

(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B2)

(11)特許番号
特許第7335962号
(P7335962)

(45)発行日 令和5年8月30日(2023.8.30)

(24)登録日 令和5年8月22日(2023.8.22)

(51)国際特許分類	F I
C 0 8 L 77/00 (2006.01)	C 0 8 L 77/00
C 0 8 K 5/521(2006.01)	C 0 8 K 5/521
C 0 8 K 7/14 (2006.01)	C 0 8 K 7/14
C 0 8 L 77/06 (2006.01)	C 0 8 L 77/06

請求項の数 6 (全34頁)

(21)出願番号	特願2021-539411(P2021-539411)	(73)特許権者	509354042
(86)(22)出願日	令和2年1月7日(2020.1.7)		アセンド・パフォーマンス・マテリアルズ・オペレーションズ・リミテッド・ライアビリティ・カンパニー
(65)公表番号	特表2022-518153(P2022-518153 A)		ASCEND PERFORMANCE MATERIALS OPERATIONS LLC
(43)公表日	令和4年3月14日(2022.3.14)		アメリカ合衆国77002テキサス州ヒューストン、トラビス・ストリート1010番、スウィート900
(86)国際出願番号	PCT/US2020/012469	(74)代理人	100118902
(87)国際公開番号	WO2020/146308		弁理士 山本 修
(87)国際公開日	令和2年7月16日(2020.7.16)	(74)代理人	100106208
審査請求日	令和3年8月26日(2021.8.26)		弁理士 宮前 徹
(31)優先権主張番号	62/789,223	(74)代理人	100196508
(32)優先日	平成31年1月7日(2019.1.7)		
(33)優先権主張国・地域又は機関	米国(US)		

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 非ハロゲン系難燃性ポリアミド組成物

(57)【特許請求の範囲】

【請求項1】

ポリアミド、非ハロゲン系難燃剤、銅含有熱安定剤、フィラー、および相乗剤を含む難燃性ポリアミド組成物であって、前記ポリアミドが、1.9 : 1 ~ 3 : 1の、カルボン酸末端基のアミン末端基に対する比を有し、前記相乗剤がポリリン酸メラミンであり、前記組成物が、前記組成物の全重量に対して、相乗剤を0.1 ~ 15 wt. %含み、前記組成物が、前記組成物の全重量に対して、銅含有熱安定剤を0.05 ~ 5 wt. %含む、難燃性ポリアミド組成物。

【請求項2】

前記ポリアミドの重量平均分子量が、20,000 ~ 100,000ダルトンである、請求項1に記載の組成物。

【請求項3】

前記ポリアミドのz平均分子量が、30,000 ~ 600,000ダルトンである、請求項1又は2に記載の組成物。

【請求項4】

前記組成物の全重量に対して、ポリアミドを35 ~ 70 wt. %含む、請求項1から3のいずれか一項に記載の組成物。

【請求項5】

前記組成物の全重量に対して、非ハロゲン系難燃剤を5 ~ 25 wt. %含む、請求項1から4のいずれか一項に記載の組成物。

【請求項 6】

前記組成物の全重量に対して、ガラス繊維を 5 ~ 45 wt. % さらに含む、請求項 1 から 5 のいずれか一項に記載の組成物。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

優先権の主張

[0001]本出願は、2019年1月7日出願の米国仮特許出願第62/789,223号に対して優先権を主張するものであり、その全体の内容及び開示は、参照によって本明細書に組み込まれる。

【0002】

[0002]本開示は、コネクタ、リレー、ターミナルブロック、モーター、壁板、照明、回路遮断器、スイッチ、およびセンサー、ならびに他の用途などの電気的用途および電子的用途において使用することができる非ハロゲン系難燃性ポリアミド組成物に関する。

【背景技術】

【0003】

[0003]ポリマー組成物を含む組成物などの難燃性組成物は、当分野で既知であり、電気的用途および電子的用途に関連したものなどの様々な目的で使用される。既知の組成物は、様々な相乗剤、流動性改良剤、およびポリマーを含め、しばしば、製造工程中に熱安定性および流動性に関する問題を被る。さらなる問題は、製造中に組成物の分子量が増大し、粘度の増加および流動性の減少をもたらす、それによって最終製品の再利用を難しくすることである。流動性改良剤は、これらの問題のいくつかに対処するために含め得るが、こうした流動性改良剤は、費用の増加を示し、また所望の粘度に悪影響をもたらし得る。

【0004】

[0004]一例として、米国特許出願公開第2013/0244527A1号に、部分的に芳香族のポリアミドおよび非ハロゲン難燃性添加剤を含む難燃性繊維が請求される。

[0005]米国特許第8,234,296号は、全般的に、層状ケイ酸塩と組み合わせた、特異な(ポリ)リン酸塩化合物を含有する非ハロゲン難燃性合成樹脂組成物に関する。

【0005】

[0006]米国特許第8,940,818号は、全般的に、ポリマーマトリックスに組み込むためのハロゲンフリー難燃剤であって、難燃剤が、少なくともポリリン酸アンモニウムおよび/またはその誘導体、ならびにオリゴマーまたはポリマーの1,3,5-トリアジン誘導体またはその複数の混合物、ならびにリン酸一亜鉛、ホウ酸亜鉛、リン酸三亜鉛、ピロリン酸亜鉛、ポリリン酸亜鉛、ヒドロキシ錫酸亜鉛、錫酸亜鉛、リン酸ホウ素、リン酸一アルミニウム、リン酸三アルミニウム、メタリン酸アルミニウム、およびその混合物、予め濃縮したメラミン誘導体、メラミン塩およびメラミン付加物、エチレンジアミンリン酸塩、ピペラジンリン酸塩、ピペラジンポリリン酸塩、1,3,5-トリヒドロキシエチルイソシアヌレート、1,3,5-トリグリシジルイソシアヌレート、およびトリアリルイソシアヌレートから選択される、少なくとも1種の化合物を含有するハロゲンフリー難燃剤に関する。

【0006】

[0007]米国特許第8,362,119号は、全般的に、非分枝鎖状の熱可塑性ポリアミド、ホスフィン塩またはジホスフィン塩、窒素含有難燃剤の組み合わせ、および少なくとも1種の、酸素含有金属化合物、窒素含有金属化合物、または硫黄含有金属化合物を含む熱可塑性成形組成物、ならびに任意の種類、繊維、薄片、および成形品の製造のための、発明の成形組成物の製造および使用に関する。

【0007】

[0008]米国特許出願公開第2007/0054992号は、全般的に、難燃性に優れ、低吸水性に優れ、小さい寸法変化および絶縁性の僅かな減少を示す、難燃性樹脂組成物に関する。難燃性樹脂組成物は、(A)脂肪族ポリアミド樹脂、(B)芳香族ポリアミド樹

