sim C_8$ -アルキルエステル、好ましくは、メチル、エチル、ブチル、 n -オクチルおよび2-エチルヘキシルエステル、ハロアルキルエステル、好ましくは、ハロ- $C_1 \sim C_8$ -アルキルエステル、特に好ましくはクロロエチルアクリレートおよびこれらのモノマーの混合物が含まれる。

10

【0100】

架橋は、2個以上の重合性二重結合を有するモノマーを共重合させることによって達成され得る。架橋モノマーの好ましい代表は、3~8個の炭素原子を有する不飽和モノカルボン酸および3~12個の炭素原子を有する不飽和一価アルコールの、または2~4個のOH基および2~20個の炭素原子を有する飽和ポリオールのエステル、特に、エチレングリコールジメタクリレート、アリルメタクリレート、多価不飽和複素環式化学種、特に、トリビニルおよびトリアリルシアヌレート、多官能性ビニル化学種、特にジ-およびトリビニルベンゼンであるが、トリアリルホスフェートおよびジアリルフタレートである。

【0101】

20

好ましい架橋モノマーは、アリルメタクリレート、エチレングリコールジメタクリレート、ジアリルフタレートおよび少なくとも3個のエチレン系不飽和基を有する複素環式化学である。

【0102】

特に好ましい架橋モノマーは、環式モノマートリアリルシアヌレート、トリアリルイソシアヌレート、トリアクリロイルヘキサヒドロ-s-トリアジン、トリアリルベンゼンである。架橋されたモノマーの量は、グラフト基体H.1に基づき、好ましくは、0.02~5重量%、特に0.05~2重量%である。

【0103】

少なくとも3つのエチレン系不飽和基を有する環式架橋モノマーの場合、量を、グラフト基体H.2の1重量%未満に制限することが有利である。

30

【0104】

アクリル酸エステルに加えて、グラフト基体H.2を製造するために任意に使用され得る好ましい「他の」重合性エチレン系不飽和モノマーは、例えば、アクリロニトリル、スチレン、 α -メチルスチレン、アクリルアミド、ビニル $C_1 \sim C_6$ -アルキルエーテル、メチルメタクリレート、ブタジエンである。グラフト基体H.2として使用される好ましいアクリレートゴムは、少なくとも60重量%のゲル含有率を有する乳化ポリマーである。

【0105】

さらに適切なグラフト基体H.2は、独国特許出願公開第A3704657号明細書(=米国特許第4859740号明細書)、独国特許出願公開第A3704655号明細書(=米国特許第4861831号明細書)、独国特許出願公開第A3631540号明細書(=米国特許第4806593号明細書)および独国特許出願公開第A3631539号明細書(=米国特許第4812515号明細書)に記載のグラフト-活性部位を有するシリコンゴムである。

40

【0106】

Kunststoffe 8, 2008, 119-121によると、レーザー吸収剤は、好ましくは、プラスチック製造物品の銘刻のためのレーザー光線の吸収剤である。好ましいレーザー吸収剤は、三酸化アンチモン、酸化スズ、オルトリン酸スズ、チタン酸バリウム、ヒドロキシリン酸銅、オルトリン酸銅、ニリン酸カリウム銅、水酸化銅、酸化アン

50

チモンスズ、三酸化ビスマスおよびアントラキノンの群から選択される。三酸化アンチモンおよび酸化アンチモンスズが特に好ましい。三酸化アンチモンが非常に特に好ましい。

【0107】

レーザー吸収剤、特に、三酸化アンチモンは、直接粉末として、またはマスターバッチの形態で使用され得る。好ましいマスターバッチは、ポリアミドをベースとするもの、あるいはポリブチレンテレフタレート、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリエチレンポリプロピレンコポリマー、無水マレイン酸グラフト化ポリエチレンおよび/または無水マレイン酸グラフト化ポリプロピレンをベースとするものであり、三酸化アンチモンマスターバッチのためのポリマーを個々に、または混合物中で使用することが可能である。ポリアミド-6をベースとするマスターバッチの形態で三酸化アンチモンを使用することが非常に特に好ましい。

10

【0108】

レーザー吸収剤は、個々に、または2種以上のレーザー吸収剤の混合物として使用することができる。

【0109】

レーザー吸収剤は、特定の波長のレーザー光線を吸収することができる。実際は、この波長は、157nm~10.6μmの範囲にある。これらの波長のレーザーの例は、国際公開第2009/003976A1号パンフレットに記載されている。1064、532、355および266ナノメートルの波長を達成することができるNd:YAGレーザーおよびCO₂レーザーを使用することが好ましい。

