(19)国家知识产权局

(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 116847963 A
(43)申请公布日 2023.10.03

(21)申请号 202280015274.0
(22)申请日 2022.01.13
(30)优先权数据
2021-022418 2021.02.16 JP
(85)PCT国际申请进入国家阶段日
2023.08.16
(86)PCT国际申请的申请数据
PCT/JP2022/000874 2022.01.13
(87)PCT国际申请的公布数据
WO2022/176449 JA 2022.08.25
(71)申请人 三菱化学株式会社
地址 日本东京都
(72)发明人 田尻敏之 武塙胜
(74)专利代理机构 北京林达刘知识产权代理事务所(普通合伙) 11277
专利代理师 刘新宇 段然
(51)Int.Cl.
B29B 7/48(2006.01)

权利要求书1页 说明书20页 附图1页

(54)发明名称

纤维增强的聚对苯二甲酸丁二醇酯树脂组合物的生产方法

(57)摘要

提供了纤维增强的聚对苯二甲酸丁二醇酯树脂组合物通过双螺杆挤出机的生产方法,所述树脂组合物包含(A)40～90质量%的聚对苯二甲酸丁二醇酯树脂、(B)10～60质量%的增强纤维,和(C)0～35质量%的其它聚合物或添加剂,所述方法的特征在于,其包括使用平均重量为16～29mg的聚对苯二甲酸丁二醇酯树脂粒料作为(A)用原料、并且用第一捏合部捏合(A)和(C)的第一步骤;在第一捏合部的下游部添加(B)并用第二捏合部进行捏合的第二步骤;以及对在第二捏合部的下游部的排气口进行减压脱挥的第三步骤,其中第一捏合部包括具有5.0～9.0D的长度并且包括特定螺杆构造的构造,第二捏合部包括特定螺杆构造,并且在螺杆轴扭矩密度为11.5～19Nm/cm^{3}的条件下进行生产。



CN 116847963 A

1.一种纤维增强的聚对苯二甲酸丁二醇酯树脂组合物通过使用双螺杆挤出机的生产方法,所述树脂组合物包含(A)40～90质量%的聚对苯二甲酸丁二醇酯树脂、(B)10～60质量%的增强纤维和(C)0～35质量%的其它聚合物或添加剂(各组分的总量为100质量%),

该方法包括:

使用平均重量为16mg以上且29mg以下的聚对苯二甲酸丁二醇酯树脂粒料作为组分(A)用原料,

用第一捏合部捏合组分(A)和(C)的第一步骤,在所述第一捏合部的下游部添加组分(B)并用第二捏合部进行捏合的第二步骤,以及对在所述第二捏合部的下游部的排气口进行减压脱挥的第三步骤,其中

所述第一捏合部具有其中所述第一捏合部的长度为5.0D～9.0D(D为料筒直径)、并且通过组合R捏合盘、N捏合盘、L捏合盘、L螺杆、密封环、混合螺杆和转子螺杆中的两种以上而获得的构造,并且

所述第二捏合部具有通过组合R捏合盘、N捏合盘、L捏合盘、L螺杆、密封环和混合螺杆中的一种以上而获得的构造,并且

在螺杆轴扭矩密度为11.5～19Nm/cm^3的条件下进行生产。

2.根据权利要求1所述的生产方法,其中组分(C)以相对于组分(A)～(C)总计100质量%为5～30质量%的量包含苯乙烯系聚合物。

3.根据权利要求1或权利要求2所述的生产方法,其中树脂线料在第三步骤中挤出之后即刻的温度为290～310℃。

4.根据权利要求1～3中任一项所述的生产方法,其中所述聚对苯二甲酸丁二醇酯树脂(A)的特性粘度为0.72～0.83dl/g。

5.根据权利要求1～4中任一项所述的生产方法,其中,所述第二捏合部的总长度为2.5D以上且5.0D以下。

6.根据权利要求1～5中任一项所述的生产方法,其中根据ISO179-1,2测量的所获得的树脂组合物的缺口夏比冲击强度为9kJ/m^2以上。

7.根据权利要求1～6中任一项所述的生产方法,其中根据ISO527测量的所获得的树脂组合物的拉伸强度为140MPa以上。

8.根据权利要求1～7中任一项所述的生产方法,其中所述螺杆轴扭矩密度为13～19Nm/cm^3。

纤维增强的聚对苯二甲酸丁二醇酯树脂组合物的生产方法

技术领域

[0001] 本发明涉及纤维增强的聚对苯二甲酸丁二醇酯树脂组合物的生产方法,并且更具体地涉及具有比现有技术更高的强度并且通过使用高扭矩双螺杆挤出机以高生产率生产的纤维增强的聚对苯二甲酸丁二醇酯树脂组合物的生产方法。

背景技术

[0002] 聚对苯二甲酸丁二醇酯树脂广泛用于各种电气和电子部件、机械部件和汽车部件,主要用于注射成形。特别地,其中共混增强纤维如玻璃纤维和碳纤维的纤维增强的聚对苯二甲酸丁二醇酯树脂组合物,表现出优异的机械强度、耐热性、和耐化学性等,并且用作汽车领域、电气和电子装置领域等中的部件。

[0003] 然而,随着近来部件变得更小、更薄和更轻,对纤维增强的聚对苯二甲酸丁二醇酯树脂组合物表现出甚至更高的机械强度的强的需求。

[0004] 纤维增强的聚对苯二甲酸丁二醇酯树脂组合物通常使用双螺杆挤出机来生产。多年来,已经尝试改善双螺杆挤出机的塑化和捏合能力以改善生产能力。最近,已经开发了允许轴扭矩密度(shaft torque density)接近18Nm/cm^{3}的超高扭矩挤出机(例如,由Japan Steel Works,Ltd.生产的“TEXαIII”),并且这使得能够在先前不可能的高扭矩范围内生产,从而使得比过去更高的排出量(discharge rate)成为可能。

[0005] 然而,已经清楚的是,如果使用这种类型的超高扭矩挤出机,则可发生问题,例如树脂停留时间变得更短,树脂温度变得不太可能升高,对增强纤维如玻璃纤维的粘着力降低,以及机械强度降低。

[0006] PTL1公开了一种发明,其中使用具有形成有弧形缺口的螺纹部的逆进料螺杆(backward feeding screw)元件,以便提高玻璃纤维增强热塑性树脂组合物粒料的生产率,超过过去可能的生产率,并显著降低单丝集合体(未解纤玻璃纤维束)残留在所生产的粒料中的可能性。在这种情况下的条件被指定为使得(i)扭矩密度为11Nm/cm^{3}以上,该扭矩密度是通过将逆进料螺杆元件中的螺杆的扭矩除以啮合螺杆之间的芯间距离的立方而获得的值,并且(ii)Q/Ns密度为0.013kg/h/rpm/cm^3,该Q/Ns是通过将Q/Ns除以螺杆之间的芯间距离的立方而获得的值,该Q/Ns是排出量Q除以螺杆转速Ns。

[0007] 然而,关于扭矩密度,PTL 1([0063]段)仅记载了“如果扭矩密度为11(Nm/cm^3)以上,则挤出机中材料的填充率增加,能量密度降低,并且即使转速高于过去,也几乎没有温度增加。此外,优选的扭矩密度范围为13(Nm/cm^3)以上且18(Nm/cm^3)以下”,并且实施例没有以任何方式公开扭矩密度的水平,也没有公开如何实现这种扭矩密度。“螺杆元件料筒直径D为0.047m的TEX44αII(由Japan Steel Works,Ltd.生产)”用作PTL 1中实施例中的双螺杆挤出机,但TEX44αII的允许轴扭矩密度为13Nm/cm^3,并且因为螺杆轴或齿轮箱在大于此的轴扭矩密度下会被损坏,所以扭矩密度至多为10.5Nm/cm^3,因为设备通常以允许轴扭矩密度的80%以下来操作。

[0008] 此外,当提交PTL 1时,超高扭矩密度双螺杆挤出机(例如上述挤出机)尚未出现在

世界上的任何地方。因此,PTL 1具体公开的是常规低扭矩挤出机的条件,并且没有公开或启示在本发明所涵盖的超高扭矩操作期间发生的问题,并且此外没有提供解决这些问题的手段。

