

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4452626号  
(P4452626)

(45) 発行日 平成22年4月21日(2010.4.21)

(24) 登録日 平成22年2月5日(2010.2.5)

(51) Int.Cl.		F I
CO8L 77/00	(2006.01)	CO8L 77/00
CO8K 3/00	(2006.01)	CO8K 3/00

請求項の数 12 (全 13 頁)

(21) 出願番号	特願2004-548830 (P2004-548830)	(73) 特許権者	599063273
(86) (22) 出願日	平成15年10月31日(2003.10.31)		エムス ヒュミー アーゲー
(65) 公表番号	特表2006-504833 (P2006-504833A)		スイス 7013 ドーマット/エムス
(43) 公表日	平成18年2月9日(2006.2.9)		ライヒェナウエル シュトラーセ
(86) 国際出願番号	PCT/EP2003/012131	(74) 代理人	100082670
(87) 国際公開番号	W02004/041937		弁理士 西脇 民雄
(87) 国際公開日	平成16年5月21日(2004.5.21)	(72) 発明者	シュヴィツァー アルヴィーン ヘルマン
審査請求日	平成18年3月17日(2006.3.17)		スイス連邦共和国 7013 ドーマット
(31) 優先権主張番号	10251294.9		/エムス ヴィア カルンディス 11
(32) 優先日	平成14年11月4日(2002.11.4)	(72) 発明者	ヘーヴェル マンフレート
(33) 優先権主張国	ドイツ(DE)		スイス連邦共和国 7013 ドーマット
			/エムス ヴィア トゥアルガ 6
		(72) 発明者	シュミット エドゥアルト
			スイス連邦共和国 7013 ドーマット
			/エムス ヴァルボイナ

最終頁に続く

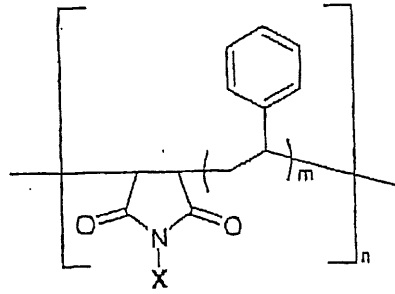
(54) 【発明の名称】 ポリアミド成形材料、それから製造可能な成形品およびその用途

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

- A) 100部のポリアミド混合物と、  
 B) 40～235部の強化材と、  
 C) 添加剤とを含み、  
 前記ポリアミド混合物A)は、  
 a) PA6、PA66、PA12、PA6T、PA6T12、PA12Tから選ばれる、0.5～95重量%の部分的結晶線状ポリアミドと、  
 b) 5～99重量%の分岐グラフトポリアミドと、  
 c) PA6I/6Tおよび、またはPAMXD I/MXD T/6I/6Tから選ばれる、0.5～40重量%の非晶質ポリアミドと、  
 d) 0～2重量%のカーボンブラックとからなり、  
 前記分岐グラフトポリアミドb)は、  
 一般式1のステレンマレインイミド基本構造からなり、

## 【数 1】



前記基本構造ユニットの数平均分子量は1000g/molであり、前記分岐グラフトポリアミドb)は、X位でグラフトされ、且つPA6、PA11、PA12に由来し、

前記a + 前記b + 前記c + 前記dにより合計で100質量%を形成することを特徴とする、光沢性が高く硬質なポリアミド成形体のためのポリアミド成形材料。

## 【請求項2】

前記ポリアミド混合物A)は、0.5~80重量%の前記部分的結晶線状ポリアミドa)と、15~98.5重量%の前記分岐グラフトポリアミドb)と、1~35重量%の前記非晶質ポリアミドc)と、0~2重量%の前記カーボンブラックd)とを含んでいることを特徴とする、請求項1に記載のポリアミド成形材料。

## 【請求項3】

1~64.5重量%の前記部分的結晶線状ポリアミドa)と、18~79.5重量%の前記分岐グラフトポリアミドb)と、20~35重量%の前記非晶質ポリアミドc)と、0.5~2重量%の前記カーボンブラックd)とを含んでいることを特徴とする、請求項2に記載のポリアミド成形材料。

