

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第5042424号
(P5042424)

(45) 発行日 平成24年10月3日 (2012. 10. 3)

(24) 登録日 平成24年7月20日 (2012. 7. 20)

(51) Int. Cl.	F I
C O 8 J 3/22 (2006. 01)	C O 8 J 3/22 C E S
C O 8 K 3/00 (2006. 01)	C O 8 K 3/00
C O 8 L 21/00 (2006. 01)	C O 8 L 21/00
C O 8 L 23/10 (2006. 01)	C O 8 L 23/10
C O 8 J 5/18 (2006. 01)	C O 8 J 5/18

請求項の数 16 (全 34 頁)

(21) 出願番号	特願2001-558132 (P2001-558132)	(73) 特許権者	505351050
(86) (22) 出願日	平成13年2月14日 (2001. 2. 14)		オムヤ・デベロップメント・アー・ゲー
(65) 公表番号	特表2003-522267 (P2003-522267A)		スイス国、ツエー・ハー ー 4 6 6 5 ・ オフ
(43) 公表日	平成15年7月22日 (2003. 7. 22)		トリンゲン・バーゼルシュトラセ・4 2
(86) 国際出願番号	PCT/FR2001/000441	(74) 代理人	100062007
(87) 国際公開番号	W02001/058988		弁理士 川口 義雄
(87) 国際公開日	平成13年8月16日 (2001. 8. 16)	(74) 代理人	100114188
審査請求日	平成20年1月30日 (2008. 1. 30)		弁理士 小野 誠
(31) 優先権主張番号	00/01788	(74) 代理人	100140523
(32) 優先日	平成12年2月14日 (2000. 2. 14)		弁理士 渡邊 千尋
(33) 優先権主張国	フランス (FR)	(74) 代理人	100119253
			弁理士 金山 賢教
		(74) 代理人	100103920
			弁理士 大崎 勝真

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 熱可塑性材料用充填剤濃縮物

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

1 種類もしくは複数の無機充填剤及び 1 種類もしくは複数のポリマーを含むマスターバッチの製造方法において、該方法は

前記無機充填剤と前記ポリマーとを混合する

ことを含み、

前記ポリマーが、

－修正標準 N F T 5 1－6 2 0 (190℃－10 kg－1. 05 mm) に従って測定される M F I (メルトフローインデックス) とも称される流動性指数 200 g / 10 分以上を有し、かつ、－D S C による測定で、20%より大きい結晶度パーセントを有する、少なくとも 1 種類のアイソタクチックポリプロピレンを含み；

そして

前記無機充填剤が、前記マスターバッチ中で 80 重量%を超える量～95 重量%で存在する方法。

【請求項 2】

前記ポリマーが、修正標準 N F T 5 1－6 2 0 (190℃－10 kg－1. 05 mm) に従って測定される流動性指数 500 g / 10 分以上を有する請求項 1 に記載のマスターバッチの製造方法。

【請求項 3】

マスターバッチの有機部分、すなわち結合剤を形成するポリマーおよび使用可能であれ

ば通常の添加剤の混合物が、

－修正標準NFT51-620に従って測定されたMFIが200g/10分（温度190℃、負荷10kg、ダイス1.05mm）以上であるアイソタクチックポリプロピレン30%～100%；

－ポリプロピレン、ポリエチレンおよび炭素原子数2～6個のエチレン系モノマー単独または混合物に基づいたポリマーおよびコポリマーからなる群から選択される非晶質および／または結晶性ポリオレフィン類0～70%；

－熱安定剤、抗酸化剤、抗UV剤、分散剤、潤滑剤、色素、可塑剤、帯電防止剤、難燃剤または核生成剤及び金属不活性化剤からなる群から選択される添加剤0～5%からなる請求項1または2に記載のマスターバッチの製造方法。

10

【請求項4】

前記ポリマーが、前記アイソタクチックポリプロピレンである請求項1ないし3のいずれかに記載のマスターバッチの製造方法。

【請求項5】

前記ポリマーが、前記少なくとも1種類のアイソタクチックポリプロピレンおよび少なくとも1種類の他の結晶性もしくは非晶質オレフィン系ポリマーからなる請求項1ないし3のいずれかに記載のマスターバッチの製造方法。

【請求項6】

前記他の結晶性もしくは非晶質オレフィン系ポリマーがポリエチレンである請求項5に記載のマスターバッチの製造方法。

20

【請求項7】

前記ポリマーが、前記アイソタクチックポリプロピレンおよびポリエチレンからなる請求項5に記載のマスターバッチの製造方法。

【請求項8】

前記ポリマーが、前記少なくとも1種類のアイソタクチックポリプロピレンおよび少なくとも1種類の他の非晶質もしくはアタクチックまたは実質的に非晶質もしくは実質的にアタクチックのオレフィン系コポリマーもしくはターポリマーからなる請求項1または2に記載のマスターバッチの製造方法。

【請求項9】

無機充填剤含有量が、マスターバッチ中で80重量%を超える量～95重量%であり、；流動度すなわちMFIが標準NFT51-620に従って測定される値で5g/10分（190℃-5kg-2.09mm）以上であるマスターバッチであって、

30

結晶度パーセント（アイソタクチック性指数とも称される）がDSC法による測定で20%を超え、修正標準NFT51-620（190℃-10kg-1.05mm）に従って測定されるMFI（メルトフローインデックス）とも称される流動性指数200g/10分以上を有する、少なくとも1種類のアイソタクチックポリプロピレンを含む；

ことを特徴とするマスターバッチ。

【請求項10】

処理または未処理の前記無機充填剤が、炭酸塩類、合成炭酸塩、マグネシウムおよびカルシウムの混合塩、炭酸マグネシウム、炭酸亜鉛、石灰、マグネシア、硫酸バリウム、硫酸カルシウム、シリカ、ケイ酸マグネシウム、珪灰石、クレイ類および他のケイ酸アルミニウム類、雲母、金属の酸化物もしくは水酸化物、アルカリ土類金属の酸化物もしくは水酸化物、ガラス繊維もしくは粉末、木材繊維もしくは粉末、無機もしくは有機顔料またはそれら化合物の混合物、またはタルクおよび炭酸塩の混合物、ならびに酸化チタンおよび炭酸塩の混合物、ここで、当該タルクおよび炭酸塩の混合物及び酸化チタンおよび炭酸塩の混合物は、タルク、炭酸塩及び酸化チタンからなる群から選択される無機物であって、その粉碎の前又は後の無機物から得られる混合物である

40

から選択される請求項9に記載のマスターバッチ。

【請求項11】

処理または未処理の前記無機充填剤が、天然炭酸カルシウム類、合成炭酸塩類、タルク

50

、水酸化マグネシウム、重晶石、酸化チタン、珪灰石またはドロマイト類およびそれらの混合物からなる群から選択される請求項 10 に記載のマスターバッチ。

【請求項 12】

1 種類または複数の無機充填剤によって負荷される熱可塑性材料の製造方法であって、1 以上の段階で請求項 9 ないし 11 のいずれかに記載のマスターバッチと前記熱可塑性材料との混合を行い；前記熱可塑性材料が、
低密度ポリエチレン類、直鎖もしくは分岐または高密度のポリエチレン類、ホモポリマーもしくはコポリマーのポリプロピレン類、ポリイソブチレン類およびモノマーであるエチレン、プロピレン、イソブチレンのうちの少なくとも 2 種類の重合時に得られるコポリマー類、無水マレイン酸グラフトポリオレフィン類、またはハロゲン化ポリオレフィン類、E P D M（エチレン、プロピレン、ジエン、モノマー）変性ポリプロピレン類、S E B S（スチレン、エチレン、ブチレン、スチレン）変性ポリプロピレン類または上記ポリマーおよびコポリマーの少なくとも 2 種類の混合物、または天然もしくは合成のゴム類もしくはエラストマー類および熱可塑性 E P D M もしくは S E B S から選択される熱可塑性剤、から選択される方法。

10

【請求項 13】

熱成形または射出による成形工業製品の製造用の、凝集物または顆粒の形態での請求項 9 ないし 11 のいずれかに記載のマスターバッチの使用。

【請求項 14】

フィルム、鞘もしくはチューブまたはプロファイル断面あるいはワイヤーおよびケーブルの押出；押出ブロー成形；帯片もしくはシートの押出；または紙もしくは金属ホイル上での層押出への、凝集物または顆粒の形態での請求項 9 ないし 11 のいずれかに記載のマスターバッチの使用。

20

【請求項 15】

カレンダー加工への、凝集物または顆粒の形態での請求項 9 ないし 11 のいずれかに記載のマスターバッチの使用。

【請求項 16】

請求項 9 ないし 11 のいずれかに記載のマスターバッチの使用によって得られる成形、押出またはカレンダー加工品。

【発明の詳細な説明】

30

【0001】

（技術分野）

本発明は、ポリプロピレン、ポリエチレンならびに概して単独もしくは混合物で重合する 2～6 個の炭素原子を有するエチレン系モノマーに基づく単独もしくは混合物で使用されるポリマーなどのオレフィン型の熱可塑性材料で 사용할ことができる充填剤の濃縮物を製造するための流動性が非常に高いアイソタクチックポリプロピレン類の使用に関する。

【0002】

その高流動性アイソタクチックポリプロピレン類は本発明において、ポリオレフィン類で充填剤として使用される無機材料の分散または再分散を助ける担体として用いられる。

【0003】

40

本発明はさらに、流動性が非常に高いアイソタクチックポリプロピレン類から製造される充填剤の濃縮物に関するものである。

【0004】

最後に本発明は、本発明に従って選択されるポリプロピレン類を加えることで得られる充填熱可塑性材料、ならびにそのような熱可塑性材料から製造されたもしくはそれを含む工業製造物に関するものである。

【0005】

（背景技術）

流体コポリマーは、高濃度の充填剤、すなわち約 90% までのレベルの炭酸カルシウムおよび／またはタルクを含む装填マスターバッチの製造に使用可能であることが知られてい

50

る。そのコポリマーは通常、エチレン、プロピレンおよび場合によりブチレンのコポリマーである。それは、デグッサヒュルス社 (Degussa-Huls) によってベストプラスト (Vestoplast; 商標) の名称で、あるいはハンツマン社 (Huntsman) によってレックスタク (Rextac; 商標) の名称で販売されている。中には、特にアルファミン社 (Alphamin) からのポリプロピレンであるアルファミン S T H-L などのアイソタクチックポリプロピレンの製造から生じる副生成物であるアタクチックポリプロピレン類も使用される。

【0006】

非晶質ポリプロピレンからなる特許 WO 95/17441 に記載の生成物も知られている。

【0007】

上記の先行技術のポリマーは専門的製造物である。すなわち、専用であることからコストの高い工程によって少量製造されるものであり、さらには硬度の欠如および粘着性 (ホットメルト業界では評価されている) が上記の用途には悪影響を与えるものである。