20

【0110】

成分b)とは異なる好ましいさらなる燃焼抑制剤は、鉍物質燃焼抑制剤、窒素含有燃焼抑制剤またはリン含有燃焼抑制剤である。

【0111】

好ましい窒素含有燃焼抑制剤は、CAS番号1078142-02-5のトリクロロトリアジン、ピペラジンおよびモルホリンの反応生成物、特に、MCA Technologies GmbH, Biel-Benken, SwitzerlandからのMCA PPM Triazine HF、メラミンシアヌレート、メラミンの縮合生成物、例えば、メレン、メラン、メロンもしくはこの種類のより高度に縮合された化学種である。好ましい無機窒素含有化学種は、アンモニウム基塩である。

30

【0112】

さらに、脂肪族および芳香族スルホン酸の塩、ならびに鉍物質燃焼抑制添加剤、例えば、水酸化アルミニウム、炭酸Ca-Mg水和物(例えば、独国特許出願公開第A4236122号明細書)を使用することも可能である。

【0113】

酸素、窒素または硫黄含有金属化学種の群からの燃焼抑制相乗剤も考察され、特に上記理由のため、亜鉛を含まない化学種、特に、酸化モリブデン、酸化マグネシウム、炭酸マグネシウム、炭酸カルシウム、酸化カルシウム、窒化チタン、窒化マグネシウム、リン酸カルシウム、ホウ酸カルシウム、ホウ酸マグネシウムまたはそれらの混合物が好ましい。

40

【0114】

別の実施形態において、必要である場合、亜鉛含有化学種も成分h)として利用されてもよい。これらには、好ましくは、酸化亜鉛、ホウ酸亜鉛、スズ酸亜鉛、ヒドロキシスズ酸亜鉛、硫化亜鉛および窒化亜鉛、またはその混合物が含まれる。

【0115】

別の実施形態において、必要とされ、かつハロゲンからの自由度の損失の不都合が考慮される場合、ハロゲン含有燃焼抑制剤は成分h)として利用され得る。好ましいハロゲン含有燃焼抑制剤は、市販品として入手可能な有機ハロゲン化学種、特に好ましくは、エチレン-1,2-ビステトラブプロモフタルイミド、デカブロモジフェニルエタン、テトラブプロモビスフェノールAエポキシオリゴマー、テトラブプロモビスフェノールAオリゴカーボネート、テトラクロロビスフェノールAオリゴカーボネート、ポリペンタブロモベンジル

50

アクリレート、臭化ポリスチレンまたは臭化ポリフェニレンエーテルであり、これは、単独で、または相乗剤、特に三酸化アンチモンまたは五酸化アンチモンと組み合わせて使用することができる。

【0116】

好ましいリン含有燃焼抑制剤は、ホスフィン酸有機金属塩、例えば、アルミニウムトリス（ジエチルホスフィネート）、亜リン酸アルミニウム、赤リン、無機次亜リン酸金属塩、特に、次亜リン酸アルミニウム、亜リン酸金属塩、特に、亜リン酸カルシウム、9，10 - ジヒドロ - 9 - オキサ - 10 - ホスファフェナントレン 10 - オキシドの誘導体（DOP O 誘導体）、レゾルシンビス（ピフェニルホスフェート）（RDP）を含むオリゴマー、およびビスフェノール A ビス（ピフェニルホスフェート）（BDP）を含むオリゴマー、ならびにピロリン酸メラミン、そして必要であれば、ポリリン酸メラミン、メラミンポリ（アルミニウムホスフェート）、メラミンポリ（リン酸亜鉛）またはフェノキシホスファゼンオリゴマーおよびそれらの混合物である。

10

【0117】

成分 h) として使用するためのさらなる燃焼抑制剤は、チャーフォーマー、特に好ましくは、フェノールホルムアルデヒド樹脂、ポリカーボネート、ポリイミド、ポリスルホン、ポリエーテルスルホンまたはポリエーテルケトン、ならびに抗ドロップ剤、特にテトラフルオロエチレンポリマーである。

【0118】

成分 h) として利用される燃焼抑制剤は、純粋な形態で、またはマスターバッチまたは圧密物（compactate）によって添加されてもよい。

20

【0119】

本発明の組成物 / それから製造可能な成形材料および製造物品は、高い熱伝導率、低い反り収縮および適切な機械学と組み合わせて、UL 94 およびグローワイヤ試験（GWFI）による非常に良好な難燃性によって特徴づけられる。

【0120】

本発明に関して、非常に良好な燃焼抑制とは、1.5 mm 以下の壁厚において V - 0 UL 94 クラスおよび 1.5 mm 以下の壁厚において 850 以上の GWFI 値を意味するものとして理解される。本発明によると、高い熱伝導性とは、試験片の流れ方向に対して垂直に（面外方向）測定した場合、1.0 W / (m · K) より高い熱伝導率および試験片の流れ方向において（面内方向）測定した場合、2.0 W / (m · K) 以上の熱伝導率を意味するものとして理解される。