## 【請求項4】

加工温度において、せん断速度 = 200/sで溶融物粘度が<300Pa・sおよびせん断速度 = 1000/sで溶融物粘度が<150Pa・sであることを特徴とする、請求項1乃至3のいずれか一つに記載のポリアミド成形材料。

## 【請求項5】

前記強化材B)は、ガラス繊維、炭素繊維、滑石、雲母、カオリン、ウォラストナイト等のミネラル、ナノコンポジット、ウイスカ、およびポリアミドに対するさらなる通常の強化材またはそれらの混合物から選ばれることを特徴とする、請求項1乃至4のいずれか一つに記載のポリアミド成形材料。

## 【請求項6】

前記添加剤C)は、前記グラフトポリアミドにも本質的に含有可能な、衝撃力改質材と、UV、熱および加工安定剤と、スリップ剤とから選ばれることを特徴とする、請求項1に記載のポリアミド成形材料。

## 【請求項7】

請求項1乃至6のいずれか一つに記載の成形材料によって製造される成形品において、該成形品は、60°の角度で、75よりも大きい表面光沢によって表される、卓越した表面品質を有することを特徴とする、成形品。

## 【請求項8】

射出成形、押出成形、押出ブロー成形、GIT、WIT、マイクロ射出成形、インジェクションブロー成形、引抜成形、深絞り等の加工方法、またはポリアミドに適したさらなる加工方法による成形品を製造するための、請求項1乃至7のいずれか一つに記載のポリアミド成形材料の用途。

## 【請求項9】

光学用途の部品が製造されることを特徴とする、請求項8に記載の用途。

## 【請求項10】

電気用途の部品が製造されることを特徴とする、請求項8に記載の用途。

10

20

30

40

50

## 【請求項 1 1】

衛生用途の部品が製造されることを特徴とする、請求項 8 に記載の用途。

## 【請求項 1 2】

自動車分野の部品が製造されることを特徴とする、請求項 8 に記載の用途。

## 【発明の詳細な説明】

## 【技術分野】

## 【0001】

本発明は、加工挙動が改善され流動性を向上させた強化ポリアミド成形材料と、とりわけ吸湿後の調整された状態においても表面品質および機械的性質が改善された、該成形材料から製造可能な成形体とに関するものである。本発明に係る成形材料は、特に肉厚が大きい成形品の製造に好適であり、あるいは、押出成形、押出ブロー成形、押出延伸ブロー成形、引抜成形、射出成形、マイクロ射出成形、GIT射出成形、インジェクションブロー成形や、他の成形技術等を用いて製造可能な半製品または完成品の製造に好適である。

10

## 【背景技術】

## 【0002】

強化ポリアミドは、高剛性、高い堅牢性および高耐熱性に加え、人目に触れる用途に用いるべく最適な表面品質を呈する必要がある商業用構成材料の分野でさらなる役割を果たしている。使用される分野としては、自動車産業や他の輸送分野の内部部品および外部部品、電気通信や家庭用電化製品、家電機器等の電気製品や装置のハウジング材料、機械工学や火力分野、および施設の取付部品等がある。風化にさらされる外装部品では数年に渡って所要機能を確保するため、それに対応する安定性が求められる。

20

## 【0003】

強化ポリアミドに特有の利点は、ポリマーマトリクスと強化材との極めて優れた結合にある。結果として高度な強化を行うことが可能となる上、ポリアミドの低熔融粘度により、射出成形で容易に加工可能な極めて硬質の製品がもたらされる。

## 【0004】

例えばガラス繊維強化ポリアミド 6 (PA6) 等の強化ポリアミド成形材料の不都合点としては、吸水に起因して、標準的な稼働環境下で機械的性質(剛性、抗張力)が急激に劣化することと、破断伸びが増大することとがある。

## 【0005】

また、例えばガラス繊維、炭素繊維やそれら以外等の強化材の占める割合が高い場合、例えば射出成形工程において急速凝固した部分結晶性ポリマーマトリクスの流動性が減少し、表面品質が低下する。そのため部分結晶性ポリアミド製の強化成形材料(PA6、PA66、PA6T/66等)は、とりわけ高い熔融温度および非常に高い晶析速度に起因して、強化材の割合が高い場合や肉厚が大きい場合、低品質の表面が発生する。これらの場合においては、充填物の含有量を低く保ったり、肋剤の取り付けを行うことで剛性を得たりすることが試みられている。