【0008】

さらにそれらは、それを含むマスターバッチから製造される成形品または押出成形品での最終機械特性を低下させる。

【0009】

最後にそれらは、使用される温度 (ポリプロピレン 230℃、ポリエチレン 190℃) と非常に異なる軟化点 (約 130~150℃) を有する。その温度における差は、例えばプロファイル断面またはフィルム of の押出の当業者には公知のダイスでのプレートアウトまたは堆積などの望ましくない現象を生じる。

【0010】

技術的な問題が2種類あり、それはプラスチック業界で使用される各種ポリマー基材に再分散可能であり、再希釈後に最終的に得られる工業製造物の機械特性を劣化させず、それをさらに高めるマスターバッチ中の非常に高濃度の充填剤を生じることができると考えられるポリマーの選択に関するものである。

【0011】

先行技術では、エチレン、プロピレンおよび場合によってブチレンのコポリマーまたはアタクチック (非晶質) ポリプロピレン類を用いて得られるマスターバッチが提案されているが、本発明は、オレフィン型の熱可塑性材料で使用可能な充填剤の濃縮物の製造における、非常に流動性の高いアイソタクチックであることから結晶性であるポリプロピレン類の使用を提案するものである。

【0012】

現在のところ、ポリマーは、ポリプロピレンその他の型で約50%強の結晶度パーセントにて、80%という高い値を取り得るマスターバッチ中充填剤含有量にて使用可能であることが知られているが、その製造物は流動性が非常に限られており、MFI (メルトフローインデックス) とも称される流動性指数は、修正標準 N F T 51-620 によれば約 200 g/10 分 (190℃-10 kg-1.05 mm) 未満である。

【0013】

標準 N F T 51-620 によれば、本願の以下の記載を通じて MFI とも称される流動性指数は、ある計測時間にわたり所定の直径 (2.09 mm から 2.10 mm) を有するダイスで所定の標準負荷 (2.16 kg、5 kg、10 kg、21.6 kg) 下における軟化点および変形温度によって規定された範囲内で選択される温度で流動化する、g/10 分で表現されるポリマーおよび/またはコポリマーの量である。

【0014】

本願では、修正標準 N F T 51-620 は、ポリプロピレンの場合、直径 1.05 mm のダイスおよび温度 190℃ を用いる。

【0015】

さらに、既存の機械をこの種の製造物に対して調整する。

【0016】

10

20

30

40

50

かなりの改良をもたらした特許E P 0 2 0 3 0 1 7に記載の製造物も知られている。その改良は、200 g / 10分 (190℃ - 10 kg - 1.05 mm) のMFIより大きい非常に高い流動性、マスターバッチでの約80~90%を中心とした充填剤濃度、約10%まで意図的に低下させた結晶性、すなわち非晶質製造物に由来するものである。

【0017】

上記の特許WO 95 / 17441に記載の製造物は、粘着性で取り扱いが困難な樹脂を使用するために剛性のないプラスチック製品を生じるという欠点を有することも知られている。

【0018】

従って、最近の最新技術 (E P 0 2 0 3 0 1 7、WO 95 / 17441) では当業者に対して、現在の製造品には必須である流動性を大幅に改良しながら、やはり必須であるマスターバッチ中の高い充填剤濃度を維持するため、結晶性を大幅に低下させることが必要であることが提言されている。

【0019】

以下のものを含む顆粒を製造することも提案されている (米国特許第4455344号)。

【0020】

- a) 60~80重量部の平均粒径0.05~100 μmの無機充填剤；
- b) 5~35重量部の平均粒径150~1000 μmの結晶性ポリオレフィン；
- c) 5~35重量部の結晶性オレフィンより少なくとも10℃低い融点を有する結合剤。

【0021】

そのような顆粒を得るため、その先行技術によって提案されている方法では、粒子を互いに付着させる外皮を構成する結合剤によって、結晶ポリオレフィンおよび／または無機充填剤粒子を覆うようにする。そのような方法により、粘稠性の丸まった混合物、すなわち製造温度で全混合物で同じ組成のものではなく、非粘稠性の凝集物、すなわち互いに組成が異なり、径が不規則であるために再分散が不十分なものが生じる。

【0022】

さらに、先行技術においては非晶質製造物が販売されている理由は明らかである。そのような完全に非晶質の製造品は、コポリマーまたはターポリマーを用いることで比較的容易に得られる。そしてそれによって、非常に結晶性の低いある種の先行技術の製造物同様、ポリオレフィン類との適合性の問題を生じる。これらの樹脂は溶融状態ではより流動性が高くなり、その顆粒または凝集塊は低温の提供状態では粘着することから、その取り扱いおよび配分がかなり困難となる。

【0023】

以下の説明で明らかになるように、本発明はそれとは全く反対に、修正標準NFT 51-620 (190℃ - 10 kg - 1.05 mm) による測定で200 g / 10分以上、好ましくは修正標準NFT 51-620 (190℃ - 10 kg - 1.05 mm) による測定で500 g / 10分強の高い流動性を有し、結晶度パーセントが約20%強、好ましくは30%~90%、好ましくは50%~85%であり、顕著かつ驚くべき特性、すなわち

—80%以上の充填剤含有率；
—高い流動性、すなわち標準NFT 51-620による測定で5 g / 10分以上 (190℃ - 5 kg - 2.09 mm)、好ましくは8 g / 10分以上 (190℃ - 10 kg - 2.09 mm) のMFI；

—結晶度パーセント (アイソタクチック性指数とも称される) が約20%強、好ましくは30%~90%、さらに好ましくは50%~85%、従って先行技術の方法とは逆であるアイソタクチックポリプロピレン型の少なくとも1種類のポリマー含有

という特性を有するマスターバッチが得られるアイソタクチックポリプロピレン型のポリマーを選択するようにした。

【0024】

このアイソタクチック性指数は、140℃を超える温度において、カミデラの報告 (Ken

10

20

30

40

50

Kamide and Keiko Yamaguchi, "Die Makromolekulare Chemie" (1972), Volume 162, p.222) に記載の融合エネルギー $40 \text{ J/g} \sim 138 \text{ J/g}$ を与える。

【0025】

それは、この結晶度パーセントすなわちアイソタクチック性指数が、本願を通じて、メトラートレド社 (Mettler-Toledo) からの DSC20 装置を用いる DSC 法 (示差走査熱量測定) 法と称される示差走査熱量測定法を用いることで測定され、その装置によって各ポリマーの融合エネルギーを測定することができ、指数 100% に相当する値 138 J/g と比較することで指数を測定することができる。この結晶度パーセントすなわちアイソタクチック性指数測定方法は、以下の本願の記載を通じて DSC 法と称する。

【0026】

さらに、このマスターバッチによって、現在のところ得ることが困難な特性である粒子の硬度を制御することが可能となる。

【0027】

本発明の他の特性および長所に関して、以下の説明を読むことで理解を深めることができる。

【0028】

言及しておくべき有用な点として、本願を通じて、「アイソタクチックポリプロピレン」とは、非常に低いパーセントで、不可避の、当業者には公知であるアタクチックポリマーまたはポリマー部分を有するアイソタクチックポリプロピレン類を指す。

【0029】

この非常に高い流動性を有するアイソタクチックポリプロピレン類はまた、従来の重合法によって製造される (EP0523717 または EP0600461)。

【0030】

当業者であれば、ラジカル型反応を用いた分解を受けるポリマーは、技術的均等物であると考えられることは明らかであろう。

【0031】

それらは、修正標準 NFT 51-620 に従って測定される流動性すなわち MFI (メルトフローインデックス) が 200 g/10 分 (温度 190°C 、負荷 10 kg 、ダイス 1.05 mm) であること、ならびに DSC 法によって測定される結晶度パーセントが約 30% 強であることを特徴とする。

【0032】

従って本発明の特徴の一つは、直接重合によって得られるこれらアイソタクチックポリプロピレン類の使用でもある。その方法によって、最終機械特性の低下ならびに製造を困難とする特性の変動の原因となる場合が多い再利用製造物または重合副生成物を回避できることから、それは重要または明瞭な利点を提供する。

【0033】

本発明の別の明瞭な利点は、当業者が高い自由度で、検討中の詳細な用途に必要な製造品を設計することができること、および/または既存の工業装置を考慮できることにある。この能力は、以下の説明で明らかなように、結晶性および硬度を調節しながら、本発明の利点を保持できる可能性によって得られるものである。

【0034】

(発明の開示)

従って本発明は、結合剤としてポリマーまたはポリマー混合物を用い、無機充填剤により熱可塑性材料を負荷するのに使用することができる、高濃度の無機材料を含むマスターバッチまたは無機充填剤の濃縮物の製造方法において、前記ポリマーまたはポリマー混合物が、

一流動性が非常に高い少なくとも 1 種類のアイソタクチックポリプロピレンを含み；
— 前述の DSC による測定で、約 20% 強、好ましくは 30%～90%、非常に好ましくは 50%～85% のアイソタクチック性指数と一般に称される結晶度パーセントを有することを特徴とする方法に関するものである。

10

20

30

40

50

【0035】

さらに使用される用語の理解を深めるため、アイソタクチック性ならびにアタクチックおよびシンジオタクチックポリマーに関係する定義について言及する。

【0036】

このアイソタクチック性は、オレフィン系ポリマーにおいて、分子の炭素骨格の一方の側に置換基が存在することを特徴とし、他方でアタクチックポリマーは両側にランダムな形で分布した置換基を有する。

【0037】

シンジオタクチックポリマーはその一部において、各側に交互に配列された置換基を有する。これらの考え方は当業者であれば十分に熟知しているものであるが、文献を挙げることができる (Organic Chemistry by Allinger-Cava-Johnson-DeJongh-Lebel-Stevens (Mc Graw-Hill) 25.4, Polymer Stereochemistry, Synthetic Polymers, Figure 25.1)。

10

【0038】

この分野での一般的な内容に関して、特に T_g (ガラス質転移温度) および T_m (融点) に関して、言及しておくべき論文がある (High Polymers Laboratory, Catholic University of Louvain, France, April 1990; Techniques de l'Ingenieur, Monographs, Polypropylenes, A 3 320)。

【0039】

ある好ましい実施形態によれば本発明は、前記ポリマーまたは前記ポリマー混合物の結晶度パーセントが、前述の DSC 法による測定で 50 ~ 85 %であることを特徴とする。

20

【0040】

ある好ましい実施形態によれば本発明は、修正標準 NF T 51-620 (190°C-10 kg-1.05 mm) に従って測定される MFI が 200 g/10 分以上である前記ポリマー結合剤またはポリマー混合物が、修正標準 NF T 51-620 (190°C-10 kg-1.05 mm) に従って測定される流動性指数 500 g/10 分強を有する。