30

【0121】

熱伝導率は、Netzsch LFA 447 Nanoflash（登録商標）機器を使用して、EN 821 - 2 に従ってレーザーフラッシュ法に従って測定される。

【0122】

（射出）成形後、プラスチックベースの製造物品は、結晶化および熱膨張の間の体積変化のため、冷却時にそれらの堆積の特定の百分比によって径が減少し、いわゆる収縮が生じる。“http://de.wikipedia.org/wiki/Schwindung#Schwindung__bei__Gie. C3.9Fharzen”によると、収縮は、材料の除去または力の行使のない、材料またはワークピースの体積変化である。プラスチックにおいて、収縮は、濃度の局所的増加をもたらす結晶化の増加のため生じる。同一形状を維持しながらの体積の損失 / 体積の減少は、収縮と呼ばれる。収縮は、材料の乾燥、冷却または化学的もしくは物理的変換メカニズムによって生じる。取り込まれた成分が圧縮応力を受ける可能性があり、かつ接着が不十分である場合に湿潤するこれらおよび他の成分の間の空隙が形成する可能性があるため、熱可塑性物質をベースとするキャストリング樹脂の低い収縮は品質判定基準である。電気工学 / 電子工学における射出成型製造物品の場合、収縮が湿分の潜入および応力抵抗の減少を導く可能性がある。等方性収縮は、当業者によって、全空間方向において等しい収縮を意味すると理解される。

40

【0123】

50

本発明による製造物品は、好ましくは全空間方向における低い反り収縮、すなわち等方性収縮によって特徴づけられる。本発明によると、等方性収縮は、成形の方向と平行の加工収縮および成形の方向に垂直の加工収縮の係数が、0.8より大きく、好ましくは0.9より大きい製造物品の収縮を意味するものとして理解される。

【0124】

成形方向に対して平行および横断方向の加工間の収縮は、それぞれの場合、ISO 94-4に従って、60 mm・60 mm・2 mmの寸法を有する試験片において、260の溶融温度、80の成形温度および600バールの保持圧力において決定される。

【0125】

本発明によると、適切な機械学は、好ましくは、100 MPa、好ましくは120 MPaの曲げ強さおよび1.0%、好ましくは1.2%の端部繊維伸びを意味するものとして理解される。

【0126】

応用機械学における曲げ強さは、曲げ荷重下での成分中の曲げ応力の値であり、超過した場合、成分部分の破砕による不良が生じる。それは、ワークピースが屈折または破砕に提供する抵抗を記載する。ISO 178による短期曲げ試験において、好ましくは、80 mm・10 mm・4 mmの寸法を有するバー型試験片を、それらの端部が2つの支持体上にあるように配置し、そして中心で屈曲ラムを用いて負荷を加える(Bodo Carlowitz: Tabellarische Uebersicht ueber die Pruefung von Kunststoffen, 6th edition, Giesel-Verlag fuer Publizitaet, 1992, pp. 16-17)。

【0127】

“http://de.wikipedia.org/wiki/Biegeversuch”によると、曲げ率は、試験片を2つの支持体上に配置し、そしてその中心で、試験パンチを用いて負荷を加えることによって、3点曲げ試験で決定される。平面試験体に関して、曲げ率は以下の通り計算される。

$$E = l_v^3 (X_H - X_L) / 4 D_L b a^3$$

個々のパラメーターは以下の通りに定義される。

$E = k \text{ N/mm}^2$ での曲げ率；

$l_v = \text{mm}$ での支持体間の間隔；

$X_H = k \text{ N}$ での曲げ率決定の終了；

$X_L = k \text{ N}$ での曲げ率決定の開始；

$D_L = X_H$ および X_L の間のmmでの屈折；

$b = \text{mm}$ での試験体の幅；

$a = \text{mm}$ での試験体の厚さ。

【0128】

決定された力および屈折は、曲げ強さおよび端部繊維伸びの特徴を計算するために使用される(Bodo Carlowitz: Tabellarische Uebersicht ueber die Pruefung von Kunststoffen, 6th edition, Giesel-Verlag fuer Publizitaet, 1992, pp. 16-17)。

【0129】

プラスチックから製造され、長期負荷を受ける成形品および製造物品の安全な形状は、これに関して信頼できる結論を引き出すことができる静荷重下での材料特徴を必要とする。長期調査は張力下で実行されてもよく、圧縮および曲げ荷重ならびに負荷時間および温度の変動が考慮されるべきである。周囲媒体は、さらに特性に対して決定的な影響を有し得る。