30

## 【発明の開示】

## 【発明が解決しようとする課題】

## 【0006】

分岐ポリマーを用いることでポリマー溶融物の流動性を増大させることができ、且つ溶液粘度・溶融物粘度を低下可能であることが知られている。分岐ポリアミドを用いて流動性を向上させることも同様に知られており、その生成は様々な方法を通じて成立させることができる。

40

## 【0007】

透明ポリアミドの混合物がEP1120443A2に記載されており、透明ポリアミドをベースとした分岐ポリアミドの成分を用いることで流動性を改善している。結果として得られる非強化混合物は、純透明ポリアミドと比較して硬質であるが切欠衝撃力が低い。分岐ポリアミドは、ポリアミンデンドリマーを通じて形成されている。透明ポリアミドは混合物のベースとして使用する必要があり、その混合物は必ず透明を保たなくてはならな

50

い。

【0008】

EP0671703A1も、流動性を改善するため、分岐化剤として dendrimer を用いて線状ポリアミドから分岐星形ポリアミドを生成することを記載している。

【0009】

分岐化剤としてのトリアジン誘導体または3官能性アミンを用いた2段階プロセスにより、ラクタムから星形ポリアミドを生成することがEP0832149B1に記載されている。結果として得られる星形(3アーム)ポリアミドは、熔融物粘度および溶液粘度の低下を示す。さらに、分岐化剤を用いたラクタム重合は、低分子線状ポリアミドと分岐ポリアミドとの混合物を形成する。

10

【0010】

分岐化構造体として少なくとも3官能性アミン(dendrimer)または3官能性カルボン酸を用いて、ラクタムまたはアミノカルボン酸からH形ポリアミドを生成することがDE19654179A1により知られている。このH形ポリアミドは改善された流動挙動および優れた機械的性質を示す。この公開公報では、分岐ポリアミドの生成についてのみ参照されており、強化成形材料についてはなんら記述がなされていない。

【0011】

ポリアミンを分岐化構造体として用いて、交差結合すると思われる未縮合物、または例えばPA66の加水分解・減成を通じて、ジアミンとジカルボン酸とから形成され、非強化混合成分または熱可塑性樹脂系接着剤として使用可能な、分岐グラフトポリアミド(AB型)の形成方法がEP1065232A2に記載されている。

20

【0012】

さらに、バッチ法によりカプロラクタムとポリアミンとから形成され、加水分解に対して安定で、低粘性の分岐ポリアミドがEP1065236A2から知られている。得られたポリアミドは、耐溶剤性および耐燃料性の非強化成形材料に好適に用いられる。

【0013】

また、部分的結晶または非晶質の熱可塑性プラスチックと混合され、分子が強化された高分岐の超分岐ポリアミド/ポリエステルがUS5,480,994に提示されている。

【0014】

しかしながら上記引用した従来技術では、分岐ポリアミドを有する強化ポリアミド成形材料については記載されておらず、強化成形材料の流動性および機械的性質に対しての分岐ポリアミドの影響並びにそれらの吸湿後の影響、そして該強化ポリアミド成形材料から製造された成形品の表面品質に対する効果について記載されていない。

30

【0015】

WO0068298は、強化熱可塑性成形材料の熔融物流動性を向上させるべく、dendrimer と類似し、且つ1アームにつき2~10ユニットのカプロラクタムを持つ短いPA6のアームを有する高度に分岐した超分岐ポリアミド(PA6)を添加剤として生成することを記載している。形成された成形材料は、高破壊応力および高Tgの点で優れている。

【0016】

強化ポリアミド成形材料はEP1099727A2においても提示されている。該成形材料は、熱可塑性ポリアミドと、1-オキサゾリンの重合によって得られる、高分岐であっていわゆる超分岐ポリアミドとの混合物を含む。この成形材料は、流動性の向上および結晶部分の減少の点で優れている。