【0041】

さらに別の特定の実施形態によれば本発明は、前記ポリマーがアイソタクチックポリプロピレンであることを特徴とする。

【0042】

さらに別の特定の実施形態によれば本発明は、少なくとも1種類のアイソタクチックポリプロピレンおよび少なくとも1種類の他の結晶性もしくは非晶質オレフィン系ポリマーの混合物を使用することを特徴とする。

30

【0043】

さらに別の特定の実施形態によれば本発明は、少なくとも1種類のアイソタクチックポリプロピレンおよび少なくとも1種類のポリエチレンの混合物を使用することを特徴とする。

【0044】

さらに別の特定の実施形態によれば本発明は、アイソタクチックポリプロピレンおよびポリエチレンなどの結晶性オレフィン系ポリマーの混合物を使用することを特徴とする。

【0045】

さらに別の特定の実施形態によれば本発明は、少なくとも1種類のアイソタクチックポリプロピレンおよび少なくとも1種類の非晶質もしくは実質的に非晶質のオレフィン系ポリマーまたはコポリマーもしくはターポリマーの混合物を使用することを特徴とする。言及しておくべき点として、「コポリマー」とは2種類、3種類または4種類のモノマーまたはそれ以上の種類のものから得られる同等に良好なポリマーを指し、ターポリマーは特定の場合のみを指す。「実質的に非晶質」とは、結晶度が非常に低く、ほぼ10%未満または5%未満のものを意味する。

40

【0046】

さらに別の特定の実施形態によれば本発明は、少なくとも1種類のアイソタクチックポリプロピレンおよび少なくとも1種類のアタクチックもしくは実質的にアタクチックのオレ

50

フィン系ポリマーもしくはコポリマーを使用することを特徴とする。

【0047】

特定の非限定的実施態様によれば、充填剤濃縮物、すなわち結合剤を形成するポリマーおよび使用可能であれば通常の添加剤の混合物の有機部分が、

—修正標準NFT 51-620に従って測定されたMFIが200 g/10分（温度190℃、負荷10 kg、ダイス1.05 mm）以上である非常に流動性の高いアイソタクチックポリプロピレン30%～100%；

—ポリプロピレン、ポリエチレンおよび通常は炭素原子数2～6個のエチレン系モノマー単独または混合物でのもにに基づいたポリマーおよびコポリマーなどの標準的な非晶質および／または結晶性ポリオレフィン類0～70%；

—当業者には公知の熱安定剤、抗酸化剤、抗UV剤、分散剤、潤滑剤、色素、可塑剤、帯電防止剤、難燃剤または核生成剤、例えばキュプロパッシブ（cupropassive）剤および他薬剤などの金属パッシベーション剤などの添加剤0～5%からなる。

【0048】

好ましい1実施形態によれば、直接重合によって製造されるアイソタクチックポリプロピレン類を用いる。

【0049】

本発明はさらに、前記方法によって得られるマスターバッチに関するものでもある。

【0050】

本発明によるマスターバッチは、無機充填剤含有量が80重量%強、好ましくは80.5%～95%、非常に好ましくは82%～93%であり；流動度すなわちMFIが標準NFT 51-620に従って測定される値で5 g/10分（190℃-5 kg-2.09 mm）以上、好ましくは8 g/10分（190℃-5 kg-2.09 mm）以上であること；ならびに結晶度パーセント（アイソタクチック性指数とも称される）が前述のDSC法による測定で約20%強、好ましくは30%～90%、非常に好ましくは50%～85%であることを特徴とする。

【0051】

さらに別の特定の実施形態によれば本発明は、前記無機充填剤が、特には各種チョーク類、方解石類および大理石類のような天然炭酸カルシウム類などの炭酸塩類、あるいは結晶化の各種段階で沈降する炭酸カルシウム類などの合成炭酸塩から選択されるか、あるいはドロマイト類などのマグネシウムおよびカルシウムの混合塩あるいは炭酸マグネシウム、炭酸亜鉛、石灰、マグネシア、特に重晶石のような硫酸バリウム、硫酸カルシウム、シリカ、タルクのようなケイ酸マグネシウム、珪灰石、クレイ類およびカオリン類などの他のケイ酸アルミニウム類、雲母、水酸化マグネシウム、酸化鉄類、酸化亜鉛などの金属もしくはアルカリ土類の酸化物もしくは水酸化物、ガラス繊維もしくは粉末、木材繊維もしくは粉末、無機もしくは有機顔料またはそれら化合物の混合物、特にはタルクおよび炭酸塩の混合物あるいはチタンおよび炭酸塩の混合物、無機物粉碎前後に得られる混合物から選択されることを特徴とする。

【0052】

これらの充填剤は場合によって使用前に、特にはセチル酸（cetylic acid）、ステアリン酸、ベヘン酸、これら酸とそのカルシウム塩もしくは亜鉛塩との混合物、リン酸塩、ホスホン酸塩、硫酸塩および有機スルホン酸塩などの1以上の薬剤で処理することができる。

【0053】

さらに詳細にはこれらの充填剤は、各種チョーク類、方解石類、大理石類のような天然炭酸カルシウム類などの処理済みまたは未処理の炭酸塩、あるいは沈降炭酸カルシウム類などの合成炭酸塩類、あるいはタルク、水酸化マグネシウム、重晶石、酸化チタン、珪灰石またはドロマイト類およびそれらの混合物から選択される。

【0054】

充填剤の性質の例は、例えば特許EP 0203017に詳細に記載されており、粒子の形状および径の例は、特許出願WO 95/17441に具体的に記載されていて、いずれ

10

20

30

40

50

にしても当業者には公知である。

【0055】

本発明はさらに、本発明による充填剤濃縮物の製造方法において、1以上の場合で、充填剤塊および本発明によるポリマーもしくはポリマー混合物の混合物を得ること、ならびに前記濃縮物が80重量%強、特には80%~95%、非常に好ましくは82%~93%の充填剤を含有することができることを特徴とする方法に関するものでもある。

【0056】

本発明はさらに、無機充填剤によって負荷される熱可塑性材料の製造方法において、前記熱可塑性材料を、本発明に従って製造される充填剤濃縮物とも称されるマスターバッチと混合することを特徴とする方法に関するものでもある。

10

【0057】

本発明によるマスターバッチとともに使用されるこれらの熱可塑性材料は、低密度ポリエチレン類、直鎖もしくは分岐または高密度のポリエチレン類、ホモポリマーもしくはコポリマーのポリプロピレン類、ポリイソブチレン類およびモノマーであるエチレン、プロピレンもしくはイソブチレンのうちの少なくとも2種類の重合時に得られるコポリマー類、無水マレイン酸グラフトポリオレフィン類などのグラフトまたは例えばハロゲン化ポリオレフィン類などの強重合によって変性されたポリオレフィン類、EPDM（エチレン、プロピレン、ジエン、モノマー）変性ポリプロピレン類、SEBS（スチレン、エチレン、ブチレン、スチレン）変性ポリプロピレン類または上記ポリマーおよびコポリマーの少なくとも2種類の混合物、または天然もしくは合成のゴム類もしくはエラストマー類および熱可塑性EPDMもしくはSEBSから選択される。

20

【0058】

最終用途に用いられる当業者に公知の通常の添加剤を、本方法に従って組み込むことができる。

【0059】

本発明は最後に、工業製品、特には成形工業製品の製造用の、恐らくは凝集物または顆粒の形態での上記マスターバッチの使用、ならびに得られる成形品に関するものである。

【0060】

上記マスターバッチの変形方法も押出、特にはフィルム、微孔性フィルム、鞘もしくはチューブまたはプロファイル断面の押出；押出ブロー成形；帯片もしくはシートの押出；または紙もしくは金属ホイル上での押出コーティングであることができ、あるいは熱成形、射出成形、カレンダー加工、ワイヤーおよびケーブルの製造ならびに当業者には公知の他の方法であることもできる。

30

【0061】

（発明を実施するための最良の形態）

以下の実施例によって本発明の範囲および対象に関してさらに説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

【0062】

実施例1

40

本実施例は、80%以上の充填剤含有率を有し；高い流動性すなわち修正標準NFT51-620による測定で5g/10分以上（190℃-5kg-2.09mm）のMFIを有し；前述のDSC法による測定で約20%、好ましくは30%~90%、非常に好ましくは50%~85%の結晶度パーセント（アイソタクチック性指数とも称される）を有するアイソタクチックポリプロピレン型の少なくとも1種類のポリマーを含むマスターバッチを得ることを可能とする、本発明によるポリマーの選択実施に関するものである。

【0063】

それに関して試験1~15の各試験において、選択された樹脂と負荷物および同時に添加される各種の他の添加剤とを、混合速度76回/分および温度180℃で混合することで、ギタード（Guittard；商標）型のZ-アーム（Z-arm）混合物で、充填剤濃縮物600

50

gを製造した。

【0064】

45分間（試験1を除く）でマスターバッチを製造してから、標準NFT51-620に従って、すなわち温度190℃、スラスト重量5kgおよびダイス直径2.09mmでツウィック（商標）4105プラストマーを用いることで、流動性、すなわち各種試験での流動性指数（MFI）を測定した。

【0065】

試験1

本試験は先行技術について説明するものであり、下記のものを含む組成物中で低流動性アイソタクチックコポリマーを用いている。

10

【0066】

－ステアリン酸処理した平均径2μmのチョーク（Champagne chalk）80.5重量％；
－MFIが9.3g/10分（190℃、10kg、1.05mm）であり、アプリル社（Appryl）が3120MNの名称で販売している非流動性アイソタクチックポリプロピレン19.5重量％。

【0067】

75分間混合後、凝集塊および粉末の不均一組成物が得られた。流動度を測定することはできなかった。

【0068】

試験2

20

この試験は先行技術について説明するものであり、下記のものを含む組成物中で非晶質ポリマーを用いている。

【0069】

－平均径2μmのチョーク（Champagne chalk）88.0重量％；
－MFIが1150g/10分（190℃、10kg、1.05mm）強であり、デグッサーヒュルス社（Degussa-Huls）がベストプラスト（Vestoplast；商標）の名称で販売しているオレフィン系コポリマー11.2重量％；
－コアテックス社（Coatex）がコアテックスDopp-18の名称で販売しているリン酸脂肪族アルコール型の分散剤0.8重量％。

【0070】

30

得られたMFIは、上記条件下での測定で21.0g/10分の値である。

【0071】

試験3

この試験は先行技術について説明するものであり、下記のものを含む組成物中で非晶質ポリマーを用いている。

【0072】

－ステアリン酸処理し、平均径2μmのチョーク（Champagne chalk）87.5重量％；
－MFIが1150g/10分（190℃、10kg、1.05mm）強であり、アルファミン社（Alphamin）がアルファミン（商標）STH-Lの名称で販売しているアイソタクチックポリプロピレンの精製から生じるアタクチックポリプロピレン12.5重量％。