10

20

30

40

50

脂、(C)特異な難燃剤、および(D)無機フィラーを含有する。

【0008】

[0009]提案された、様々な組成物および材料にもかかわらず、従来の製品は、製造費用、加工性、および製品の特性に関して、多くを求められてきた。

【発明の概要】

【0009】

[0010]一部の実施形態において、本開示は、ポリアミド、非ハロゲン系難燃剤、および相乗剤を含む難燃性ポリアミド組成物であって、ポリアミドが、1.8より大きい、カルボン酸末端基のアミン末端基に対する比を有する、難燃性ポリアミド組成物を対象とする。組成物は、1種または複数の添加剤をさらに含むことができる。1種または複数の添加剤は、流動性改良剤、熱安定剤、フィラー、またはその組み合わせを含むことができる。組成物の重量平均分子量は、20,000~100,000であってもよい。z平均分子量は、50,000~600,000であってもよい。組成物は、組成物の全重量に対して、ナイロン6,6を40~70wt.%含むことができる。組成物は、組成物の全重量に対して、非ハロゲン系難燃剤を5~25wt.%含むことができる。組成物は、組成物の全重量に対して、相乗剤を0.1~15wt.%含むことができる。組成物は、組成物の全重量に対して、ガラス繊維を5~45wt.%さらに含むことができる。組成物は、組成物の全重量に対して、熱安定剤を0.05~5wt.%含むことができる。非ハロゲン系難燃剤は、リン難燃剤を含むことができる。相乗剤はポリリン酸塩を含むことができる。一部の態様において、相乗剤はポリリン酸メラミンを含むことができる。ポリアミドは、アミン末端基50μeq/グラム未満を含むことができる。ポリアミドはナイロン6,6を含むことができる。一部の態様において、ポリアミドは、少なくとも1種の、他のポリマーと組み合わせて、ナイロン6,6を含む。

【0010】

[0011]一部の実施形態において、本開示は、ポリアミド、非ハロゲン系難燃剤、および相乗剤を含む組成物であって、ポリアミドが、1.8より大きい、カルボン酸末端基のアミン末端基に対する比を有する、組成物から形成される成形難燃性ポリアミド製品を対象とする。組成物は、1種または複数の添加剤をさらに含むことができる。1種または複数の添加剤は、流動性改良剤、熱安定剤、フィラー、またはその組み合わせを含むことができる。組成物の重量平均分子量は、20,000~100,000であってもよい。z平均分子量は、45,000~600,000であってもよい。組成物は、組成物の全重量に対して、ナイロン6,6を40~70wt.%含むことができる。組成物は、組成物の全重量に対して、非ハロゲン系難燃剤を5~25wt.%含むことができる。組成物は、組成物の全重量に対して、相乗剤を0.1~15wt.%含むことができる。組成物は、組成物の全重量に対して、ガラス繊維を5~45wt.%さらに含むことができる。組成物は、組成物の全重量に対して、熱安定剤を0.05~5wt.%含むことができる。非ハロゲン系難燃剤は、リン難燃剤を含むことができる。相乗剤はポリリン酸塩を含むことができる。一部の態様において、相乗剤はポリリン酸メラミンを含むことができる。ポリアミドは、アミン末端基50μeq/グラム未満を含むことができる。一部の態様において、ポリアミドは、少なくとも1種の、他のポリマーと組み合わせて、ナイロン6,6を含む。

【0011】

[0012]一部の実施形態において、本開示は、成形製品を形成する方法であって、a)1.8より大きい、カルボン酸末端基のアミン末端基に対する比を有するポリアミドを形成するステップと、b)ポリアミドを、非ハロゲン系難燃剤およびリン含有化合物を含む相乗剤と配合して配合組成物を形成するステップと、c)配合組成物を成形して成形製品を形成するステップとを含む、方法を対象とする。組成物は、1種または複数の添加剤をさらに含むことができる。1種または複数の添加剤は、流動性改良剤、熱安定剤、フィラー、またはその組み合わせを含むことができる。製品の重量平均分子量は20,000~100,000であってもよい。製品のz平均分子量は45,000~600,000であ

10

20

30

40

50

ってもよい。製品は、製品の全重量に対して、ポリアミドを40～70wt.%含むことができる。製品は、製品の全重量に対して、非ハロゲン系難燃剤を5～25wt.%含むことができる。製品は、製品の全重量に対して、相乗剤を0.1～15wt.%含むことができる。製品は、製品の全重量に対して、ガラス繊維を5～45wt.%さらに含むことができる。組成物は、組成物の全重量に対して、熱安定剤を0.05～5wt.%含むことができる。非ハロゲン系難燃剤は、リン難燃剤を含むことができる。相乗剤はポリリン酸塩を含むことができる。一部の態様において、相乗剤はポリリン酸メラミンを含むことができる。一部の態様において、ポリアミドは、少なくとも1種の、他のポリマーと組み合わせ、ナイロン6,6を含む。

【0012】

【0013】一部の実施形態において、本開示は、ポリアミド40～70wt.%、非ハロゲン系難燃剤5～25wt.%、相乗剤0.1～15wt.%、ガラス繊維5～45wt.%、および熱安定剤0.05～5wt.%を含む難燃性ポリアミド組成物であって、ポリアミドが、1.8より大きい、カルボン酸末端基のアミン末端基に対する比を有する、難燃性ポリアミド組成物を対象とする。一部の態様において、ポリアミドは、少なくとも1種の、他のポリマーと組み合わせ、ナイロン6,6を含む。

【0013】

【0014】一部の実施形態において、本開示は、ポリアミド40～70wt.%、非ハロゲン系難燃剤5～25wt.%、相乗剤0.1～15wt.%、および熱安定剤0.05～5wt.%を含む難燃性ポリアミド組成物であって、ポリアミドが、1.8より大きい、カルボン酸末端基のアミン末端基に対する比を有する、難燃性ポリアミド組成物を対象とする。一部の態様において、ポリアミドは、少なくとも1種の、他のポリマーと組み合わせ、ナイロン6,6を含む。

【0014】

【0015】一部の実施形態において、本開示は、ポリアミドのRVを制御する方法であって、ポリアミドの所望のRVを決定するステップと、アミン末端基、不活性末端基、またはカルボン酸末端基の少なくとも1つの値を調節するステップとを含み、ポリアミドが、1.8より大きい、カルボン酸末端基のアミン末端基に対する比を有する、方法を対象とする。一部の態様において、所望のRVは、少なくとも20または少なくとも35である。一部の態様において、重合触媒、例えば、次亜リン酸ナトリウムは除外される。