40

【0017】

射出成形品における視覚的な表面性の向上についてWO0196474に記載されている。これによると、線状部分結晶性ポリアミドが、短いポリアミド6のアームを有する高分岐ポリアミド6および強化材と混合されて、成形樹脂を形成している。

【0018】

この従来技術においても、吸湿後も魅力的な表面品質および良好な機械的性質を有する

50

強化ポリアミド混合物から作られた成形体に対して解答はなんら提示されていない。さらに、上記引用文献に記載の流動性を向上させた分岐ポリアミドの生成方法は、概して部分的に多段処理を伴う非常に複雑なものであり、あるいは明確な構造を形成しないか、または分岐構造が非常にコスト高である上、その用途に対してなんら関係を有しないという不都合がある。

【0019】

そこで、充填物の含有量が大きく、且つ溶融物流動性が高く、成形品に対し高光沢を示すポリアミド成形材料を見出すことを目的としている。該成形材料は、乾燥および調整された状態下での機械的性質の相違ができるだけ小さく、適度の加工温度を有する一方、耐熱性はできるだけ高くなくてはならない。

10

【課題を解決するための手段】

【0020】

この成形材料に対する目的は請求項1に記載の特徴により、また、成形品に対する目的は請求項7に記載の特徴により達成される。従属項はより優れた発明を明らかとする。

【発明の効果】

【0021】

本発明に係る成形材料は、特に肉厚が大きい成形品の製造に好適であり、あるいは、押出成形、押出ブロー成形、押出延伸ブロー成形、引抜成形、射出成形、マイクロ射出成形、GIT射出成形、インジェクションブロー成形や、他の成形技術等を用いて製造可能な半製品または完成品の製造に好適である。

20

【発明を実施するための最良の形態】

【0022】

驚くべきことに、線状部分的結晶ポリアミドに由来する高流動性を有する分岐グラフトポリアミドを、線状部分的結晶ポリアミドと非晶質ポリアミドとに加えることで、強化材の割合が高い場合では高剛性、高引張強度、および吸湿後においても高引張強度を示し、溶融物流動性が高くまたは溶液粘度が低い成形材料が得られ、且つそれから製造された成形品は高い表面品質を有することが見出された。

【0023】

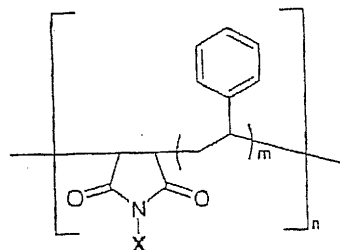
ポリアミド混合物A)の場合において重要なことは、故に部分的結晶線状ポリアミドa)と分岐グラフトポリアミドb)との単なる結合ではなく、むしろグラフトポリアミドb)は特定の条件を満たす必要があるということにある。

30

【0024】

請求項1によれば、グラフトポリアミドb1)は、一般式1のスチレンマレインイミド基本構造ユニットから構成されている。

【数1】



40

【0025】

mは1~5を意味し、nは3~15を意味する。基本構造ユニットの分子量は600と9000g/molとの間となっており、X位にてポリアミン酸鎖がグラフトされている。この種のグラフトポリアミドは基本的に従来技術で周知である。この趣旨およびそれに関連するこの種のグラフトポリアミドの形成法に関して、EP0409115B1が参照される。この文献の開示内容に対して明示的な参照がなされている。したがって、式1のスチレンマレインイミド基本構造ユニットが、Xにてイミド結合を介してポリアミン酸鎖

50

と結合されていることが好ましい。そしてその時点で、分子量が10、000と100、000 g/molとの間となっていることが最も好ましい。

【0026】

グラフトポリアミドb.2)を用いることでさらなる可能性が備わっている。該グラフトポリアミドb.2)は、基本構築ブロックとしてアミノ酸および/またはラクタムから加水分解重合を用いて得られ、少なくとも50重量%のポリマー分子が二つ以上の鎖分岐を有することが好ましい。生成中、分岐に作用する成分が基本モノマーの溶融物に添加され、該基本モノマーは、

b.2.1) アミンまたはカルボン酸を含む少なくとも3官能性モノマーの5~150 μmol/gのポリマーと、

b.2.2) b.2.1がアミンである場合、カルボン酸を含み、あるいはb.2.1がカルボン酸である場合、アミンを含む少なくとも3官能性モノマーの2~100 μmol/gのポリマーとの組成となっている。