40

【0073】

得られたMFIは、上記条件下で測定して、使用したアタクチックポリプロピレンのバッチに応じて120g/10分～400g/10分の範囲の値である。

【0074】

試験4

この試験は先行技術について説明するものであり、下記のものを含む組成物中で非晶質ポリマーを用いている。

【0075】

－ステアリン酸処理し、平均径2μmのチョーク（Champagne chalk）87.5重量％；
－ハンツマン社（Huntsman）がレックスフレックス（Rexflex；商標）WL125の名称

50

で販売している、MFIが450 g/10分(190℃、10 kg、1.05 mm)である非晶質ポリプロピレン12.5重量%。

【0076】

得られたMFIは、上記条件下で測定して10.0 g/10分の値である。

【0077】

試験5

この試験は本発明について説明するものであり、下記のものを含む組成物を用いている。

【0078】

—ステアリン酸処理し、平均径2 μmのチョーク(Champagne chalk) 87.5重量%；
—モンテル社(Montell)が販売しているバルテック(Valtec) HH442H(商標) 24.8重量%およびMFI値が757 g/10分(温度190℃、負荷10 kg、ダイス1.05 mm)のアイソタクチックポリプロピレン75.2重量%の混合物の、300℃で15分間にわたる過酸化物分解によって得られるMFI値970 g/10分(温度190℃、負荷10 kg、ダイス1.05 mm)のアイソタクチックポリマー12.45重量%；

—チバガイギー社(Ciba-Geigy)がイルガノックス(Irganox；商標) 1010の名称で販売している熱安定剤0.05重量%。

【0079】

得られたMFIは、上記条件下で測定して23.0 g/10分の値である。

【0080】

試験6

この試験は本発明について説明するものであり、下記のものを含む組成物を用いている。

【0081】

—ステアリン酸処理し、平均径2 μmのチョーク(Champagne chalk) 87.5重量%；
—モンテル社が販売しているバルテックHH442H(商標) 50重量%およびMFI値が757 g/10分(温度190℃、負荷10 kg、ダイス1.05 mm)のアイソタクチックポリプロピレン50重量%の混合物の、300℃で15分間にわたる過酸化物分解によって得られるMFI値1150 g/10分(温度190℃、負荷10 kg、ダイス1.05 mm)のアイソタクチックポリマー12.45重量%；

—チバガイギー社がイルガノックス(商標) 1010の名称で販売している熱安定剤0.05重量%。

【0082】

得られたMFIは、上記条件下で測定して30.0 g/10分の値である。

【0083】

試験7

この試験は本発明について説明するものであり、下記のものを含む組成物を用いている。

【0084】

—ステアリン酸処理し、平均径2 μmのチョーク(Champagne chalk) 87.5重量%；
—MFI値が535 g/10分(温度190℃、負荷10 kg、ダイス1.05 mm)のアイソタクチックポリプロピレン12.45重量%；

—チバガイギー社がイルガノックス(商標) 1010の名称で販売している熱安定剤0.05重量%。

【0085】

得られたMFIは、上記条件下で測定して11.5 g/10分の値である。

【0086】

試験8

この試験は本発明について説明するものであり、下記のものを含む組成物を用いている。

【0087】

—ステアリン酸—ステアリン酸カルシウム処理し、平均径2 μmのチョーク(Champagne chalk) 87.5重量%；

—MFI値が632 g/10分（温度190℃、負荷10 kg、ダイス1.05 mm）の
アイソタクチックポリプロピレン12.45重量%；

—チバガイギー社がイルガノックス（商標）1010の名称で販売している熱安定剤0.05重量%。

【0088】

得られたMFIは、上記条件下で測定して16.4 g/10分の値である。

【0089】

試験9

この試験は本発明について説明するものであり、下記のものを含む組成物を用いている。

【0090】

—ステアリン酸処理し、平均径2 μmのチョーク（Champagne chalk）87.5重量%；

—MFI値が757 g/10分（温度190℃、負荷10 kg、ダイス1.05 mm）の
アイソタクチックポリプロピレン12.45重量%；

—チバガイギー社がイルガノックス（商標）1010の名称で販売している熱安定剤0.05重量%。

【0091】

得られたMFIは、上記条件下で測定して18.0 g/10分の値である。

【0092】

試験10

この試験は本発明について説明するものであり、下記のものを含む組成物を用いている。

【0093】

—ステアリン酸処理し、平均径2 μmのチョーク（Champagne chalk）87.5重量%；

—MFI値が757 g/10分（温度190℃、負荷10 kg、ダイス1.05 mm）の
アイソタクチックポリプロピレン11.55重量%；

—コアテックス社がコアテックスDopp-18の名称で販売しているリン酸脂肪族アルコール型の分散剤0.90重量%；

—チバガイギー社がイルガノックス（商標）1010の名称で販売している熱安定剤0.05重量%。

【0094】

得られたMFIは、上記条件下で測定して32.0 g/10分の値である。

【0095】

試験11

この試験は本発明について説明するものであり、下記のものを含む組成物を用いている。

【0096】

—ステアリン酸処理し、平均径2 μmのチョーク（Champagne chalk）87.5重量%；

—MFI値が757 g/10分（温度190℃、負荷10 kg、ダイス1.05 mm）の
アイソタクチックポリプロピレン11.55重量%；

—コアテックス社がコアテックスDopp-18の名称で販売しているリン酸脂肪族アルコール型の分散剤0.45重量%；

—ステアリン酸亜鉛0.45重量%；

—チバガイギー社がイルガノックス（商標）1010の名称で販売している熱安定剤0.05重量%。

【0097】

得られたMFIは、上記条件下で測定して19.0 g/10分の値である。

【0098】

試験12

この試験は本発明について説明するものであり、下記のものを含む組成物を用いている。

【0099】

—ステアリン酸処理し、平均径2 μmのチョーク（Champagne chalk）87.5重量%；

—MFI値が840 g/10分（温度190℃、負荷10 kg、ダイス1.05 mm）の

10

20

30

40

50

アイソタクチックポリプロピレン 10.00 重量% ;
ーポリメリヨーロッパ (Polimeri Europa) がリブレン (Riblene ; 商標) MV 10 の名称
で販売している低密度ポリエチレン 2.45 重量% ;
ーチバガイギー社がイルガノックス (商標) 1010 の名称で販売している熱安定剤 0.
05 重量%。

【0100】

得られた MFI は、上記条件下で測定して 26.2 g / 10 分の値である。

【0101】

試験 13

この試験は本発明について説明するものであり、下記のものを含む組成物を用いている。

10

【0102】

ーステアリン酸処理し、平均径 2 μ m のチョーク (Champagne chalk) 87.5 重量% ;
ーアルドリッチ社 (Aldrich) がアルドリッチ 800 の名称で販売している MFI 値が 2
95 g / 10 分 (温度 190 °C、負荷 10 kg、ダイス 1.05 mm) のアイソタクチック
ポリプロピレン 12.45 重量% ;
ーチバガイギー社がイルガノックス (商標) 1010 の名称で販売している熱安定剤 0.
05 重量%。

【0103】

得られた MFI は、上記条件下で測定して 8.4 g / 10 分の値である。

【0104】

20

試験 14

この試験は本発明について説明するものであり、下記のものを含む組成物を用いている。

【0105】

ーステアリン酸処理し、平均径 2 μ m のチョーク (Champagne chalk) 87.5 重量% ;
ーMFI 値が 1038 g / 10 分 (温度 190 °C、負荷 10 kg、ダイス 1.05 mm)
のアイソタクチックポリプロピレン 12.45 重量% ;
ーチバガイギー社がイルガノックス (商標) 1010 の名称で販売している熱安定剤 0.
05 重量%。

【0106】

得られた MFI は、上記条件下で測定して 25.2 g / 10 分の値である。

30

【0107】

試験 15

この試験は本発明について説明するものであり、下記のものを含む組成物を用いている。

【0108】

ーステアリン酸処理し、平均径 2 μ m のチョーク (Champagne chalk) 87.5 重量% ;
ーMFI 値が 200 g / 10 分 (温度 190 °C、負荷 10 kg、ダイス 1.05 mm) の
アイソタクチックポリプロピレン 12.45 重量% ;
ーチバガイギー社がイルガノックス (商標) 1010 の名称で販売している熱安定剤 0.
05 重量%。

【0109】

40

得られた MFI は、上記条件下で測定して 5.0 g / 10 分の値である。

【0110】

これらの全ての試験および流動性測定を行ってから、上記 DSC 法によるアイソタクチック
性指数を測定する。

【0111】

得られた各種結果を以下の表 1 に示してある。

【0112】

【表 1】

表 1

試験 番号	マスターバ ッチ中の無 機充填剤の 重量%	マスターバ ッチ中のアイソ タクチックポ リプロピレン の重量%	アイソタクチックポリプロ ピレンのMFI (g/10分) (190°C/10kg/1.05mm)	マスターバッチのMFI (g/10分) (190°C/5kg/2.09mm)	流体アイソタクチックポリ マーの結晶度%または アイソタクチック指数
先行技術	1 80.5	19.5	9.3	測定不能	53.2
先行技術	2 88.0	0	—	21.0	0
先行技術	3 87.5	0	—	120-400	0
先行技術	4 87.5	0	450	10.0	11.4
本発明	5 87.5	12.45	970	23.0	68.0
本発明	6 87.5	12.45	1150	30.0	74.6
本発明	7 87.5	12.45	535	11.5	68.2
本発明	8 87.5	12.45	632	16.4	43.5
本発明	9 87.5	12.45	757	18.0	65.0
本発明	10 87.5	11.55	757	32.0	65.0
本発明	11 87.5	11.55	757	19.0	65.0
本発明	12 87.5	10.0	840	26.2	61.6
本発明	13 87.5	12.45	295	8.4	68.5
本発明	14 87.5	12.45	1038	25.2	77.4
本発明	15 87.5	12.45	200	5.0	74.2

【0113】

表1を見れば、MFI値が修正標準NFT51-620による測定で200g/10分以上(190°C-5kg-1.05mm)、好ましくは修正標準NFT51-620による測定で500g/10分以上(190°C-5kg-1.05mm)強という高い流動性；結晶度が約20%、好ましくは30%~90%、非常に好ましくは50%~85%であるアイソタクチックポリプロピレンを選択することで、80%以上の充填剤含有

10

20

30

40

50

率を有し；高い流動性すなわち修正標準NFT51-620による測定で5 g / 10分以上（190℃-5 kg-2.09 mm）のMFIを有し；前述のDSC法による測定で約20%、好ましくは30%~90%、非常に好ましくは50%~85%の結晶度パーセント（アイソタクチック性指数とも称される）を有するアイソタクチックポリプロピレン型の少なくとも1種類のポリマーを含むマスターバッチを得ることが可能となることがわかる。