[0009] [引文列表]

[0010] [专利文献]

[0011] [PTL 1]JP 2012-213997 A

发明内容

[0012] 发明要解决的问题

[0013] 在使用超高扭矩挤出机以高扭矩密度生产纤维增强的聚对苯二甲酸丁二醇酯树脂组合物的情况下,因为停留时间较短,所以发现发生了问题,例如树脂温度不太可能升高,这意味着对增强纤维的粘着性不足并且所获得的树脂组合物的强度不增加。为了提高树脂温度,考虑降低排出量和增加捏合时间,但是由于生产量减少,因此没有理由使用超高扭矩挤出机。

[0014] 鉴于例如上述的问题,本发明的目的是生产具有比过去更高的强度且通过使用超高扭矩挤出机以高生产率生产的纤维增强的聚对苯二甲酸丁二醇酯树脂(粒料)。

[0015] 用于解决问题的方案

[0016] 作为为了解决上述问题而进行的勤奋研究的结果,本发明的发明人已经发现,通过使用平均重量在特定范围内的聚对苯二甲酸丁二醇酯树脂粒料作为原料,使用具有特定螺杆构造和螺杆长度的第一捏合部和具有特定螺杆构造的第二捏合部,在螺杆轴扭矩密度为11.5～19Nm/cm^3的情况下,在高扭矩区域中进行生产,树脂温度可以保持在高于一定温度的温度,聚对苯二甲酸丁二醇酯树脂和增强纤维之间的粘着性增加,由于增强纤维而导致的强度的改善进一步增强,抑制解纤和分散的增强纤维的纤维长度的减少,不发生树脂降解,可以以高生产率进行生产,且可以生产具有高强度的纤维增强的聚对苯二甲酸丁二醇酯树脂。

[0017] 具体地,上述问题可以使用下面描述的方法来解决。

[0018] 1.一种纤维增强的聚对苯二甲酸丁二醇酯树脂组合物通过使用双螺杆挤出机的生产方法,所述纤维增强的聚对苯二甲酸丁二醇酯树脂组合物包含(A)40～90质量%的聚对苯二甲酸丁二醇酯树脂、(B)10～60质量%的增强纤维和(C)0～35质量%的其它聚合物或添加剂(各组分的总量为100质量%),

[0019] 该方法包括:

[0020] 使用平均重量为16mg以上且29mg以下的聚对苯二甲酸丁二醇酯树脂粒料作为组分(A)的原料,

[0021] 用第一捏合部捏合组分(A)和(C)的第一步骤,在第一捏合部的下游部添加组分(B)并用第二捏合部进行捏合的第二步骤,以及对第二捏合部的下游部的排气口进行减压脱挥的第三步骤,其中

[0022] 第一捏合部具有其中第一捏合部的长度为5.0D～9.0D(D为料筒直径),并且通过组合R捏合盘、N捏合盘、L捏合盘、L螺杆、密封环、混合螺杆和转子螺杆中的两种以上而获得的构造,并且

[0023] 第二捏合部具有通过组合R捏合盘、N捏合盘、L捏合盘、L螺杆、密封环和混合螺杆中的一种以上而获得的构造，并且

[0024] 在11.5～19Nm/cm^3的螺杆轴扭矩密度的条件下进行生产。

[0025] 2.根据以上1所述的生产方法，其中组分(C)包含相对于组分(A)～(C)的总量100质量％为5～30质量％的量的苯乙烯系聚合物。

[0026] 3.根据以上1或2所述的生产方法，其中树脂线料在第三步骤中挤出后即刻的温度为290～310℃。

[0027] 4.根据以上1～3中任一项所述的生产方法，其中所述聚对苯二甲酸丁二醇酯树脂(A)的特性粘度为0.72～0.83dl/g。

[0028] 5.根据以上1～4中任一项所述的生产方法，其中第二捏合部的总长度为2.5D以上且5.0D以下。

[0029] 6.根据以上1～5中任一项所述的生产方法，其中根据ISO179-1,2测量的所得树脂组合物的缺口夏比冲击强度为9kJ/m^2以上。

[0030] 7.根据以上1～6中任一项所述的生产方法，其中根据ISO527测量的所获得的树脂组合物的拉伸强度为140MPa以上。

[0031] 8.根据以上1～7中任一项所述的生产方法，其中所述螺杆轴扭矩密度为13～19Nm/cm^3。

[0032] 发明的效果

[0033] 根据本发明的纤维增强的聚对苯二甲酸丁二醇酯树脂组合物的生产方法，即使在高扭矩范围、高排出量和短停留时间下进行生产，也可以增加聚对苯二甲酸丁二醇酯树脂和增强纤维之间的粘着性，由增强纤维实现的强度改善效果极高，因为不发生树脂降解而实现更高的强度，并且可以以高生产率生产纤维增强的聚对苯二甲酸丁二醇酯树脂组合物。此外，可以以极高的生产率生产过去在高扭矩范围内进行的操作中不能实现的高强度树脂组合物，例如夏比冲击强度为9kJ/m^2以上且拉伸强度为140MPa以上的获得的聚对苯二甲酸丁二醇酯树脂组合物。

附图说明

[0034] [图1]这是用于说明实施例和比较例中使用的挤出机的螺杆构造的实例的概念图。

具体实施方式

[0035] 现在将通过使用实施方案和实施例详细说明本发明，但是本发明不限于下面所示的实施方案和实施例，并且可以任意改变，只要不偏离本发明的主旨即可。此外，在本说明书中使用符号“～”是指在“～”之前和之后提到的数值包括其下限和上限。

[0036] 本发明的纤维增强聚对苯二甲酸丁二醇酯树脂组合物的生产方法是纤维增强聚对苯二甲酸丁二醇酯树脂组合物通过使用双螺杆挤出机的生产方法，所述纤维增强聚对苯二甲酸丁二醇酯树脂组合物包含(A)40～90质量％的聚对苯二甲酸丁二醇酯树脂、(B)10～60质量％的增强纤维和(C)0～35质量％的其它聚合物或添加剂(各组分的总量为100质量％)。

[0037] 该方法包括：

[0038] 使用平均重量为16mg以上且29mg以下的聚对苯二甲酸丁二醇酯树脂粒料作为组分(A)的原料，

[0039] 用第一捏合部捏合组分(A)和(C)的第一步骤，在第一捏合部的下游部添加组分(B)并用第二捏合部进行捏合的第二步骤，以及对第二捏合部的下游部的排气口进行减压脱挥的第三步骤，其中

[0040] 第一捏合部具有其中第一捏合部的长度为5.0D～9.0D(D为料筒直径)、并且通过组合R捏合盘、N捏合盘、L捏合盘、L螺杆、密封环、混合螺杆和转子螺杆中的两种以上而获得的构造，并且

[0041] 第二捏合部具有通过组合R捏合盘、N捏合盘、L捏合盘、L螺杆、密封环和混合螺杆中的一种以上而获得的构造，并且

[0042] 在螺杆轴扭矩密度为11.5～19Nm/cm^3的条件下进行生产。

[0043] 本发明中使用的挤出机是排气式双螺杆挤出机，并且优选是啮合型同向双螺杆挤出机，其具有在筒的内部中沿相同方向旋转的两个螺杆，其中设置由多个捏合盘构成的捏合部，以便在螺杆的中间彼此啮合。

[0044] 排气式双螺杆挤出机由以下构成：设置有原料供给口、排气口和夹套的料筒；和连接到挤出机前端的模头部，其具有用于供给(A)原料聚对苯二甲酸丁二醇酯树脂的粒料和(C)其它聚合物或添加剂的供给口、第一捏合部、用于侧进料(B)增强纤维的供给口、第二捏合部和排气部。树脂组合物使用包括以下步骤的方法来生产：用第一捏合部捏合组分(A)和(C)的第一步骤，在第一捏合部的下游部添加组分(B)并用第二捏合部进行捏合的第二步骤，以及对在第二捏合部的下游部的排气口进行减压脱挥的第三步骤。

