



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(51) Int. Cl.

C08K 9/04 (2006.01)

(45) 공고일자	2007년04월27일
(11) 등록번호	10-0711311
(24) 등록일자	2007년04월18일

(21) 출원번호	10-2000-7011577	(65) 공개번호	10-2001-0072574
(22) 출원일자	2000년10월18일	(43) 공개일자	2001년07월31일
심사청구일자	2004년04월16일		
번역문 제출일자	2000년10월18일		
(86) 국제출원번호	PCT/EP1999/002559	(87) 국제공개번호	WO 1999/54396
국제출원일자	1999년04월16일	국제공개일자	1999년10월28일

(81) 지정국

국내특허 : 그라나다, 알바니아, 아르메니아, 오스트리아, 오스트레일리아, 아제르바이잔, 보스니아 헤르체고비나, 바베이도스, 불가리아, 브라질, 벨라루스, 캐나다, 스위스, 중국, 쿠바, 체코, 독일, 덴마크, 에스토니아, 스페인, 핀란드, 영국, 그루지야, 헝가리, 이스라엘, 아이슬랜드, 일본, 캐나다, 키르키즈스탄, 북한, 대한민국, 카자흐스탄, 세인트루시아, 스리랑카, 리베이라, 레소토, 리투아니아, 룩셈부르크, 라트비아, 몰도바, 마다가스카르, 마케도니아공화국, 몽고, 말라위, 멕시코, 노르웨이, 뉴질랜드, 슬로베니아, 슬로바키아, 타지키스탄, 투르크맨, 터키, 트리니다드토바고, 우크라이나, 우간다, 미국, 우즈베키스탄, 베트남, 폴란드, 포르투칼, 루마니아, 러시아, 수단, 스웨덴, 성가포르, 남아프리카, 가나, 인도네시아, 세르비아 앤 몬테네그로, 크로아티아, 짐바브웨, 시에라리온, 감비아, 인도, 아랍에미리트,

AP ARIPO특허 : 캐나다, 레소토, 말라위, 수단, 스와질랜드, 우간다, 가나, 감비아, 짐바브웨, 시에라리온,

EA 유라시아특허 : 아르메니아, 아제르바이잔, 벨라루스, 키르키즈스탄, 카자흐스탄, 몰도바, 러시아, 타지키스탄, 투르크맨,

EP 유럽특허 : 오스트리아, 벨기에, 스위스, 독일, 덴마크, 스페인, 프랑스, 영국, 그리스, 아일랜드, 이탈리아, 룩셈부르크, 모나코, 네덜란드, 포르투칼, 스웨덴, 핀란드, 사이프러스,

OA OAPI특허 : 부르키나파소, 베닌, 중앙아프리카, 콩고, 코트디브와르, 카메룬, 가봉, 기니, 말리, 모리타니, 니제르, 세네갈, 차드, 토고, 기니 비사우,

(30) 우선권주장

19817257.5 1998년04월19일 독일(DE)

(73) 특허권자

그레이스 게엠베하 앤드 컴팩니 케이지
 독일 데-67545 보름스 인데어 홀러헥케 1

(72) 발명자

톨비크매츠
 스웨덴에스-27531라이드백바고에가탄40

스튜Lorem 안드레아스
 독일 데-67574오스토펜레네베스트라세1

반에쉬곤다
 독일 데-67549보름스모짜르트스트라세10

슈미트안드레아스
독일 데-68167만하임부페르탈러스트라세17

(74) 대리인 김창세 장성구

(56) 선행기술조사문현
0725109 *
* 심사관에 의하여 이용된 문현

심사관 : 박함용

전체 청구항 수 : 총 10 항

(54) 중합체 제조용 블로킹 방지제 및 첨가제의 과립 조성물

(57) 요약

본 발명은 a) 평균 입자 크기가 2 내지 15미크론이고, 세공 비전용량이 0.3 내지 2.0ml/g이며, 비표면적(BET)이 200 내지 1000m²/g인 미세화 규산 젤(A) 5 내지 60중량%, 또는

b) 입자 크기가 1 내지 25미크론인 나트륨 및/또는 칼륨 및/또는 칼슘 양이온을 함유하는 수화 또는 탈수 알루미노실리케이트(B) 5 내지 75중량%, 및

c) 유기 첨가제 조성물(C) 25 내지 95중량%[단, 규산의 세공과, 규산 입자 및 알루미노실리케이트 입자 사이의 공간을 모두 채우는데 필요한 것보다 5% 이상(오일 흡착 방법에 의해 측정함) 많은 양이다]로 이루어진 과립 조성물을 포함한다.