【0015】

【0016】一部の実施形態において、本開示は、ポリアミド、非ハロゲン系難燃剤、および相乗剤を含む難燃性ポリアミド組成物であって、以下の条件の少なくとも1つ：(a)最終組成物の重量平均分子量が、出発ポリアミド樹脂の重量平均分子量より300%未満大きい；(b)最終組成物の数平均分子量が、出発ポリアミド樹脂の数平均分子量より100%未満大きい；(c)最終組成物のZ平均分子量が、出発ポリアミド樹脂のZ平均分子量より100%未満大きい；(d)最終組成物の多分散指数が、出発ポリアミド樹脂の重量平均分子量より300%未満大きい；または(e)最終組成物の固有粘度が、出発ポリアミド樹脂の固有粘度より100%未満大きい、を満たす、難燃性ポリアミド組成物を対象とする。

【発明を実施するための形態】

【0016】

概要

【0017】本開示は、部分的に、難燃性ポリアミド組成物を対象とする。組成物は、ポリアミド、難燃剤、および相乗剤を含むことができる。ポリアミドは、組成物の全重量に対して、40～70wt.%の量で存在することができるナイロン6,6を含むことができる。ナイロン6,6は、少なくとも1.8、例えば1.9～3の、カルボン酸末端基のアミン末端基に対する比を有することができる。難燃剤は、非ハロゲン系であることができ、組成物の全重量に対して5～25wt.%存在することができる。相乗剤は、リン含有化合物を含むことができ、組成物の全重量に対して0.1～10wt.%存在することがで

10

20

30

40

50

きる。本明細書に記載の組成物は、熱的に安定であり、配合中および成形中の、分子量の増加を低減したことが分かった。

【0017】

【0018】本発明者らは、特異な特性、特に制御されたアミン末端基を有する、特定のポリアミドを用いることによって、相乗的特徴を有する組成物が形成されることを明らかにした。理論に束縛されるものではないが、例えば、より低いアミン末端基、増加した不活性酢酸末端基、および/または増加したカルボン酸末端基による、より低い反応性を有するポリアミドの使用によって、改善された熱安定性および他の所望の特性が得られたと仮定される。追加の利点として、初期の形成から最終の配合および成形までの、組成物の分子量は制御される。

10

【0018】

【0019】また、本発明者らは、開示された組成物の一部は、金属成分のプレートアウトおよび腐食を低減した製品を産出することを明らかにした。これらの改善により、有利なことに、改善された耐久性および性能を有する製品がもたらされる。

【0019】

【0020】一部の態様において、組成物の所望の粘度および流動性を実現するために流動性改良剤を必要としない。

【0021】一部の実施形態において、組成物が調製され、次いで配合され、最終成形製品に成形される。

【0020】

20

【0022】一部の態様において、組成物の分子量 (M_w 、 M_n 、および/または M_z) は、本明細書に記載の末端基の比とは別の手段によって、またはそれに追加した手段によって、制御することができる。こうした手段には、加工処理の変化、例えば、湿度含有量、スクリュウ速度、および/またはスクリュウ設計の変化が挙げられる。別の手段には、相対的により低い出発RV、例えば36未満のRV、例えば20~36の間のRVを有する樹脂を使用することが挙げられる。

【0021】

【0023】特に好ましいポリアミドには、ナイロン6,6、ならびにナイロン6,6とナイロン6との、コポリマー、ブレンド、およびアロイが挙げられる。他の実施形態には、ナイロン6,6またはナイロン6を含有する、またはそれから調製される、ナイロン誘導體、コポリマー、ターポリマー、ブレンド、およびアロイ、それに限定されないが、N6T/6,6、N612、N6/6,6、N6I/6,6、N11、およびN12を含む、上記の繰り返し単位を有するコポリマーまたはターポリマーが挙げられ、但し「N」はナイロンを意味する。別の好ましい実施形態には、高温ナイロン(「HTN」)、およびそれを含有する、ブレンド、誘導體、コポリマー、またはターポリマーが挙げられる。さらに、別の好ましい実施形態には、長鎖二酸を用いて作製された長鎖脂肪族ポリアミド、およびそれを含有する、ブレンド、誘導體、またはコポリマーが挙げられる。ポリマーのブレンドが含まれる場合、全てのポリマーの末端基の反応性は、望ましくは低い。例えば、ポリマーのブレンドが使用される場合、本明細書に記載の末端基の比は、ポリアミド成分と任意の他の成分の両方に適用することができる(該当する場合)。

30

40

組成物成分

【0024】本明細書に記載されたように、本開示は、非ハロゲン系難燃剤および相乗剤、例えば、リン含有化合物を含有する相乗剤と組み合わせ、ポリアミド、例えば、ナイロン6,6を含む難燃性ポリアミド組成物を対象とする。組成物に存在し得る、追加の成分は、本明細書に記載され、それに限定されないが、熱安定剤、金属、流動性改良剤、フィラー、およびその組み合わせが挙げられる。

【0022】

【0025】組成物は、上記の成分を組み合わせ、次いで押出成形機によってそれらを押出成形することによって形成され得る。

【0026】本明細書に記載されたように、本明細書に記載の組成物に対する1つの主な利点

50

は、組成物の配合中および成形中、分子量の予期される増加が制御され、かつ制限されることである。一部の態様において、ポリアミドの初期重量平均分子量は、少なくとも20,000、例えば、少なくとも22,500、少なくとも25,000、または少なくとも27,500である。上限に関して、初期のポリアミドの重量平均分子量は、45,000以下、例えば、42,500以下、40,000以下、または37,500以下である。範囲に関して、初期のポリアミドの重量平均分子量は、20,000~45,000、例えば、22,500~42,500、25,000~40,000、または27,500~37,500である。一部の態様において、ポリアミドの初期数平均分子量は、少なくとも10,000、例えば、少なくとも12,500、少なくとも15,000、または少なくとも17,500である。上限に関して、初期のポリアミドの数平均分子量は、30,000以下、例えば、27,500以下、25,000以下、または22,500以下である。範囲に関して、初期のポリアミドの数平均分子量は、10,000~30,000、例えば、12,500~27,500、15,000~25,000、または17,500~22,500である。一部の態様において、ポリアミドの初期Z平均分子量は、少なくとも30,000、例えば、少なくとも35,000、少なくとも40,000、または少なくとも45,000である。上限に関して、初期のポリアミドのZ平均分子量は、70,000以下、例えば、65,000以下、60,000以下、または55,000以下である。範囲に関して、初期のポリアミドのZ平均分子量は、30,000~70,000、例えば、35,000~65,000、40,000~60,000、または45,000~55,000である。初期のポリアミドの多分散指数は、少なくとも1.2、例えば、少なくとも1.3、少なくとも1.4、少なくとも1.5、または少なくとも1.6であってもよい。上限に関して、初期のポリアミドの多分散指数は、2未満、例えば、1.95未満、1.9未満、1.85未満、または1.8未満であってもよい。範囲に関して、初期のポリアミドの多分散指数は、1.2~2、例えば、1.3~1.95、1.3~1.9、1.4~1.85、1.5~1.8、または1.6~1.8であってもよい。初期のポリアミドの固有粘度(d l / g)は、少なくとも2、例えば、少なくとも2.1、少なくとも2.2、少なくとも2.3、または少なくとも2.4であってもよい。上限に関して、初期のポリアミドの固有粘度(d l / g)は、3未満、例えば、2.9未満、2.8未満、2.7未満、または2.6未満であってもよい。範囲に関して、初期のポリアミドの固有粘度(d l / g)は、2~3、例えば、2.1~2.9、2.2~2.8、2.3~2.7、または2.4~2.6であってもよい。