[0045] 在第一步骤中，将组分(A)和(C)从原料供给口供给到挤出机，并通过加热而熔融，并通过螺杆捏合。由多个捏合盘构成的第一捏合部形成在螺杆的中间。第一捏合部在引入聚对苯二甲酸丁二醇酯树脂粒料和其它聚合物或添加剂之后捏合它们，并且是位于引入增强纤维之前的捏合部。该螺杆构造具有5.0D～9.0D的长度(D是料筒直径)，并且通过组合R捏合盘、N捏合盘、L捏合盘、L螺杆、密封环、混合螺杆和转子螺杆中的两个以上来获得。第一捏合部捏合平均重量为16～29mg的聚对苯二甲酸丁二醇酯树脂粒料，以及在这些之后引入的其它聚合物或添加剂，并且是位于引入增强纤维之前的捏合部。

[0046] 第一捏合部可以组合成单个区段或分成多个区段。也就是说，第一捏合部可以被分成多个区段，并且顺进料螺杆(forward feeding screw)可以插入在这些区段之间。重要的是捏合部的总长度为5.0D～9.0D。

[0047] R捏合盘(下文也称为R)是顺进料捏合盘元件，并且通常具有两个以上叶片，叶片之间的扭转角θ优选为10°至75°。通过以这种方式使叶片偏移规定的角度，形成伪螺杆结构，树脂沿顺方向输送，施加强剪切力，并且形成捏合区。

[0048] L捏合盘(下文也称为L)是逆进料捏合盘元件，并且通常具有两个以上叶片，并且优选地叶片之间的扭转角θ优选为-10°至-75°。逆进料捏合盘元件具有阻挡输送的树脂并且在逆方向上作用于输送的树脂的升压功能，并且通过在促进捏合的元件的下游设置该逆进料捏合盘元件，树脂被阻挡并且表现出强捏合效果。

[0049] N捏合盘(下文也称为N)是正交捏合盘元件，并且通常具有两个以上叶片，并且叶

片之间的扭转角θ为75°至105°。因为叶片设置成偏移大约90°，所以输送树脂的力较弱，但捏合力强。

[0050] L螺杆是逆进料螺杆，密封环通过密封环部中的间隙限制树脂在上游部中的流动，混合螺杆是在螺杆的峰(螺纹部)中具有缺口的螺杆元件，并且旋转螺杆是在其外周表面上具有一条以上的线的螺杆元件。

[0051] 其中，R捏合盘、N捏合盘和L捏合盘是优选的，并且其中组合多个捏合盘的构造是优选的。

[0052] 第一步骤中的第一捏合部的螺杆构造通过组合上述元件中的两个以上而形成，但是优选的是，促进捏合的元件设置在上游侧上，并且具有升压功能的元件设置在下游侧上。因此，在第一捏合部中，优选地从上游侧以R→N→L的顺序设置从R、N和L中选择的两种以上，并且还优选地设置各R、N和L多个。特别优选地在上游侧设置R、然后设置多个N，然和设置L。

[0053] 第一捏合部中的螺杆长度为5.0D～9.0D，其中D表示料筒直径。如果螺杆长度落在此范围内，则聚对苯二甲酸丁二醇酯树脂充分熔融和塑化，并且可以抑制树脂组合物的分解。如果第一捏合部的螺杆长度小于5.0D，则由于剪切不充分而熔融和增塑不充分，并且如果该螺杆长度超过9.0D，则由于过度捏合而倾向于进展树脂组合物的局部分解，并且组合物的机械性质劣化。

[0054] 在第一步骤中捏合和熔融聚对苯二甲酸丁二醇酯树脂之后，优选使用排气口进行排气。优选在排气口的下游设置密封环。

[0055] 在第二步骤中，在上述第一步骤之后，增强纤维从位于第一捏合部下游的供给口侧进料，并且增强纤维和熔融的聚对苯二甲酸丁二醇酯树脂通过第二捏合部捏合。第二捏合部是引入、开纤和捏合增强纤维的捏合部。第二捏合部的螺杆构造通过组合R捏合盘、N捏合盘、L捏合盘、L螺杆、密封环和混合螺杆中的一个以上而形成。如果在未由这些构造的状态下进行捏合，则增强纤维的开纤和分散倾向于不足。在上述元件中，优选具有至少一个混合螺杆的构造，特别是顺进料缺口型混合螺杆和逆进料缺口型混合螺杆。

[0056] 第二捏合部中的螺杆长度优选为2.5D～5.0D。第二捏合部可以组合成单个区段或分成多个区段。也就是说，第二捏合部可以被分成多个区段，并且可以在这些区段之间插入进料螺杆。在任何构造中，捏合部的总长度优选为2.5D～5.0D。通过将第二捏合部中的螺杆长度设定在这样的范围内，增强纤维的开纤和分散良好，并且树脂组合物的强度倾向于改善。

[0057] 使用高扭矩双螺杆挤出机在螺杆轴扭矩密度为11.5～19Nm/cm^3的条件下进行操作。

[0058] 螺杆轴扭矩密度被定义为通过将用于操作一个螺杆的所需扭矩(Nm)除以螺杆轴心之间的距离的立方而获得的值，并且具有Nm/cm^3的单位。即使使用具有不同尺寸的挤出机进行挤出，如果该扭矩密度值相同，则每单位体积施加到树脂的扭矩相同。驱动螺杆的马达产生扭矩(Nm)，该扭矩被传递到螺杆轴，螺杆轴进行输送聚对苯二甲酸丁二醇酯树脂并使其熔融以及输送和开纤增强纤维等工作。在本发明中，该扭矩密度表示施加到螺杆轴的基部的扭矩的强度。扭矩密度的值朝向前端减小，并且在螺杆的前端处几乎为0。

[0059] 由驱动挤出机螺杆的马达产生的扭矩以相对于螺杆允许扭矩的100％以百分比计

显示在控制面板上。例如，在TEX44αIII的情况下，100％的扭矩值对应于17.6Nm/cm^3的扭矩密度，并且可以根据所显示的运行时的百分比来计算扭矩密度。另外，在普通VVVF逆变器控制的情况下，通过将固定扭矩区域中的电流(A)除以额定电流而获得的值与扭矩百分比相匹配。

[0060] 螺杆轴扭矩密度为11.5～19Nm/cm^3，但优选为12.0Nm/cm^3以上，更优选为12.5Nm/cm^3以上，进一步优选为13Nm/cm^3以上，并且优选为18Nm/cm^3以下，且更优选为17Nm/cm^3以下。通过将螺杆轴扭矩密度设定在此范围内，可以在高排出量下稳定地生产高强度纤维增强的聚对苯二甲酸丁二醇酯树脂组合物。

[0061] 为了使螺杆轴扭矩密度落在此范围内，可以通过控制原料的进料量来调节螺杆轴扭矩密度，以实现该扭矩范围。

[0062] 在本发明中，在上述扭矩密度条件下，使用平均重量为16～29mg的聚对苯二甲酸丁二醇酯树脂粒料作为原料聚对苯二甲酸丁二醇酯树脂。通过将具有这种类型平均重量的粒料供给到挤出机中，可以容易地将树脂温度控制在合适的范围内。如果该平均重量太低，则树脂温度倾向于升高到比所需更高的温度，并且如果该平均重量太高，则难以提高树脂温度。

[0063] 平均重量优选为18mg以上，更优选为19mg以上，进一步优选为20mg以上，并且优选为27mg以下，更优选为25mg以下，进一步优选为24mg以下。

[0064] 聚对苯二甲酸丁二醇酯树脂粒料的平均重量是粒料的数均重量，更具体地，是由100个任意粒料计算的平均值(mg/粒料)。例如，不计入不是粒料形式的碎片产品、粉末和颗粒产品，例如在生产、运输或处理期间产生的那些。

[0065] 第二步骤中的树脂温度优选为280～320℃，特别是290～310℃。树脂温度可以通过适当地调节挤出机的排出量或螺杆转速来调节，或者通过使用在第一步骤中调节螺杆构造的方法或在第二步骤中设定低预设料筒温度的方法来调节。