특허청구의 범위

청구항 1.

(i) a) 평균 입자 크기가 2 내지 15미크론이고, 세공 비전용량(specific pore volume)이 0.3 내지 2.0ml/g이며, 비표면적(BET)이 200 내지 1000m²/g인 미세화 규산 젤(A) 5 내지 60중량%,

b) 입자 크기가 1 내지 25미크론인, 나트륨 및/또는 칼륨 및/또는 칼슘 양이온을 함유하는 수화 또는 탈수 알루미노실리케이트(B) 5 내지 75중량%, 및

a)와 b)의 혼합물 5 내지 75중량%로 구성된 군에서 선택되는 성분; 및

(ii) 유기 첨가제 조성물(C) 25 내지 95중량%[단, 규산의 세공파, 규산 입자 및/또는 알루미노실리케이트 입자 사이의 공간을 모두 채우는데 필요한 것보다 5% 이상(오일 흡착 방법에 의해 측정함) 많은 양이다]로 이루어진 과립 조성물.

청구항 2.

제 1 항에 있어서.

유기 조성물(C)이 하나이상의 하기 성분을 포함하는 과립 조성물:

i) 지방산 아미드로 이루어진 그룹 중에서 선택된 유활제;

- ii) 입체 장애 페놀, 이급 아릴 아민으로 이루어진 그룹 중에서 선택된 제 1 산화방지제;
- iii) 인 조성물, 티오에스테르, 하이드록실아민으로 이루어진 그룹 중에서 선택된 제 2 산화방지제;
- iv) 암모늄 염, 글리세린 에스테르, 음이온성 화합물로 이루어진 그룹 중에서 선택된 대전방지제;
- v) 벤조페논, 벤조트리아졸, "HALS"("입체 장애 아민 광 안정화제")로 이루어진 그룹 중에서 선택된 광 안정화제;
- vi) 할로겐화 유기 화합물, 금속 수화물로 이루어진 그룹 중에서 선택된 난연제; 및
- vii) 프탈레이트, 모노카복실산 에스테르, 지방족 디카복실산 에스테르로 이루어진 그룹 중에서 선택된 연화제.

청구항 3.

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서,

0.5 내지 5mm의 입자 크기를 갖는 과립 조성물.

청구항 4.

압출기를 사용하여 조성물(C)를 그의 용점까지 가열하고, 다운 스트림에서 과립화 단계를 수행하는 것을 포함하는, 제 1 항 또는 제 2 항에 따른 과립 조성물을 제조하는 방법.

청구항 5.

제 4 항에 있어서,

성분들을 개별적으로 압출기로 공급하는 방법.

청구항 6.

제 4 항에 있어서,

성분들의 예비혼합물을 압출기로 공급한 다음 후속적으로 과립화시키는 방법.

청구항 7.

제 4 항에 있어서,

압출된 스트랜드를 과립 입자로 절단한 다음 후속적으로 절단된 과립 입자를 유동상에서 냉각시키는 방법.

청구항 8.

제 4 항에 있어서,

압출 스트랜드를 물속에서 과립화시킨 다음 후속적으로 물을 유동상에서 분무시키는 방법.

청구항 9.

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서,

중합체 조성물에 사용되는 과립 조성물.

청구항 10.

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서,

2 내지 8mm의 입자 크기를 갖는 과립 조성물.

명세서

기술분야

본 발명은 신규한 형태의 중합체 필름 제조용 첨가제, 구체적으로 a) 중합체 필름의 제조를 위한 하나 이상의 첨가제 및 b) 미세화 규산 또는 알루미노실리케이트를 함유하는 과립 조성물에 관한 것이다.

상기 과립 조성물은 예컨대 폴리올레핀의 가공 및 폴리올레핀 필름의 제조를 위한 첨가제로서 적합하다.