【0027】

必要であれば、通常重縮合の場合において単官能基的に作用するモノマーの5~450 μmol/gのポリマーも添加することができる。

【0028】

この種のグラフトポリアミドは、EP0345648A2に記載されており、したがってその開示内容に対しても明示的な参照が同様になされている。

【0029】

故に特に重要なことは、グラフトポリアミドb)は、好ましくはPA6、PA11、および/またはPA12に由来し、3つ以上のアームを有することである。その個々のアームの分子量は、もつれ合いのネットワークを形成するのに十分に高く、強靭性を減少させないようにしなくてはならない。

【0030】

また、相対粘度(H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>中で1%、23)が<2.2であり、溶融物粘度(=500/s)が、溶融温度より30 高い温度で<50 Pa sであることが同様に好ましい。さらに混合物の場合において重要なことは、ゲル透過クロマトグラフィー(GPC)によって決定されるグラフトポリアミドの数平均分子量および重量平均分子量が、線状ポリアミドの分子量とほぼ相当することであり、これによりグラフトポリアミドは溶融物の流動性を飛躍的に向上させることを可能とすることである。同様に、とりわけ重要なことは、ポリアミドと共通の重合工場設備でグラフトポリアミドを容易に形成可能であることである。成形体の表面品質は、光沢によって測定可能であり、または視覚的に評価することができる。

【0031】

材料的な観点からでは、部分的結晶線状ポリアミドa)の場合におけるポリアミド混合物A)は、例えばPA6、PA66、PA12、PA6T、PA6T12、PA12Tから選ばれるものを含むが、テレフタル酸(T)は、イソフタル酸(I)またはアジピン酸、あるいはそれらの混合物によって部分的に代替され得る。

【0032】

さらにポリアミド混合物A)は、非晶質ポリアミドc)を含む。これは、好ましくは、PAMACM12、PAPACM12またはそれらのコポリアミド混合物、およびPA6I、PAMXDI、PA6I/MXDIから選ばれるが、イソフタル酸(I)は、テレフタル酸(T)またはアジピン酸により部分的に代替され、MXDAは、PXDAにより部分的に代替され得る。特に、非晶質ポリアミドは、PA6I/6Tおよび/またはPAMXDI/MXD T/6I/6Tから選ばれることが最も好ましい。

【0033】

このようにポリアミド混合物A)は、線状ポリアミドa)と、グラフトポリアミドb)と、非晶質ポリアミドc)と、必要に応じてカーボンブラックd)との成分が、合計で100重量%となるように構成されている。

10

20

30

40

50

## 【0034】

したがって、ポリアミド混合物A)は、0.5~95重量%の部分的結晶線状ポリアミドa)と、5~99重量%の分岐グラフトポリアミドb)と、0.5~40重量%の非晶質ポリアミドc)とを含んでいる。また、グラフトポリアミドは前述したように構成されている。

## 【0035】

ポリアミド混合物A)は、好ましくは、0.5~80重量%の部分的結晶線状ポリアミドa)と、15~98.5重量%の分岐グラフトポリアミドb)と、1~35重量%の非晶質ポリアミドc)とを含んでいる。

## 【0036】

とりわけ最も好ましいのは、重量比が、部分的結晶線状ポリアミドa)に対しては1から64.5重量%であり、分岐グラフトポリアミドb)に対しては18~79.5重量%であり、非晶質ポリアミドc)に対しては20~35重量%の範囲にあることである。この場合、0.5~2重量%のカーボンブラックが含まれる。

## 【0037】

ポリアミド混合物A)に加え、成形材料は、基質成分の100部に対して40から235部、好ましくは40~150部の強化材B)を含有する。したがって強化材B)は、好ましくは小粒径で、分散液に対する高い傾向があり、高いアスペクト比を有する、ガラス球体、ガラスローピング、ガラス玉、ガラス粉末、高分子繊維、炭素繊維、金属繊維、あるいは滑石、カオリン、ウォラストナイト等のミネラルから選ばれる。勿論、それらの混合物、あるいは適当なマスタッチを使用することもできる。

