



(19) 대한민국특허청(KR)

(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2015년05월18일

(11) 등록번호 10-1521298

(24) 등록일자 2015년05월12일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

*C08K 5/10* (2006.01) *C08K 5/07* (2006.01)  
*C08L 77/00* (2006.01)

(21) 출원번호 10-2008-0045625

(22) 출원일자 2008년05월16일

심사청구일자 2013년02월14일

(65) 공개번호 10-2008-0101782

(43) 공개일자 2008년11월21일

(30) 우선권주장

07108313.3 2007년05월16일

유럽특허청(EPO)(EP)

(56) 선행기술조사문헌

JP2003019279 A

JP평성09263694 A

WO2006087882 A1

JP평성06287297 A

(73) 특허권자

이엠에스-페턴트 에이지  
스위스, 제하-7013 도맷/이엠에스, 비아 이노바티

바 1

(72) 발명자

벨리, 프리드리히 세버린

스위스 투시스 7430 쉬첸베그 14

메이어 즈 베스트립, 로버트

스위스 말릭스 7074 카르트뮐스베그 9

(74) 대리인

김윤배, 강철중

전체 청구항 수 : 총 17 항

심사관 : 이홍재

(54) 발명의 명칭 투명 폴리아미드 성형 부재의 생산에서의 UV 흡수제의 용도

**(57) 요약**

본 발명은 투명한 폴리아미드 제품 또는 폴리아미드 성형 부재의 생산에서의 UV 흡수제의 용도에 관한 것이다. 본 발명에 따른 용도는 적어도 하나의 치환된 벤조일기를 갖는 적어도 하나의 UV 흡수제를 폴리아미드 몰딩 화합물에, 폴리아미드 제품의 생산 또는 처리 동안 접촉하는 표면상에 가시적 번짐을 남기지 않는 UV 흡수제를 포함하는 폴리아미드 몰딩 화합물의 용용에 의해 첨가하는 것을 특징으로 한다. 특히 바람직한 본 발명에 따른 용도에 의해 생산된 폴리아미드 몰딩 화합물은 PA 6I/MXDI, PA MACM12, PA MACMI/MACMT/12 또는 PA/6I/6T/MACMI/MACMT/PACMI /PACMT/12 뿐 아니라 디벤조일메탄 화합물 및/또는 아미노하드록시벤조일 벤조산 에스테르의 형태의 하나 이상의 UV 흡수제를 포함한다.

## 명세서

### 청구범위

#### 청구항 1

1-(4-메톡시페닐)-3-(4-tert-부틸페닐)프로판-1,3-디온 및 2-(4'-디에틸아미노-2'-히드록시벤조일)벤조산-n-헥실에스테르로 이루어진 군으로부터 선택된 하나 이상의 UV 흡수체가 폴리아미드 성형 화합물에 첨가되고, 투명 폴리아미드 성형 부재의 생산 또는 처리 중 상기 하나 이상의 UV 흡수체를 포함하는 폴리아미드 성형 화합물의 용융물이 접촉하는 표면에 가시적 변짐을 남기지 않는 것을 특징으로 하는, 투명 폴리아미드 성형 부재의 생산 방법.

#### 청구항 2

제1항에 있어서, 상기 하나 이상의 UV 흡수체는 1-(4-메톡시페닐)-3-(4-tert-부틸페닐)프로판-1,3-디온 및 2-(4'-디에틸아미노-2'-히드록시벤조일)벤조산-n-헥실에스테르의 혼합물인 것을 특징으로 하는 생산방법.

#### 청구항 3

제1항 또는 제2항에 있어서, 비염소화 히드록시페닐벤즈트리아졸, 아미노히드록시벤조일 벤조산 에스테르 및 디벤조일메탄으로 이루어진 군으로부터 선택되는 하나 이상의 추가의 UV 흡수체가 상기 하나 이상의 UV 흡수체에 첨가되는 것을 특징으로 하는 생산방법.

#### 청구항 4

제1항에 있어서, 수단 내벽으로서 형성된 표면이, 상기 하나 이상의 UV 흡수체를 포함하는 폴리아미드 성형 화합물의 용융물로의 250 처리 사이클 후에도 어떠한 가시적인 변짐이 없는 것을 특징으로 하는 생산방법.

#### 청구항 5

제4항에 있어서, 상기 표면은 가소제 유니트, 수단, 및 필름 압출 시스템의 냉각 롤러를 포함하는 군으로부터 선택되는 것을 특징으로 하는 생산방법.

#### 청구항 6

제1항에 있어서, 상기 투명 폴리아미드 성형 부재는 태양 렌즈, 교정 렌즈, 비-교정 렌즈, 안경용 렌즈, 안경 부재, 보호 고글, 관찰 및 보호 윈도우, 조준기(sights), 디스플레이, 시계-유리, 설비 케이스, 램프 커버, 광학 장비 및 시스템용 렌즈, 필터 및 필름을 포함하는 군으로부터 선택되는 것을 특징으로 하는 생산방법.

#### 청구항 7

제1항의 생산방법에 따른, 1-(4-메톡시페닐)-3-(4-tert-부틸페닐)프로판-1,3-디온 및 2-(4'-디에틸아미노-2'-히드록시벤조일)벤조산-n-헥실에스테르로 이루어진 군으로부터 선택된 하나 이상의 UV 흡수체를 포함하는 폴리아미드 성형 화합물로, 상기 폴리아미드 성형 화합물은 하나 이상의 투명 폴리아미드로부터, 투명 폴리아미드들의 혼합물로부터, 또는 투명 폴리아미드와 하나 이상의 부분적으로 결정화된 폴리아미드와의 블렌드로부터 형성되고, 여기서 상기 하나 이상의 투명 폴리아미드는 하기를 포함하는 군의 적어도 하나로부터 형성되는 것을 특징으로 하는 폴리아미드 성형 화합물:

(a) 에틸렌디아민, 부탄디아민, 헥사메틸렌디아민, 트리메틸헥사메틸렌디아민, 메틸펜탄디아민, 비스(아미노시클로헥실)메탄 및 그것의 알킬 유도체, 비스(아미노시클로헥실)프로판 및 그것의 알킬 유도체, 이소포론디아민, 노르보난디아민, 비스(아미노메틸)노르보난, 크시릴렌디아민, 비스(아미노메틸)시클로헥산 및 그것의 알킬 유도체로 이루어진 군으로부터 선택되는 하나 이상의 디아민; 및

(b) 숙신산, 글루타르산, 아디핀산, 피멜린산, 수베린산, 아젤라인산, 세바신산, 운데칸디온산, 도데칸디온산, 브라실린산, 테트라데칸디온산, 웬타데칸디온산, 헥사데칸디온산, 헵타데칸디온산, 옥타데칸디온산, 노나데칸디온산, 이코산디온산, 재페닌산, 시클로헥산디카르복실산, 36 또는 44개의 탄소원자를 갖는 디메르 지방산, 이소프탈산, 테레프탈산, 나프탈린 디카르복실산으로 이루어진 군으로부터 선택되는 하나 이상의 디카르복실산; 및 선택적으로

(c) 4 내지 15개의 탄소원자를 갖는 락탐 및 4 내지 15개의 C 원자를 갖는  $\alpha$ ,  $\omega$ -아미노산으로 이루어진 군으로부터 선택된 적어도 어느 하나.

#### 청구항 8

제7항에 있어서, 상기 부분적으로 결정화된 하나 이상의 폴리아미드는 PA 6, PA46, PA49, PA410, PA411, PA412, PA413, PA414, PA415, PA416, PA418, PA436, PA 66, PA 69, PA 610, PA 611, PA 612, PA 613, PA 614, PA 615, PA 616, PA 617, PA 618, PA 66/6, PA 6/66/12, PA 6/12, PA 11, PA 12, PA 912, PA 1212, 6T/6I, MXD6, MXD6/MXDI, MXD9, MXD10, MXD11, MXD12, MXD13, MXD14, MXD15, MXD16, MXD17, MXD18, MXD36, PACM9, PACM10, PACM11, PACM12, PACM13, PACM14, PACM15, PACM16, PACM17, PACM18, PACM36, 폴리에테르아미드, 폴리에테르에스테르아미드 및 폴리에스테르아미드 또는 그들의 혼합물 또는 그들의 코폴리머로 이루어진 군으로부터 선택되는 것을 특징으로 하는 폴리아미드 성형 화합물.