[0066] 双螺杆挤出机的螺杆转速优选为300～800rpm，更优选为400～700rpm。此外，在TEX44αIII的情况下，排出量优选为450～650kg/h，且更优选为480～630kg/h。在挤出机具有不同尺寸的情况下，排出量优选在与料筒直径比的2.5次方成比例的范围内。

[0067] 在第二步骤之后，在第三步骤中使用下游排气部进行减压脱挥，但在该过程期间的真空度优选为-0.097MPa～-0.07MPa。这里，真空度是指表压。

[0068] 接下来，将聚对苯二甲酸丁二醇酯树脂组合物从挤出机前端的挤出模头以线料的形式挤出(挤出步骤)。挤出的树脂组合物线料的温度优选为290～310℃，特别是295～310℃。

[0069] 挤出模头的形状没有特别限制，并且使用公知类型的模头。模孔的直径取决于所需的粒料尺寸，但通常为2～5mm，优选约3～4mm。

[0070] 然后通过卷取辊卷取线料并通过与水接触而冷却。

[0071] 与水的接触使得线料可以通过借助于保持在冷却水槽中的水输送而被冷却，或者线料可以通过借由向线料施加水以实现与水的接触而被冷却，或者可以使用包括在网带输送机上拉伸线料并使用排水装置向线料施加水的方法。从模头挤出线料和水冷线料或将线料置于水中之间的时间段优选较短。通常，应优选在从模头挤出的一秒内将线料置于水中。

[0072] 然后通过卷取辊将冷却的线料输送到造粒机，并切割以形成粒料。

[0073] 根据本发明的方法，可以以极高的生产率生产过去在高扭矩范围内进行的操作中不能实现的高强度聚对苯二甲酸丁二醇酯树脂组合物。所得聚对苯二甲酸丁二醇酯树脂组合物(粒料)具有极高的强度。具体地，缺口夏比冲击强度优选为9kJ/m^2以上，更优选为9.5kJ/m^2以上，并且在此范围内为10kJ/m^2以上，并且特别是10.5kJ/m^2以上，并且拉伸强度优选为140MPa以上，并且更优选为145MPa以上，并且在此范围内为150MPa以上，并且特别是155MPa以上。

[0074] 这里，缺口夏比冲击强度根据ISO179-1,2测量，且拉伸强度根据ISO527测量。这些测量方法的具体细节如实施例部分中所述。

[0075] 现在将对本发明中使用的原料组分给出说明。

[0076] 聚对苯二甲酸丁二醇酯树脂(A)是具有其中对苯二甲酸单元和1,4-丁二醇单元通过酯键键合的结构的聚酯树脂，并且除了聚对苯二甲酸丁二醇酯树脂(均聚物)之外，还包括除了对苯二甲酸单元和1,4-丁二醇单元之外还含有其它共聚物组分的聚对苯二甲酸丁二醇酯共聚物，以及均聚物和此类共聚物的混合物。

[0077] 聚对苯二甲酸丁二醇酯树脂可以含有除对苯二甲酸之外的二羧酸单元，并且这些其它二羧酸单元的具体实例包括芳香族二羧酸，例如间苯二甲酸、邻苯二甲酸、1,5-萘二羧酸、2,5-萘二羧酸、2,6-萘二羧酸、联苯基-2,2'-二羧酸、联苯基-3,3'-二羧酸、联苯基-4,4'-二羧酸、双(4,4'-羧基苯基)甲烷、蒽二羧酸和4,4'-二苯基醚二羧酸；脂环族二羧酸，如1,4-环己烷二羧酸和4,4'-二环己基二羧酸；和脂族二羧酸如己二酸、癸二酸、壬二酸和二聚酸。

[0078] 在聚对苯二甲酸丁二醇酯树脂(A)含有除1,4-丁二醇之外的二醇单元的情况下，这些其它二醇单元的具体实例包括具有2～20个碳原子的脂族和脂环族二醇和双酚衍生物。其具体实例包括乙二醇、丙二醇、1,5-戊二醇、1,6-己二醇、新戊二醇、十亚甲基二醇、环己烷二甲醇、4,4′-二环己基羟基甲烷、4,4′-二环己基羟基丙烷和双酚A的环氧乙烷加成二醇。除了如上述那些的双官能单体之外，还可以另外使用少量的三官能单体，例如偏苯三酸、苯均三酸、均苯四酸、季戊四醇或三羟甲基丙烷，以引入支化结构，或者使用单官能化合物，例如脂肪酸，以调节分子量。

[0079] 聚对苯二甲酸丁二醇酯树脂优选是通过对苯二甲酸和1,4-丁二醇的缩聚获得的聚对苯二甲酸丁二醇酯均聚物，但也可以是含有一种或多种除对苯二甲酸之外的二羧酸作为羧酸单元和/或一种或多种除1,4-丁二醇之外的二醇作为二醇单元的聚对苯二甲酸丁二醇酯共聚物，只要不损害聚对苯二甲酸丁二醇酯树脂的结晶度即可，并且在聚对苯二甲酸丁二醇酯树脂是通过共聚改性的聚对苯二甲酸丁二醇酯树脂的情况下，优选的具体共聚物的实例包括通过与聚亚烷基二醇、特别是聚四亚甲基二醇共聚获得的聚酯-醚树脂，二聚酸共聚的聚对苯二甲酸丁二醇酯树脂和间苯二甲酸共聚的聚对苯二甲酸丁二醇酯树脂。

[0080] 此外，在这些共聚物中，共聚量为聚对苯二甲酸丁二醇酯树脂中所有链段的1摩尔％以上且小于50摩尔％。在该范围内，共聚量优选为2摩尔％以上且小于50摩尔％，更优选3～40摩尔％，且特别优选5～20摩尔％。从改善流动性和延展性的角度来看，这种共聚比例是优选的。

[0081] 聚对苯二甲酸丁二醇酯树脂的特性粘度IV优选为0.72～0.83dl/g。已经发现，通过具有这种类型的低特性粘度，可以容易地将树脂温度控制到与增强纤维的粘着强度高并

且不太可能发生由树脂降解引起的强度降低的温度，例如在高扭矩密度下290～310℃的树脂温度。如果特性粘度小于0.72dl/g，则对增强纤维的粘着性趋于不足，并且如果特性粘度超过0.83dl/g，则趋于发生发热，发生树脂降解，并且强度趋于降低。特性粘度更优选为0.73dl/g以上，并且更优选为0.82dl/g以下。

[0082] 在本发明中，聚对苯二甲酸丁二醇酯树脂的特性粘度是使用乌氏型粘度计在30℃的温度和0.33的哈金斯常数下在包含质量比为1:1的四氯乙烷和苯酚的混合溶剂中测量的值。此外，优选在通过过滤除去玻璃纤维之后进行测量。

[0083] 增强纤维(B)可以是有机增强纤维或无机增强纤维，但优选无机增强纤维，优选玻璃纤维、碳纤维、氧化铝纤维、硼纤维、或陶瓷纤维等，更优选玻璃纤维或碳纤维，特别优选玻璃纤维。

[0084] 玻璃纤维的类型没有特别限制，其实例包括玻璃纤维，例如E-玻璃、C-玻璃、A-玻璃和S-玻璃。其中，从对聚对苯二甲酸丁二醇酯树脂的热稳定性没有不利影响的角度来看，优选E-玻璃纤维。

[0085] 玻璃纤维的平均纤维直径没有特别限制，但优选在1～100μm的范围内选择，且更优选2～50μm，进一步优选3～30μm，且特别优选5～20μm。具有小于1μm的平均纤维直径的玻璃纤维不容易生产并且导致关于增加的成本的担忧，而具有大于100μm的平均纤维直径的玻璃纤维导致玻璃纤维的拉伸强度将降低的担忧。此外，纤维截面可以是圆形或扁平的。

[0086] 玻璃纤维可具有完全圆形或扁平的纤维截面，但其中纤维截面具有1～1.5的椭圆率(长轴/短轴)的大致圆形的玻璃纤维是优选的。该椭圆率优选为1～1.4，更优选为1～1.2，特别优选为1～1.1。

[0087] 原料玻璃纤维的平均纤维长度没有特别限制，但优选为1～10mm，更优选为1.5～6mm，最优选为2～5mm。如果原料玻璃纤维的平均纤维长度小于1mm，则担心不会充分地表现出增强效果，并且如果该平均纤维长度超过10mm，则担心所获得的树脂组合物的成形可能是困难的。