【0023】

[0027]配合するステップおよび押出成形するステップまたは射出成形するステップの後、最終製品は、少なくとも20,000、例えば、少なくとも25,000、少なくとも30,000、または少なくとも35,000の重量平均分子量を有することができる。上限に関して、最終製品の重量平均分子量は、100,000以下、例えば、97,500以下、95,000以下、または92,500以下である。範囲に関して、最終製品の重量平均分子量は、20,000~100,000、例えば、25,000~97,500、30,000~95,000、または35,000~92,500である。一部の態様において、最終製品の数平均分子量は、少なくとも10,000、例えば、少なくとも12,500、少なくとも15,000、または少なくとも17,500である。上限に関して、最終製品の数平均分子量は、40,000以下、例えば、37,500以下、35,000以下、または32,500以下である。範囲に関して、最終製品の数平均分子量は、10,000~40,000、例えば、12,500~37,500、15,000~35,000、または17,500~32,500である。一部の態様において、最終製品のZ平均分子量は、少なくとも30,000、例えば、少なくとも35,000、少なくとも40,000、または少なくとも45,000である。上限に関して、最終製品のZ平均分子量は、550,000以下、例えば、500,000以下、400,000以下、または300,000以下である。範囲に関して、最終製品のZ平均分子量は、30,000~550,000、例えば、35,000~500,000、40,000

10

20

30

40

50

～400, 000、または45, 000～300, 000である。最終製品の多分散指数は、少なくとも1.8、例えば、少なくとも1.9、少なくとも2、または少なくとも2.1であってもよい。上限に関して、最終製品の多分散指数は、4未満、例えば、3.85未満、3.5未満、または3未満であってもよい。範囲に関して、最終製品の多分散指数は、1.8～4、例えば、1.9～3.85、2～3.5、または2.1～3であってもよい。最終製品の固有粘度(d l / g)は、少なくとも2、例えば、少なくとも2.1、少なくとも2.2、少なくとも2.3、または少なくとも2.4であってもよい。上限に関して、最終製品の固有粘度(d l / g)は、4未満、例えば、3.9未満、3.8未満、3.7未満、または3.6未満であってもよい。範囲に関して、初期のポリアミドの固有粘度(d l / g)は、2～4、例えば、2.1～3.9、2.2～3.8、2.3～3.7、または2.4～3.6であってもよい。

10

【0024】

[0028]増加に関して、初期のポリアミドから最終製品までの、重量平均分子量のパーセント増加は、少なくとも1%、例えば、少なくとも5%、少なくとも10%、または少なくとも20%であってもよい。上限に関して、初期のポリアミドから最終製品までの、重量平均分子量のパーセント増加は、300%未満、例えば、250%未満、200%未満、または100%未満であってもよい。範囲に関して、初期のポリアミドから最終製品までの、重量平均分子量のパーセント増加は、1%～300%、例えば、5%～250%、10%～200%、20～150%、または20%～100%であってもよい。増加に関して、初期のポリアミドから最終製品までの、数平均分子量のパーセント増加は、少なくとも1%、例えば、少なくとも5%、少なくとも10%、または少なくとも15%であってもよい。上限に関して、初期のポリアミドから最終製品までの、数平均分子量のパーセント増加は、100%未満、例えば、50%未満、40%未満、または35%未満であってもよい。範囲に関して、初期のポリアミドから最終製品までの、数平均分子量のパーセント増加は、1%～100%、例えば、5%～50%、10%～25%、または15%～20%であってもよい。増加に関して、初期のポリアミドから最終製品までの、Z平均分子量のパーセント増加は、少なくとも1%、例えば、少なくとも5%、少なくとも10%、または少なくとも20%であってもよい。上限に関して、初期のポリアミドから最終製品までの、Z平均分子量のパーセント増加は、300%未満、例えば、250%未満、200%未満、または100%未満であってもよい。範囲に関して、初期のポリアミドから最終製品までの、Z平均分子量のパーセント増加は、1%～300%、例えば、5%～250%、10%～200%、または20%～100%であってもよい。増加に関して、初期のポリアミドから最終製品までの、多分散指数のパーセント増加は、少なくとも1%、例えば、少なくとも5%、少なくとも10%、または少なくとも20%であってもよい。上限に関して、初期のポリアミドから最終製品までの、多分散指数のパーセント増加は、200%未満、例えば、100%未満、50%未満、または25%未満であってもよい。範囲に関して、初期のポリアミドから最終製品までの、多分散指数のパーセント増加は、1%～200%、例えば、5%～100%、10%～50%、または20%～25%であってもよい。増加に関して、初期のポリアミドから最終製品までの、重量平均分子量のパーセント増加は、少なくとも1%、例えば、少なくとも5%、少なくとも10%、または少なくとも20%であってもよい。上限に関して、初期のポリアミドから最終製品までの、固有粘度のパーセント増加は、100%未満、例えば、75%未満、50%未満、または25%未満であってもよい。範囲に関して、初期のポリアミドから最終製品までの、固有粘度のパーセント増加は、1%～100%、例えば、5%～75%、10%～50%、または20%～25%であってもよい。

20

30

40

非ハロゲン系難燃剤

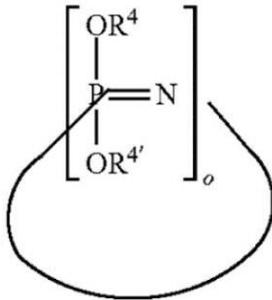
[0029]例示的な非ハロゲン系難燃剤には、リン含有難燃剤またはメラミン含有難燃剤が挙げられる。メラミン難燃剤は当分野で既知であり、リン酸メラミンおよびシアヌル酸メラミンを含める。Clariantによって販売される、そのホスフィン酸ジエチルアルミニウム、例えばExolit(登録商標)OP-1230およびExolit(登録商