【0114】

実施例2

本実施例は、80%以上の充填剤含有率を有し；高い流動性すなわち修正標準NFT51-620による測定で5 g / 10分以上（190℃-5 kg-2.09 mm）のMFIを有し；前述のDSC法による測定で約20%、好ましくは30%~90%、非常に好ましくは50%~85%の結晶度パーセント（アイソタクチック性指数とも称される）を有するアイソタクチックポリプロピレン型の少なくとも1種類のポリマーを含むマスターバッチを得ることを可能とする、本発明による各種無機充填剤の使用に関するものである。

【0115】

それに関して試験16~24の各試験において、選択された樹脂と前記充填剤および同時に添加される各種の他の添加剤とを、混合速度76回/分および温度180℃で混合することで、ギタード（Guittard；商標）型のZ-アーム（Z-arm）混合物で、充填剤濃縮物600 gを製造した。

【0116】

45分間でマスターバッチを製造してから、標準NFT51-620に従って、すなわち温度190℃、スラスト重量5 kgおよびダイス直径2.09 mmでツウィック（商標）4105プラストマーを用いることで、流動性、すなわち各種試験での流動性指数（MFI）を測定した。

【0117】

試験16

この試験は本発明について説明するものであり、下記のものを含む組成物を用いている。

【0118】

－ステアリン酸処理し、平均径2 μmのチョーク（Champagne chalk）41.5重量%；
－粒子の41%が5 μm未満の直径を有するような粒度測定値を有するタルク41.5重量%；
－MFI値が840 g / 10分（温度190℃、負荷10 kg、ダイス1.05 mm）のアイソタクチックポリプロピレン15.9重量%；
－ステアリン酸亜鉛1.0重量%；
－チバガイギー社がイルガノックス（商標）1010の名称で販売している熱安定剤0.1重量%。

【0119】

得られたMFIは、上記条件下で測定して10.6 g / 10分の値である。

【0120】

試験17

この試験は本発明について説明するものであり、下記のものを含む組成物を用いている。

【0121】

－ステアリン酸処理し、平均径2 μmのチョーク（Champagne chalk）64.25重量%；
－粒子の41%が5 μm未満の直径を有するような粒度測定値を有するタルク21.25重量%；
－MFI値が840 g / 10分（温度190℃、負荷10 kg、ダイス1.05 mm）のアイソタクチックポリプロピレン13.9重量%；
－コアテックス社がコアテックスDopp-18の名称で販売しているリン酸脂肪族アルコール型の分散剤0.50重量%；

ーチバガイギー社がイルガノックス（商標）1010の名称で販売している熱安定剤0.1重量%。

【0122】

得られたMFIは、上記条件下で測定して20.7g/10分の値である。

【0123】

試験18

この試験は本発明について説明するものであり、下記のものを含む組成物を用いている。

【0124】

ーステアリン酸処理し、平均径2μmのチョーク（Champagne chalk）75.0重量%；
ー平均粒径1.4～1.8μmの市販水酸化マグネシウム13.0重量%；
ーMFI値が840g/10分（温度190℃、負荷10kg、ダイス1.05mm）の
アイソタクチックポリプロピレン8.9重量%およびモンテル社がモブレン（Moplen；商
標）EP-N31MAの名称で販売しているポリプロピレンコポリマーグレード100
2.0重量%；
ーアライドシグナル社（Allied Signal）がPEAC6の番号で販売しているロウ1.0
重量%；
ーチバガイギー社がイルガノックス（商標）1010の名称で販売している熱安定剤0.1重量%。

10

【0125】

得られたMFIは、上記条件下で測定して14.5g/10分の値である。

20

【0126】

試験19

この試験は本発明について説明するものであり、下記のものを含む組成物を用いている。

【0127】

ー平均粒径1.8μmの方解石87.0重量%；
ーMFI値が840g/10分（温度190℃、負荷10kg、ダイス1.05mm）の
アイソタクチックポリプロピレン9.9重量%およびモンテル社がモブレン（商標）EP
-N31MAの名称で販売しているポリプロピレンコポリマーグレード100 1.5重
量%；
ーステアリン酸亜鉛1.5重量%；
ーチバガイギー社がイルガノックス（商標）1010の名称で販売している熱安定剤0.1重量%。

30

【0128】

得られたMFIは、上記条件下で測定して10.8g/10分の値である。

【0129】

試験20

この試験は本発明について説明するものであり、下記のものを含む組成物を用いている。

【0130】

ーステアリン酸処理し、平均径2μmのチョーク（Champagne chalk）41.0重量%；
ー平均粒径3μmのドロマイト41.0重量%；
ーMFI値が238g/10分（温度190℃、負荷10kg、ダイス1.05mm）の
アイソタクチックポリプロピレン17.9重量%；
ーチバガイギー社がイルガノックス（商標）1010の名称で販売している熱安定剤0.1重量%。

40

【0131】

得られたMFIは、上記条件下で測定して95.5g/10分の値である。

【0132】

試験21

この試験は本発明について説明するものであり、下記のものを含む組成物を用いている。

【0133】

50

- ー平均粒径 5 μm の大理石 81.0 重量%；
- ーシェファー・カルク社 (Schafer-Kalk) はプレカルブ (Precarb；商標) 400 の名称で販売している沈降炭酸カルシウム 5.0 重量%；
- ーMFI 値が 757 g/10 分 (温度 190℃、負荷 10 kg、ダイス 1.05 mm) のアイソタクチックポリプロピレン 10.6 重量%およびポリメリヨーロッパがリブレン (商標) MV10 の名称で販売している低密度ポリエチレン 2.0 重量%；
- ーコアテックス社がコアテックス Dopp-18 の名称で販売しているリン酸脂肪族アルコール型の分散剤 0.5 重量%；
- ーステアリン酸亜鉛 0.8 重量%；
- ーチバガイギー社がイルガノックス (商標) 1010 の名称で販売している熱安定剤 0.1 重量%。

10

【0134】

得られた MFI は、上記条件下で測定して 48.2 g/10 分の値である。

【0135】

試験 2.2

この試験は本発明について説明するものであり、下記のものを含む組成物を用いている。

【0136】

- ー単にステアリン酸処理し、平均径 2 μm のチョーク (Champagne chalk) 32.8 重量%；
- ー平均粒径 5 μm の重晶石 60.2 重量%；
- ーMFI 値が 757 g/10 分 (温度 190℃、負荷 10 kg、ダイス 1.05 mm) のアイソタクチックポリプロピレン 4.6 重量%およびモンテル社がモブレン (商標) EP-N31MA の名称で販売しているポリプロピレンコポリマーグレード 100 0.5 重量%；
- ーコアテックス社がコアテックス Dopp-18 の名称で販売しているリン酸脂肪族アルコール型の分散剤 0.9 重量%；
- ーステアリン酸亜鉛 0.9 重量%；
- ーチバガイギー社がイルガノックス (商標) 1010 の名称で販売している熱安定剤 0.1 重量%。

20

【0137】

得られた MFI は、上記条件下で測定して 26.0 g/10 分の値である。

30

【0138】

試験 2.3

この試験は本発明について説明するものであり、下記のものを含む組成物を用いている。

【0139】

- ー単にステアリン酸処理し、平均径 2 μm のチョーク (Champagne chalk) 42.0 重量%；
- ーRL90 の名称で販売されている処理酸化チタン (ルチル) 43.0 重量%；
- ーMFI 値が 757 g/10 分 (温度 190℃、負荷 10 kg、ダイス 1.05 mm) のアイソタクチックポリプロピレン 7.3 重量%およびポリメリヨーロッパがリブレン (商標) MV10 の名称で販売している低密度ポリエチレン 6.7 重量%；
- ーステアリン酸亜鉛 0.9 重量%；
- ーチバガイギー社がイルガノックス (商標) 1010 の名称で販売している熱安定剤 0.1 重量%。

40

【0140】

得られた MFI は、上記条件下で測定して 149.0 g/10 分の値である。

【0141】

試験 2.4

この試験は本発明について説明するものであり、下記のものを含む組成物を用いている。

【0142】

50

- －単にステアリン酸処理し、平均径 $2\ \mu\text{m}$ のチョーク (Champagne chalk) 19.2 重量 % ;
- －平均粒径 $5\ \mu\text{m}$ の重晶石 60.5 重量 % ;
- －MFI 値が $757\ \text{g}/10\ \text{分}$ (温度 190°C 、負荷 $10\ \text{kg}$ 、ダイス $1.05\ \text{mm}$) のアイソタクチックポリプロピレン 6.1 重量 % およびモンテル社がモブレン (商標) EP-N31MA の名称で販売しているポリプロピレンコポリマーグレード 100 1.7 重量 % ;
- －ステアリン酸亜鉛 0.9 重量 % ;
- －チバガイギー社がイルガノックス (商標) 1010 の名称で販売している熱安定剤 0.1 重量 %。

10

【0143】

得られた MFI は、上記条件下で測定して $146.0\ \text{g}/10\ \text{分}$ の値である。

【0144】

試験 25

この試験は本発明について説明するものであり、下記のものを含む組成物を用いている。

【0145】

- －単にステアリン酸処理し、平均径 $2\ \mu\text{m}$ のチョーク (Champagne chalk) 75.0 重量 % ;
- －アクリル系分散剤を含まず、平均粒径が $1\ \mu\text{m}$ であるシャンパーニュ (Champagne) からの未処理チョークの 62.2 % (乾燥重) 水溶液 12.0 乾燥重量 % ;
- －MFI 値が $840\ \text{g}/10\ \text{分}$ (温度 190°C 、負荷 $10\ \text{kg}$ 、ダイス $1.05\ \text{mm}$) のアイソタクチックポリプロピレン 13.0 乾燥重量 %。

20

【0146】

得られた MFI は、上記条件下で測定して $12.0\ \text{g}/10\ \text{分}$ の値である。

【0147】

得られた各種結果を以下の表 2 に示してある。

【0148】

【表 2】

表 2

試験 番号	無機充填剤の 種類	マスターバッチ中 の無機充填剤の 重量%	マスターバッチ 中のアイソ タクチックポ リプロピレン の重量%	アイソタクチック ポリプロピレンの MFI (g/10分) (190°C/10kg/ 1.05mm)	アイソタクチック ポリプロピレンの MFI (g/10分) (190°C/5kg/ 2.09mm)	流体アイソタクチック ポリマーの結晶 度%またはアイソタ クチック指数
本発明 16	チョークータルク	41.5-41.5	15.9	840	10.6	61.6
本発明 17	チョークータルク	64.25-21.25	13.9	840	20.7	61.6
本発明 18	チョークー水酸 化マグネシウム	75.0-13.0	8.9	840	14.5	61.6
本発明 19	方解石	87.0	9.9	840	10.8	61.6
本発明 20	チョークードロ マイト	41.0-41.0	17.9	238	95.5	35.0
本発明 21	大理石-沈降炭 酸カルシウム	81.5-5.0	10.6	757	48.2	65.0
本発明 22	チョークー重晶石	32.8-60.2	4.6	757	26.0	65.0
本発明 23	チョークー酸化 チタン	42.0-43.0	7.3	757	149.0	65.0
本発明 24	チョークー重晶石 珪灰石	19.2-60.5- 11.5	6.1	757	146.0	65.0
本発明 25	チョーク	87.0	13.0	840	12.0	61.6