[0088] 从改善对聚对苯二甲酸丁二醇酯树脂的粘着性的角度来看，所使用的玻璃纤维可以用硅烷偶联剂如氨基硅烷或环氧硅烷表面处理。

[0089] 偶联剂的实例包括氯硅烷系化合物如乙烯基三氯硅烷和甲基乙烯基二氯硅烷，烷氧基系硅烷化合物如乙烯基三甲氧基硅烷、乙烯基三乙氧基硅烷、乙烯基三乙酰氧基硅烷和γ-甲基丙烯酰氧基丙基三甲氧基硅烷，环氧硅烷系化合物如β-(3,4-环氧环己基)乙基三甲氧基硅烷和γ-缩水甘油氧基丙基三甲氧基硅烷，丙烯酸系化合物，异氰酸酯系化合物，钛酸酯系化合物和环氧系化合物。

[0090] 此外，原料玻璃纤维通常优选用作短切原丝(短切玻璃纤维)，其通过将这些纤维集束成许多束然后切割成规定长度而获得，并且在这种情况下，优选将施胶剂与玻璃纤维混合。

[0091] 用于玻璃纤维的施胶剂没有特别限制，其实例包括乙酸乙烯酯树脂、乙烯-乙酸乙烯酯共聚物、丙烯酸系树脂、环氧树脂、聚氨酯树脂、和聚酯树脂等的树脂乳液，其中优选丙烯酸系树脂、环氧树脂和聚氨酯树脂。

[0092] 增强纤维的量相对于聚对苯二甲酸丁二醇酯树脂(A)、增强纤维(B)和其它聚合物或添加剂(C)总计100质量%为10～60质量%。如果该量落在这样的范围内，则树脂组合物

的强度高，并且可以获得在成形时具有优异的外观和流动性的树脂组合物。如果该含量小于10质量％，则增强效果不足，并且如果该含量超过60质量％，则外观和抗冲击性劣化，并且树脂组合物的流动性倾向于不足。

[0093] 其它聚合物或添加剂(C)是除聚对苯二甲酸丁二醇酯树脂和/或各种添加剂之外的聚合物。

[0094] 添加剂的实例包括各种树脂添加剂，包括阻燃剂、辅助阻燃剂、稳定剂、抗氧化剂、脱模剂、紫外辐射吸收剂、耐候稳定剂、润滑剂、着色剂如染料和颜料、催化剂失活剂、抗静电剂、发泡剂、增塑剂、晶体成核剂和结晶促进剂。

[0095] 其它树脂的实例包括聚对苯二甲酸乙二醇酯树脂和聚对苯二甲酸丙二醇酯树脂；聚碳酸酯树脂；聚烯烃树脂如聚乙烯树脂和聚丙烯树脂；聚酰胺树脂；聚酰亚胺树脂；聚醚酰亚胺树脂；聚苯醚树脂；聚苯硫醚树脂；聚砜树脂；和聚甲基丙烯酸酯树脂。

[0096] 此外，可以引入这些其它树脂中的一种或其以任意比例组合的两种类型以上的任意组合。

[0097] 其它聚合物或添加剂(C)的添加量相对于组分(A)～(C)总计100质量％优选为0～35质量％，并且优选为5～30质量％。

[0098] 已知将无定形树脂与聚对苯二甲酸丁二醇酯树脂共混作为抑制由聚对苯二甲酸丁二醇酯结晶引起的分子取向的手段，并且共混聚碳酸酯树脂或苯乙烯树脂作为无定形树脂是经常进行的特征。然而，特别是含有苯乙烯系树脂的树脂组合物具有比单独的聚对苯二甲酸丁二醇酯树脂更低的粘度，并且出现问题，例如增强纤维难以开纤，容易发生分散缺陷，由于难以提高树脂温度而对增强纤维的粘着性差，并且树脂组合物不表现出强度。

[0099] 解决这些问题的一种方法是降低排出量并延长捏合时间，但在这种情况下生产量减少。此外，通过使用包括提高树脂温度的方法，增强纤维的开纤是不充分的，因为苯乙烯系聚合物的粘度低，但是本发明的方法作为解决这些问题的手段是特别有效的，因为可以以良好的生产率生产高强度的纤维增强树脂组合物。

[0100] 苯乙烯系聚合物在250℃和912sec^{-1}下的熔体粘度优选为70～1000Pa·s，特别是70～500Pa·s。通过共混具有这种熔体粘度(η_B)的苯乙烯系聚合物，可以以高生产率和优异的生产稳定性生产具有低成形收缩率的高强度纤维增强的聚对苯二甲酸丁二醇酯树脂组合物。聚苯乙烯系聚合物具有在高剪切区域中降低粘度的效果，并且具有允许树脂容易地浸渍到挤出机的第二捏合部(纤维开纤部)中的增强纤维束中的效果。因此，可以增强纤维表面和树脂之间的粘着强度。

[0101] 熔体粘度可以根据ISO 11443使用毛细管流变仪和狭缝流变仪测量。更具体地，当以75mm/min的活塞速度将活塞推入内径为9.5mm的炉体中并使用毛细管直径为1mm且毛细管长度为30mm的孔加热至250℃的温度时，可以由应力计算熔体粘度。

[0102] 苯乙烯系聚合物的实例包括苯乙烯均聚物，通过在橡胶存在下使苯乙烯聚合获得的接枝共聚物，苯乙烯和(甲基)丙烯腈的共聚物，苯乙烯和(甲基)丙烯酸烷基酯的共聚物，苯乙烯、(甲基)丙烯腈和其它可共聚单体的共聚物，以及通过在橡胶存在下使苯乙烯和(甲基)丙烯腈接枝聚合获得的接枝共聚物。具体实例包括：树脂如聚苯乙烯(通用聚苯乙烯，GPPS)、耐冲击性聚苯乙烯(高耐冲击性聚苯乙烯，HIPS)、丙烯腈-苯乙烯共聚物(AS树脂)、丙烯腈-丁二烯-苯乙烯共聚物(ABS树脂)、苯乙烯-丁二烯-苯乙烯共聚物(SBS树脂)、氢化

苯乙烯-丁二烯-苯乙烯共聚物(氢化SBS树脂)、氢化苯乙烯-异戊二烯-苯乙烯共聚物(SEPS)、苯乙烯-马来酸酐共聚物(SMA树脂)、丙烯腈-苯乙烯-丙烯酸系橡胶共聚物(ASA树脂)、甲基丙烯酸甲酯-丁二烯-苯乙烯共聚物(MBS树脂)、甲基丙烯酸甲酯-丙烯腈-丁二烯-苯乙烯共聚物(MABS树脂)、丙烯腈-丙烯酸系橡胶-苯乙烯共聚物(AAS树脂)、丙烯腈-乙烯-丙烯橡胶-苯乙烯共聚物(AES树脂)和苯乙烯-IPN橡胶共聚物;以及它们的混合物。

[0103] 其中,优选丙烯腈-苯乙烯共聚物(AS树脂)、聚苯乙烯(GPPS)、耐冲击性聚苯乙烯(HIPS)和丙烯腈-丁二烯-苯乙烯共聚物(ABS树脂),特别优选丙烯腈-苯乙烯共聚物(AS树脂)、聚苯乙烯(GPPS)、耐冲击性聚苯乙烯(HIPS)和丙烯腈-丁二烯-苯乙烯共聚物(ABS树脂)。

[0104] 苯乙烯系弹性体可用作苯乙烯系聚合物。

[0105] 包含含有乙烯基芳香族化合物作为聚合组分的聚合物嵌段和含有共轭二烯作为聚合组分的聚合物嵌段的嵌段共聚物及其氢化产物优选作为苯乙烯系弹性体。

[0106] 构成乙烯基芳香族烃聚合物嵌段的乙烯基芳香族化合物的实例包括,苯乙烯化合物如苯乙烯、α-甲基苯乙烯、邻甲基苯乙烯、对甲基苯乙烯、对叔丁基苯乙烯、1,3-二甲基苯乙烯、低级烷基取代的苯乙烯化合物、乙烯基萘和乙烯基蒽及其衍生物。可以单独使用这些化合物中的一种,或其两种以上类型的组合。