50

標) OP-1400 などのホスフィン酸塩難燃剤を、本明細書に記載の組成物において使用することができる。リン酸メラミンには、リン酸メラミン、リン酸ジメラミン、ピロリン酸メラミン、ポリリン酸メラミン、ポリリン酸メラム、ポリリン酸メラム、メラミン縮合生成物、またはその混合物が挙げられる。ホスフィン酸塩難燃剤は、ナイロンにおけるその熱安定性故に望ましいことがある。本明細書の組成物において使用することができる、他のリン難燃剤には、ホスフィンオキシド、ホスホン酸オリゴマー、亜リン酸アルミニウム(V、VI、VII、VIIIなどを含める)、ポリホスファゼン、およびアルキル-DOPPO誘導体が挙げられる。例示的なホスファゼンは、全体が参照によって本明細書に組み込まれる、米国特許出願公開第2018/0072873号および米国特許出願公開第2018/0171112号に開示され、一般式(III)または一般式(IV)

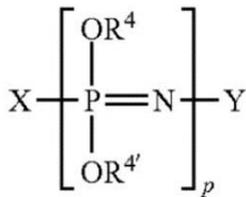
10

【化1】



(III)

20



(IV)

30

【0026】

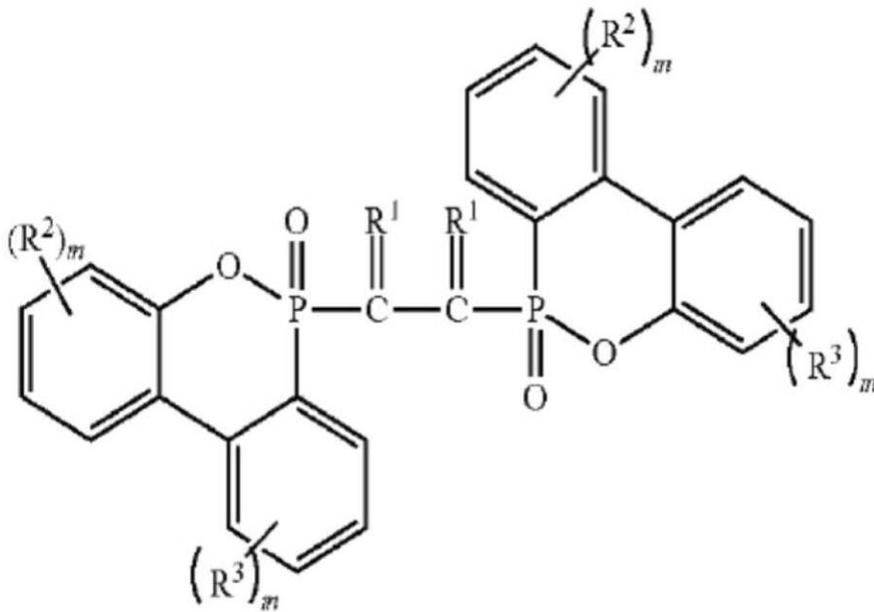
(式中、R4およびR4'は、同じか、または異なり、C1~C20-アルキル、C6~C30-アリール、C6~C30-アリールアルキル、またはC6~C30-アルキル置換アリールであり、Xは、-N=P(OPh)3基または-N=P(O)OPh基であり、Yは、-P(OPh)4基または-P(O)(OPh)2基であり、oは3~25の整数であり、pは3~1,000の整数である)のホスファゼン；成分Cとして無機亜鉛化合物0~30重量%、および成分Dとして窒素含有難燃剤0~50重量%を含む。成分Aおよび成分Bは、単独で、または互いに組み合わせて使用してもよい。成分Cおよび成分Dは、成分Aおよび/またはBと組み合わせて使用することができる。例示的なアルキル-DOPPO誘導体は、全体が参照によって本明細書に組み込まれる、米国特許出願公開第2013/0136911号に開示され、a) a2) 一価カルボン酸および多価カルボン酸ならびにその無水物の群からの不飽和化合物における、a1) 9,10-ジヒドロ-9-オキサ-10-ホスファフェナントレン-10-オキシド(DOPPO)および/または核置換DOPPO誘導体の付加物から選択される、少なくとも1種のリン含有モノマーと、b) 一価アルコールまたは多価アルコール、およびその混合物の群から選択される、少なくとも1種のエステル形成モノマーとの重縮合物を含む。さらにDOPPO誘導体は：

40

【0027】

50

【化 2】



10

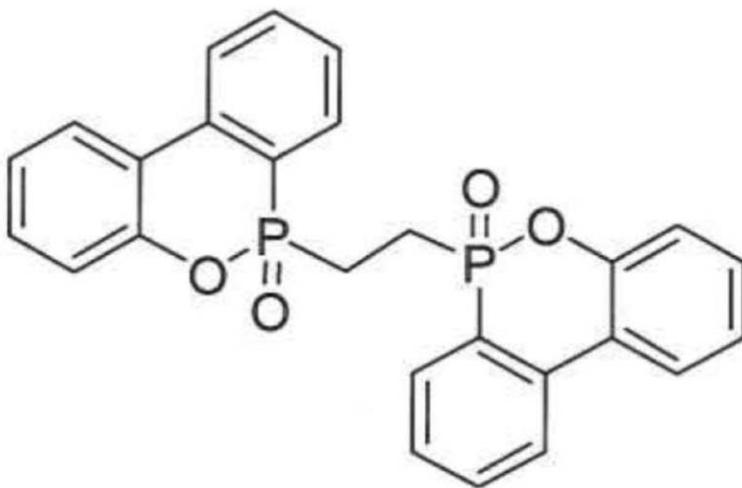
20

【 0 0 2 8 】

(式中、R¹は酸素であり、R²およびR³は、それぞれ独立して、水素、C₁～C₁₅アルキル、C₆～C₁₂アリール、C₇～C₁₅アラルキル、またはC₇～C₁₅アルカリールであり、mは独立して1～4から選択される)