배경기술

폴리올레핀 필름의 제조에서 몇가지 첨가제는 마무리처리된 필름의 다양한 특성을 이롭게 하는데 필요한 것으로 공지되어 있다. 이들은 예컨대, i) 블로킹 방지제(예컨대, 미립자 규조토, 규산, 실리카 겔); ii) 윤활제(예컨대, 지방산 아미드, 특히 올레산 아미드 및 에루크산 아미드); iii) 입체 장애 페놀, 이급 아릴 아민 등으로 이루어진 그룹 중에서 선택된 제 1 산화방지제; iv) 인 조성물, 티오에스테르, 하이드록실아민 등으로 이루어진 그룹 중에서 선택된 제 2 산화방지제; v) 암모늄 염, 글리세린 에스테르, 음이온성 화합물 등으로 이루어진 그룹 중에서 선택된 대전방지제; vi) 벤조페논, 벤조트리아졸, "HALS"("입체 장애 아민 광 안정화제") 등으로 이루어진 그룹 중에서 선택된 광 안정화제; vii) 할로겐화 유기 화합물, 금속 수화물 등으로 이루어진 그룹 중에서 선택된 난연제; viii) 프탈레이트, 모노카복실산 에스테르, 지방족 디카복실산 에스테르 등으로 이루어진 그룹 중에서 선택된 연화제이다.

순수한 유기 첨가제의 과립 조성물은 이미 공지되어 있다. 동시에, 유기 첨가제와 블로킹 방지제로서의 미세화 규산 또는 알루미노실리케이트의 조합물은 종래 기술에 따른 과립화 공정, 예컨대 금형에서의 압착 또는 노즐에 의한 압착(냉간 압착)이 사용되는 경우 불량한 분산성을 야기한다.

일본 특허 평-569865호는 예컨대 무정형 실리코알루미네이트 및 유기 첨가제의 구형 펠렛을 포함하는 첨가제-펠렛 조성물을 기술하고 있다. 유기 성분은 예컨대 윤활제, 대전방지제, 연화제, 자외선 안정화제 및 산화방지제 등일 수 있다. 그러나, 상기 특허는 합성 무정형 규산 또는 결정질 알루미노실리케이트에 대해서는 고려하고 있지 않다.

독일 특허 제 33 37 356 호는 폴리올레핀으로 마스터 배치가 형성되는, 결합된 블로킹 방지제 및 윤활제 농축물을 기술하고 있다.

독일 특허 제 44 24 775 호는 이정 세공 크기 분포를 갖는 이산화규소를 기본으로 하는 특별한 블로킹 방지제를 기술하고 있다. 상기 블로킹 방지제는 올레산 아미드 또는 에루크산 아미드와 같은 윤활제와 결합되어 폴리올레핀 마스터 배치를 생성한다.

미국 특허 출원 제 5053444 호는 첨가제로서 산화알루미늄 또는 이산화규소를 함유하는 중합체 농축물을 기술하고 있다. 기타 첨가제는 윤활제, 산화방지제, 자외선 안정화제, 대전방지제 등이다.

이들 모든 특허에서는 합성, 무정형 규산 및 유기 첨가제만을 함유하고 동시에 중합체에서 쉽게 분산될 수 있는 자유-유동 과립 조성물을 아직까지 성공적으로 제조하지 못하고 있음을 보여준다. 마스터 배치를 형성하기 위한 특정 중합체는 항상 함유되어 있다. 이는 첨가제 농축물이 단지 임의의 중합체 유형을 위해 사용될 수 없음을 의미한다.

미국 특허 출원 제 3266924 호는 혼합기에서 미립자 규산과 지방산 아미드의 균질한 혼합물을 제조하는 것을 기술하고 있다. 혼합동안에 아미드의 용접부근의 온도에서 아미드를 규산에 가한다. 이로써 분말 혼합물을 수득한다.

발명의 상세한 설명

전술한 공지된 첨가제의 결점의 견지에서, 본 발명의 목적은 다수의 용도 및 중합체에 널리 적합하고, 용이하고 경제적으로 사용할 수 있고, 이로써 과립 형태에서 동시에 발생하는 양호한 분산성과 같은 적용 잇점을 갖는 첨가제를 제조하는 것이다.