[0107] 构成共轭二烯嵌段的共轭二烯的实例包括丁二烯、异戊二烯、1,3-戊二烯和2,3-二甲基-1,3-丁二烯。

[0108] 可以单独使用一种苯乙烯系聚合物或其两种以上类型的混合物。

[0109] 苯乙烯系聚合物的量相对于组分(A)～(C)总计100质量%优选为5～30质量%。

[0110] 使用本发明的方法生产的聚对苯二甲酸丁二醇酯树脂组合物可以产生具有极高强度的成形制品,并且因此可以充分地实现在轻重量、薄厚度和强度方面所需的性能,并且可以广泛用于各种工业领域中的成形制品和部件,例如电气/电子设备,OA设备如计算机,精密仪器,光学设备,机动车辆和其它领域。

[0111] 实施例

[0112] 现在将通过使用实施例更详细地说明本发明。然而,本发明不限于下面给出的实施例,并且可以任意改变,只要不超过本发明的主旨即可。

[0113] 在实施例和比较例中使用的聚对苯二甲酸丁二醇酯树脂粒料、增强纤维和其它树脂如下表1所示。

[0114] [表1]

[0115]

组分	缩写	
PBT树脂	PBT1A	聚对苯二甲酸丁二醇酯树脂 Novaduran® 5008，得自Mitsubishi Engineering-Plastics Corporation 特性粘度为0.85dl/g和平均重量为22mg的粒料
	PBT1B	与以上相同的聚对苯二甲酸丁二醇酯树脂 平均重量为14mg的粒料
	PBT1C	与以上相同的聚对苯二甲酸丁二醇酯树脂 平均重量为31mg的粒料
PBT树脂	PBT2A	聚对苯二甲酸丁二醇酯树脂 Novaduran® 5007，得自Mitsubishi Engineering-Plastics Corporation 特性粘度为0.70dl/g和平均重量为22mg的粒料
	PBT2B	与以上相同的聚对苯二甲酸丁二醇酯树脂 平均重量为14mg的粒料
	PBT2C	与以上相同的聚对苯二甲酸丁二醇酯树脂 平均重量为31mg的粒料
增强纤维	B	玻璃纤维(T-187，得自Nippon Electric Glass Co., Ltd.) 平均纤维直径：13.5μm，平均纤维长度：3mm
其它聚合物	C	丙烯腈-苯乙烯树脂(AS树脂) Denka As GR-AT-R，得自Denka 熔体粘度：在250℃和912sec^{-1}下约300pa·s

[0116] [挤出机]

[0117] 所使用的挤出机是排气啮合型同向双螺杆挤出机(由Japan Steel Works,Ltd.生产的TEXαIII;料筒直径D＝47mm)。

[0118] 在实施例和比较例中使用的螺杆构造为使得第一捏合部包括下面的螺杆1～4,并且第二捏合部包括下面的螺杆1～3。

[0119] 第一捏合部

[0120] 螺杆1:RNNNNL;长度5.62D

[0121] 螺杆2:RNNNNNNL;长度7.48D

[0122] 螺杆3:RNNNNNNNNL;长度9.36D

[0123] 螺杆4:RNNNL;长度4.68D

[0124] 上述捏合盘是双螺纹盘,长度为44mm。

[0125] 第二捏合部

[0126] 螺杆1:逆进料混合螺杆长度44mm(四个螺杆)

[0127] 总长度:176mm(3.74D)

[0128] 螺杆2:逆进料混合螺杆长度44mm(六个螺杆)

[0129] 总长度:264mm(5.62D)

[0130] 螺杆3:逆进料混合螺杆长度44mm(两个螺杆)

[0131] 总长度:88mm(1.87D)

[0132] 图1是用于说明实施例和比较例中使用的挤出机的螺杆构造的实例的概念图。

[0133] 将料斗放置在位置C1处,并且通过R螺杆供给和输送下表2中列出的聚对苯二甲酸丁二醇酯树脂粒料。第一捏合部位于料筒中的位置C6处,并且由下表中列出的螺杆1～4中

的任一个构成。通过第一捏合部捏合粒料，并且玻璃纤维以30质量％的量从位置C8侧进料到料筒，并且通过由下表中列出的螺杆1～3中的任何一个构成的第二捏合部捏合，所述螺杆位于位置C9～C11。然后使用位于位置C12的真空排气口进行减压，并将线料从模头挤出，使用水浴冷却，并使用造粒机切割成粒料。螺杆转速、排出量和扭矩(相对于100％的扭矩的百分比)如表中所示，并且100％的扭矩对应于施加到一个螺杆的轴扭矩密度为17.6Nm/cm^3。表中示出了挤出机基部的螺杆轴连接部处的轴扭矩密度和挤出后即刻的线料的树脂温度。此外，通过将测量的扭矩(％)乘以允许的螺杆扭矩(17.6Nm/cm^3)来确定施加到螺杆轴的轴扭矩密度。

[0134] 使用注射成形机(J85AD，由Japan Steel Works，Ltd.生产)根据ISO294-1将获得的粒料成形为A型测试件(170mm×10mm，厚度4mm)。

[0135] 使用获得的测试件，根据ISO179-1，2测量缺口夏比冲击强度(单位：KJ/m^2)，并根据ISO527测量拉伸强度(单位：MPa)。

[0136] 此外，为了评价聚对苯二甲酸丁二醇酯树脂的降解程度，使用下述方法测量所得聚对苯二甲酸丁二醇酯树脂粒料的特性粘度。

[0137] 特性粘度使用上述方法用乌氏型粘度计使用包含比率为1/1的苯酚/四氯乙烷的混合溶剂测量。此外，将含有玻璃纤维的粒料溶解在混合溶剂中并过滤以仅除去玻璃纤维，并从滤过的溶液中测量特性粘度。

[0138] (实施例1-1)

[0139] 通过使用35质量％的PBT1A和35质量％的PBT2A(算术平均特性粘度IV：0.775dl/g)，并使用螺杆1作为第一捏合部的螺杆构造和螺杆1作为第二捏合部的螺杆构造，在螺杆转速为500rpm和排出量为600kg/h的情况下，来生产粒料。挤出是稳定的并且线料没有断裂。

[0140] (实施例1-2)

[0141] 除了螺杆2用作第一捏合部的螺杆构造以外，进行与实施例1-1中使用的相同的程序。

[0142] (比较例1-1)

[0143] 除了使用螺杆3作为第一捏合部的螺杆构造以外，进行与实施例1-1中使用的相同的程序。

[0144] (比较例1-2)

[0145] 除了螺杆4用作第一捏合部的螺杆构造以外，进行与实施例1-1中使用的相同的程序。

[0146] (比较例1-3)

[0147] 除了排出量为400kg/h以外，进行与实施例1-1中使用的相同的程序。

[0148] (比较例1-4)

[0149] 除了排出量为400kg/h以外，进行与实施例1-2中使用的相同的程序。

[0150] (比较例1-5)

[0151] 除了排出量为400kg/h以外，进行与比较例1-1中使用的相同的程序。

[0152] (比较例1-6)

[0153] 除了排出量为400kg/h以外，进行与比较例1-2中使用的相同的程序。

[0154] 结果示于下表2-3中。

[0155] [表2]

PBT1A/PBT2A =35/35	IV= 0.775	实施例1-1	实施例1-2	比较例1-1	比较例1-2
第一捏合部		螺杆1	螺杆2	螺杆3	螺杆4
	长度	5.62D	7.48D	9.36D	4.68D
第二捏合部		螺杆1	螺杆1	螺杆1	螺杆1
	长度	3.74D	3.74D	3.74D	3.74D
螺杆转速	rpm	500	500	500	500
排出量	kg/h	600	600	600	600
扭矩	%	70	75	85	65
轴扭矩密度	Nm/cm^3	12.3	13.2	15.0	11.4
树脂温度	℃	293	305	320	279
特性粘度	dl/g	0.77	0.76	0.74	0.77
玻璃纤维长度	μm	847	841	843	792
夏比冲击强度	kJ/m^2	10.0	10.1	8.9	8.8
拉伸强度	MPa	151	152	139	137