【0130】

3点曲げ荷重下のクリープ挙動の決定は、DIN EN ISO 899-2に従って

10

20

30

40

50

行われる。DIN EN ISO 178に従って、長さ80ミリ、幅10mmおよび厚さ4mmの寸法を有する試験片が使用される。

【0131】

短期曲げ試験と対照して、DIN EN ISO 899-2/A1:2012-03による3点荷重下での曲げクリープ試験における時間 $f_b(t)$ とともに、屈曲の変化を使用して、端部繊維伸び $f(t)$ を計算する(<http://wiki.polymerservice-merseburg.de/index.php/Zeitstandbiegeversuch>を参照のこと)。

【0132】

GWFI値は、IEC 60695-2-12に従って、最終製品および材料において、グローワイヤ試験によって決定する。GWFI試験における試験手順は、以下の通りである。試験体を、500 から900 まで50 段階で、および960 で30秒間、グローワイヤに暴露する。試験片は、グローワイヤの除去後の残炎時間が30秒未満である場合、特定の温度において難燃性として評価される。

10

【0133】

Underwriters Laboratories (UL)からのUL94 Tests for Flammability of Plastic Materials for Parts in Devices and Applicationsの仕様書には、プラスチックの燃焼性を評価およびクラス分けする方法が記載されている。上記仕様書は、変化せずに、標準IEC/DIN EN 60695-11-10およびIEC/DIN EN 60695-11-20移行された。クラス分けは、125・13・Smm³の寸法を有する試験片を使用して実行された。厚さSは、意図された用途において最小の壁厚に相当しなければならない、かつ13mm以下でなければならない。しばしば試験は、0.40mm、0.75mm、1.5mmおよび3.0mmの値の1つまたはそれ以上を使用して実行される。試験は裸火(ブンゼンバーナー)を用いて実行される。発火源は、50Wの出力(高さ約20ミリの火炎)を有する。上記発火源は30秒間、または開始マークがHB試験において達成されるまで試験片に適用され、そしてV試験において2回10秒間適用され、次いで再び取り出される。燃焼時間、そしてV試験においては、燃焼粒子のドリップも、試験片下で脱脂綿の塊を使用して評価される。試験された試験片の厚さのクラス分けは、評価HB(水平燃焼試験)およびV-0、V-1、V-2 (垂直燃焼試験)による。これらは、必要条件の増加の順で、

20

30

・HB: 水平に固定された試験片の遅い燃焼(自己消炎性、または3mm<の厚さにおいて; 速度<75mm/分(HB75)); 3~13mmの厚さにおいて; 速度<40mm/分(HB40))。

・V-2: 30秒以内の垂直に固定された試験片の消炎。プラスチック溶融物の燃焼ドリップが認められた。

・V-1: V-2と同様であるが、プラスチック溶融物の燃焼ドリップが認められない。60秒以下の残光。

・V-0: V-1と同様であるが、10秒以内の消炎。30秒以下の残光。

【0134】

好ましい実施形態において、本発明は、ポリアミド6、水酸化マグネシウム、窒化ホウ素およびエチレンビスステアリルアミドを含む組成物に関する。

40

【0135】

好ましい実施形態において、本発明は、ポリアミド6、水酸化マグネシウム、窒化ホウ素および1,6-ビス[3-(3,5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシフェニル)プロピオニルアミノ]ヘキサンを含む組成物に関する。

【0136】

好ましい実施形態において、本発明は、ポリアミド6、水酸化マグネシウム、窒化ホウ素およびタルクを含む組成物に関する。

【0137】

50

好ましい実施形態において、本発明は、ポリアミド6、水酸化マグネシウム、窒化ホウ素、エチレンビスステアリルアミドおよびタルクを含む組成物に関する。

【0138】

好ましい実施形態において、本発明は、ポリアミド6、水酸化マグネシウム、窒化ホウ素およびエチレンビスステアリルアミドおよび1,6-ビス[3-(3,5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシフェニル)プロピオニルアミノ]ヘキサンを含む組成物に関する。

【0139】

方法

本発明は、さらに、それから製造可能な成形材料および製造物品の形態で、本発明による組成物を製造する方法であって、成分a)、b)およびc)、ならびに任意に成分d)、e)、f)、g)およびh)の少なくとも1種の代表が、少なくとも1つの混合装置において混合され、押出物の形態で成形材料を得るために排出され、ペレット化可能となるまで冷却され、そしてペレット化され、そしてマトリックス材料として射出成形操作、吹込成形操作または押出成形を受ける方法を提供する。成分a)の100重量部あたり、100~280重量部の成分b)および10~150重量部の成分c)が利用されるように混合が実行される場合が好ましい。