## 【0038】

成形材料は、ポリアミド混合物A)および強化材B)に加え、周知の添加剤C)を含有する。この種の添加剤は、例えば安定剤、スリップ剤、着色剤、金属フィルタ、メタリック顔料、スタンプ金属フィルタ、難燃剤、衝撃改質剤、帯電防止剤、導電性添加剤、かぶり防止剤、蛍光増白剤、香料等である。

## 【0039】

本発明の成形材料は、とりわけ溶融物の流動性における改善を示す。

## 【0040】

溶融物流動性の改善および晶析速度の減少によって、より大型の視覚的にグレードの高い成形品を製造することができる。該成形品は、60°の角度で、75よりも大きい表面光沢によって表されるように、卓越した表面品質を有する。非常に平滑な表面を有する、本発明の成形材料によって製造される生産物に特有の利点は、電気メッキ、ラミネート加工および蒸着法によるメタライゼーションに対する顕著な性質と、同様に塗装に対する顕著な性質とによって示される。さらに、インターナルガスパレッシャー(GIT)またはインターナルウォータプレッシャー技術を用いることによって、高品位の生産物を本発明の成形材料から得ることができる。

## 【0041】

強化材の割合が高い本発明の成形材料によって、極めて硬質な最終製品を製造することができる。

## 【0042】

本発明の成形材料を生成する際、ポリアミドを形成する場合には通常の重合工場設備を使用することができ、混合物を形成する場合には、適当な運送および混練要素を含むニーダー、および/または単軸、好ましくは2軸の押し出し機を使用することができる。好ましくは、基質成分およびすべての添加される材料/添加剤が押し出し機のフィード部に供給され、強化材がサイドフィーターを通じて、可能な限り吐出しノズルに近接して導入されるとともに混合される。適切な溶融温度は230と300との間である。適したマスタッチ粒化剤あるいは凝集剤としての形態で、個々の添加剤を任意で使用することもできる。

## 【0043】

10

20

30

40

50

成形品、半製品、押出品または中空体の製造は、通常の工業用機械によって行われ、適切な加工温度は250と300との間となっている。加工中に、適したマスタバッチ粒化剤または凝集剤としての形態の個々の成分を、任意で加工機械に直接添加することもできる。

【0044】

グラフトポリアミドおよび線状ポリアミドの生成中に、適切な調整剤を添加して、所望とする程度の粘度を得ることができる。このため、モノアミンまたはモノカルボン酸を使用することが好ましい。例えば、メチルアミン基またはカルボキシル基を有する4-アミノ-2,2,6,6-テトラアルキルピペリジンまたは2,6-ジアルキルフェノール等の調整剤、あるいはこれらの基のうち、一つまたはそれ以上の基を含む調整剤が特に好ましい。適切な添加剤の量は、使用したラクタムまたはジアミンの量に対して0.5から5mol%である。

10

【0045】

さらに、例えば、次亜リン酸、亜リン酸、またはリン酸等のリン化合物ベースの、触媒として効果的な化合物を、10から500ppmの量で重縮合バッチに添加してもよい。また、0.05~0.5重量%の量の、立体的に込み入ったヒドロキシフェノール、またはHALS-スタビライザー等の適した酸化防止剤を添加してもよい。

【0046】

重合工程あるいは重縮合工程中において泡の形成を防ぐため、好ましくは10から500ppmの濃度の二酸化ケイ素を添加した安定水生乳剤の形態の、シリコンまたはシリコン誘導体の適切な消泡剤を重合バッチに追加することができる。

20

【0047】

成形材料の押出成形中に直接添加され、最終製品で展開された形態で存在可能な、好ましくは高いアスペクト比を有する、例えばモンモリロナイト、ベントナイトまたは雲母等の層状ケイ酸塩を添加することでさらなる変形例が存在する。

【0048】

重合バッチまたは重縮合バッチは、例えば脂肪酸エステル、ろう、脂肪酸アミド等の適切な分離剤およびスリップ剤を任意で含むことができる。

【実施例】

【0049】

以下の実施例は、発明を限定することなく本発明を説明することを意図している。

30

【0050】

[特性の測定]