본 발명의 목적은 a) 평균 입자 크기가 2 내지 15미크론, 바람직하게 5 내지 10미크론이고, 세공 비전용량이 0.3 내지 2.0ml/g, 바람직하게 0.5 내지 1.5ml/g이며, 비표면적(BET)이 200 내지 1000m²/g, 바람직하게 200 내지 800m²/g인 미세화 규산 젤(A) 5 내지 60중량%, 바람직하게 10 내지 50중량%, 특히 15 내지 45중량%,

b) 평균 입자 크기가 1 내지 25미크론인 나트륨 및/또는 칼륨 및/또는 칼슘 양이온을 함유하는 수화 또는 탈수 알루미노실리케이트(B) 5 내지 75중량%, 바람직하게 10 내지 60중량%, 특히 15 내지 50중량%, 및

c) 유기 첨가제 조성물(C) 25 내지 95중량%, 바람직하게 40 내지 90중량%, 특히 50 내지 85중량%[단, 규산의 세공과, 규산 입자 및 알루미노실리케이트 입자 사이의 공간을 모두 채우는데 필요한 것보다 5% 이상(오일 흡착 방법에 의해 측정함)많은 양이다]로 이루어진 것을 특징으로 하는 과립 조성물에 의해 달성된다. 본원 발명의 과립 조성물은 0.5 내지 5mm, 바람직하게는 2 내지 8mm의 입자 크기를 갖는다.

본 발명의 조성물은 개별적인 성분만큼 양호한 중합체내 분산성을 갖는다. 유기 조성물(C)은 임의의 비율로 하나이상의 하기 성분으로 이루어질 수 있다: i) 지방산 아미드로 이루어진 그룹 중에서 선택된 윤활제; ii) 입체 장애 폐놀, 이급 아릴 아민 등으로 이루어진 그룹 중에서 선택된 제 1 산화방지제; iii) 인 조성물, 티오에스테르, 하이드록실아민 등으로 이루어진 그룹 중에서 선택된 제 2 산화방지제; iv) 암모늄 염, 글리세린 에스테르, 음이온성 화합물 등으로 이루어진 그룹 중에서 선택된 대전방지제; v) 벤조페논, 벤조트리아졸, "HALS"(("입체 장애 아민 광 안정화제")) 등으로 이루어진 그룹 중에서 선택된 광 안정화제; vi) 할로겐화 유기 화합물, 금속 수화물 등으로 이루어진 그룹 중에서 선택된 난연제; vii) 프탈레이트, 모노카복실산 에스테르, 지방족 디카복실산 에스테르 등으로 이루어진 그룹 중에서 선택된 연화제.

무기 성분을 유기 첨가제의 용융물에 가하는 경우, 놀랍게도 미세화 규산 또는 알루미노실리케이트를 포함한 과립 조성물이 양호한 분산성을 나타냄을 현재 발견하였다. 이는 무기 성분을 미리 제조한 유기 성분의 용융물에 가함으로써, 또는 유기 성분 및 무기 성분의 예비혼합물을 유기 성분의 용접으로 가열할 때 얻어질 수 있다. 무기 성분의 농도는 임계 안료 용적 농도보다 높을 수 없다. 즉, 용융 유기 상은 규산의 모든 빈 세공(알루미노실리케이트의 경우에 입자 세공은 유기 분자에 의해 너무 작음) 및 유기 입자 사이의 빈틈을 채울 수 있어야 한다. 페이스트 또는 액체 과를 얻도록 과량의 유기 성분을 함유할 필요가 있다. 과립(펠렛)의 형성은 용융물의 분무 건조 또는 스트랜드의 압출에 이은 분쇄에 의해 얻어진다. 바람직한 기술적인 시도는 압출기를 사용하여 유기 성분을 용융시키고 무기 입자의 분포를 이루는 것이다. 압출기에서 스트랜드의 형태로 배출된 것을 종래 기술 수단("고온 녹-오프(hot knock-off)")으로 절단한다. 이후에, 과립을 바람직하게 유동층에서 냉각시켜 개별적인 입자의 응집을 방지할 수 있다. 다른 가능성은 스트랜드가 수조로 도입되어 그곳에서 절단되는 것이다. 표면의 물은 바람직하게 유동층에서 제거된다.

본 발명의 잇점은 하기와 같다:

- 모든 첨가제를 단지 일정한 비율을 갖는 펠렛화 형태로서 압출기로 송출한다는 점,
- 성분들을 보다 긴밀하게 배합한다는 점,
- 최종 용도로의 가공시 분진을 발생시키지 않는다는 점,

- 무정형 규산 및 첨가제의 단순한 물리적 혼합물보다 펠렛의 벌크 밀도가 크다는 점(따라서 수송 비용 및 생산 단가를 낮출 수 있다는 점),
- 중합체 과정에서 첨가제의 분산성이 양호하다는 점.