10

【0140】

成分の混合は、好ましくは、220~400の範囲の温度で、コンジョイント混合、ブレンド、混練、押出またはローリングによって達成される。好ましい混合装置は、コンパウンダー、共回転二軸スクリュウ押出機およびBuss混練機から選択される。個々の成分をあらかじめ混合することも有利であり得る。「コンパウンド」という用語は、追加的な充てん剤、強化剤または他の添加剤がそれと一緒に混合されている原料の混合物を指す。これは、互いに個々の原料の溶解をもたらさない。したがって、コンパウンディングによって、少なくとも2種の物質が互いに組み合わせられて、均質混合物が得られる。コンパウンディングは、用途に適するように原材料の特性を変性せるように意図される。特定課題は、時間が経つにつれ、コンパウンドが脱混合する可能性を回避することである。コンパウンドを製造する手順は、コンパウンディングと呼ばれる。

20

【0141】

混合後、成形材料の形態の組成物は、次いで、好ましくは押出成形され、ペレット化可能となるまで冷却され、そしてペレット化される。一実施形態において、本発明の組成物を含むペレット化された材料を、好ましくは、110~130の範囲の温度で、特に好ましくは、約120の温度で、真空乾燥キャビネット中で、または乾燥空気乾燥器中で、好ましくは2時間までの範囲の時間で、本発明の製造物品を製造するためにマトリックス材料として射出成形操作、吹込成形操作、または押出成形プロセスを受ける前に乾燥させる。

30

【0142】

したがって、本発明は、本発明の組成物がブレンドされ、押出成形されて、成形材料が形成され、ペレット化可能となるまで冷却され、そしてペレット化されて、そしてマトリックス材料として射出成形操作、吹込成形操作、または押出成形操作、好ましくは射出成形操作を受ける、製造物品の製造方法にも関する。

40

【0143】

あらかじめ混合された成分および/または個々の成分の、室温で、好ましくは0~40の範囲の温度で製造された物理的混合物、いわゆるドライブレンドからの、いわゆる半仕上げされた製品を直接製造することは有利であり得る。本発明に関して、半仕上げ製品は、あらかじめ製造された物品であり、かつ製造物品の製造プロセスの第1ステップにおいて形成される。本発明に関して、「半仕上げ製品」は、半仕上げ製品とは異なり、それらは幾何学的に確定された固体物体であり、かつ最終製造物品のそのような「半仕上げ」は実行されないため、バルクグッズ、ペレット化材料または粉末を包括しない。http://de.wikipedia.org/wiki/Halbzweigを参照のこと。

50

【 0 1 4 4 】

熱可塑性成形材料の射出成形または吹込成形および押出成形法は、当業者に既知である。

【 0 1 4 5 】

押出成形または射出成形によるポリアミドベースの製造物品の製造に関する本発明による方法は、好ましくは、240 ~ 330 の範囲、特に好ましくは、260 ~ 310 の範囲、非常に特に好ましくは270 ~ 300 の範囲の溶融温度で、任意に、好ましくは2500バール以下の圧力で、特に好ましくは2000バール以下の圧力で、非常に特に好ましくは1500バール以下の圧力で、特に好ましくは750バール以下の圧力で実行される。

10

【 0 1 4 6 】

連続共押出成形は、交互に連続的に2種の異なる材料を排出するステップを含む。この場合、押出成形方向において区分ごとに異なる材料組成を有するプレフォームが形成される。特定の物品区分は、適切な材料の選択によって特に必要とされる特性が寄付され得、例えば、軟質端部および硬質中間部または統合された軟質ゲートル領域を有する物品である(Thielen, Hartwig, Gust, "Blasformen von Kunststoffhohlkörpern", Carl Hanser Verlag, Munich 2006, pages 127 - 129)。

【 0 1 4 7 】

射出成形法において、好ましくはペレットの形態の本発明の組成物を含む成形材料は、加熱された筒腔内で溶融され(すなわち、可塑化)、そして射出成形材料として、温度制御された腔中に圧力下で射出される。材料の冷却後(固体化)、射出成形物は離型される。

20

【 0 1 4 8 】

次の操作が特徴となる。

1. 可塑化 / 溶融
2. 射出段階(充てん操作)
3. 保持圧力段階(結晶化の間の熱収縮のため)
4. 離型。

【 0 1 4 9 】

この点に関して、<http://de.wikipedia.org/wiki/Spritzgie%C3%9Fen>を参照のこと。射出成形機は、クロージャユニット、射出ユニット、ドライブおよび制御システムを備える。クロージャユニットは、型のための固定および可動プラテン、エンドプラテン、ならびに可動成形プラテンのためのタイバーおよびドライブ(タグルジョイントまたは水圧クロージャユニット)を含む。