【 0 0 2 9 】

【化 3】



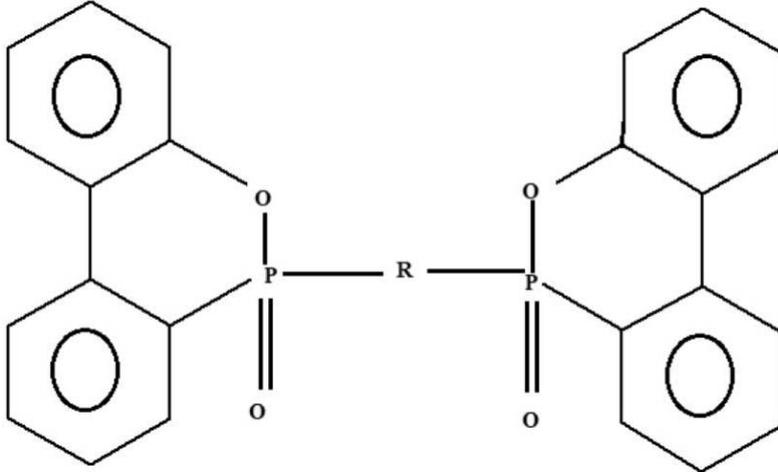
30

40

【 0 0 3 0 】

50

【化4】



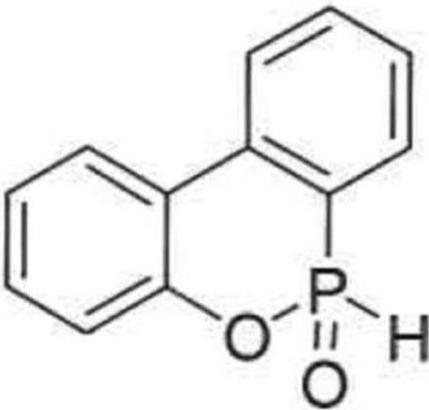
10

【0031】

(式中、Rはメチル、エチル、プロピル、ブチルなどである)、および

【0032】

【化5】



20

【0033】

(式中、Hは、1個または複数の炭素を有するR基で置き換えられる)を含める。上記で列挙された難燃剤は、単独でも、または互いに組み合わせてもよい。

[0030]下限に関して、非ハロゲン系難燃剤は、組成物の全重量に対して、少なくとも5wt.%、例えば、少なくとも7.5wt.%、少なくとも10wt.%、または少なくとも12.5wt.%の量で存在する。上限に関して、非ハロゲン系難燃剤は、25wt.%未満、例えば、22.5wt.%未満、20wt.%未満、または17.5wt.%未満の量で存在する。範囲に関して、非ハロゲン系難燃剤は、5~25wt.%、例えば、7.5~22.5wt.%、10~20wt.%、または12.5~17.5wt.%存在する。

40

ポリアミド

[0031]本明細書において使用する場合、ポリアミド組成物および同様の用語は、ポリアミドのコポリマー、ターポリマー、ポリマーブレンド、アロイ、および誘導体を含める、ポリアミドを含有する組成物を指す。さらに、本明細書において使用する場合、「ポリアミド」は、成分として、1つの分子のアミノ基および別の分子のカルボン酸基の連結を含むポリマーを有するポリマーを指す。一部の態様において、ポリアミドは最大量で存在する成分である。例えば、ナイロン6を40wt.%、ポリエチレンを30wt.%、およびポリプロピレンを30wt.%含有するポリアミドは、ナイロン6成分が最大量で存在

50

する故に、本明細書においてポリアミドと称される。加えて、ナイロン6を20wt.%、ナイロン6,6を20wt.%、ポリエチレンを30wt.%、およびポリプロピレンを30wt.%含有するポリアミドもまた、ナイロン6およびナイロン6,6の成分が合わせて最大量で存在する成分である故に、本明細書においてポリアミドと称される。

【0034】

[0032]例示的なポリアミドおよびポリアミド組成物は、Kirk-Othmer、Encyclopedia of Chemical Technology、18巻、328371頁(Wiley 1982)において記載され、その開示は参照によって組み込まれる。

【0035】

[0033]簡潔に、ポリアミドは、一般に、主ポリマー鎖の不可欠な部分として繰り返すアミド基を含有する化合物として既知である。直鎖状ポリアミドは、特に興味深いものであり、二官能性モノマーの縮合から形成することができる。ポリアミドは、しばしばナイロンと称される。それらは、一般に縮合ポリマーとして考えられるが、ポリアミドは、付加重合によっても形成される。この調製方法は、とりわけ、モノマーが環状ラクタムである一部のポリマー、例えばナイロン6にとって重要である。特定のポリマーおよびコポリマーならびにその調製は、以下の特許において示される：米国特許第4,760,129号、米国特許第5,504,185号、米国特許第5,543,495号、米国特許第5,698,658号、米国特許第6,011,134号、米国特許第6,136,947号、米国特許第6,169,162号、米国特許第7,138,482号、米国特許第7,381,788号、および米国特許第8,759,475号。

【0036】

[0034]ポリアミド、詳細にはナイロンを商業的用途において使用する多くの利点がある。ナイロンは、一般に、耐化学性かつ耐熱性であり、他の粒子に対してより優れた性能をもたらす。それらは、他のポリマーと比較して、改善された強度、伸長、および耐摩耗性を有することも既知である。ナイロンはまた、極めて汎用性であり、様々な用途におけるその使用を可能にする。

【0037】

[0035]いくつかの用途に特に好ましいポリアミドの一分類には、Glasscockら、High Performance Polyamides Fulfill Demanding Requirements for Automotive Thermal Management Components (DuPont)、2016年6月10日にオンラインで利用可能であるhttp://www2.dupont.com/Automotive/en_US/assets/downloads/knowledge%20center/HTN-whitepaper-R8.pdfに記載されるように、高温ナイロン(HTN)が挙げられる。こうしたポリアミドには、典型的には、以下に表される構造の1種または複数が挙げられる。