【0149】

表2を見れば、MFI値が修正標準NFT51-620による測定で200g/10分以上(190°C-5kg-1.05mm)、好ましくは修正標準NFT51-620による測定で500g/10分以上(190°C-5kg-1.05mm)強という高い流動性；結晶度が約20%、好ましくは30%~90%、非常に好ましくは50%~85%であるアイソタクチックポリプロピレンを使用することで、各種無機充填剤を含み、

10

20

30

40

50

80%以上の充填剤含有率を有し；高い流動性すなわち修正標準NFT51-620による測定で5g/10分以上（190℃-5kg-2.09mm）のMFIを有し；前述のDSC法による測定で約20%、好ましくは30%~90%、非常に好ましくは50%~85%の結晶度パーセント（アイソタクチック性指数とも称される）を有するアイソタクチックポリプロピレン型の少なくとも1種類のポリマーを含むマスターバッチを得ることが可能となることわかる。

【0150】

さらに、高流動性アイソタクチックポリプロピレンと1以上のポリマーをカップリングさせることで、

ー各種性質の充填剤との混合物を製造するための充填剤濃縮物であって、顕著には粒度分析値など互いに非常に異なる特性を有するものの流動性を調節することで、製剤を当該方法に適合させることができ、

ー充填剤濃縮物の、それを分散させる媒体との適合性を向上させることができ、

ーコストの低い製剤を得ることができ、

ー濃縮物の硬度を調節することができるということが出来る。

【0151】

実施例3

本実施例は、各種ポリオレフィン中でのマスターバッチの再分散に関するものである。

【0152】

それを行うため、試験26~53の各試験に関して、厚さ3mmの帯片を、スクリー直径Dが25mmであり長さが15Dである東レの単軸押出機により、平ダイス（ダイスは長さ16mm、高さ2.5mmのもの）で押し出す。スクリーの回転速度は50回/分であり、圧縮率は3であり、押出温度はポリエチレンで170℃であり、ポリプロピレンコポリマーもしくはホモポリマーで210℃である。

【0153】

基準としての生再分散ポリオレフィンならびに同ポリオレフィンと試験対象の本発明によるマスターバッチからなる混合物を押出機に連続的に送り込むことによってこの押出を行うことで、総重量に関して20重量%の充填剤を組み込む。

【0154】

各分散液の倍率50倍での両眼拡大鏡下での検査により、肉眼観察での見かけの分散度を1~6（分散なしが1であり、非常に良好な分散（すなわち、分解ポリオレフィンに相当する黒色スポットと充填剤に相当する白色スポットがない）が6である）で記録することが可能となった。

【0155】

結果は以下の通りである。

【0156】

試験26

この試験は本発明を説明するものであり、試験5の本発明によるマスターバッチとモンテル社がモンテル（商標）TM1600Kの名称で販売しているポリプロピレンホモポリマー樹脂を用いている。

【0157】

この分散液の評点は6である。

【0158】

試験27

この試験は本発明を説明するものであり、試験6の本発明によるマスターバッチとモンテル社がモンテル（商標）TM1600Kの名称で販売しているポリプロピレンホモポリマー樹脂を用いている。

【0159】

この分散液の評点は6である。

【0160】

試験 2 8

この試験は本発明を説明するものであり、試験 7 の本発明によるマスターバッチとモンテル社がモンテル（商標）TM 1 6 0 0 K の名称で販売しているポリプロピレンホモポリマー樹脂を用いている。

【0 1 6 1】

この分散液の評点は 6 である。

【0 1 6 2】

試験 2 9

この試験は本発明を説明するものであり、試験 8 の本発明によるマスターバッチとモンテル社がモンテル（商標）TM 1 6 0 0 K の名称で販売しているポリプロピレンホモポリマー樹脂を用いている。

10

【0 1 6 3】

この分散液の評点は 6 である。

【0 1 6 4】

試験 3 0

この試験は本発明を説明するものであり、試験 9 の本発明によるマスターバッチとモンテル社がモンテル（商標）TM 1 6 0 0 K の名称で販売しているポリプロピレンホモポリマー樹脂を用いている。

【0 1 6 5】

この分散液の評点は 6 である。

20

【0 1 6 6】

試験 3 1

この試験は本発明を説明するものであり、試験 1 0 の本発明によるマスターバッチとモンテル社がモンテル（商標）TM 1 6 0 0 K の名称で販売しているポリプロピレンホモポリマー樹脂を用いている。

【0 1 6 7】

この分散液の評点は 6 である。

【0 1 6 8】

試験 3 2

この試験は本発明を説明するものであり、試験 1 1 の本発明によるマスターバッチとモンテル社がモンテル（商標）TM 1 6 0 0 K の名称で販売しているポリプロピレンホモポリマー樹脂を用いている。

30

【0 1 6 9】

この分散液の評点は 6 である。

【0 1 7 0】

試験 3 3

この試験は本発明を説明するものであり、試験 1 2 の本発明によるマスターバッチとモンテル社がモンテル（商標）TM 1 6 0 0 K の名称で販売しているポリプロピレンホモポリマー樹脂を用いている。

【0 1 7 1】

この分散液の評点は 6 である。

40

【0 1 7 2】

試験 3 4

この試験は本発明を説明するものであり、試験 1 3 の本発明によるマスターバッチとモンテル社がモンテル（商標）TM 1 6 0 0 K の名称で販売しているポリプロピレンホモポリマー樹脂を用いている。

【0 1 7 3】

この分散液の評点は 6 である。

【0 1 7 4】

試験 3 5

50

この試験は本発明を説明するものであり、試験 1 4 の本発明によるマスターバッチとモンテル社がモンテル（商標）TM 1 6 0 0 K の名称で販売しているポリプロピレンホモポリマー樹脂を用いている。

【0 1 7 5】

この分散液の評点は 6 である。

【0 1 7 6】

試験 3 6

この試験は本発明を説明するものであり、試験 1 5 の本発明によるマスターバッチとモンテル社がモンテル（商標）TM 1 6 0 0 K の名称で販売しているポリプロピレンホモポリマー樹脂を用いている。

10

【0 1 7 7】

この分散液の評点は 6 である。

【0 1 7 8】

試験 3 7

この試験は本発明を説明するものであり、試験 1 6 の本発明によるマスターバッチとモンテル社がモンテル（商標）TM 1 6 0 0 K の名称で販売しているポリプロピレンホモポリマー樹脂を用いている。

【0 1 7 9】

この分散液の評点は 6 である。

【0 1 8 0】

20

試験 3 8

この試験は本発明を説明するものであり、試験 1 7 の本発明によるマスターバッチとモンテル社がモンテル（商標）TM 1 6 0 0 K の名称で販売しているポリプロピレンホモポリマー樹脂を用いている。

【0 1 8 1】

この分散液の評点は 6 である。

【0 1 8 2】

試験 3 9

この試験は本発明を説明するものであり、試験 1 8 の本発明によるマスターバッチとモンテル社がモンテル（商標）TM 1 6 0 0 K の名称で販売しているポリプロピレンホモポリマー樹脂を用いている。

30

【0 1 8 3】

この分散液の評点は 6 である。

【0 1 8 4】

試験 4 0

この試験は本発明を説明するものであり、試験 1 9 の本発明によるマスターバッチとモンテル社がモンテル（商標）TM 1 6 0 0 K の名称で販売しているポリプロピレンホモポリマー樹脂を用いている。

【0 1 8 5】

この分散液の評点は 6 である。

【0 1 8 6】

40

試験 4 1

この試験は本発明を説明するものであり、試験 2 0 の本発明によるマスターバッチとモンテル社がモンテル（商標）TM 1 6 0 0 K の名称で販売しているポリプロピレンホモポリマー樹脂を用いている。

【0 1 8 7】

この分散液の評点は 6 である。

【0 1 8 8】

試験 4 2

この試験は本発明を説明するものであり、試験 2 1 の本発明によるマスターバッチとモン

50

テル社がモンテル（商標）TM1600Kの名称で販売しているポリプロピレンホモポリマー樹脂を用いている。

【0189】

この分散液の評点は6である。

【0190】

試験43

この試験は本発明を説明するものであり、試験22の本発明によるマスターバッチとモンテル社がモンテル（商標）TM1600Kの名称で販売しているポリプロピレンホモポリマー樹脂を用いている。

【0191】

10

この分散液の評点は6である。

【0192】

試験44

この試験は本発明を説明するものであり、試験23の本発明によるマスターバッチとモンテル社がモンテル（商標）TM1600Kの名称で販売しているポリプロピレンホモポリマー樹脂を用いている。

【0193】

この分散液の評点は6である。

【0194】

試験45

20

この試験は本発明を説明するものであり、試験24の本発明によるマスターバッチとモンテル社がモンテル（商標）TM1600Kの名称で販売しているポリプロピレンホモポリマー樹脂を用いている。

【0195】

この分散液の評点は6である。

【0196】

試験46

この試験は本発明を説明するものであり、アプ ril社がアプ ril（商標）3120MN1の名称で販売しているポリプロピレンコポリマー樹脂および下記のものを含む本発明による組成物を用いる。

30

【0197】

－ステアリン酸処理し、平均径2 μ mのチョーク（Champagne chalk）8.7重量%；

－ハンツマン社がレックスフレックス（商標）WL125の名称で販売している、MFIが450g/10分（190℃、10kg、1.05mm）である非晶質ポリプロピレン9.1重量%；

－MFIが840g/10分（190℃、10kg、1.05mm）であるアイソタクチックポリプロピレン3.9重量%。

【0198】

この分散液の評点は6である。

【0199】

40

試験47

この試験は本発明を説明するものであり、試験14の本発明によるマスターバッチとアプ ril社がアプ ril（商標）3120MN1の名称で販売しているポリプロピレンコポリマー樹脂を用いている。

【0200】

この分散液の評点は6である。

【0201】

試験48

この試験は本発明を説明するものであり、試験14の本発明によるマスターバッチとプリュスシュタウファー社（Pluss-Staufer）がホスタレン（Hostalen；商標）GD7725

50

の名称で販売している高密度ポリプロピレン樹脂を用いている。

【0202】

この分散液の評点は6である。

【0203】

試験49

この試験は本発明を説明するものであり、試験12の本発明によるマスターバッチとプリュスシュタウファー社がホスタレン（商標）GD7725の名称で販売している高密度ポリプロピレン樹脂を用いている。

【0204】

この分散液の評点は6である。

【0205】

試験50

この試験は本発明を説明するものであり、プリュスシュタウファー社がホスタレン（商標）GD7725の名称で販売している高密度ポリプロピレン樹脂と下記の組成を有する本発明によるマスターバッチとを用いている。