30

【 0 1 5 0 】

射出ユニットは、電氣的に加熱可能なバレル、スクリュー用ドライブ(モーター、輸送)、ならびにスクリューおよび射出ユニットを動かすための水圧を備える。射出ユニットは、粉末/ペレット化された材料の溶融、測定、射出および圧力負荷(収縮による)を行うために有用である。スクリュー内での溶融物逆流(漏洩流)の課題は、ノンリタン弁によって解決される。

40

【 0 1 5 1 】

射出成形において、入ってくる溶融物は、次いで、分離および冷却され、そして製造される製造物品はそのようにして製造される。そのために、型の両半分が常に必要とされる。射出成形において、次の機能的なシステムが認識される。

- ランナーシステム
- インサート成形
- 排気
- 機械配置および力吸収
- 離型システムおよび移動輸送

50

- 温度調節

【0152】

射出成形とは対照的に、押出成形において、本発明の成形材料の無限のプラスチック押出物が押出機において利用され、押出機は、形成された熱可塑性成形品の製造のための機械である。<http://de.wikipedia.org/wiki/Extrusionsblasformen>を参照のこと。一軸スクリュウ押出機と二軸スクリュウ押出機との間、ならびに従来の一軸スクリュウ押出機、輸送一軸スクリュウ押出機、反回転二軸スクリュウ押出機および共回転に軸スクリュウ押出機の代表的なサブグループの間で区別される。

【0153】

押出成形プラントは、要素押出成形機、型、下流の装置、押出ブロー型を備える。プロフィールを製造するための押出成形プラントは、要素：押出成形機、プロフィール型、寸法規制ユニット、冷却帯、キャタピラーテイクオフおよびローラーテイクオフ、分離装置および傾斜シュートを備える。

【0154】

吹込成形(<http://de.wikipedia.org/wiki/Blasformen>を参照のこと)は、熱可塑性物質から中空品を製造する方法であって、そして特別な射出成形法としてみなされる。吹込成形は、従来の射出成形による上流操作で製造される、いわゆる、プレフォームを必要とする。実際の吹込成形プロセスの第1ステップは、このプレフォームを加熱するステップを含む。それは自動化には適応しないのみならず、高いアウトプットを有し、そして半仕上げ製品に多量の熱エネルギーを導入するため、これは特に赤外線ランプを利用する。加熱後、プレフォームは型に導入され、あるいは成形機構造次第で、加熱機は型から取り外される。型を閉じることによって、ボトルネックにおいて長軸方向の伸張がもたらされ、それによって、プレフォームは軸方向に保持され、そしてまた媒体に対して確実に固定される。次いで、ガスをプレフォームに導入し、これは圧力の適用下で膨張し、それによって、型輪郭が再生産される。経済的および環境的理由のため、利用されるガスは、しばしば圧縮空気である。インフレーション後、それが十分剛性を有し、そして排出可能となるまで、製造された中空品を型で冷却する。

【0155】

成形材料から本発明により製造可能な製造物品は、好ましくは、高い機械的特徴と組み合わせで高い難燃性が必要とされる用途で利用されてよく、好ましくは、自動車、電気、電子、遠距離通信、ソーラー、情報技術およびコンピュータ産業で、家庭で、スポーツで、医薬またはレジャー産業で、特に好ましくは電流および電圧導体構成部品、特に家庭電化製品およびLED用途で利用されてよい。

【0156】

本発明は、したがって、高い機械的特徴と組み合わせられた高い難燃性を有する製造物品を製造するための上記組成物を含む熱可塑性成形材料の使用にも関する。

【0157】

一実施形態において、本発明に従って製造可能な製造物品は、オルガノパネルとしても既知の無限繊維に基づく熱安定化複合材、またはカプセル化されたか、もしくはオーバーモールドされた複合構造の形態の半仕上げ製品である。本発明の組成物/本発明の熱安定剤系が使用されてもよい/複合構造の熱可塑性マトリックス中、または成形される成形材料中、または両成分中に存在してもよい。熱安定化複合材は、例えば、国際公開第2011/014754A1号パンフレットに開示され、そしてオーバーモールド複合構造は、例えば、国際公開第2011/014751A1号パンフレットに記載される。

【0158】

本発明は、さらに、繊維、フィルム、形成物品、複合構造およびオーバーモールド複合構造の形態での本発明の製造物品の製造のための本発明の組成物の使用に関する。繊維、フィルム、形成物品、複合構造およびオーバーモールド複合構造の形態の製造物品は、次いで、自動車、電気、電子工学、遠距離通信、情報技術、ソーラーおよびコンピュータ産