#### 청구항 9

제7항에 있어서, 상기 디아민은 헥사메틸렌디아민, 트리메틸헥사메틸렌디아민, 2-메틸-1,5-펜탄디아민, 비스(4-아미노-3-메틸-시클로헥실)메탄, 비스(4-아미노-시클로헥실)메탄, 이소포론디아민, 노르보난디아민, m-크시릴렌디아민 및 1,3-비스(아미노메틸)시클로헥산으로 이루어진 군으로부터 선택되는 것을 특징으로 하는 폴리아미드 성형 화합물.

#### 청구항 10

제7항에 있어서, 상기 디카르복실산은 아디핀산, 아젤라인산, 세바신산, 1,12-도데칸디온산, 브라실린산, 1,14-테트라데칸디온산, 1,15-펜타데칸디온산, 1,16-헥사데칸디온산, 1,18-옥타데칸디온산, 1,3-시클로헥산디카르복실산, 1,4-시클로헥산디카르복실산, 36 또는 44개의 탄소원자를 갖는 디메르 지방산, 이소프탈산, 테레프탈산 및 2,6-나프탈린 디카르복실산을 포함하는 군으로부터 선택되는 것을 특징으로 하는 폴리아미드 성형 화합물.

#### 청구항 11

제7항에 있어서, 상기 락탐 또는  $\alpha$ ,  $\omega$ -아미노산은 4, 6, 7, 8, 11 또는 12개의 탄소원자를 포함하는 것을 특징으로 하는 폴리아미드 성형 화합물.

#### 청구항 12

제7항에 있어서, 상기 하나 이상의 투명 폴리아미드는 PA 6I/6T/6NDC/MACMI/MACMT/MACMNDC, PA 6I/6T/6NDC, PA MXDI/6I, PA MXDI/MXDT/6I/6T, PA 6I, PA 6I/6T, PA MXDI/12I, PA MXDI, PA MACM9, PA MACM10, PA MACM11, PA MACM12, PA MACM13, PA MACM14, PA MACM15, PA MACM16, PA MACM17, PA MACM18, PA 6-3-T, PA MACM1/12, PA MACM6/12, PA MACMT/12, PA MACMI/MACMNDC, PA MACMT/MACMNDC, PA MACMI/MACM36, PA MACMT/MACM36, PA MACMI/MACMT/12, PA 6I/MACMI/12, PA 6I/6T/MACMI/MACMT, PA 6I/6T/MACMI/MACMT/12, 및 PA 6I/6T/MACMI/MACMT/MACM12/6I2로 이루어진 군으로부터 선택되고, 여기서 상기 MACM는 선택적으로 완전히 또는 부분적으로 PACM에 의해 대체되거나 또는  $\omega$ -라우로락탐은 선택적으로 완전히 또는 부분적으로  $\epsilon$ -카프로락탐 및  $\alpha$ ,  $\omega$ -아미노운데카논산으로 이루어진 군으로부터 선택된 적어도 어느 하나에 의해 대체되는 것을 특징으로 하는 폴리아미드 성형화합물.

#### 청구항 13

제7항에 있어서, 1-(4-메톡시페닐)-3-(4-tert-부틸페닐)프로판-1,3-디온 및 2-(4'-디에틸아미노-2'-히드록시벤조일)벤조산-n-헥실에스테르로 이루어진 군으로부터 선택된 하나 이상의 UV 흡수제와 함께, 안트라퀴논계의 염료가 폴리아미드 성형 화합물에 첨가되는 것을 특징으로 하는 폴리아미드 성형 화합물.

#### 청구항 14

제7항에 따른 폴리아미드 성형 화합물로 생산된, 파장 400nm의 빛에 대한 이들 성형 부재의 투과는 20% 미만인 것을 특징으로 하는 성형 부재.

#### 청구항 15

제14항에 있어서, 파장 400nm의 빛에 대한 이들 성형 부재의 투과는 10% 미만인 것을 특징으로 하는 성형 부재.

### 청구항 16

제14항에 있어서, 파장 400nm의 빛에 대한 이들 성형 부재의 투과는 5% 미만인 것을 특징으로 하는 성형 부재.

### 청구항 17

제14항에 있어서, 파장 400nm의 빛에 대한 이들 성형 부재의 투과는 1% 미만인 것을 특징으로 하는 성형 부재.

## 발명의 설명

### 발명의 상세한 설명

#### 기술 분야

[0001] 본 발명은 투명한 폴리아미드 제품 또는 폴리아미드 성형 부재의 생산에서의 UV 흡수제의 용도에 관한 것이다.

#### 배경 기술

[0002] 최대 파장 400nm의 빛의 투과가 감소된 투명 가소성 제품의 생산을 위한 UV 흡수제의 용도가, 예를 들면 HOYA Corp. (일본, 도쿄)에서 특허 JP 382 44 55 B2, US 6,441,119 B1, US 6,673,888 B2 또는 US 7,009,02 B2에 알려져 있다. 이들 특허는 최대 파장 약 400nm까지의 모든 UV 조사를 실질적으로 흡수하는 UV 보호를 제공하는 것을 목적으로 한다. 동시에, 황색지수는 가능한 한 낮아야 한다. 이 문맥에서, 각종 모노머들(디에틸렌글리콜 비스알릴 카보네이트, (티오)우레탄, 치이렌 또는 에피설파이드)가 광학 렌즈의 제조에 사용된다. 디벤조일 메탄 화합물은 UV 흡수제로 사용되었고, 이 UV 흡수제는 이들 모노머 중 하나에 첨가되고, 이 혼합물을 렌즈를 주조하기 위해 몰드에 붓고 이 성형을 가소화한다

#### 발명의 내용

##### 해결 하고자하는 과제

[0003] 본 발명의 목적은, 한편으로, 투명 가소성 제품 또는 성형 부재를 생산하기 위한 UV 흡수제를 갖고, 파장이 최대 400nm인 빛의 투과가 감소된, 선택적 열가소적으로 가공할 수 있는 가소성 제품 또는 성형된 부재를 제공하는 것이다. 이와 같은 폴리아미드 성형 화합물을 사용하여 생산된 성형 부재는 바람직하기는 낮은 황색 인덱스를 갖는다. 이에 더하여, 투과도의 상당한 감소는 고 UV 보호 결과를 제공하다.

##### 과제 해결수단

[0004] 본 발명의 목적은 독립항 1에 나타낸 바와 같이 달성된다. 이 경우에, 투명 폴리아미드 제품 또는 폴리아미드 성형 부재의 생산에서 UV 흡수제의 용도를 제공하고, 이것은 적어도 하나의 치환된 벤질기를 갖는 적어도 하나의 UV 흡수제에 의해 특징된다.

[0005] 본 발명과 관련하여, "투명 가소성 제품"은 투명 폴리아미드 또는 투명한 그들의 혼합물 또는 하나 이상의 부분적으로 결정화된 폴리아미드와의 투명한 그들의 블렌드로부터 생산된 투명 성형 부재 또는 투명 필름에 관한 것이다. (ASTM 1003에 의해 측정되는) 광 투과는 이 경우 적어도 75%, 바람직하기는 적어도 85%, 특히 바람직하기는 적어도 90% 및 상당히 바람직하기는 적어도 91%이고, 여기서 측정된 성형 부재의 총 두께는 2mm이고 측정된 필름의 최대 총 두께는 800 $\mu\text{m}$ 이다. 일반적으로 본 발명과 관련하여, 필름은 또한, 예를 들면 슬롯 노즐, 냉각 롤러, 에어나이프 및/또는 일렉트로스피닝과 같은 장비 또는 도구에 의해 그들의 형태로 되므로 성형된 부재로 간주된다.