「cond.」と表記した性質を、調整された検体にて測定し、且つ「ドライ」で表記した性質を、乾燥した検体にて測定した。コンディショニングはISO1110に基づいて行った。

【0051】

温度データの測定は、乾燥した顆粒(120/24h)に対し、パーキンエルマーDSCの装置を用いて20/分の加熱速度および5/分の冷却速度で行った。溶融温度はISO3146-Cに基づいて測定した。結晶化温度、結晶化エンタルピーおよび晶析速度は、第1の冷却サイクルにて決定した。また、ガラス転移温度(Tg)を決定すべく、試料を約Tg+20に加熱、急冷して、第2加熱サイクル(20/分)にて測定した。

40

【0052】

機械的性質、弾性係数、引張強度、および引張破断伸びは、ISO527に基づき標準的な検体に対する引張試験にて測定した。

【0053】

衝撃力と切欠衝撃力とは、ISO179eUおよびISOeAに基づき、23でのシャルピーにより決定した。

【0054】

50



熱変形温度 (HDT A および HDT C) は、ISO 75 に基づき測定した。

【0055】

流動長は、290 の溶融温度、100 の成形温度、1、000 パールで、1.5 × 10 mm のスパイラルの形態により決定した。

【0056】

光沢測定は、ラング測色装置 (カラーペン) を用い、3 mm の厚さを有するカラープレート (CP) にて決定した。

【0057】

使用材料:

- 2.81 の相対粘度 (98% の H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 中で 1%、23 ) を有する線状、部分的結晶 PA6 である、グリロン A28 (エムス - ヒエミー AG / CH 社)、

- 2.44 の相対粘度 (98% の H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 中で 1%、23 ) を有する線状、部分的結晶 PA6 である、グリロン A23 (エムス - ヒエミー AG / CH 社)、

- 非晶質コポリアミド (PA6I / 6T) である、グリポリー G21 (エムス - ヒエミー AG / CH 社)、

- ヴェトロテックス社のガラス繊維

- 例えば 25% のカーボンブラックの割合: ブラックパール 880 (キャボット社) を有する PA6 カーボンブラックマスタバッチ (エムス - ヒエミー AG / CH 社)、および

- ポリアミドに対する出所の異なる通常の添加剤

【0058】

また、本発明において必須である分岐グラフトポリアミドには、以下のように形成される EP0409115 に基づく分岐ポリアミド 6 (PA6v) を用いた。

【0059】

1、737 g の SMA1、000 (オリゴマースチレン無水マレイン酸コポリマー、M<sub>n</sub> ~ 1、000 g / mol が ~ 7 - 8 の無水マレイン酸ユニット、アトフィナ社) を、40909.5 g のカプロラクタム、2353.5 g のトリデシルアミン、および 18 リットルの水とともに 130 リットルの容器に入れ、22 パールの圧力が発生するまで 265

に加熱し、この圧力を 5 h 維持した。その後、材料を 260 に冷却し、システム圧力を 6 h 中に常圧に減圧した。分岐 PA6 を、放出、顆粒化、水を用いて抽出して残留カプロラクタムおよびオリゴマー成分を取り除き、乾燥させた。

【0060】

分岐 PA6 (PA6v) は、グリロン A23 と比較して以下の性質 (表 1) を有する。

【0061】

10

20

30

【表1】

## PA6vの性質

性質	PA6v	グリロン A23
相対粘度 (H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 中で1%、23°C)	1.87	2.44
MVI (275°C/2.16kg) [ml/10分]	715	
MVI (275°C/5.00kg) [ml/10分]		≤280
H <sub>2</sub> O-抽出物[%]	<0.5	<0.5
Mn (GPC:標準PS) [g/mol]	11800	14500
Mw (GPC:標準PS) [g/mol]	22200	29000
Mw/Mn	1.88	2
せん断粘度 250°C 100/S [Pa S]	17	192
せん断粘度 250°C 500/S [Pa S]	16	159
せん断粘度 250°C 2100/S [Pa S]	15	100
せん断粘度 270°C 100/S [Pa S]	11	121
せん断粘度 270°C 500/S [Pa S]	11	113
せん断粘度 270°C 2、100/S [Pa S]	11	77