10

20

30

40

50

業用、家庭用、スポーツ用、医薬用、レジャー産業用、またはLED用途における物品において半仕上げ製品としての用途が見出される。

【0159】

本発明は、さらに、繊維、フィルム、成形物品の形態の製造物品を製造するための成形材料としての、ならびに複合構造およびオーバーモールド複合構造を製造するためのマトリックス材料としての、本発明の組成物の使用に関する。これらは、好ましくは、家庭電化製品およびLED用途で、好ましくは、次いで、製造物品/電流および電圧導体構成部分の構成要素を製造するために使用される半仕上げ製品として利用される。

【0160】

しかしながら、本発明は、ポリイミド、ならびに繊維、フィルム、成形物品、複合構造およびオーバーモールド複合構造の形態のそれから製造可能である製造物品の難燃性付与法であって、 $< 15000 \text{ ppm}$ のSi含有量を有する水酸化マグネシウムおよび窒化ホウ素から構成される安定剤系、好ましくは、 $< 15000 \text{ ppm}$ のSi含有量を有する水酸化マグネシウム、窒化ホウ素および二酸化チタンから構成される安定剤系、または $< 15000 \text{ ppm}$ のSi含有量を有する水酸化マグネシウム、窒化ホウ素および少なくとも1種の式(I)の構造を含む立体障害型フェノールの群からの少なくとも1種の熱安定剤から構成される安定剤系を利用するステップを含む方法にも関する。

10

【0161】

しかしながら、本出願は、ポリイミド/フィルム、繊維、成形物品、複合構造およびオーバーモールド複合構造の形態のそれから製造可能である製造物品の難燃性付与法であって、 $< 15000 \text{ ppm}$ のSi含有量を有する水酸化マグネシウムおよび窒化ホウ素から構成される安定剤系、好ましくは、 $< 15000 \text{ ppm}$ のSi含有量を有する水酸化マグネシウム、窒化ホウ素および二酸化チタンから構成される安定剤系、または $< 15000 \text{ ppm}$ のSi含有量を有する水酸化マグネシウム、窒化ホウ素および少なくとも1種の式(I)の構造を含む立体障害型フェノールの群からの少なくとも1種の熱安定剤から構成される安定剤系が利用される方法にも関する。

20

【実施例】

【0162】

表1に列挙された成分を、Coperion Werner & Pfleiderer (Stuttgart, Germany)からのZSK 26 Compounder二軸スクリー押出機で、約280の温度で混合し、水浴中に押出し、ペレット化可能となるまで冷却し、そしてペレット化した。ペレット化された材料を、真空乾キャビネット中で、70で、一定重量となるまで乾燥させた。

30

【0163】

次いで、ペレット化された材料を、Arburg A470射出成形機において、270~290の溶融温度および80~100の成形温度で加工し、UL94による試験用に125mm・13mm・1.5mmの寸法を有する試験片、熱伝導率測定用の試験片を製造するための60mm・45mm・2.0mmの寸法を有する試験片、ならびに直径80mmおよび厚さ0.75mmのディスクを得た。

40

【0164】

難燃性は、UL94V法に従って決定した(Underwriters Laboratories Inc. Standard of Safety, "Test for Flammability of Plastic Materials for Parts in Devices and Appliances", p. 14~p. 18 Northbrook 1998)。試験片は125mm・13mm・1.5mmの寸法を有した。

【0165】

グローワイヤ抵抗は、IEC 60695-2-12によるGWFI(グローワイヤ可燃度指数)グローワイヤ試験に基づき決定した。

【0166】

50

熱伝導率は、Net z s c h L F A 4 4 7 N a n o f l a s h (登録商標) 機器を使用して、E N 8 2 1 - 2 によるレーザーフラッシュ法によって測定した。試験片の流れの方向に垂直(面外)の熱伝導度の測定は、12.5 mm・12.5 mm・2 mmの寸法を有する試験片において行われ、側面上の光パルス入射は、12.5 mm・12.5 mmの寸法を有した。それぞれの試験片は、60 mm・45 mm・2.0 mmの寸法を有する試験片からあらかじめミル加工されていた。

【0167】

試験片の流れの方向(面内)の熱伝導度の測定は、近く一緒に配列された、12.5 mm・2 mm・2 mmの寸法を有する6つの試験片において行われ、それぞれ、60 mm・45 mm・2.0 mmの寸法を有する試験片からミル加工されて、次いで、縦軸を中心に90°回転させられて、そして最終的に、光パルスが約12 mm・12.5 mmの得られた表面上に入射するように再び組み立てられた。

【0168】

加工間の収縮を、それぞれの場合で成形方向に対して平行および横方向で、I S O 2 9 4 - 4 に従って、60 mm・60 mmの寸法を有する試験片において、260 の熔融温度および80 の成形温度で、600 パールの保持圧力で決定した。