[0006] 본 발명에 바람직한 부분적으로 결정화된 폴리아미드는 PA 6, PA46, PA49, PA410, PA411, PA412, PA414, PA413, PA414, PA415, PA416, PA418, PA436, PA66, PA69, PA610, PA611, PA612, PA613, PA614, PA615, PA616, PA617, PA618, PA 66/6, PA 6/66/12, PA 6/12, PA 11, PA12, PA912, PA1212, 6T/6I, MXD6, MXD6/MXDI, MXD10, MXD11, MXD12, MXD13, MXD14, MXD15, MXD16, MXD17, MXD18, MXD36, PACM9, PACM10, PACM11, PACM12, PACM13, PACM14, PACM15, PACM16, PACM17, PACM18, PACM36, 폴리에테르아미드, 폴리에테르에스테르아미드, 및 폴리에스테르아미드 또는 그들의 혼합물 또는 코폴리머로 이루어진 군으로부터 선택된다. 이 컨텍스트에서 특히 바람직

하기는, PA 6, PA 612, PA 614, PA 6/66/12, PA 6/12, PA11, PA 12, 폴리에테르아미드 및 폴리에티르에스테르 아미드의 군으로부터의 부분적으로 결정화된 폴리아미드이다.

[0007] 투명한 성형 부재, 가소성 제품 또는 폴리아미드 제품의 타입은 제한을 받지 않는다. 투명 폴리아미드 제품 또는 성형된 부재는 태양 렌즈, 교정 렌즈, 비-교정 렌즈, 안경용 렌즈, 광학 장비 및 시스템용 렌즈, 안경 부재, 보호 고글, 관찰 및 보호 윈도우, 조준기(sights), 디스플레이, 시계-유리, 설비 케이스, 램프 커버, 필터 및 필름을 포함하는 군으로부터 선택된다.

[0008] 투명 성형 부재, 가소성 제품 또는 폴리아미드 제품은 적어도 50 중량%의 폴리아미드로 이루어지지만, 또한 다른 가소제 또는 물질의 층 또는 혼합물을, 예를 들면 기능적 또는 장식 코팅으로서 함유할 수 있다.

[0009] 그러나, 상업적으로 이용가능한 흡수제를 갖는 투명 폴리아미드의 시험에서, 현재 널리 사용되는 할로겐화된 히드록시페닐벤조트리아졸이 강한 황색 색조를 생산한다는 것을 발견하였다. 황색 지수(황색 색조)는, 예를 들면 특히 렌즈가 사출성형으로 생산될 때, UV 안정화제의 첨가에 의해 크게 증가한다. 폴리아미드에 대한 높은 가공 온도와 이들 폴리머의 산성 및 알칼리성 말단기는 미세한 황색 변색을 조절하는 것을 어렵게 한다. 그러므로, 가공 중 변색을 나타내는 경향을 갖는 폴리아미드는 일반적으로 포스포러스 화합물을, 예를 들면,  $H_3PO_2$ ,  $H_3PO_3$ ,  $H_3PO_4$  또는 사용되는 UV 안정화제를 공격하지 않는 그들의 염과 같은 인-함유 산으로 스스로 보호된다. 인 화합물은 폴리아미드에 대해 0.01 내지 0.5 중량%, 바람직하기는 0.01 내지 0.1 중량%의 양으로 사용된다. UV 보호를 폴리아미드 몰딩 화합물에 병합시키기 위해, 안정화제는 화합물화 처리 동안 장전된 열을 견뎌야 하고, 여기서 폴리아미드의 경우, 이 목적에 요구되는 온도는 350°C를 넘을 수 있다. 상업적으로 이용가능한 UV 흡수제를 갖는 투명 폴리아미드의 시험에서, 할로겐화된 히드록시페닐벤조트리아졸을 함유하는 폴리아미드 몰딩 화합물의 처리는 가소제 유니트에 또는 도구 표면상에 침전의 형성을 가져온다는 것을 추가적으로 발견하였다. 이들 침전 물은 폴리아미드 몰딩의 표면 품질을 상당히 저하시킬 수 있으므로 규칙적으로 수동으로 제거되어야 하며, 이것은 각 경우 생산 공정을 방해한다.

[0010] 적어도 하나의 치환된 벤조일기를 갖는 화합물의 형성에서 UV 흡수제는 생산 또는 처리 동안 접촉되는 이들 UV 흡수제를 함유하는 폴리아미드 몰딩 화합물의 용융물을 갖는 표면상에 가시적 변짐 또는 침전이 없다는 것을 놀랄지도 발견하였다. 따라서, 한번 폴리아미드 몰딩 화합물 또는 폴리아미드 몰딩 화합물의 용융물의 가공도를 개선하는 문제는 동시에 해결되었다.

[0011] 이들 이유로, 투명한 폴리아미드 제품 또는 폴리아미드 성형 부재의 생산에서의 UV 흡수제의 용도는, 적어도 하나의 치환된 벤조일 기를 갖는 적어도 하나의 UV 흡수제가 폴리아미드 성형 화합물에 첨가되고, 그것에 의해 이들 UV 흡수제를 포함하는 폴리아미드 성형 화합물의 용융물은 폴리아미드 제품 또는 성형된 부재의 생산 및 가공 동안 접촉되는 표면에 가시적 변짐을 일으키지 않는 것을 특징으로 한다.

## 효과

[0012] 본 발명에 따라 제조된 투명한 폴리아미드 제품 또는 성형 부재는 파장 400 nm 또는 380 nm를 갖는 광에 상당히 감소된 투과를 나타내고, 해로운 UV 조사로부터 개인, 동물, 식물, 그리고 제품들을 보호하기에 적합한 높은 UV 보호를 가져온다.

## 발명의 실시를 위한 구체적인 내용

[0013] 본 발명에 따른 용도의 추가의 바람직한 개발 및 추가의 반응 특성은 추가의 청구항에서 얻어진다.

[0014] 투명한 폴리아미드는 수집 용기 및 반응 용기를 포함하는 교반 압력 멸균기에서 공기의 방법으로 생산되었다:

[0015] 탈이온수를 수집 용기에 넣고 모노머와 첨가제를 첨가하였다. 그리고 나서, 질소 가스로 다중 불활성화를 수행하였다. 교반하면서, 혼합물을 설정된 압력하에서 180~230°C에서 가열하여 균질한 용액을 얻었다. 이 용액을 체를 통해 반응용기로 펌프하고 최대 압력 30bar에서 270~350°C의 원하는 반응 온도에서 가열하였다. 배치를 2 내지 4시간 동안 압력 단계(press phase) 중의 반응온도에서 유지하였다. 이어지는 압력 완화 단계에서, 압력을 1 내지 2시간 내에 대기압으로 감소시키고, 이 경우 온도는 약간 내려갈 수 있다.

[0016] 이어진 탈기 단계에서, 배치는 270~350°C의 온도에서 0.5 내지 1시간 동안 대기압을 유지한다. 폴리머 용융물은 표준 형태로 추출되고, 15~80°C에서 수조 중 냉각되고, 과립화된다. 과립화된 재료를 질소 대기하에서 80~120°C에서 12시간 동안 건조시켜 수분 함량이 0.1 중량% 이하가 되도록 하였다.

[0017]

크시릴렌디아민이 모노머로서 사용되는 경우, 압력은 최대압력 10 bar로 조절되고, 바람직하기는 수집 용기와 반응 용기 모두에서 최대 6 bar로 조절된다. 반응 점도 및 따라서 몰 중량은 단일-작용성 디아민 또는 디카르복실산에 의해 또는 사슬 조절제와 같은 이작용성 디아민 또는 디카르복실산의 도움에 의해 공지의 방법으로 조절될 수 있다.

[0018]

투명 폴리아미드의 상대 점도 (20°C에서 0.5 중량% m-크레졸 용액에서 측정)는 1.35~2.15, 바람직하기는 1.40~1.90, 특히 바람직하기는 1.45 내지 1.85이다.

[0019]

투명 폴리아미드의 기체 전이 온도(20°C/분의 가열속도를 갖는 DSC)는 100~230°C, 바람직하기는 100~200°C, 특히 바람직하기는 130~195°C이다.

