

【公報種別】特許法第 17 条の 2 の規定による補正の掲載

【部門区分】第 3 部門第 3 区分

【発行日】平成29年12月14日 (2017.12.14)

【公開番号】特開2015-163692(P2015-163692A)

【公開日】平成27年9月10日 (2015.9.10)

【年通号数】公開・登録公報2015-057

【出願番号】特願2015-14203(P2015-14203)

【国際特許分類】

C 0 8 L 23/26 (2006.01)

C 0 8 L 77/00 (2006.01)

C 0 8 K 5/09 (2006.01)

C 0 8 K 3/34 (2006.01)

【 F I 】

C 0 8 L 23/26

C 0 8 L 77/00

C 0 8 K 5/09

C 0 8 K 3/34

【手続補正書】

【提出日】平成29年11月2日 (2017.11.2)

【手続補正 1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 0 0 8

【補正方法】変更

【補正の内容】

【 0 0 0 8 】

すなわち本発明は、以下の構成を有する。

(i) 分子間および / または分子内に金属イオンによる架橋構造を有するポリオレフィン系熱可塑性樹脂 (A) 1 0 0 重量部に対して、下記式 (1) を満たす融点 (T_m) を有するポリアミド樹脂 (B) を 5 ~ 1 0 0 重量部含む熱可塑性樹脂組成物であって、透過型電子線トモグラフィー法により観察されるモルフォロジーにおいて、前記ポリオレフィン系熱可塑性樹脂 (A) が連続相、前記ポリアミド樹脂 (B) が分散相を形成し、前記ポリアミド樹脂 (B) から形成される分散相の平均粒子径が 3 0 0 nm 以下であり、前記ポリアミド樹脂 (B) から形成される分散相の粒子径分布の標準偏差が 8 5 nm 以下である、熱可塑性樹脂組成物。

1 5 0 $T_m - T_{HD T}$ 2 1 0 (1)

上記式 (1) 中、 T_m はポリアミド樹脂 (B) の融点 () を示し、 $T_{HD T}$ は A S T M D - 6 4 8 法により荷重 0 . 4 5 5 M P a の条件で測定したポリオレフィン系熱可塑性樹脂 (A) の荷重たわみ温度を示す。

(i i) 前記ポリアミド樹脂 (B) から形成される分散相の最大コンパクトネスが 3 . 0 以下である (i) 記載の熱可塑性樹脂組成物。

(i i i) 前記ポリオレフィン系熱可塑性樹脂 (A) 1 0 0 重量部に対して、さらに (C) 炭素数 1 2 以上の高級脂肪酸を 0 . 1 ~ 5 重量部含む (i) または (i i) 記載の熱可塑性樹脂組成物。

(i v) 前記ポリオレフィン系熱可塑性樹脂 (A) 1 0 0 重量部に対して、さらに (D) 層状珪酸塩を 0 . 1 ~ 5 重量部含む (i) ~ (i i i) いずれか記載の熱可塑性樹脂組成物。

(v) (i) ~ (i v) いずれか記載の熱可塑性樹脂組成物を溶融成形して得られる成形品。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0083

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0083】

〔比較例 11〕

(A1) ポリオレフィン系熱可塑性樹脂と (B1) ポリアミド樹脂を表 1 に示す配合組成で混合し、真空ポンプによる揮発分の除去を行いながら、スクリー径 37 mm、2 条ネジの 2 本のスクリーを有する $L/D = 100$ の同方向回転完全噛み合い型二軸押出機 (東芝機械社製、TEM-37BS-26/2V) を使用し、シリンダ温度 240、スクリー回転数 130 rpm、押出量 26 kg/h の条件で熔融混練を行い、吐出口 ($L/D = 100$) よりストランド状の熔融樹脂組成物を吐出した。ここで、スクリー構成として、 $L/D = 22$ 、28、43、55、69、77、93 の位置から始まる 7 箇所のニーディングゾーンを設け、各ニーディングゾーンの長さ L_k/D は、順番に $L_k/D = 1.8$ 、1.8、2.3、2.3、2.3、2.3、3.0 とした。さらに各ニーディングゾーンの下流側に逆スクリーゾーンを設け、各逆スクリーゾーンの長さ L_r/D は、順番に $L_r/D = 0.4$ 、0.4、0.8、0.8、0.4、0.8、0.4 とした。また、スクリー全長に対する上記ニーディングゾーンの合計長さの割合 (%) を、 $\{(\text{ニーディングゾーンの合計長さ}) \div (\text{スクリー全長})\} \times 100$ により算出すると、16 % であった。また、吐出されたストランド状の熔融樹脂組成物を、冷却バスを通過させて冷却し、ペレタイザーにより引取りながら裁断することにより、樹脂組成物のペレット状のサンプルを得た。得られたサンプルを真空度 1013 hPa、60 の条件で 24 時間乾燥させた後に、前記方法により各種評価を実施した。評価結果を表 1 に示す。