【0206】

－ステアリン酸処理し、平均径2 μ mのチョーク（Champagne chalk）87.0重量%；
－MFIが840 g/10分（190℃、10 kg、1.05 mm）であるアイソタクチックポリプロピレン10.0重量%およびモンテル社がモブレン（商標）EP-N31MAの名称で販売しているグレード100のポリプロピレンコポリマー3.0重量%。

【0207】

この分散液の評点は6である。

【0208】

試験51

この試験は本発明を説明するものであり、プリュスシュタウファー社がホスタレン（商標）GD7725の名称で販売している高密度ポリプロピレン樹脂と下記の組成を有する本発明によるマスターバッチとを用いている。

【0209】

－ステアリン酸処理し、平均径2 μ mのチョーク（Champagne chalk）86.0重量%；
－MFIが840 g/10分（190℃、10 kg、1.05 mm）であるアイソタクチックポリプロピレン7.5重量%およびモンテル社がモブレン（商標）EP-N31MAの名称で販売しているグレード100のポリプロピレンコポリマー6.5重量%。

【0210】

この分散液の評点は6である。

【0211】

試験52

この試験は本発明を説明するものであり、BASF社がルポレン（Luporene；商標）2420Hの名称で販売している低密度ポリプロピレン樹脂と下記の組成を有する本発明によるマスターバッチとを用いている。

【0212】

－ステアリン酸処理し、平均径2 μ mのチョーク（Champagne chalk）87重量%；
－ハンツマン社がレックスフレックス（商標）WL125の名称で販売しているMFIが450 g/10分（190℃、10 kg、1.05 mm）である非晶質ポリプロピレン9.1重量%；
－MFIが840 g/10分（190℃、10 kg、1.05 mm）であるアイソタクチックポリプロピレン3.9重量%。

【0213】

この分散液の評点は6である。

【0214】

試験53

この試験は本発明を説明するものであり、試験 14 の本発明によるマスターバッチと B A S F 社がルポレン（商標）2420H の名称で販売している低密度ポリプロピレン樹脂とを用いている。

【0215】

この分散液の評点は 6 である。

【0216】

これら全ての結果は、前記の方法で測定して 200 g / 10 分という高い流動性を有するアイソタクチックポリプロピレンを選択することで、マスターバッチを構成する再分散樹脂または充填剤がどのようなものであっても優れた再分散を得ることが可能であることを示している。

10

【0217】

実施例 4

本実施例は、工業的規模で製造される本発明による各種マスターバッチの機械特性に関するものである。

【0218】

それを行うため、試験 54 ～ 65 の各試験について、射出によって製造される試験片に関して機械特性試験を行う。

【0219】

それを行うため、閉鎖力 900 kN、スクリー径 32 mm および長さ / 直径比 18.8 のマイクロプロセッサ制御ネスタルネオマット (Nestal Neomat) 170 / 90 プレスによって、標準試験片を製造する (ISO 1873-2:1989)。

20

【0220】

プレスにおける主要設定パラメータは以下の通りである。

【0221】

－材料温度は、使用する分散ポリマーまたはコポリマーに応じて 200 °C ～ 240 °C である。

【0222】

－鋳型温度は 40 °C である。

【0223】

－ノズル温度は、使用する分散ポリマーまたはコポリマーに応じて 180 °C ～ 240 °C で変化させる。

30

【0224】

－最大射出速度は 200 m / s である。

【0225】

－射出圧は 10 MPa (100 バール) である。

【0226】

－サイクル長さは約 62 秒であり、内訳は冷却時間 30 秒、射出時間 2 秒、保持時間 25 秒および最後に 2 つのサイクル間の時間 5 秒である。

【0227】

プレスには、基準としてのポリマーまたはコポリマーのみと、本発明によるマスターバッチが導入および製造されている同ポリマーまたはコポリマーの混合物とを、排出部に造粒機が取り付けられた単軸押出機を末端とする連続二軸混合機中に異なる構成成分を加えることで連続的に投入する。

40

【0228】

実施した機械特性試験は、DIN 53457 による 4 点曲げでの弾性係数の測定および標準 DIN 53453 による 23 °C でのシャルピー衝撃の測定である。

【0229】

試験 54

この試験は先行技術について説明するものであり、プリュスシュタウファー社がホスタレン（商標）GD7725 の名称で販売している高密度ポリプロピレン樹脂 60 重量% およ

50

び先行技術の試験2のマスターバッチ40重量%を含む分散液を用いている。

【0230】

得られた結果は、標準DIN53457による4点曲げでの弾性係数が799 N/mm²であり、標準DIN53453による23℃でのシャルピー衝撃が3.4 kJ/m²である。

【0231】

試験55

この試験は本発明について説明するものであり、プリュスシュタウファー社がホスタレン（商標）GD7725の名称で販売している高密度ポリプロピレン樹脂60重量%および下記の組成を有する本発明によるマスターバッチ40重量%を含む分散液を用いている。

10

【0232】

—ステアリン酸処理し、平均径2 μmのチョーク（Champagne chalk）87.0重量%；
—MFIが840 g/10分（190℃、10 kg、1.05 mm）であるアイソタクチックポリプロピレン10.0重量%およびモンテル社がモブレン（商標）EP-N31MAの名称で販売しているグレード100のポリプロピレンコポリマー3.0重量%。

【0233】

得られた結果は、標準DIN53457による4点曲げでの弾性係数が1363 N/mm²であり、標準DIN53453による23℃でのシャルピー衝撃が3.4 kJ/m²である。

【0234】

20

試験56

この試験は本発明について説明するものであり、プリュスシュタウファー社がホスタレン（商標）GD7725の名称で販売している高密度ポリプロピレン樹脂60重量%および下記の組成を有する本発明によるマスターバッチ40重量%を含む分散液を用いている。

【0235】

—ステアリン酸処理し、平均径2 μmのチョーク（Champagne chalk）87.0重量%；
—MFIが840 g/10分（190℃、10 kg、1.05 mm）であるアイソタクチックポリプロピレン8.5重量%およびモンテル社がモブレン（商標）EP-N31MAの名称で販売しているグレード100のポリプロピレンコポリマー4.5重量%。

【0236】

30

得られた結果は、標準DIN53457による4点曲げでの弾性係数が1333 N/mm²であり、標準DIN53453による23℃でのシャルピー衝撃が3.6 kJ/m²である。

【0237】

試験57

この試験は本発明について説明するものであり、プリュスシュタウファー社がホスタレン（商標）GD7725の名称で販売している高密度ポリプロピレン樹脂60重量%および下記の組成を有する本発明によるマスターバッチ40重量%を含む分散液を用いている。

【0238】

—ステアリン酸処理し、平均径2 μmのチョーク（Champagne chalk）87.0重量%；
—MFIが840 g/10分（190℃、10 kg、1.05 mm）であるアイソタクチックポリプロピレン7.0重量%およびモンテル社がモブレン（商標）EP-N31MAの名称で販売しているグレード100のポリプロピレンコポリマー6.0重量%。

40

【0239】

得られた結果は、標準DIN53457による4点曲げでの弾性係数が1309 N/mm²であり、標準DIN53453による23℃でのシャルピー衝撃が3.4 kJ/m²である。

【0240】

試験58

この試験は、生樹脂、すなわちモンテル社がモンテル（商標）TM1600Kの名称で販

50

売しているポリプロピレンホモポリマー樹脂について機械特性を測定する参考を示すものである。

【0241】

得られた結果は、標準DIN53457による4点曲げでの弾性係数が 914 N/mm^2 であり、標準DIN53453による 23°C でのシャルピー衝撃が 2.6 kJ/m^2 である。

【0242】

試験59

この試験は先行技術を説明するものであり、モンテル社がモンテル（商標）TM1600Kの名称で販売しているポリプロピレンホモポリマー樹脂60重量%および先行技術の試験2のマスターバッチ40重量%を含む分散液を用いている。

10

【0243】

得られた結果は、標準DIN53457による4点曲げでの弾性係数が 1446 N/mm^2 であり、標準DIN53453による 23°C でのシャルピー衝撃が 3.0 kJ/m^2 である。

【0244】

試験60

この試験は本発明について説明するものであり、モンテル社がモンテル（商標）TM1600Kの名称で販売しているポリプロピレンホモポリマー樹脂60重量%および下記の組成を有する本発明によるマスターバッチ40重量%を含む分散液を用いている。

20

【0245】

—ステアリン酸処理し、平均径 $2\text{ }\mu\text{m}$ のチョーク（Champagne chalk）87.0重量%；
—MFIが 840 g/10分 （ 190°C 、 10 kg 、 1.05 mm ）であるアイソタクチックポリプロピレン10.0重量%およびモンテル社がモブレン（商標）EP-N31MAの名称で販売しているグレード100のポリプロピレンコポリマー3.0重量%。

【0246】

得られた結果は、標準DIN53457による4点曲げでの弾性係数が 1805 N/mm^2 であり、標準DIN53453による 23°C でのシャルピー衝撃が 3.0 kJ/m^2 である。

【0247】

30

試験61

この試験は本発明について説明するものであり、モンテル社がモンテル（商標）TM1600Kの名称で販売しているポリプロピレンホモポリマー樹脂60重量%および下記の組成を有する本発明によるマスターバッチ40重量%を含む分散液を用いている。

【0248】

—ステアリン酸処理し、平均径 $2\text{ }\mu\text{m}$ のチョーク（Champagne chalk）87.0重量%；
—MFIが 840 g/10分 （ 190°C 、 10 kg 、 1.05 mm ）であるアイソタクチックポリプロピレン8.5重量%およびモンテル社がモブレン（商標）EP-N31MAの名称で販売しているグレード100のポリプロピレンコポリマー4.5重量%。

【0249】

40

得られた結果は、標準DIN53457による4点曲げでの弾性係数が 1718 N/mm^2 であり、標準DIN53453による 23°C でのシャルピー衝撃が 3.2 kJ/m^2 である。

【0250】

試験62

この試験は本発明について説明するものであり、モンテル社がモンテル（商標）TM1600Kの名称で販売しているポリプロピレンホモポリマー樹脂60重量%および下記の組成を有する本発明によるマスターバッチ40重量%を含む分散液を用いている。

【0251】

—ステアリン酸処理し、平均径 $2\text{ }\mu\text{m}$ のチョーク（Champagne chalk）87.0重量%；

50

—MFIが840 g/10分(190℃、10 kg、1.05 mm)であるアイソタクチックポリプロピレン7.0重量%およびモンテル社がモブレン(商標)EP-N31MAの名称で販売しているグレード100のポリプロピレンコポリマー6.0重量%。

【0252】

得られた結果は、標準DIN53457による4点曲げでの弾性係数が1754 N/mm²であり、標準DIN53453による23℃でのシャルピー衝撃が3.1 kJ/m²である。