[0020]

투명 폴리아미드의 굴절률  $n_D^{20}$ 은 1.49~1.75, 바람직하기는 1.50~1.65, 그리고 더욱 바람직하기는 1.51~1.64이다.

[0021]

수분이 0.1 중량% 미만인 폴리아미드 과립을 분말 UV 흡수제, 수성  $H_3PO_2$  용액, 그리고 임의로 염료 안료와 약 30분 동안 밀폐 용기에서 소위 텁블링 혼합기로 혼합하였다. 이 경우, UV 흡수제는 또한 마스터 배치의 형태로 담체 재료로서 투명 폴리아미드와 함께 첨가될 수 있다.

[0022]

UV 흡수제, 수성  $H_3PO_2$  용액, 그리고 임의로 염료 안료와 함께 폴리아미드 과립의 설치는 실린더 온도 220~350°C에서 탈기 장비를 갖춘 단일-샤프트 또는 이중-샤프트 압출기 상의 화합물화 수단에 의해 수행할 수 있다. 용융물을 표준 형태로 제거하고, 15~80°C의 수조에서 냉각시키고, 과립화한다. 과립 재료를 12시간 동안 80~120°C로 질소 대기하에서 수분 함량을 0.1중량% 미만으로 건조시킨다. 이 방법으로, 마스터 배치는 증가된 첨가 농도를 사용하여 생산될 수 있다.

[0023]

각각 수분 함량이 0.1 중량% 미만인, 혼합된 또는 컴파운드된 과립 재료를 사출성형, 사출압착성형, 클로저 엠보싱 또는 팽창 엠보싱으로, 또는 투명 성형 부재 또는 필름을 생산하기 위한 압출 수단으로 처리할 수 있다. 이 경우 맞춰진 실린더 온도는 220~350°C이고, 도구 온도는 20~140°C이다. 압출 중 노즐의 온도는 160~330°C, 바람직하기는 240~310°C이다. 필름 압출시 냉각 롤러의 온도는 20°C 내지 압착될 폴리아미드 몰딩 혼합물의 유리전이온도(Tg) 사이에 놓인다.

[0024]

표 1은 사용된 폴리아미드 재료를 나타내고, 이들은 EMS-CHEMIE AG(Domat/Ems, Switzerland)사 제품이다:

[0025]

폴리아미드 재료	상대점도	굴절률 $n_D^{20}$	유리전이온도	조성 몰%
MACM12	1.73	1.51	155	
MACMI/MACMT/12	1.53	1.54	194	38/38/24
6I/6T/MACMI/MACMT/ PACMI/PACMT/12	1.72	1.59	159	19.25/19.25/3.75/3.75/1. 35/1.35/2.7
6I/MXDI	1.48	1.61	150	53.6/46.3

[0026]

표 2는 연구된 시판 UV 흡수제를, 각 경우 사용된 종류 및 종류의 대표에 따라 나타내었다.

[0027]

UV 흡수제	분류	제조사
A	염소화 2-(2-히드록시페닐) -2H-벤조트리아졸	Ciba Spezialitätenchemie AG, Switzerland
B	비염소화 2-(2-히드록시페닐) -2H-벤조트리아졸	Ciba Spezialitätenchemie AG, Switzerland
C	(2-히드록시페닐)-s-트리아진	Ciba Spezialitätenchemie AG, Switzerland
D	디벤조일메탄	DSM, The Netherlands
E	아미노히드록시벤조일벤조산 에스테르	BASF AG, Germany

[0028]

UV 흡수제	사용되는 대표적 재료	상품명	녹는점 [°C]
A	2-(5-클로로-2H-벤조트리아졸-2-일)-6-(1,1-디메틸에틸)페놀	Tinuvin 326	138

B	2-(2H-벤조트리아졸-2-일)-4,6-비스(1-메틸-1-페닐에틸)페놀	Tinuvin 234	139
C	2,4-디메틸-6-(2-히드록시-4-헥실옥시페닐)-s-트리아진	Tinuvin 1577	149
D	1-(4-메톡시페닐)-3-(4-tert-부틸페닐)프로판-1,3-디온	Parsol 1789	82
E	2-(4'-디에틸아미노-2'-히드록시벤조일)-벤조산-n-헥실에스테르	Uvinul A Plus	54

[0029] 표 3은 생산된 마스터 배치를 나타낸다:

마스터배치	조성				제조사
	담채 재료	중량%	UV 흡수제	중량%	
F	PA MACM12	92	A	8	EMS-CHEMIE AG, Switzerland
G	PA MACM12	92	D	8	EMS-CHEMIE AG, Switzerland
H	PA MACM12	92	D B	7 1	EMS-CHEMIE AG, Switzerland

[0031] 시험된 시편들은 폴리아미드 물딩 화합물에서 UV 흡수제를 시험하기 위해 생산하였다. 둥근 플레이트 형태의 이들 시험 시편들을 Krauss-Maffei KM 100-380CX 사출성형 기계에서 생산하였다: 이 목적을 위해, 각각 0.1% 미만의 수분을 함유하는 혼합물 또는 컴파운드된 과립 재료들을 사출성형 기계의 공급 깔대기에 공급하고 2 캐비티를 갖는 광택 강철 수단에서 처리하여 치수 75×2mm의 둥근 플레이트를 얻었다. 이 경우, 실린더 온도는 220~350°C 사이, 수단 온도는 80°C로 맞춰졌다. 사출 시간은 사출 부피에 따라 0.5 내지 10초 사이로 변한다. 총 순환 시간은 20 내지 400초이다. 둥근 플레이트를 견조 환경, 예를 들면 실리카 젤 중에서 실온에서 적어도 48시간 동안 사출성형 후 저장한 후 견조 상태로 사용하였다.

[0032] 둥근 플레이트 형태의 시험 시편을 시험하고 다음 표준에 따라 측정하였다:

[0033] 상대 점도:

[0034] ISO 307

[0035] 0.5중량% M-크레졸 용액

[0036] 온도 20°C

[0037] 표준의 Section 11을 기준으로 하는  $RV = t/t_0$ 에 따라 상대 점도(RV)의 산출.

[0038] 유리 전이 온도(Tg)

[0039] ISO 표준 11357-1/-2

[0040] 과립

[0041] 미분주사열량계(DSC)를 20°C/분의 가열 속도로 수행하였다. 시작 온도를 적었다.

[0042] 광투과 및 헤이즈

[0043] ASTM D 1003

[0044] 둥근 플레이트, 두께 2mm, 반경 37.5mm

[0045] 온도 23°C

[0046] CIE Lichtart C를 갖는 Byk Gardner 사의 Haze Gard 플러스 측정 장비. 광투과와 헤이즈를 광의 조사된 양의 %로 제공.

[0047] 한정된 과장에서의 투과

[0048] 둥근 플레이트, 두께 2mm, 반경 37.5mm

[0049] 온도 23°C

[0050] 투과는 Perkin-Elmer 사의 람다 3 UV-VIS 스펙트로메타를 사용하여 개별적인 파장 380, 385, 400nm에 서 하기식에 따라 측정하였다

$$T = (I/I_0) \times 100$$

[0052] 여기서,  $I_0$ 는 조사광의 강도이고  $I$ 는 투과광의 강도이다.

[0053] 람다 35는 0.5nm의 파장 해리도 및 190nm~1100nm 의 파장 범위를 갖는 이중-빔 장비를 포함한다.

[0054] 황색 지수

[0055] ASTM D 1925

[0056] 동근 플레이트, 두께 2 mm, 반경 37.5mm

[0057] 온도 23°C

[0058] 굴절률 (굴절 지수)

[0059] DIN 53291

[0060] 동근 플레이트, 두께 2mm, 반경 37.5mm

[0061] 온도 20°C

[0062] 굴절률  $n_D^{20}$ : 표준 파장에서 측정 - 황색

[0063] 나트륨의 D 라인 - 20°C에서

[0064] 문제에 대한 초기의 구체적인 언급을 참조로, 본 발명에 따라 생산된 폴리아미드 몰딩 화합물이 만족해야하는 많은 조건들에 만족하였다:

- UV 보호를 제공해야만 하고, 이것은 파장 400nm, 385nm 또는 380 nm 미만의 UV조사를 흡수하여 파장 400nm의 빛에 대해 두께 2 mm의 성형 부재의 투과가 20% 미만, 바람직하기는 10% 미만이고 특히 바람직하기는 5% 미만이고 가장 바람직하기는 1% 미만이도록 한다.