10

20

30

40

【0062】

実施例(B1~B4)および比較例(VB1~VB3)の生成:

【0063】

2軸押し機ZSK25(ワーナー&amp;フライダー/D社)において、添加剤を有するポ

50

リアミド混合物をフィード部に100で導入し、ガラス繊維を溶融物にサイドフィーダー（フィード部より5～6後のゾーン）を通じて供給して、最大260のシリンダ温度上昇にて以下の表2に係る成分を押し出した。溶融物のストランドを水槽にて冷却し、顆粒化して乾燥させた。

【0064】

こうして形成された成形材料と、射出成形を用いてそれから製造された成形品とは、表3にて列挙した性質を有する。

【0065】

【表2】

成形材料の組成

諸種	VB1	VB2	B1	B2	B3	B4	B5	B6
グリロン A28	47.8							
グリロン A23		47.8		23.9	38.2	25.4	15.8	
PA6v			47.8	23.9	9.6	6.2	15.8	31.6
グリポリー G21						16.2	16.2	16.2
GF	50	50	50	50	50	50	50	50
MB	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.6	1.6
添加剤	0.7	0.7	0.7	0.7	0.7	0.7	0.6	0.7

10

20

【0066】

【表 3】

## 成形材料の性質

	VB1	VB2	B1	B2	B3	B4	B5	B6
流動長 /mm	210	260	480	360	310	280	300	340
MVI (275°C/5kg) /ml/10分	20	45	152	92	72	40	58	74
相対粘度(0.5% m-クレゾール 23°C)	1.87	1.71	1.47	1.56	1.60	1.55	1.50	1.46
弾性係数 ドライ /MPa	15500	16500	16000	15500	15500	15500	15700	15500
弾性係数 cond. /MPa	9000	9500	12000	11000	11000	14200	14800	15000
FR. Str. ドライ/MPa	215	225	215	220	220	220	210	215
FR. Str. cond./MPa	140	120	145	145	120	180	180	160
引張破断伸び、 ドライ/%	3.0	3.0	2.5	2.5	2.5	2.5	2.2	2.4
引張破断伸び、 cond./%	5.5	5.0	3.5	3.5	4.0	2.8	2.2	2.4
衝撃力 23°C ドライ(シャルピー) /KJ/m <sup>2</sup>	68	76	74	77	74	82	79	71
衝撃力 23°C cond.(シャルピー) /KJ/m <sup>2</sup>	71	79	75	74	76	70	74	69
切欠衝撃力 ドライ(シャルピー) /KJ/m <sup>2</sup>	11.4	13.5	13.7	12.8	13.6	13.1	13.1	13.6
切欠衝撃力 cond.(シャルピー) /KJ/m <sup>2</sup>	17.2	18.8	14.4	18.0	17.6	12.3	13.6	12.9
光沢 60°C ドライ	65	71	74	75	72	80	79	80
光沢 60°C cond.	61	69	74	74	72	81		
光沢 20°C ドライ	27	31	34	35	34	37	36	37
光沢 20°C cond.	23	29	39	35	33	38		
HDT A	205	205	214	211	210	190	188	187
HDT C	130	170	185	165	170	110	101	99
Tg	48	48				65	67	67
290°Cで異なるせん断速度におけるせん断粘度								
50/s [Pa s]	668					225	131	144
100/s [Pa s]	517					200	129	114
200/s [Pa s]	387					186	127	109
500/s [Pa s]	252					162	113	106
800/s [Pa s]	198					141	98	96
1000/s [Pa s]	176					129	89	87
2500/s [Pa s]	104					72	48	41

10

20

30

40

---

フロントページの続き

(72)発明者 ラウドニア イーファノ  
スイス連邦共和国 7430 ツーズイス ノイドルフシュトラーセ 60

審査官 渡辺 陽子

(56)参考文献 米国特許第06211266(US, B1)  
特開2000-053861(JP, A)  
特開平11-222553(JP, A)  
特開平11-228813(JP, A)  
特開平03-115404(JP, A)  
特開平05-051529(JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)  
C08L 77  
C08G 69