【0253】

試験63

この試験は本発明について説明するものであり、ボレアリス社(Borealis)がボレアリス(商標)202Eの名称で販売しているポリプロピレン樹脂69重量%および下記の組成を有する本発明によるマスターバッチ(無機充填剤25重量%に相当)40重量%を含む分散液を用いている。

10

【0254】

—粒子のうちの41%が5 μm未満の平均粒径を有するような粒度測定値を有するタルク80.5重量%；

—MFIが1038 g/10分(190℃、10 kg、1.05 mm)であるアイソタクチックポリプロピレン18.5重量%；

—ステアリン酸亜鉛1.0重量%。

【0255】

20

得られた結果は、標準DIN53457による4点曲げでの弾性係数が2212 N/mm²であり、標準DIN53453による23℃でのシャルピー衝撃が12 kJ/m²である。

【0256】

試験64

この試験は本発明について説明するものであり、ボレアリス社(Borealis)がボレアリス(商標)202Eの名称で販売しているポリプロピレン樹脂69.88重量%および下記の組成を有する本発明によるマスターバッチ(処理無機充填剤25重量%に相当)30.12重量%を含む分散液を用いている。

【0257】

30

—ステアリン酸処理し、平均径2 μmのチョーク(Champagne chalk)41.5重量%；

—粒子のうちの41%が5 μm未満の平均粒径を有するような粒度測定値を有するタルク41.5重量%；

—MFIが1038 g/10分(190℃、10 kg、1.05 mm)であるアイソタクチックポリプロピレン16.5重量%；

—コアテックス社がコアテックスDopp-18の名称で販売しているリン酸脂肪族アルコール型の分散剤0.5重量%。

【0258】

得られた結果は、標準DIN53457による4点曲げでの弾性係数が1845 N/mm²であり、標準DIN53453による23℃でのシャルピー衝撃が18 kJ/m²である。

40

【0259】

試験65

この試験は本発明について説明するものであり、ボレアリス社(Borealis)がボレアリス(商標)202Eの名称で販売しているポリプロピレン樹脂70.59重量%および下記の組成を有する本発明によるマスターバッチ(処理無機充填剤25重量%に相当)29.41重量%を含む分散液を用いている。

【0260】

—ステアリン酸処理し、平均径2 μmのチョーク(Champagne chalk)63.75重量%；

50

－粒子のうちの41%が5 μm 未満の平均粒径を有するような粒度測定値を有するタルク21.25重量%；

－MFIが1038 g/10分（190℃、10 kg、1.05 mm）であるアイソタクチックポリプロピレン14.5重量%；

－コアテックス社がコアテックスDopp-18の名称で販売しているリン酸脂肪族アルコール型の分散剤0.5重量%。

【0261】

得られた結果は、標準DIN53457による4点曲げでの弾性係数が1670 N/mm²であり、標準DIN53453による23℃でのシャルピー衝撃が22 kJ/m²である。

10

【0262】

得られた各種結果を以下の表3に示してある。

【0263】

【表3】

表 3

試験番号	樹脂の種類	マスターバッチ %充填剤-アイソタクチックポリプロ ピレン	4点曲げ下での引張生係数 (N/mm ²)	23°Cでのシャルピー衝撃 (kJ/m ²)
先行技術	54	HDPE	799	3.4
本発明	55	HDPE	1363	3.4
本発明	56	HDPE	1333	3.6
本発明	57	HDPE	1309	3.4
参考	58	PPH	914	2.6
先行技術	59	PPH	1446	3.0
本発明	60	PPH	1805	3.0
本発明	61	PPH	1718	3.2
本発明	62	PPH	1754	3.1
本発明	63	PPP	2212	12.0
本発明	64	PPP	1845	18.0
本発明	65	PPP	1670	22.0

HDPE：高密度ポリエチレン

PPH：ポリプロピレンホモポリマー

IPP：アイソタクチックポリプロピレン

PP：ポリプロピレン

【0264】

表3を見ると、前記の方法で測定して200g/10分以上の高流動度を有するアイソタクチックポリプロピレンを選択することで、マスターバッチを構成する再分散樹脂または充填剤が何であっても、優れた機械的特性を得ることが可能になることがわかる。

【0265】

良好な衝撃特性は、ポリマー基材での充填剤の良好な分散を特徴付ける。

【0266】

10

20

30

40

50

実施例 5

本実施例は、本発明による製造品の硬度測定に関するものである。

【0267】

それに関して試験66～68の各試験において、公称能力500kg/hを有し、単軸押出機を末端に有する連続2軸混合機に各種構成成分を加えることで、約190℃および速度155kg/hでペーストの形で製造した本発明によるマスターバッチを室温まで冷却したものについて、ツウィック（Zwick；商標）型の硬度計を用い、標準NFT51-109に従って、マスターバッチとも称される充填剤濃縮物のサンプルに応力を加えてショアD硬度を測定した。

【0268】

10

試験66

この試験は先行技術について説明するものであり、以下のものを含む組成物を使用している。

【0269】

－ステアリン酸処理し、平均径2μmのチョーク（Champagne chalk）87重量％；
－ハンツマン社がレックスフレックス（商標）WL125の名称で販売しているMFIが450g/10分（190℃、10kg、1.05mm）である非晶質ポリプロピレン13重量％。

【0270】

得られた硬度は66であった。

20

【0271】試験67

この試験は本発明について説明するものであり、以下のものを含む組成物を使用している。

【0272】

－ステアリン酸処理し、平均径2μmのチョーク（Champagne chalk）87重量％；
－ハンツマン社がレックスフレックス（商標）WL125の名称で販売しているMFIが450g/10分（190℃、10kg、1.05mm）である非晶質ポリプロピレン9.1重量％；
－MFIが840g/10分（190℃、10kg、1.05mm）であるアイソタクチックポリプロピレン3.9重量％

30

得られた硬度は73であった。

【0273】試験68

この試験は本発明について説明するものであり、以下のものを含む組成物を使用している。

【0274】

－ステアリン酸処理し、平均径2μmのチョーク（Champagne chalk）87重量％；
－MFIが840g/10分（190℃、10kg、1.05mm）であるアイソタクチックポリプロピレン13重量％

40

得られた硬度は76であった。

【0275】

以上の結果は、本発明による化合物が先行技術のものより硬く（76および76は66より大きい）、マスターバッチの有機部分の組成を変えることでマスターバッチの硬度を調節することが可能であることを示している。

【0276】実施例 6

本実施例は、フィルムの押出における本発明によるマスターバッチの使用に関するものである。

【0277】

50

LLDPEとも称される直鎖低密度ポリエチレンのフィルムを製造するため、試験70～76の各試験において、30回転／分で回転する2軸押出機を搭載したハーケ・レオコード（Haake Rheocord；商標）型の流量計を用い、直径を大きくした190℃の円形ダイスを通させることで、本発明による試験14のマスターバッチ量を増加させながらLLDPE樹脂を押し出してから、圧力4MPa（40バール）で連続射出することで冷却する。

【0278】

冷却は空気下にて行う。

【0279】

フィルムを製造したら、その厚さを測定する。

10

【0280】

試験69は参考のものである。すなわちフィルム厚9μmを与える生LLDPE樹脂を用いるフィルム製造のものである。

【0281】

使用した本発明による試験14のマスターバッチの各種量は、以下に機シアの樹脂の重量に関するチョークの重量パーセントに相当する。

【0282】

試験70

本発明について説明するこの試験は、LLDPEの重量に関して5.3%のチョークに相当するものであり、11μmのフィルム厚を与える。

20

【0283】

試験71

本発明について説明するこの試験は、LLDPEの重量に関して15.2%のチョークに相当するものであり、15μmのフィルム厚を与える。

【0284】

試験72

本発明について説明するこの試験は、LLDPEの重量に関して28.7%のチョークに相当するものであり、19μmのフィルム厚を与える。

【0285】

試験73

本発明について説明するこの試験は、LLDPEの重量に関して29.1%のチョークに相当するものであり、22μmのフィルム厚を与える。

30

【0286】

試験74

本発明について説明するこの試験は、LLDPEの重量に関して45.6%のチョークに相当するものであり、32μmのフィルム厚を与える。

【0287】

試験75

本発明について説明するこの試験は、LLDPEの重量に関して51.7%のチョークに相当するものであり、31μmのフィルム厚を与える。

40

【0288】

試験76

本発明について説明するこの試験は、LLDPEの重量に関して53.2%のチョークに相当するものであり、25μmのフィルム厚を与える。

【0289】

従って以上の結果から、本発明によるマスターバッチを含む押出フィルムを得ることが可能であることが分かる。

【0290】

実施例7

本実施例は、カレンダー加工での本発明によるマスターバッチの使用に関するものである

50

。

【0291】

それに関して各試験において、生ポリマー60重量%および本発明による試験9の組成物40重量%の混合物をロールミルで製造する。

【0292】

各試験においてミルパラメータは以下の通りである。

【0293】

- ーロール温度：170℃、
- ーロール間距離：1mm
- ーロール速度：25rpm。

10

【0294】

カレンダー加工は、組成物が肉眼観察で均質となった時点で完了である。

【0295】

各試験について、標準DIN53457による4点曲げでの弾性係数および標準DIN53453による23℃でのシャルピー衝撃を測定する。

【0296】

試験77

本試験は本発明について説明するものであり、生ポリマーとしてモンテル社がTM1600Kの名称で販売しているホモポリマーポリプロピレンを用いるものである。

【0297】

20

得られた結果は、標準DIN53457による4点曲げでの弾性係数が1695N/mm²であり、標準DIN53453による23℃でのシャルピー衝撃が2.9kJ/m²である。

【0298】

試験78

本試験は本発明について説明するものであり、生ポリマーとしてプリュスシュタウファー社がホスタレン（商標）GC7260の名称で販売している高密度ポリプロピレンを用いるものである。

【0299】

得られた結果は、標準DIN53457による4点曲げでの弾性係数が1285N/mm²であり、標準DIN53453による23℃でのシャルピー衝撃が3.4kJ/m²である。

30

【0300】

従って以上の結果から、本発明によるマスターバッチをカレンダー加工法で使用可能であることが分かる。

フロントページの続き

(74)代理人 100124855

弁理士 坪倉 道明

(72)発明者 ブランシヤール, ピエール

フランス国、エフー01600・レリユー、シユマン・ドウ・ビユドロ、63

(72)発明者 ユソン, モーリス

フランス国、エフー51000・シャロン・ザン・シヤンパーニユ、リュ・ジヤン・ムーラン、4

審査官 芦原 ゆりか

(56)参考文献 特開昭52-126449 (JP, A)

特開昭58-069238 (JP, A)

特開平08-325423 (JP, A)

特開平07-002925 (JP, A)

特開平10-001572 (JP, A)

特開昭61-266444 (JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C08J 3/00-28