- 두께 2mm의 플레이드 상에서 ASTM D 1925에 따라 측정된 황색지수(YI)는 원형과 비교하여 낮아야 하고, 값은 5, 바람직하기는 2를 넘지 않아야 한다.

- 처리 중 가능한 한 침전이 없어야 하고 또는 가능한 한 번짐이 형성되지 않아야 한다. 사출성형 중의 번짐은 시험으로 선택되었고, 여기서 그 결과는 필름을 형성하기 위해 원칙적으로 냉각 롤링으로 옮겨졌다.

[0068] 시험 폴리아미드 PA 6I/MXDI를 참조로 하여 얻어진 결과를 표 4에 나타내었고, 이하 이를 참조하여 순차적으로 설명하였다.

		비교예						실시예	
성분:	단위	1	2	3	4	5	6		
PA 6I/MXDI	중량%	100.0	99.9	99.9	99.9	99.9	99.9		
UV 흡수제 A	중량%		0.1						
UV 흡수제 B	중량%			0.1					
UV 흡수제 C	중량%				0.1				
UV 흡수제 D	중량%					0.1			
UV 흡수제 E	중량%						0.1		
<b>시험:</b>									
헤이즈	%	0.4	0.6	0.7	0.7	0.5	0.6		
광투과	%	92.1	91.6	91.4	91.6	91.8	91.4		
YI ASTM D 1925	원형	2.3	3.1	7.2	2.9	4.9	4.9		
	태양 시험	26.0	7.5	10.1	8.0	13.3	11.4		
투과	380 nm, %	63.0	0.0	0.0	6.5	0.0	0.0		
투과	385 nm, %	67.3	0.3	0.3	18.3	0.2	0.2		
투과	400 nm, %	74.9	9.9	10.6	57.5	3.7	7.4		

[0070] 미처리된 시험 폴리아미드 PA 6I/MXDI(비교예 1)과 비교하여 각 경우에 시험 폴리아미드에 UV 흡수제 0.1 중량%의 첨가는 시험 시편에서 측정된 파장 380, 385 및 400nm의 빛 투과를 감소시켰다. 이 경우에, 2개의 UV 흡수제 D(실시예 5) 및 E(실시예 6)은 외관상 빛 투과의 열화 없는 우수한 결과를 제공하였다. 각 경우에, 이것은 91% 보다 높았다. 파장 380, 385 및 400nm의 빛의 투과에서의 매우 양호한 감소는 또한 UV 흡수제 A(비교예 2) 및 B(비교예 3)에서 달성되었다. 이에 더하여, 시험 시편이 태양광(태양 시험)에 노출되었을 때 황색 지수가 열화 되었다. 그러나, 미처리된 시험 폴리아미드 PA6I/MXDI의 경우, 황색 지수, 즉 황화는 태양광에 노출로 인해 증가하였다. 헤이즈값은 모든 경우에 적절하였다.

[0071] 시험 폴리아미드 PA MACM12를 참조로 얻어진 결과를 하기 표 5에 나타내었고 이것을 참조로 이하에 설명하였다.

		비교예				실시예		
성분:	단위	7	8	9	10	11	12	13
PA MACM12	중량%	100.0	99.8	99.8	99.8	99.8	99.8	99.8
UV 흡수제 A	중량%		0.2		0.1			
UV 흡수제 B	중량%			0.2	0.1		0.05	0.1
UV 흡수제 D	중량%					0.2	0.15	0.1
시험:								
헤이즈	%	0.4	0.5	0.6	0.5	0.6	0.3	0.4
광투과	%	92.3	91.7	91.7	91.7	92.0	92.0	92.0
YI ASTM D 1925	원형	-2.4	5.9	5.2	5.2	0.8	-0.7	-0.7
	태양 시험	-1.4	3.9	3.0	3.0	6.1	3.4	0.7
투과	380 nm, %	82.7	0.1	0.0	0.0	0.1	0.0	0.1
투과	385 nm, %	83.8	0.2	0.7	0.3	0.3	0.2	0.3
투과	400 nm, %	86.2	3.1	50.3	22.4	4.0	8.4	16.8

[0073] 미처리된 시험 폴리아미드 PA MACM12(비교예 7)와 비교하여, 각각의 경우 시험 폴리아미드에 하나 이상의 UV 흡수제를 총 0.2 중량% 첨가한 것은 시험 시편에서 측정한 파장 380, 385 및 400 nm을 갖는 빛의 투과를 감소시켰다. 이 경우, UV 흡수제 D(실시예 11)는 외관상 빛 투과의 열화 없이 양호한 결과를 생산하였다. 각 경우에, 이것은 91%보다 높았다. 파장 380, 385 및 400nm의 빛의 투과에서의 매우 양호한 감소는 또한 UV 흡수제 A(비교예 8)에서도 얻어졌다. 이에 더하여, 시험 시편을 태양광(태양 시험)에 노출시켰을 때 황색 지수가 열화되었다. 그러나, 미처리된 시험 폴리아미드 PA MACM12의 경우, 황색 지수, 즉 황화는 태양광에 대한 노출로 인해 약간 증가하였다. 하나의 UV 흡수제 D(실시예 11)을 사용한 것과 비교하여, UV 흡수제 B와 D의 결합물에서(실시예 12 및 13), 헤이즈값과 태양광 시험 결과가 개선되었다. 그러나, 파장 400nm의 빛의 투과의 약간의 증가(불량)이 필수적으로 검출되었다. 이 시험 폴리아미드 PA MACM12로, 이 UV 흡수제 B는 앞에서 시험한 시험 폴리아미드 PA 6I/MXDI에서 보다 실질적으로 불량한 결과를 제공하였다.

[0074] 시험 폴리아미드 PA MACMI/MACMT/12를 참조로 하여 얻어진 결과를 표 6에 나타내었고, 이하 이것을 참조로 설명하였다:

		비교예		실시예		
성분:	단위	14	15	16	17	18
PA MACMI/MACMT/12	중량%	100.0	99.8	99.8	99.8	99.8
UV 흡수제 A	중량%		0.2			
UV 흡수제 D	중량%			0.2		0.1
UV 흡수제 E	중량%				0.2	0.1
시험:						
헤이즈	%	0.4	0.5	0.4	0.5	0.4
광투과	%	93.5	93.1	92.9	93.0	93.0
YI ASTM D 1925	원형	0.0	6.1	4.9	5.0	4.9
	태양 시험	2.0	4.3	3.0	3.2	3.1
투과	380 nm, %	66.9	0.0	0.0	0.0	0.0
투과	385 nm, %	69.3	0.3	0.2	0.2	0.2
투과	400 nm, %	76.2	6.4	2.6	4.7	3.0

[0076] 미처리된 시험 폴리아미드 PA MACMI/MACMT/12(비교 실시예 14)와 비교하여, 각각의 경우에 시험 폴리아미드에

UV 흡수제 0.2 중량%의 첨가는 시험 시편에서 측정된 파장 380, 385 및 400NM의 빛의 투과를 감소시켰다. 이 경우, UV 흡수제 D(실시예 16)와 E(실시예 17)는 외관상 빛 투과의 열화 없이 양호한 결과를 가져왔다. 양호한 결과는 또한 폴리아미드 성형 화합물에 2개의 UV 흡수제 D와 E의 혼합물의 첨가(실시예 18)에 의해 얻어진 결과와 유사하였다. 각각의 경우, 측정된 빛 투과는 92% 높았다. 파장 380, 385 및 400nm의 빛의 투과의 매우 양호한 감소는 UV 흡수제 A(비교예 15)에 의해서도 얻어졌다. 이에 더하여, 시험 시편이 태양광(태양 시험)에 노출시켰을 때, 황색지수는 오직 미처리된 시험 폴리아미드 PA MACMI /MACMT/12에서만 열화되었고; UV 흡수제 A(비교예 15), D(실시예 16), E(실시예 17) 또는 UV 흡수제 D와 E의 혼합물(실시예 18)의 첨가는 태양광에 노출 후 덜 황화되었다는 것을 발견하였다. 헤이즈는 모든 경우에 적절하였다.