[0156]

[0157] [表3]

PBT1A/PBT2A =35/35	IV= 0.775	比较例1-3	比较例1-4	比较例1-5	比较例1-6
第一捏合部		螺杆1	螺杆2	螺杆3	螺杆4
	长度	5.62D	7.48D	9.36D	4.68D
第二捏合部		螺杆1	螺杆1	螺杆1	螺杆1
	长度	3.74D	3.74D	3.74D	3.74D
螺杆转速	rpm	500	500	500	500
排出量	kg/h	400	400	400	400
扭矩	%	47	50	57	44
轴扭矩密度	Nm/cm^3	8.3	8.8	10.0	7.7
树脂温度	℃	302	315	329	292
特性粘度	dl/g	0.76	0.74	0.72	0.77
玻璃纤维长度	μm	732	743	752	722
夏比冲击强度	kJ/m^2	8.7	8.7	8.3	8.6
拉伸强度	MPa	137	138	135	139

[0158]

[0159] (实施例2-1和2-2以及比较例2-1和2-2)

[0160] 除了PBT1A的量为56质量%、PBT2A的量为14质量%、并且算术平均特性粘度为0.82dl/g以外,进行与实施例1-1和1-2以及比较例1-1和1-2中使用的相同的程序。

[0161] 结果示于下表4中。

[0162] [表4]

[0163]

PBT1A/PBT2A =56/14	IV= 0.82	实施例2-1	实施例2-2	比较例2-1	比较例2-2
第一捏合部		螺杆1	螺杆2	螺杆3	螺杆4
	长度	5.62D	7.48D	9.36D	4.68D
第二捏合部		螺杆1	螺杆1	螺杆1	螺杆1
	长度	3.74D	3.74D	3.74D	3.74D
螺杆转速	rpm	500	500	500	500
排出量	kg/h	600	600	600	600
扭矩	%	75	80	90	70
轴扭矩密度	Nm/cm^3	13.2	14.1	15.8	12.3
树脂温度	℃	302	309	325	282
特性粘度	dl/g	0.8	0.78	0.72	0.81
玻璃纤维长度	μm	782	779	775	750
夏比冲击强度	kJ/m^2	9.7	9.8	8.5	8.7
拉伸强度	MPa	145	146	136	137

[0164] (实施例3-1和3-2以及比较例3-1和3-2)

[0165] 除了PBT1A的量为14质量%、PBT2A的量为56质量%、并且算术平均特性粘度为0.73dl/g以外,进行与实施例1-1和1-2以及比较例1-1和1-2中使用的相同的程序。

[0166] 结果示于下表5中。

[0167] [表5]

[0168]

PBT1A/PBT2A=14/56	IV=0.73	实施例3-1	实施例3-2	比较例3-1	比较例3-2
第一捏合部		螺杆1	螺杆2	螺杆3	螺杆4
	长度	5.62D	7.48D	9.36D	4.68D
第二捏合部		螺杆1	螺杆1	螺杆1	螺杆1
	长度	3.74D	3.74D	3.74D	3.74D
螺杆转速	rpm	500	500	500	500
排出量	kg/h	600	600	600	600
扭矩	%	67	72	81	62
轴扭矩密度	Nm/cm^3	11.8	12.7	14.3	10.9
树脂温度	℃	290	301	315	277
特性粘度	dl/g	0.72	0.71	0.66	0.72
玻璃纤维长度	μm	852	863	878	760
夏比冲击强度	kJ/m^2	9.5	9.6	8.6	8.4
拉伸强度	MPa	146	145	138	131

[0169] (实施例4-1和4-2以及比较例4-1和4-2)

[0170] 除了PBT1A的量为70质量%、并且特性粘度为0.85dl/g以外,进行与实施例1-1和1-2以及比较例1-1和1-2中使用的相同的程序。

[0171] 结果示于下表6中。

[0172] [表6]

[0173]

PBT1A=70	IV=0.85	实施例4-1	实施例4-2	比较例4-1	比较例4-2
第一捏合部		螺杆1	螺杆2	螺杆3	螺杆4
	长度	5.62D	7.48D	9.36D	4.68D
第二捏合部		螺杆1	螺杆1	螺杆1	螺杆1
	长度	3.74D	3.74D	3.74D	3.74D
螺杆转速	rpm	500	500	500	500
排出量	kg/h	600	600	600	600
扭矩	%	75	80	90	70
轴扭矩密度	Nm/cm^3	13.2	14.1	15.8	12.3
树脂温度	℃	307	311	329	286
特性粘度	dl/g	0.83	0.82	0.75	0.84
玻璃纤维长度	μm	783	762	765	748
夏比冲击强度	kJ/m^2	9.3	9.2	8.5	8.6
拉伸强度	MPa	143	142	135	138

[0174] (实施例5-1和5-2以及比较例5-1和5-2)

[0175] 除了PBT2A的量为70质量%、并且特性粘度为0.70dl/g以外，进行与实施例1-1和1-2以及比较例1-1和1-2中使用的相同的程序。

[0176] 结果示于下表7中。

[0177] [表7]

[0178]

PBT2A=70	IV=0.70	实施例5-1	实施例5-2	比较例5-1	比较例5-2
第一捏合部		螺杆1	螺杆2	螺杆3	螺杆4
	长度	5.62D	7.48D	9.36D	4.68D
第二捏合部		螺杆1	螺杆1	螺杆1	螺杆1
	长度	3.74D	3.74D	3.74D	3.74D
螺杆转速	rpm	500	500	500	500
排出量	kg/h	600	600	600	600
扭矩	%	66	70	80	60
轴扭矩密度	Nm/cm^3	11.6	12.3	14.1	10.6
树脂温度	℃	288	298	313	274
特性粘度	dl/g	0.69	0.68	0.65	0.7
玻璃纤维长度	μm	862	872	865	742
夏比冲击强度	kJ/m^2	9.1	9.4	8.6	8.2
拉伸强度	MPa	140	142	137	130

[0179] (实施例1-3)

[0180] 除了使用螺杆2作为第二捏合部的螺杆构造以外，进行与实施例1-1中使用的相同的程序。

[0181] (实施例1-4)

[0182] 除了使用螺杆3作为第二捏合部的螺杆构造以外，进行与实施例1-1中使用的相同的程序。在这种情况下，每2分钟切割一次线料，并且可以理解，在生产率方面发生了轻微的问题。螺杆构造弱，并且玻璃纤维的开纤性可能不充分。

[0183] 结果示于下表8中。

[0184] [表8]

PBT1A/PBT2A =35/35	IV= 0.775	实施例1-3	实施例1-4
第一捏合部		螺杆1	螺杆1
	长度	5.62D	5.62D
第二捏合部		螺杆2	螺杆3
	长度	5.62D	1.87D
螺杆转速	rpm	500	500
排出量	kg/h	600	600
扭矩	%	70	75
轴扭矩密度	Nm/cm^3	13.2	13.2
树脂温度	℃	309	290
特性粘度	dl/g	0.737	0.77
玻璃纤维长度	μm	721	932
夏比冲击强度	kJ/m^2	9.1	10.2
拉伸强度	MPa	142	155

[0185]

[0186] (实施例6-1和6-2、比较例6-1和比较例6-2)

[0187] 除了PBT1A的量为30质量%、PBT2A的量为30质量%、算术平均特性粘度为0.775dl/g、并且还添加10质量%的AS树脂以外，进行与实施例1-1和1-2以及比较例1-1和比较例1-2中所使用的相同的程序。

[0188] 结果示于下表9中。

[0189] [表9]