【手続補正 3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0084

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0084】

〔実施例 2〕

スクリー回転数を 180 rpm に変更したこと以外は比較例 11 と同様にしてペレット状のサンプルを得た。得られたサンプルについて、比較例 11 と同様に評価した結果を表 1 に示す。

【手続補正 4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0085

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0085】

〔実施例 3 ~ 7〕

(A1) ポリオレフィン系熱可塑性樹脂、(B1) ポリアミド樹脂、(C) 高級脂肪酸および (D) 層状珪酸塩を表 1 に示す配合組成で混合し、スクリー回転数を 205 rpm に変更したこと以外は比較例 11 と同様にしてペレット状のサンプルを得た。得られたサンプルについて比較例 11 と同様に評価した結果を表 1 に示す。

【手続補正 5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0086

【補正方法】変更

【補正の内容】

【 0 0 8 6 】

〔 比較例 1 〕

ポリオレフィン系熱可塑性樹脂（ A 1 ）とポリアミド樹脂（ B 1 ）を表 2 に示す配合組成で混合し、真空ポンプによる揮発分の除去を行いながら、スクリー径 5 7 mm、2 条ネジの 2 本のスクリーを有する $L/D = 28$ の同方向回転完全噛み合い型二軸押出機（Werner & Pfleiderer 製：ZSK 57）を使用し、シリンダ温度を 240、スクリー回転数 200 rpm、押出量 60 kg/h の条件で熔融混練を行い、吐出口（ $L/D = 28$ ）よりストランド状の熔融樹脂組成物を吐出した。ここで、スクリー構成として、 $L/D = 8.4$ 、20 の位置から始まる 2 箇所のニーディングゾーンを設け、各ニーディングゾーンの長さ L_k/D は、順番に $L_k/D = 1.8$ 、 1.1 とした。さらに各ニーディングゾーンの下流側に、逆スクリーゾーンを設け、各逆スクリーゾーンの長さ L_r/D は、順番に $L_r/D = 0.35$ 、 0.35 とした。また、スクリー全長に対する上記ニーディングゾーンの合計長さの割合（%）を、 $\{（ニーディングゾーンの合計長さ） \div （スクリー全長）\} \times 100$ により算出すると、10% であった。その他の条件を 比較例 1 1 と同様にしてペレット状のサンプルを得た。得られたサンプルについて 比較例 1 1 と同様に評価した結果を表 2 に示す。

【 手続補正 6 】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0087

【補正方法】変更

【補正の内容】

【 0 0 8 7 】

〔 比較例 2 〕

（ B 1 ）ポリアミド樹脂を配合しないこと以外は実施例 3 と同様にしてペレット状のサンプルを得た。得られたサンプルについて 比較例 1 1 と同様に評価した結果を表 2 に示す。

【 手続補正 7 】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0088

【補正方法】変更

【補正の内容】

【 0 0 8 8 】

〔 比較例 3 〕

（ A 1 ）ポリオレフィン系熱可塑性樹脂と（ B 1 ）ポリアミド樹脂を表 2 に示す配合組成で混合したこと以外は実施例 3 と同様にしてペレット状のサンプルを得た。得られたサンプルについて 比較例 1 1 と同様に評価した結果を表 2 に示す。

【 手続補正 8 】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0089

【補正方法】変更

【補正の内容】

【 0 0 8 9 】

〔 比較例 4 〕

（ A 1 ）ポリオレフィン系熱可塑性樹脂と（ B 1 ）ポリアミド樹脂を表 2 に示す配合組成で混合したこと以外は比較例 1 と同様にしてペレット状のサンプルを得た。得られたサンプルについて 比較例 1 1 と同様に評価した結果を表 2 に示す。

【 手続補正 9 】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0090

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0090】

〔比較例5〕

(A1)ポリオレフィン系熱可塑性樹脂と(B1)ポリアミド樹脂を表2に示す配合組成で混合したこと以外は比較例11と同様にしてペレット状のサンプルを得た。得られたサンプルについて比較例11と同様に評価した結果を表2に示す。