[0077] 시험 폴리아미드 PA 6I/6T/MACMI/MACMT/PACMI/PACMT/12를 참조로 하여 얻어진 결과를 표 7에 나타내었고, 이하 이것을 참조로 설명하였다:

		비교예			실시예		
성분:	단위	19	20	21	22	23	
PA 6I/6T/MACMI /MACMT/ PACMI/PACMT/12	중량%	100.0	99.8	99.8	99.8	99.8	
UV 흡수제 A	중량%		0.2				
UV 흡수제 D	중량%			0.2		0.1	
UV 흡수제 E	중량%				0.2	0.1	
<b>시험:</b>							
헤이즈	%	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4	
광투과	%	92.5	92.0	92.0	92.1	92.0	
YI ASTM D 1925	원형	0.0	7.2	5.1	5.6	5.3	
	태양 시험	5.0	9.7	7.8	8.9	8.4	
투과	380 nm, %	67.8	0.0	0.0	0.0	0.0	
투과	385 nm, %	70.9	0.3	0.2	0.2	0.2	
투과	400 nm, %	77.7	6.3	2.8	4.8	3.4	

[0079] 미처리된 시험 폴리아미드 6I/6T/MACMI/MACMT/PACMI/PACMT/12(비교 실시예 19)와 비교하여, 각각의 경우에 시험 폴리아미드에 UV 흡수제 0.2 중량%의 첨가는 시험 시편에서 측정된 파장 380, 385 및 400NM의 빛의 투과를 감소시켰다. 이 경우, UV 흡수제 D(실시예 21)와 E(실시예 22)는 외관상 빛 투과의 열화 없이 양호한 결과를 가져왔다. 이것은 각 경우에 92% 높았다. 파장 380, 385 및 400nm의 빛의 투과의 매우 양호한 감소는 2개의 UV 흡수제 D와 E의 혼합물(실시예 23) 및 UV 흡수제 A(비교예 20)에 의해서도 얻어졌다. 이에 더하여, 시험 시편이 태양광(태양 시험)에 노출시켰을 때 황색 지수는 열화되었다. 그러나 미처리된 시험 폴리아미드 6I/6T/MACMI/MACMT/PACMI/PACMT/12의 경우, 황색 지수, 즉 황화는 태양 광에 노출에 의해 약간 증가하였다. 헤이즈값은 모든 경우에 적절하였다.

[0080] 지금까지 나타난 시험으로부터 4개의 시험 폴리아미드 모두에서 UV 흡수제 A, D 또는 E의 사용은 허용 가능한 측정값을 가져온다고 추론할 수 있다. 이제, 사출성형의 캐비티의 표면상의 침전의 야기는 어느 폴리아미드 UV 흡수제 조합물이, 예를 들면, 사출성형된 폴리아미드 렌즈의 일련의 제작에 적절한지에 관한 정보를 제공할 것이다. 가시적 침전물이 이들 표면상에 검출되기 전의 사출 성형 사이클의 수를 측정함으로써 얻을 수 있다.

[0081] 경제적 이유로, 이들 시험은 250 사출 성형 사이클 후 침전이 보이지 않으면 멈출 수 있고, 그러므로 성형 부재의 품질이 완벽하다고 할 수 있다.

[0082] 시험 폴리아미드 PA MACM12 및 PA MACMI/12를 참조로 얻어진 결과를 표 8에 나타내고 이하 이것을 참조로 설명하였다.

		비교예					실시예		
성분:	단위	24	25	26	27	28	29	30	
PA MACM12	중량%	99.6	99.6	99.6		99.6	99.6	99.6	
PA MACMI/12	중량%				99.6				
UV 흡수제 A	중량%	0.4	0.2		0.4				
UV 흡수제 B	중량%		0.2	0.4					
UV 흡수제 D	중량%					0.4		0.2	
UV 흡수제 E	중량%						0.4	0.2	

시험:								
침전이 보이기 전 사출성형 사이클의 횟수	60	90	> 250	58	> 250	> 250	> 250	> 250
헤이즈	%	0.9	0.7	0.6	0.6	0.7	0.7	0.7
광투과	%	91.4	91.5	91.6	91.9	91.8	91.9	91.9
YI ASTM D 1925	원형	12.0	7.1	6.0	11.3	1.7	1.9	1.7
	태양시험							
투과	380 nm, %	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
투과	385 nm, %					0.0	0.0	0.0
투과	400 nm, %	0.6	3.2	28.0	0.6	0.3	0.9	0.6

[0084] 폴리아미드 성형 화합물 A, D, 및 E에 병합하기 위한 지금까지의 가장 전망있는 UV 흡수제, 뿐 아니라 UV 흡수제 D 및 E의 혼합물은 수단의 표면상에 침전물을 형성하는데 매우 다양한 경향을 나타낸다.

[0085] 지금까지 함께-유익한 UV 흡수제 A는 시험 시편 PA MACM 12(비교예 2) 또는 비교예 12(실시예 27)와 함께 각각 60 및 58 사이클의 사출 성형 후 가시적 침전물을 나타내었다.

[0086] UV 흡수제 B는 250회 순환 이후에도 침전물이 나타나지 않았지만, 그러나 이것은 개선된 요구사항을 만족시키지 못하고 이것은 실질적으로 시험 폴리아미드 PA MACM12의 경우 파장 400 nm의 빛 투과가 실질적으로 높기(불량) 때문이다 (비교, 표 5).

[0087] UV 흡수제 C는 시험 폴리아미드 PA 6I/MXDI의 경우, 모든 측정된 파장 380, 385 및 400에서 빛의 투과를 실질적으로 높게(불량) 하므로 사이클 시험을 하지 못하였다.

[0088] UV 흡수제 D는 폴리아미드 성형 화합물에 병합되었을 때 명백한 물리적 측정값을 나타내었다. 이것은 사용된 모든 폴리아미드 PA 6I/MXDI(비교, 표 4: 실시예 5), PA MACM12(비교, 표 5: 실시예 11), PA MACMI/MACMT/12 (비교, 표 6: 실시예 16) 및 PA 6I/6T/MACMI/MACMT/PACMI/PACMT/12 (비교, 표 7: 실시예 21)에 적용된다. 시험 폴리아미드 PA MACM12와 결합된 UV 흡수제 D(비교, 표 8: 실시예 28)는 250 사이클 이후 가시적 침전을 나타내지 않았다. 그러므로, UV 흡수제 D는 그 위에 놓인 모든 요구사항을 만족시키고 그리고 폴리아미드 성형 화합물에서 바람직한 UV 흡수제이다.

[0089] UV 흡수제 E는 폴리아미드 성형 화합물에 병합되었을 때 설득력 있는 물리적 측정값을 나타낸다. 이것은 시험된 모든 시험 폴리아미드 PA 6I/MXDI(비교, 표 4: 실시예 6), PA MACMI/MACMT/12 (비교 표 6: 실시예 17) 및 PA 6I/6T/MACMI/MACMT/PACMI/PACMT/12 (비교, 표 7: 실시예 22)에 적용된다. 폴리아미드 PA MACM12(비교, 표 8: 실시예 29)에 결합된 이 UV 흡수제 E는 또한 250 사이클 후 가시적 침전을 나타내지 않았다. 그러므로, UV 흡수제 E는 그 위에 놓인 모든 요구사항을 만족시키고 그리고 폴리아미드 성형 화합물에서 바람직한 UV 흡수제이다. UV 흡수제 D와 E의 결합은, 이것을 폴리아미드 성형 화합물에 병합하였을 때 설득력 있는 물리적 측정값을 나타내고(비교, 실시예 23 및 30) 시험 폴리아미드 PA MACM12(비교 표 8: 실시예 30)과 250 사이클 후 가시적 침전을 나타내지 않았다. 그러므로, UV 흡수제 D 및 E는 그 위에 놓인 모든 요구사항을 만족시키고 그리고 폴리아미드 성형 화합물에서 바람직한 UV 흡수제이다.