PBT1A/PBT2A =30/30 +AS 10%	PBT IV=0.775	实施例6-1	实施例6-2	比较例6-1	比较例6-2
第一捏合部		螺杆1	螺杆2	螺杆3	螺杆4
	长度	5.62D	7.48D	9.36D	4.68D
第二捏合部		螺杆1	螺杆1	螺杆1	螺杆1
	长度	3.74D	3.74D	3.74D	3.74D
螺杆转速	rpm	500	500	500	500
排出量	kg/h	600	600	600	600
扭矩	%	70	75	85	65
轴扭矩密度	Nm/cm^3	12.3	13.2	15.0	11.4
树脂温度	℃	290	302	318	276
特性粘度	dl/g	0.77	0.76	0.74	0.77
玻璃纤维长度	μm	853	855	860	799
夏比冲击强度	kJ/m^2	10.6	10.5	8.7	8.6
拉伸强度	MPa	156	155	138	137

[0190]

[0191] (比较例7-1)

[0192] 除了用PBT1B代替实施例1-1中使用的PBT1A并且用PBT2B代替PBT2A以外，进行与实施例1-1中使用的相同的程序。

[0193] (比较例7-2)

[0194] 除了用PBT1C代替实施例1-1中使用的PBT1A并且用PBT2C代替PBT2A以外，进行与实施例1-1中使用的相同的程序。

[0195] 结果示于下表10中。

[0196] [表10]

[0197]

		PBT1A/PBT2A	PBT1B/PBT2B	PBT1C/PBT2C
PBT1/PBT2 =35/35	IV=0.775	实施例1-1	比较例7-1	比较例7-2
第一捏合部		螺杆1	螺杆1	螺杆1
	长度	5.62D	5.62D	5.62D
第二捏合部		螺杆1	螺杆1	螺杆1
	长度	3.74D	3.74D	3.74D
螺杆转速	rpm	500	500	500
排出量	kg/h	600	600	600
扭矩	%	70	73	71
轴扭矩密度	Nm/cm^3	12.3	12.8	12.5
树脂温度	℃	293	312	281
特性粘度	dl/g	0.77	0.74	0.77
玻璃纤维长度	μm	847	853	781
夏比冲击强度	kJ/m^2	10.0	8.8	8.7
拉伸强度	MPa	151	138	139

[0198] (比较例8-1)

[0199] 除了用PBT1B代替实施例1-2中使用的PBT1A并且用PBT2B代替PBT2A以外，进行与实施例1-2中使用的相同的程序。

[0200] (比较例8-2)

[0201] 除了用PBT1C代替实施例1-2中使用的PBT1A并且用PBT2C代替PBT2A以外，进行与实施例1-2中使用的相同的程序。

[0202] 结果示于下表11中。

[0203] [表11]

[0204]

		PBT1A/PBT2A	PBT1B/PBT2B	PBT1C/PBT2C
PBT1/PBT2=35/35	IV=0.775	实施例1-2	比较例8-1	比较例8-2
第一捏合部		螺杆2	螺杆2	螺杆2
	长度	7.48D	7.48D	7.48D
第二捏合部		螺杆1	螺杆1	螺杆1
	长度	3.74D	3.74D	3.74D
螺杆转速	rpm	500	500	500
排出量	kg/h	600	600	600
扭矩	%	75	78	72
轴扭矩密度	Nm/cm^3	13.2	13.7	12.7
树脂温度	℃	305	316	282
特性粘度	dl/g	0.76	0.72	0.77
玻璃纤维长度	μm	841	848	770
夏比冲击强度	kJ/m^2	10.1	8.9	8.8
拉伸强度	MPa	152	132	138

[0205] (比较例9-1)

[0206] 除了用PBT1B代替实施例2-2中使用的PBT1A并且用PBT2B代替PBT2A以外,进行与实施例2-2中使用的相同的程序。

[0207] (比较例9-2)

[0208] 除了用PBT1C代替实施例2-2中使用的PBT1A并且用PBT2C代替PBT2A以外,进行与实施例2-2中使用的相同的程序。

[0209] 结果示于下表12中。

[0210] [表12]

[0211]

		PBT1A/PBT2A	PBT1B/PBT2B	PBT1C/PBT2C
PBT1/PBT2=56/14	IV=0.82	实施例2-2	比较例 9-1	比较例9-2
第一捏合部		螺杆2	螺杆2	螺杆2
	长度	7.48D	7.48D	7.48D
第二捏合部		螺杆1	螺杆1	螺杆1
	长度	3.74D	3.74D	3.74D
螺杆转速	rpm	500	500	500
排出量	kg/h	600	600	600
扭矩	%	80	82	76
轴扭矩密度	Nm/cm^3	14.1	14.5	13.3
树脂温度	℃	309	324	288
特性粘度	dl/g	0.78	0.76	0.80
玻璃纤维长度	μm	779	820	775
夏比冲击强度	kJ/m^2	9.8	8.8	8.8
拉伸强度	MPa	146	133	137

[0212] (比较例10-1)

[0213] 除了用PBT1B代替实施例3-2中使用的PBT1A并且用PBT2B代替PBT2A以外,进行与实施例3-2中使用的相同的程序。

[0214] (比较例10-2)

[0215] 除了用PBT1C代替实施例3-2中所用的PBT1A并且用PBT2C代替PBT2A以外，进行与实施例3-2中所使用的相同的程序。

[0216] 结果示于下表13中。

[0217] [表13]

[0218]

		PBT1A/PBT2A	PBT1B/PBT2B	PBT1C/PBT2C
PBT1/PBT2=14/56	IV=0.73	实施例3-2	比较例10-1	比较例10-2
第一捏合部		螺杆2	螺杆2	螺杆2
	长度	7.48D	7.48D	7.48D
第二捏合部		螺杆1	螺杆1	螺杆1
	长度	3.74D	3.74D	3.74D
螺杆转速	rpm	500	500	500
排出量	kg/h	600	600	600
扭矩	%	72	75	71
轴扭矩密度	Nm/cm^3	12.7	13.2	12.5
树脂温度	℃	301	315	280
特性粘度	dl/g	0.71	0.69	0.73
玻璃纤维长度	μm	863	882	790
夏比冲击强度	kJ/m^2	9.6	8.7	8.6
拉伸强度	MPa	145	135	137

[0219] (比较例11-1)

[0220] 除了用PBT1B代替实施例6-2中使用的PBT1A并且用PBT2B代替PBT2A以外，进行与实施例6-2中使用的相同的程序。

[0221] (比较例11-2)

[0222] 除了用PBT1C代替实施例6-2中使用的PBT1A并且用PBT2C代替PBT2A以外，进行与实施例6-2中使用的相同的程序。

[0223] 结果示于下表14中。

[0224] [表14]

[0225]

		PBT1A/PBT2A	PBT1B/PBT2B	PBT1C/PBT2C
PBT1/PBT2=30/30+AS 10%	PBT IV=0.775	实施例6-2	比较例11-1	比较例11-2
第一捏合部		螺杆2	螺杆2	螺杆2
	长度	7.48D	7.48D	7.48D
第二捏合部		螺杆1	螺杆1	螺杆1
	长度	3.74D	3.74D	3.74D
螺杆转速	rpm	500	500	500
排出量	kg/h	600	600	600
扭矩	%	75	78	72
轴扭矩密度	Nm/cm^3	13.2	13.6	12.7
树脂温度	℃	302	314	281
特性粘度	dl/g	0.76	0.73	0.77
玻璃纤维长度	μm	855	872	803
夏比冲击强度	kJ/m^2	10.5	8.9	8.8
拉伸强度	MPa	155	139	138

[0226] 产业上的可利用性

[0227] 根据本发明的生产方法，可以以高生产率生产具有优异机械强度的纤维增强的聚

对苯二甲酸丁二醇酯树脂组合物，并且包含所述组合物的成形制品可以充分地实现在轻重量、薄厚度和强度方面所需的性能，并且可以用于广泛的各种应用，例如机动车辆、电气/电子设备和精密仪器的部件。

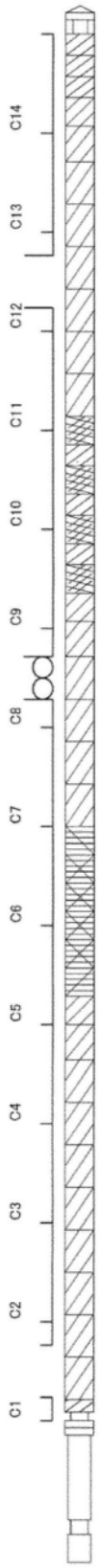


图1