【手続補正10】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0092

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0092】

〔比較例7～9〕

(A1)または(A2)ポリオレフィン樹脂と(B1)～(B3)のポリアミド樹脂を表2に示す配合組成で混合したこと以外は実施例3と同様にしてペレット状のサンプルを得た。得られたサンプルについて比較例11と同様に評価した結果を表2に示す。

【手続補正11】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0093

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0093】

〔比較例10〕

比較例1で得られたサンプルを、真空ポンプによる揮発分の除去を行いながら、スクリー径57mm、2条ネジの2本のスクリーを有する $L/D=28$ の同方向回転完全噛み合い型二軸押出機(Werner & Pfleiderer製:ZSK57)を使用し、比較例1と同条件で、再度溶融混練を行い、ペレット状のサンプルを得た。得られたサンプルについて比較例11と同様に評価した結果を表2に示す。

【手続補正12】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0094

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0094】

【表 1】

表1

		比較例11	実施例2	実施例3	実施例4	実施例5	実施例6	実施例7
配合量 (重量部)	ポリオレフィン系 熱可塑性樹脂	(A1)ハイミラン1706	100	100	100	100	100	100
		(A'2)ポンドファースト-7L	0	0	0	0	0	0
	ポリアミド樹脂	(B1)ポリアミド6	50	50	10	80	50	50
		(B2)ポリアミド66	0	0	0	0	0	0
		(B3)ポリアミド12	0	0	0	0	0	0
高級脂肪酸 層状珪酸塩	ステアリン酸	0	0	0	0	0	0.5	0
		0	0	0	0	0	0	0.5
T _m -T _{HDT}		°C	177	177	177	177	177	177
分散相		(B)	(B)	(B)	(B)	(B)	(B)	(B)
分散相の平均粒子径		nm	198	184	170	174	163	167
分散相の粒度分布の標準偏差		nm	89	82	73	75	65	71
分散相の最大コンパクトネス		-	4.1	3.0	2.0	2.0	1.4	1.9
評価結果	引張り破断ひずみ (1mm厚)	%	>150	>150	>150	>150	>150	>150
	曲げ弾性率	MPa	535	535	413	825	535	555
	流動性	mm	31.0	31.0	32.0	29.5	34.0	31.0
	バリの大きさ	μm	52	45	40	41	40	35

【手続補正13】

【補正対象書類名】特許請求の範囲

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

分子間および／または分子内に金属イオンによる架橋構造を有するポリオレフィン系熱可塑性樹脂（Ａ）１００重量部に対して、下記式（１）を満たす融点（ T_m ）を有するポリアミド樹脂（Ｂ）を５～１００重量部含む熱可塑性樹脂組成物であって、透過型電子線トモグラフィー法により観察されるモルフォロジーにおいて、前記ポリオレフィン系熱可塑性樹脂（Ａ）が連続相、前記ポリアミド樹脂（Ｂ）が分散相を形成し、前記ポリアミド樹脂（Ｂ）から形成される分散相の平均粒子径が３００ｎｍ以下であり、前記ポリアミド樹脂（Ｂ）から形成される分散相の粒子径分布の標準偏差が８５ｎｍ以下である、熱可塑性樹脂組成物。

$$150 \leq T_m - T_{HD T} \leq 210 \quad (1)$$

上記式（１）中、 T_m はポリアミド樹脂（Ｂ）の融点（ ）を示し、 $T_{HD T}$ はASTM D-648法により荷重０．４５５ＭＰaの条件で測定したポリオレフィン系熱可塑性樹脂（Ａ）の荷重たわみ温度を示す。

【請求項 2】

前記ポリアミド樹脂（Ｂ）から形成される分散相の最大コンパクトネスが３．０以下である請求項1記載の熱可塑性樹脂組成物。

【請求項 3】

前記ポリオレフィン系熱可塑性樹脂（Ａ）１００重量部に対して、さらに（Ｃ）炭素数１２以上の高級脂肪酸を０．１～５重量部含む請求項1 または 2記載の熱可塑性樹脂組成物。

【請求項 4】

前記ポリオレフィン系熱可塑性樹脂（Ａ）１００重量部に対して、さらに（Ｄ）層状珪酸塩を０．１～５重量部含む請求項1～3いずれか記載の熱可塑性樹脂組成物。

【請求項 5】

請求項1～4いずれか記載の熱可塑性樹脂組成物を溶融成形して得られる成形品。