[0090] 도구의 표면에 침전을 형성시키는 다양한 경향의 기준은 이와 같은 번짐이 이를 UV 흡수제로 생성된 사출성형 부재의 표면 품질과 상당히 벗어나기 때문에 중요하다. 이를 UV 흡수제를 갖지 않는 동일한 폴리아미드 성형 화합물은 이와 같은 바람직하기 않는 번짐을 발생시키지 않고, 따라서 번짐은 사용된 UV 흡수제에 의해 단독으로 기여되는 것이다.

[0091] 표 8에 제공된 투과값으로 나타낸 바에 따르면, UV 흡수제 A, D, E, 또는 D와 E의 결합물의 0.4 중량%의 사용에 의해 1% 이하로 감소시키는 것이 가능하다.

[0092] 그러나, UV 흡수제 A를 이 양으로 사용하면, 황색 지수가 극적으로 증가하여, 그 값이 12가 된다(비교, 비교예 24).

[0093] UV 흡수제 D, E, 또는 그들의 혼합물을 사용하면, 황색-지수의 증가가 상당히 작아지고, 그 값이 2 미만이 된다(비교, 실시예 28, 29 및 30).

[0094] 마스터 배치를 사용한 제2의 일련의 시험은 방금 논의한 순환 시험의 결과를 확인한다. PA MACM12를 사용한 시험 폴리아미드를 참조하여 얻은 결과를 표 9에 나타내었고, 이하 이것을 참조로 설명한다.

[0095]

		비교예	실시예	
성분:	단위	31	32	33
PA MACM12	중량%	95	95	95
UV 마스터 배치 F	중량%	5		
UV 마스터 배치 G	중량%		5	
UV 마스터 배치 H	중량%			5
시험:				
침전이 보이기 전 사출성형 사이클의 횟수		58	>250	>250

[0096]

8% UV 흡수제 A(비교, 표 3)를 포함하는 UV 마스터 배치 F(비교예 31)로부터, 5중량%를 시험 폴리아미드 PA MACM12에 첨가하였다. 그러므로, 시험 폴리아미드에 대한 UV 흡수제 A의 분획은 0.4 중량%이다. 유사하기는, 표 8에 나타낸 바와 같이(비교예 24 참조), 이 경우 시험 폴리아미드 PA MACM12와 함께 UV 흡수제 A는 58 사출성형 사이클 후 가시적 침전을 야기한다.

[0097]

8% UV 흡수제 D(비교, 표 3)를 포함하는 UV 마스터 배치 G(비교예 32)로부터, 5중량%를 시험 폴리아미드 PA MACM12에 첨가하였다. 그러므로, 시험 폴리아미드에 대한 UV 흡수제 D의 분획은 0.4 중량%이다. 정확히는, 표 8에 나타낸 바와 같이(비교예 28 참조), 이 경우 시험 폴리아미드 PA MACM12와 함께 (비교 표 9; 실시예 32) 결합된 UV 흡수제 D는 250 사출성형 사이클 후 가시적 침전을 일으키지 않았다.

[0098]

7% UV 흡수제 D 및 1% UV 흡수제 B(비교, 표 3)를 포함하는 UV 마스터 배치 H(비교예 33)로부터, 5중량%를 시험 폴리아미드 PA MACM12에 첨가하였다. 그러므로, 시험 폴리아미드에 대한 UV 흡수제 D/B 혼합물의 분획은 0.4 중량%이다. 그러므로, 시험 폴리아미드 PA MACM12와 결합된 UV 흡수제 B와 D 모두의 존재는 250 사이클 후 가시적 침전을 야기하지 않았다.

[0099]

정확히는, 표 8에 나타낸 바와 같이(비교예 28 참조), 이 경우 시험 폴리아미드 PA MACM12와 함께 (비교, 표 9; 실시예 32) 결합된 UV 흡수제 D는 250 사출성형 사이클 후 가시적 침전을 일으키지 않았다. 이 결과는 UV 흡수제 B 0.05중량%와 UV 흡수제 D 0.15 중량의 유사 결합(비교, 표 5, 실시예 12)이 헤이즈값과 황색지수의 개선을 가져왔으므로 또한 흥미가 있다: 이 경우, 파장 400 nm의 빛에 대해 오직 UV 흡수제 D 만을 사용한 것에 비해 약간 불량한 투과를 허용할 수 있다.

[0100]

지금까지의 시험 결과를 기준으로, 2개의 UV 흡수제 D 또는 E는 최대 파장 400nm까지의 빛에 대해 감소된 투과를 갖는 투명한 가소성 제품을 생산하는 폴리아미드 성형 화합물에 첨가되는 것이 바람직하다. 이 첨가된 UV 흡수제의 분획은 바람직하기는 폴리아미드 성형 화합물의 중량에 대해 0.01 ~ 1.0 중량%, 바람직하기는 0.05~0.4 중량%이다.

[0101]

두 UV 흡수제는 이를 흡수제를 포함하는 폴리아미드 성형 화합물의 용융물이 이들이 접촉하는 표면에 가시적 변침을 일으키지 않을 수 있게 한다.

[0102]

UV 흡수제 D는 디벤조일메탄을 나타낸다. 이것은 특히 1-(4-메톡시페닐)-3-(4-tert-부틸페닐)프로판-1,3-디엔을 사용하는 것이 바람직하다.

[0103]

UV 흡수제 E는 아미노히드록시벤조일벤조산 에스테르를 나타낸다. 특히 2-(4'-디에틸아미노-2'-히드록시벤조일)벤조산-n-헥실에스테르를 사용하는 것이 바람직하다.

[0104]

2개의 바람직한 UV 흡수제 D와 E는 통상의 화학적 특성으로서 적어도 하나의 치환된 벤조일기를 갖는다.

[0105]

아보벤존(또한 명칭 디벤조일메탄 또는 상표명 Parsol 1789로도 알려져 있음; UV 흡수제 D)은 태양광에 노출하여 열화될 수 있다(예를 들면, Warwick L. Morison, M.D. :Photosensitivity" *The New English Journal of Medicine*. Boston: Mar 11, 2004. Vol. 30, Iss. 11; pg. 1111-1117 참조). 이 열화는 UV 흡수제 B를 첨가함에 의해 명백히 감소될 수 있다(비교, 표 5, 실시예 12 및 13).

[0106]

UV 흡수제 D의 가능한 안정화의 추가 표시는 다음 실시예로부터 감소된다. 시험 폴리아미드 PA MACM12를 참조로 얻은 결과를 표 10에 나타내었고 이하 이것을 참조로 순차적으로 설명한다.

[0107]

		실시예	
성분:	단위	34	35

PA MACM12	중량%	99.85	99.85
UV 흡수제 D	중량%	0.15	0.15
Makrolex blue RR	ppm		1.4
<b>시험:</b>			
헤이즈	%	0.5	0.3
광투과	%	92.0	90.8
YI ASTM D 1925	원형	0.8	-3.7
	태양 시험	6.1	4.4
투과	380 nm, %	0.1	0.0
투과	385 nm, %	0.3	0.24
투과	400 nm, %	4.9	4.4

[0108] 시험 폴리아미드 PA MACM 12에 대한 0.2 중량% (표 5: 실시예 11)에서 0.15 중량% (실시예 34)로의 UV 흡수제 분획의 감소는 헤이즈값의 약간의 감소와 400nm에서 다소 증가된 투과값을 가져온다. 그러나, 염료 Macrolex blue RR (LANXESS Deutschland GmbH, Leverkusen) 1.4 ppm만이 첨가되면, 헤이즈값은 또 다시 감소된다. 그러나, 광 투과도 또한 어느 정도 감소하지만 여전히 90% 이상으로 유지된다. 특히 황색 지수와 파장 400 nm의 빛에 대한 투과는 상당히 감소한다.

[0109] 그러므로, 디벤조일 메탄 화합물 또는 아미노히드록시벤조일 벤조산 에스테르의 형태로 UV 흡수제를 갖는 폴리아미드 성형 화합물이, 폴리아미드 성형 화합물의 용융물이 접촉할 표면 상에 가시적 번짐을 일으키지 않는다는 것은 매우 놀라운 발견이었다.