【0038】

10

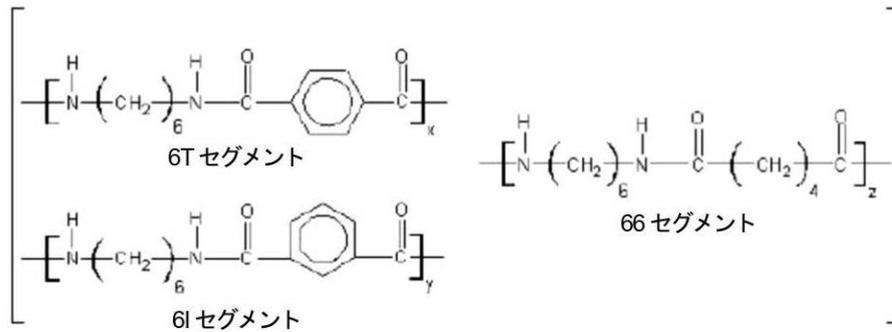
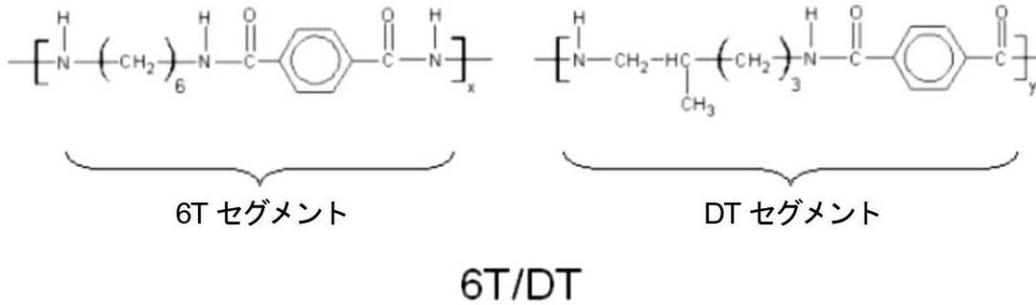
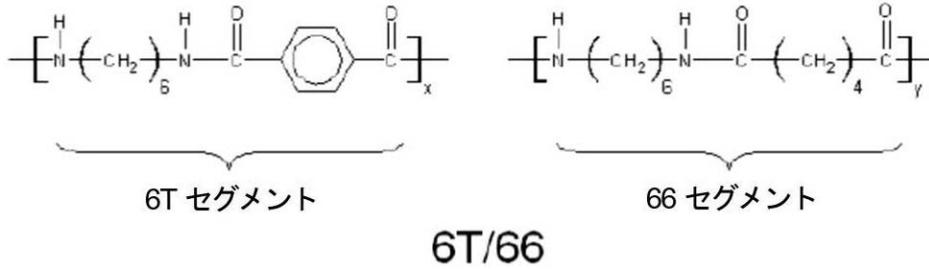
20

30

40

50

【化6】

**6T/6I/66**

【0039】

[0036]ポリアミドに含められるポリマーの非限定的な例には、ポリアミド、ポリプロピレンおよびコポリマー、ポリエチレンおよびコポリマー、ポリエステル、ポリスチレン、ポリウレタン、およびその組み合わせが挙げられる。

【0040】

[0037]コポリマーおよびターポリマーを含める、本明細書に記載のナイロンマイクロファイバー製品の融点は、223 ~ 390 の間、例えば223 ~ 380、または225 ~ 350 であることができる。加えて、融点は、添加される、付加的なポリマー材料に応じて、従来のナイロン6, 6の融点より高くなることができる。

【0041】

[0038]本開示の組成物で 사용할 ことができる、他のポリマー材料には、付加ポリマー材料と縮合ポリマー材料の両方、例えば、ポリオレフィン、ポリアセタール、ポリアミド（前述された通り）、ポリエステル、セルロースエーテルおよびセルロースエステル、ポリアルキレンスルフィド、ポリアリーレンオキシド、ポリスルホン、修飾ポリスルホンポリマー、ならびにその混合物が挙げられる。これらの一般分類に入る好ましい材料には、架橋形態および非架橋形態の、様々な加水分解度（87% ~ 99.5%）の、ポリアミド、ポリエチレン、ポリブチレンテレフタレート（PBT）、ポリプロピレン、ポリ（塩化

10

20

30

40

50

ビニル)、ポリメチルメタクリレート(および他のアクリル樹脂)、ポリスチレン、およびそのコポリマー(A B A型ブロックコポリマーを含める)、ポリ(フッ化ビニリデン)、ポリ(塩化ビニリデン)、ポリビニルアルコールが挙げられる。付加ポリマーは、ガラス質(室温よりも高いT g)である傾向がある。これは、ポリ塩化ビニルおよびポリメチルメタクリレート、ポリスチレンポリマーの組成物もしくはアロイの場合であり、またはポリフッ化ビニリデン材料およびポリビニルアルコール材料では結晶性が低い。本明細書で具体化したナイロンコポリマーは、反応混合物において様々なジアミン化合物、様々な二酸化合物、および様々な環状ラクタム構造を組み合わせ、次いで、ポリアミド構造においてランダムに配置されたモノマー物質を有するナイロンを形成することによって生成することができる。例えば、ナイロン6, 6-6, 10材料は、ヘキサメチレンジアミンならびに二酸のC6ブレンドおよびC10ブレンドから製造されるナイロンである。ナイロン6-6, 6-6, 10は、イブシロンアミノカブロン酸、ヘキサメチレンジアミン、ならびにC6二酸物質およびC10二酸物質のブレンドの共重合によって製造されるナイロンである。

10

【0042】

[0039]一部の態様において、ポリエチレンは本開示の組成物で使用され得る。主題の開示の、この実施形態の方法において有用なポリエチレンは、好ましくは、約5グラム/10分~約200グラム/10分の間、例えば、約17グラム/10分~約150グラム/10分の間、のメルトインデックスを有することができる。ポリエチレンは、好ましくは、約0.85グラム/cc~約1.1グラム/ccの間、例えば、約0.93グラム/cc~約0.95グラム/ccの間の密度を有すべきである。最も好ましくは、ポリエチレンのメルトインデックスは約150であり、密度は約0.93である。

20

【0043】

[0040]ポリエチレンおよびナイロンのブレンドまたはコポリマーは、任意の好適な手法によって形成され得る。典型的には、ナイロン化合物は、ナイロン6, 6であるが、しかしナイロン群の他のポリアミドを使用することができる。また、ナイロンの混合物を使用することもできる。一具体例において、ポリエチレンは、ナイロン6およびナイロン6, 6の混合物とブレンドされる。ポリエチレンポリマーおよびナイロンポリマーは、典型的にはペレット、チップ、フレークなどの形態で供給される。ポリエチレンのペレットまたはチップの、所望の量を、回転ドラムタンブラーなどの好適な混合装置で、ナイロンのペレットまたはチップとブレンドすることができ、得られたブレンドを従来の押出成形機のフィードホッパーまたはメルトブローラインへ導入することができる。

30

【0044】

[0041]さらに、ある一般的なポリマー部類(genus)の異なる種をブレンドすることができる。例えば、高分子量スチレン材料を低分子量の高衝撃ポリスチレンとブレンドすることができる。ナイロン6材料をナイロン6; 6, 6; 6, 10コポリマーなどのナイロンコポリマーとブレンドすることができる。さらに、低い加水分解度を有するポリビニルアルコール、例えば87%加水分解ポリビニルアルコールを、98%~99.9%以上の間の加水分解度を有する、完全加水分解または超加水分解(superhydrolyzed)ポリビニルアルコールとブレンドすることができる。混和物の、これらの材料の全ては、適切な架橋メカニズムを用いて架橋することができる。ナイロンは、アミド連結の窒素原子と反応性である架橋剤を用いて架橋することができる。ポリビニルアルコール材料は、ヒドロキシル反応性材料、例えばモノアルデヒド、例えばホルムアルデヒド、尿素、メラミン-ホルムアルデヒド樹脂、およびその類似物、ホウ酸および他の無機化合物、ジアルデヒド、二酸、ウレタン、エポキシ、ならびに他の既知の架橋剤を用いて架橋することができる。架橋技術は、架橋試薬が反応し、ポリマー鎖間の共有結合を形成して、分子量、耐化学性、全体の強度、および機械的分解に対する耐性を実質的に改善する、周知の、理解された現象である。