실시예

실시예 1

규산 및 에루크산 아미드의 펠렛

43% 순도의 무정형 미세화 규산(1.0ml/g의 세공 비전용량, 4.8미크론의 말번 중간 입자 크기) 및 57%의 에루크산 아미드의 물리적 혼합물을 테이손(Theyson) TSK 30 이축 스크류 압출기의 제 6 압출 대역으로 적당한 용적 비율로 주입하였다. 압출기를 320/분의 스크류 회전 속도 및 6.3kg/시간의 작업 처리량으로 조작하였다. 압출기의 온도 프로파일은 하기와 같다:

압출 대역	설정점	측정 온도 / °C
6	25	36
7	100	99
8	100	102
9	80	82
10	20	48
11	20	77

측정 용점은 85°C이었다. 상기 물질을 4mm의 개구를 갖는 압출기 노즐을 통과시키고 상기 스트랜드를 회전 블레이드에 의해 펠렛으로 절단하기 전에 공기로 냉각시켰다. 실시예 5에서 분산성을 시험하였다.

실시예 2

규산 및 첨가제 조성물의 펠렛

840/분의 회전 속도에서 2.5분 동안 모든 첨가제를 혼합함으로써 500리터의 헨셀(Henschel) 혼합기(FM 500 유형)로 예비혼합물을 제조하였다. 조성은 하기와 같다:

무정형 미세화 규산(1.0ml/g의 세공 비전용량; 4.8미크론의 말번 중간 입자 크기)	9.31%	
에루크산 아미드(크로드아미드 ER)	46.58%	크로다 유니버설(Croda Universal)
이가녹스(Irganox) 1010(펜타에리스리틸(3-(3,5-비스(1,1-디메틸에틸)-4-하이드록시페닐)프로피오네이트	23.26%	시바-게이지(Ciba-Geigy)
이가포스(Irgaphos) 168(트리스(2,4-디-t-부틸페닐)포스파이트)	17.6%	시바-게이지
Ca 스테아레이트 유형 M	8.85%	소기스(Sogis)

상기 예비혼합물을 이축 스크류 압출기(테이손 DN 60 유형)의 제 1 공급 대역에서 중량 브라벤더 비율(90.2kg/h)로 계측하였다. 제 4 압출 대역에서, 24.3% 또는 29.8kg/h의 무정형 규산 부가량을 가하였다. 생성된 최종 조성은 하기와 같다:

무정형 미세화 규산(1.0ml/g의 세공 비전용량; 4.8미크론의 말번 중간 입자 크기)	31.2%
크로드아미드 ER	35.3%
이가녹스 1010	9.1%
이가포스 168	17.6%
Ca 스테아레이트	6.7%

테이손 DN 60 압출기를 350/분의 상온 회전 속도, 120kg/시간의 총 작업 처리량 및 하기 온도 프로파일로 조작하였다:

압출 대역	설정점	측정 온도 / °C
1	40	41
2	160	122
3	160	148
4	140	143
5	95	97
6	78	77
7	75	74
8	83	90
9	83	85
10	180	154
11	145	145

측정 용점은 147°C 이었다.

압출 괴를 압출기의 주조 헤드상에 각각 4mm 직경의 7개의 구멍을 갖는 노즐 판을 통해 넣었다. 압출물을 물 흐름을 갖는 과립기로 유도하였다. 과립기는 스트랜드를 회전 블레이드로 수송하기 위한 2개의 롤로 이루어진다. 이어서 펠렛화 예비 혼합물을 건조시키고 유동층 건조기(공기 온도 35°C, 체류 시간 20초)에서 스크리닝하여 미세 분획(2mm 미만) 및 조절 분획(6mm 이상)을 제거하였다. 총 수율은 80%이었다. 분산성은 실시예 5에 기술한다.

실시예 3

성분의 압착에 의해 제조된 규산 및 유활제의 펠렛

100리터의 로에디지(Loedige) 배치 혼합기에 의해 0.95ml/g의 세공 비전용량 및 5미크론의 말번 중간 입자 크기를 갖는 미세화 규산 8.6kg 및 에루크산 아미드 11.4kg(크로다 유니버설 리미티드, 헐/영국)으로부터 분말 혼합물을 제조하였다. 3분동안 혼합시킨후에, 혼합물의 양호한 균질성 및 대략 300g/리터의 벌크 중량을 얻는다.