[0110] 그러므로, UV 흡수제는 투명한 폴리아미드에서 원하는 특성을 얻는 것이 가능하고 성형 화합물의 처리 및 컴파운딩 동안 고온 및 폴리아미드의 산성 또는 알칼리성 말단 기들을 견딜 수 있다는 것을 놀랍게도 발견하였다.

[0111] 낮은 녹는점에 의해 야기되는 예상과 반대로, 폴리아미드에 병합될 때 또는 디벤조일 메탄을 함유하는 폴리아미드 성형 화합물의 처리 동안 디벤조일 메탄 타입의 UV 흡수제는 가소제 나사, 노즐 립, 도구 표면 또는 냉각 롤러 상에 가시적 침전을 형성하는 경향이 없다. 이 이점은 또한 디벤조일 메탄이 비염소화된 히드록시페닐벤즈트리아졸과 결합하였을 때 역시 유지된다.

[0112] 비염소화된 히드록시페닐벤조트리아졸이 디벤조일 메탄에 첨가되었을 때, 노출 후 황색 지수의 증가는, 실시예 12 및 13에 나타낸 바와 같이 놀랍게도 감소될 수 있다.

[0113] 더우기 이 이유로, 본 발명에 따라 생산된 폴리아미드 성형 화합물의 구현예가 바람직하고, 이것은 적어도 하나의 UV 흡수제에 첨가되는 추가의 UV 흡수제를 포함하는 것을 특징으로 한다. 이 경우, 추가의 UV 흡수제는 비염소화된 히드록시페닐벤즈트리아졸, 아미노히드록시벤조일 벤조산 에스테르, 및 디벤조일 메탄으로 이루어진 군으로부터 선택된다. 특히 바람직하기는 2-(2H-벤조트리아졸-2-일)-4,6-비스(1-메틸-1-페닐에틸)페놀 형태의 비염소화된 히드록시페닐벤조트리아졸이다. 또한, 특히 바람직하기는 2-(4'-디에틸아미노-2'-히드록시벤조일) 벤조산-n-헥실에스테르 형태의 아미노히드록시벤조일 벤조산 에스테르이다.

[0114] 황색지수의 증가를 감소시키기 위한 또 다른 방법은 실시예 35에 나타낸 바와 같이, 예를 들면 Macrolex blue RR 또는 Macrolex red 5B와 같은 안트로퀴논계 염료 중의 염료와 적어도 하나의 치환된 벤조일기를 갖는 화합물의 혼합이다. 이 경우, 안트라퀴논 염료는 0.1 내지 1000 ppm, 바람직하기는 0.5 내지 500 ppm의 양으로 사용된다. Tinopal AMS GX 또는 Tinopal DMS와 같은 광학 경감제는 황색 지수의 감소를 얻을 수 있다.

[0115] 바람직하기는 투명 폴리아미드는 다음으로부터 형성된다:

[0116] - 에틸렌디아민, 부탄디아민, 헥사메틸렌디아민, 트리메틸헥사메틸렌디아민, 메틸펜坦디아민, 비스(아미노시클로헥실)메탄 및 그것의 알킬 유도체, 비스(아미노시클로헥실)프로판 및 그것의 알킬 유도체, 이소포론디아민, 노보란디아민, 비스(아미노메틸)노보란, 크시릴렌디아민, 비스(아미노메틸)시클로헥산 및 그것의 알킬 유도체로 이루어진 군으로부터 선택되는 적어도 하나의 디아민; 및

[0117] -숙신산, 글루타르산, 아디핀산, 피멜린산, 수베린산, 아젤라인산, 세마신산, 운데칸디온산, 도데칸디온산, 브라실린산, 테트라데칸디온산, 펜타데칸디온산, 헥사데칸디온산, 헵타데칸디온산, 옥타데칸디온산, 노나데칸디온산, 이코산디온산, 재페닌산, 시클로헥산디카르복실산, 36 또는 44개의 탄소원자를 갖는 디메르 지방산, 이소프탈산, 테레프탈산, 나프탈린 디카르복실산으로 이루어진 군으로부터 선택되는 적어도 하나의 디카르복실산.

- [0118] 선택적으로 또한 바람직하기는 상기 디아민과 디카르복실산, 그 뿐 아니라 4 ~ 15개의 탄소원자를 갖는 락탐 및 /또는 4~15개의 탄소원자를 갖는  $\alpha$ ,  $\omega$ -아미노산으로부터 형성된 투명한 폴리아미드이다.
- [0119] 특히 바람직한 디아민은 헥사메틸렌디아민, 트리메틸헥사메틸렌디아민, 2-메틸-1,5-펜탄디아민, 비스(4-아미노-3-메틸-시클로헥실)메탄 (MACM for short), 비스(4-아미노-시클로헥실)메탄 (PACM for short), 이소포론디아민, 노르보난디아민,  $m$ -크시릴렌디아민 및 1,3-비스(아미노메틸)시클로헥산이다.
- [0120] 특히 바람직한 디카르복실산은 아디핀산, 아젤라인산, 세바신산, 1,12-도데칸디온산, 브라실린산, 1,14-테트라데칸디온산, 1,15-펜타데칸디온산, 1,16-헥사데칸디온산, 1,18-옥타데칸이온산, 1,3-시클로헥산디카르복실산, 36 또는 44개의 탄소를 갖는 디메르 지방산, 이소프탈산, 테레프탈산, 및 2,6-나프탈린 디카르복실산이다.
- [0121] 특히 바람직한 락탐은 락탐 또는 4, 6, 7, 8, 11 또는 12개의 탄소원자를 갖는  $\alpha$ ,  $\omega$ -아미노산이다. 이들은 락탐 피롤리딘-2-온(4개의 탄소원자),  $\varepsilon$ -카프로-락탐 (6개의 탄소원자), 오에난틀락탐 (7개의 탄소원자), 카프릴릭 락탐 (8개의 탄소원자), 라우린락탐 (12개의 탄소원자) 또는  $\alpha$ ,  $\omega$ -아미노산 1,4-아미노부탄산, 1,6-아미노헥산논산, 1,7-아미노헵타논산, 1,8-아미노옥타논산, 1,11-아미노운데카논산, 및 1,12-아미노도데카논산이다.
- [0122] 특히 바람직한 높은 굴절률을 갖는 투명한 폴리아미드는 PA 6I, PA 6I/6T, PA 6I/6T/6NDC, PA MXDI/6I, PA MXDI/MXDT/6I/6T, PA MXDI/12I, PA MXDI이고, 중간 및 낮은 굴절률을 갖는 것은 PA MACM12, PA MACM13, PA MACM14, PA MACM15, PA MACM16, PA MACM17, PA MACM18, PA 6-3-T, PA MACMI/12, PA MACM6/12, PA MACMT/12, PA MACMI/MACMNDC, PA MACMT/MACMNDC, PA MACMI/MACM36, PA MACMT/MACM36, PA MACMI/MACMT/12, PA 6I/MACMI/12, PA 6I/6T/MACMI/MACMT, PA 6I/6T/MACMI/MACMT/12, PA 6I/6T/MACMI/MACMT/MACM12/612, PA 6I/6T/6NDC/MACMI/MACMT/MACMNDC이고, 여기서 MACM은 PACM으로 완전히 또는 부분적으로 대체될 수 있고 및/또는  $\omega$ -라우로락탐은  $\varepsilon$ -카프로락탐 및/또는  $\alpha$ ,  $\omega$ -아미노운데카논산으로 완전히 또는 부분적으로 대체될 수 있다.
- [0123] 투명한 폴리아미드는 농축 촉매, 사슬 조절제, 거품제거제, 안정화제, 광택제, 염료, 화염 방지제, 광호변성 (photochromic) 첨가제, 정전기방지제, 성형 이형제(mold release agents), 광학 광택제, 천연 층상 실리케이트, 및 합성 층상 실리케이트의 군으로부터 선택되는 하나 이상의 첨가제를 함유할 수 있다.