【0169】

等方性の測定として、次いで、歪みを、成形方向に対して平行な加工間の収縮および成形方向に対して横方向の加工間の収縮の係数として計算した。両方の場合において、調製された試験片に、測定の前にグラファイトスプレーを使用してグラファイトの薄いコーティングを提供した。反射は、鏡映が肉厚で直径80 mmおよび厚さ0.75 mmのディスクにおいて、分光光度計(K o n i c a M i n o l t a C M - 2 6 0 0 d)で測定し、実施例に関して、光沢反射を含む500 nmの値が使用された。

【0170】

使用された材料：

成分 a / 1 : ポリアミド6 (L a n x e s s D e u t s c h l a n d G m b H , C o l o g n e , G e r m a n y から D u r e t h a n (登録商標) B 2 6)

成分 b / 1 : 水酸化マグネシウム (M a g n i f i n (登録商標) 5 H I V , M a r t i n s w e r k G m b H , B e r g h e i m , G e r m a n y)

成分 c / 1 : 窒化ホウ素 (B T B N 0 0 6 - H M b o r o n n i t r i d e , R D C o n s u l t i n g , O b e r s c h e i n f e l d , G e r m a n y)

成分 g) : E m e r y O l e o c h e m i c a l s から L o x i o l (登録商標) E B S の形態のエチレンビスステアリルアミド [C A S 番号 1 1 0 - 3 0 - 5]

慣習的にポリアミドで使用されるさらなる添加剤、例えば、g) 核剤(例えば、タルクをベースとするもの)および/またはe) 熱安定剤、例えば、1,6-ビス[3-(3,5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシフェニル)プロピオニルアミノ]ヘキサン[C A S 番号 2 3 1 2 8 - 7 4 - 7] (I r g a n o x (登録商標) 1 0 9 8 , B A S F , L u d w i g s h a f e n , G e r m a n y) 。

【0171】

表1に報告される組成物は、上記方法で加工された。

【0172】

10

20

30

40

【表 1】

表 1:

		実施例 1
a/l)	[重量部]	100
b/l)	[重量部]	175
c/l)	[重量部]	30.5
g)	[重量部]	0.6
e) および/または h)	[重量部]	0.6
UL94 (1.5 mm)	クラス	V-0
GWFI (0.75 mm)	[°C]	960
面外方向熱導電率	[W/mK]	> 1.5
面内方向熱伝導率	[W/mK]	> 3.0
曲げ強さ	[MPa]	>120
端部繊維伸び	[%]	>1.2
等方性収縮 [平行/垂直]		> 0.9
500 nm における反射率	[%]	>80

10

20

30

【 0 1 7 3 】

本発明の組成物 / それから得ることができる製造物品（実施例 1）に関して、表 1 は、UL94 および IEC 60695 - 2 - 12（GWFI）による高い熱伝導度および非常に良好な難燃性のみならず、曲げ試験において主として等方性収縮および適切な機械学を示す。

フロントページの続き

(51)Int.Cl.		F I		テーマコード (参考)
C 0 8 K	3/40	(2006.01)	C 0 8 K	3/40
C 0 8 K	3/34	(2006.01)	C 0 8 K	3/34
C 0 8 K	3/26	(2006.01)	C 0 8 K	3/26
C 0 8 K	3/30	(2006.01)	C 0 8 K	3/30
C 0 8 K	5/20	(2006.01)	C 0 8 K	5/20
C 0 8 L	91/06	(2006.01)	C 0 8 L	91/06
C 0 8 L	23/08	(2006.01)	C 0 8 L	23/08
C 0 8 J	5/00	(2006.01)	C 0 8 J	5/00
B 2 9 C	45/16	(2006.01)	B 2 9 C	45/16
				C F G

(72)発明者 マティアス・ピーンミュラー

ドイツ・4 7 8 0 3・クレーフェルト・ヨセフ・レンダース・ダイク・1 5

(72)発明者 ヨヒェン・エントナー

ドイツ・5 0 6 7 9・ケルン・ズエフェンシュトラッセ・6

F ターム(参考) 4F071 AA54 AA55 AB18 AB21 AB24 AB26 AB27 AB28 AC02 AC10
AC11 AC12 AC17 AD02 AE05 AE07 AE09 AE11 AE17 AF32
AF44 AF47 AH12 BA01 BB05 BB06 BC01
4F206 AA29 AB07 AB11 AB16 AG03 AH17 AH33 AR20 JA07 JB22
JF02 JF05 JN12
4J002 AE032 BB052 CL011 CL031 DE076 DE138 DE238 DE239 DG048 DG049
DJ008 DJ009 DJ018 DJ019 DJ038 DJ039 DJ058 DJ059 DK007 DL008
DL009 EJ069 EP029 FA088 FA089 FD017 FD018 FD019 FD069 FD098
FD136 FD137 FD162 FD169

【外国語明細書】
2017061675000001.pdf