상기 분말 혼합물을 호소가와 베펙스 콤팩터(Hosokawa Bepex Compactor) L 200/50P에서 40kg/시간의 작업 처리량으로 측정하였다. 상기 기계에서 분말을 12mm의 프로파일 및 대략 30KN의 압착력을 갖도록 2개의 압착 입자사이에서 가압하였다. 이어서, 호소가와 베펙스 장치를 사용하여 1 내지 3mm의 평균 크기를 갖는 입자를 수득하였다. 벌크 밀도는 펠렛에 대해 300g/리터(분말 혼합물의 경우) 내지 520g/리터로 증가하였다. 이어서, 규산 함량을 기준으로 5중량%를 갖는 폴리프로필렌 마스터 배치를 제조하기 위해 이들 과립을 실시예 1과 같이 300mm의 이축 스크류 압출기로 공급하였다. 분산성 시험의 결과는 도 5에 나타낸다.

실시예 4

마스터 배치를 통한 분말로서의 블로킹 방지제 및 유활제의 비교 실시예

폴리프로필렌(솔베이 DV 001PF), 및 43% 순도의 무정형 규산(1.0ml/g의 세공 비전용량, 말번 평균 입자 크기) 및 57%의 에루크산 아미드로 이루어진 혼합물로부터 마스터 배치를 제조하였다. 혼합물의 총 농도는 5중량% 또는 60g/시간이었다. 제조를 위해 이중 스크류 압출기(테이손 TSK 30/40D)를 사용하였다. 폴리프로필렌 분말을 제 1 압출 대역으로 계량 주입하였고, 실리카-에루크산 아미드의 혼합물을 제 3 압출 대역으로 계량 주입하였다. 압출 조건은 하기와 같다:

스크류 회전 속도	300리터/분
압출기 스크린	200매쉬
노즐 개구 직경	4mm
개구의 수	2
작업 처리량	12kg/시간
온도 프로파일(설정치)	

대역 1	냉각
대역 2	250°C
대역 3	250°C
대역 4	230°C
대역 5	220°C
대역 6	220°C
대역 7	210°C
대역 8	200°C
대역 9	200°C
대역 10	190°C
스크린 교환기의 온도	
대역 1	200°C
대역 2	200°C
노즐 온도	210°C

4mm의 직경을 갖는 압출 스퍼란드를 수조에서 냉각시킨 다음 테이션으로부터 구입한 과립기(스프란드 과립기 시리즈 750/리터)에서 과립화시켰다. 분산성은 실시 예 5에 기술한다.

실시예 5

분산성

분산성 시험을 수행하여 폴리올레핀중의 규산의 분산성 특성을 측정하였다. 약 30미크론 두께의 폴리프로필렌 필름을 제조하기 위해 실시 예 1 내지 4에 따라 제조된 바와 같은 규산을 포함한 조성물을 사용하였다.

이중 스크류 압출기(테이션 TSK 30/40D)상에, 첨가제 조성물과 폴리프로필렌(솔베이(Solvay) HV 001PF)중의 마스터 배치를 5중량%의 규산이 수득되는 농도로 제조하였다. 폴리프로필렌 분말을 제 1 압출 대역으로 계량 주입하였고, 첨가제 조성물을 제 3 압출 대역으로 계량 주입하였다. 압출 조건은 하기와 같다:

상온 회전 속도	300리터/분
압출기 스크린	200메쉬
노즐 개구 직경	4mm
개구의 수	2
작업 처리량	12kg/시간
온도 프로파일(설정치)	
대역 1	냉각
대역 2	250°C
대역 3	250°C
대역 4	230°C
대역 5	220°C
대역 6	220°C
대역 7	210°C
대역 8	200°C
대역 9	200°C
대역 10	190°C
스크린 교환기의 온도	
대역 1	200°C
대역 2	200°C
노즐 온도	210°C

4mm의 직경을 갖는 압출 스퍼란드를 수조에서 냉각시킨 다음 과립기(스프란드 과립기 시리즈 750/리터)에서 과립화시켰다.

키펠(Kiefel) 압출기를 사용하여 2000ppm의 규산 농도를 갖는 가스트(Gast) 폴리프로필렌 필름을 제조하였다. 이미 제조된 마스터 배치를 폴리프로필렌(만텔(Mantel) K 6100)으로 2000ppm의 목적하는 농도까지 희석시켰다. 실리케이트 입자가 없는 바탕 시험과 비교하여 "닙(nib)"(분산되지 않은 규산 입자)의 수를 측정하기 위해 40미크론 두께의 필름을 사용하였다.

0.5mm 초파의 직경을 갖는 낍을 20x5cm 시이트상에서 계수한다음 상기 값을 1m^2 로 전환시켰다.

표준화된 필름 시리즈에 대해 평가하였다. 분산성 표준을 하기와 같이 평가하였다:

특징 1 = 매우 양호, 표면 결함이 거의 없음

특징 2 = 허용가능함, 결함이 적음

특징 3 = 허용가능하지 않음, 수개의 표면 결함

특징 4 = 불량함, 필름 표면이 결함으로 과포화됨

실시예 1 내지 4에 기술된 바와 같이 규산을 포함한 첨가제 조성물로부터 제조된 필름 패턴은 하기 평가에 따르는 결과를 나타낸다:

실시예 번호	특징	"닙"의 수/ m^2
1	1	300
2	1	200
3	4	>80,000
4	1	600
바탕 시험	1	200

본 발명의 일반적인 용도에 있어서, 개별적인 첨가제의 함량은 폭넓게 변할 수 있다. 과립중에 특별히 명명된 몇가지 첨가제에 대한 농도 한계치는 바람직하게 하기와 같다:

규산: 20 내지 41중량%

크로드아미드 ER: 20 내지 40중량%

이가녹스 1010: 5 내지 20중량%

이가포스 168: 10 내지 25중량%

Ca-스테아레이트 유형 M: 2 내지 12중량%

파. 마이크로메리틱스(Fa. Micromeritics)로부터 구입한 표면 및 세공 용적 측정 장치 ASAP 2400를 사용하여 질소 흡착 측정법에 따라 규산의 세공 비전용량을 측정하였다. 본 방법의 원리는 규산과 같은 다공성 고형물이 그의 공동중에 기체 분자를 흡착시킬 수 있다는 것이다. 시료상의 압력에 대해 흡착 기체(소정의 온도에서)의 양의 플롯으로부터 비표면적 SA (m^2/g) 및 세공 비전용량 PV(ml/g)에 대해 결론을 유도할 수 있다. ASAP 2400에서, 질소의 흡착량을 활성화 시료상의 77 °K의 온도에서의 평형 부분압 P/P°의 함수로서 용적으로 측정한다.

세공 및 공동의 충전 상태에 있어서, 임계 안료 용적 농도를 평가할 수 있는 오일 흡착 방법을 참고로 한다. 이는 DIN EN ISO 787, 파트 5를 기준으로 한다. 세공 및 공동이 과충전될 때 분말로부터 페이스트 괴로의 전환은 다공성 입자를 심어 넣으면서 일어난다.

"본 발명 대 종래기술" 실시예에 관한 표

실시예	설명	상태	다른 실시예에 대한 서술
1	규산 및 에루크산 아미드의 펠렛 *2)	본 발명	실험실 규모로 압출에 의해 제조 2가지 첨가제는 최종 사용시 100% 활성임*1) 종합체중에서 양호한 분산성(실시예 5 참조) 생성물 잇점: 분진 없음, 양호한 유동 특성 등
2	규산 및 4가지 다른 첨가제의 펠렛	본 발명	생산 규모로 압출에 의해 제조 5가지 첨가제는 모두 최종 사용시 100% 활성임*1)) 종합체중에서 양호한 분산성(실시예 5 참조) 생성물 잇점: 분진 없음, 양호한 유동 특성 등
3	규산 및 에루크산 아미드의 펠렛 *2)	종래 기술	현재의 압착 방법을 사용하여 제조된 과립 2가지 첨가제는 최종 사용시 100% 활성임*1) 종합체중에서 불량한 분산성(실시예 5 참조) 생성물 잇점: 분진 없음, 양호한 유동 특성 등
4	규산 및 에루크산 아미드의 분말 혼합물 *2)	종래 기술 바탕 시험	현재의 혼합기를 사용하여 제조된 분말 혼합물 2가지 첨가제는 최종 사용시 100% 활성임*1) 종합체중에서 양호한 분산성(실시예 5 참조) 생성물 잇점 없음: 분진 나타남, 불량한 유동 특성 등
5	실시예 1 내지 4의 생성물 특성(분산성)을 평가하기 위한 공학 시험 방법을 적용함		

*1) 펠렛 제조를 위해 종합체 또는 왁스를 사용하지 않았다(모든 성분은 활성이다)

*2) 모든 배합물(실시예 1, 3, 4)은 동일하다

삭제