40

【0045】

[0042]好ましい1つのモードは、高温で調整されるか、または処理される、第1のポリ

50

マーおよび第2の、しかし異なるポリマー（ポリマーの種類、分子量、または物理的性質が異なる）を含むポリアミドである。ポリマーブレンドは、反応させて単一の化学種を形成することができるか、またはアニーリング処理によってブレンド組成物に物理的に組み合わせることができる。アニーリングは、結晶性、応力緩和、または配向などの物理的変化を意味する。好ましい材料を化学的に反応させて単一のポリマー種とすることにより、示差走査熱量計（DSC）分析によって、高温、高湿、および困難な操作条件に接する場合、改善された安定性をもたらす単一のポリマー材料が明らかになる。ブレンドポリマー系で使用される好ましい材料には、ナイロン6；ナイロン6，6；ナイロン6，10；ナイロン（6-6，6-6，10）のコポリマーおよび他の直鎖状の、全般的に脂肪族のナイロン組成物が挙げられる。

10

【0046】

[0043]好適なポリアミドは、例えば、ナイロン6を20重量%、ナイロン6，6を60重量%、およびポリエステルを20重量%含めることができる。ポリアミドは、相溶性ポリマーの組み合わせ、または非相溶性ポリマーの組み合わせを含めることができる。一部の態様において、組成物は、芳香族ポリアミドを含まない。

【0047】

[0044]一部の態様において、ポリアミドは、ナイロン6を含めることができる。下限に関して、ポリアミドは、少なくとも0.1wt.%、例えば、少なくとも1wt.%、少なくとも5wt.%、少なくとも10wt.%、少なくとも15wt.%、または少なくとも20wt.%の量でナイロン6を含めることができる。上限に関して、ポリアミドは、99.9wt.%以下、99wt.%以下、95wt.%以下、90wt.%以下、85wt.%以下、または80wt.%以下の量でナイロン6を含めることができる。範囲に関して、ポリアミドは、0.1~99.9wt.%、例えば、1~99wt.%、5~95wt.%、10~90wt.%、15~85wt.%、または20~80wt.%の量でナイロン6を含めることができる。

20

【0048】

[0045]一部の態様において、ポリアミドは、ナイロン6，6を含めることができる。下限に関して、ポリアミドは、少なくとも0.1wt.%、例えば、少なくとも1wt.%、少なくとも5wt.%、少なくとも10wt.%、少なくとも15wt.%、または少なくとも20wt.%の量でナイロン6，6を含めることができる。上限に関して、ポリアミドは、99.9wt.%以下、99wt.%以下、95wt.%以下、90wt.%以下、85wt.%以下、または80wt.%以下の量でナイロン6，6を含めることができる。範囲に関して、ポリアミドは、0.1~99.9wt.%、例えば、1~99wt.%、5~95wt.%、10~90wt.%、15~85wt.%、または20~80wt.%の量でナイロン6，6を含むことができる。

30

【0049】

[0046]一部の態様において、ポリアミドは主にナイロン6，6であり、例えば、少なくとも50wt.%、少なくとも60wt.%、少なくとも70wt.%、少なくとも80wt.%、少なくとも90wt.%、少なくとも95wt.%、または100wt.%のナイロン6，6である。

40

【0050】

[0047]一部の態様において、ポリアミドはナイロン6Iを含めることができる。下限に関して、ポリアミドは、少なくとも0.1wt.%、例えば、少なくとも0.5wt.%、少なくとも1wt.%、少なくとも5wt.%、少なくとも7.5wt.%、または少なくとも10wt.%の量でナイロン6Iを含めることができる。上限に関して、ポリアミドは、50wt.%以下、40wt.%以下、35wt.%以下、30wt.%以下、25wt.%以下、または20wt.%以下の量でナイロン6Iを含めることができる。範囲に関して、ポリアミドは、0.1~50wt.%、例えば、0.5~40wt.%、1~35wt.%、5~30wt.%、7.5~25wt.%、または10~20wt.%の量でナイロン6Iを含むことができる。

50

【 0 0 5 1 】

[0048]一部の態様において、ポリアミドはナイロン6 Tを含めることができる。下限に関して、ポリアミドは、少なくとも0.1 wt. %、例えば、少なくとも1 wt. %、少なくとも5 wt. %、少なくとも10 wt. %、少なくとも15 wt. %、または少なくとも20 wt. %の量でナイロン6 Tを含めることができる。上限に関して、ポリアミドは、50 wt. %以下、47.5 wt. %以下、45 wt. %以下、42.5 wt. %以下、40 wt. %以下、または37.5 wt. %以下の量でナイロン6 Tを含めることができる。範囲に関して、ポリアミドは、0.1 ~ 50 wt. %、例えば、1 ~ 47.5 wt. %、5 ~ 45 wt. %、10 ~ 42.5 wt. %、15 ~ 40 wt. %、または20 ~ 37.5 wt. %の量でナイロン6 Tを含むことができる。

10

【 0 0 5 2 】

[0049]ブロックコポリマーもまた、本開示の方法において有用である。こうしたコポリマーに関して、溶媒膨潤剤の選択が重要である。選択された溶媒は、両方のブロックが溶媒に溶解性であったようなものである。一例は、塩化メチレン溶媒中のABA（スチレン-E P - スチレン）またはAB（スチレン-E P）のポリマーである。1つの成分が溶媒に溶解性でなければ、ゲルを形成することになる。こうしたブロックコポリマーの例は、スチレン-b-ブタジエンおよびスチレン-b-水素化ブタジエン（エチレンプロピレン）のK r a t o n（登録商標）型、e-カプロラクタム-b-エチレンオキシドのP e b a x（登録商標）型、S y m p a t e x（登録商標）ポリエステル-b-エチレンオキシド、ならびにエチレンオキシドおよびイソシアネートのポリウレタンである。

20

【 0 0 5 3 】

[0050]付加ポリマー、例えば、ポリフッ化ビニリデン、シンジオタクチックポリスチレン、フッ化ビニリデンおよびヘキサフルオロプロピレンのコポリマー、ポリビニルアルコール、ポリビニルアセテート、非晶質付加ポリマー、例えば、ポリ（アクリロニトリル）ならびにアクリル酸およびメタクリレートを含むそのコポリマー、ポリスチレン、ポリ（塩化ビニル）およびその様々なコポリマー、ポリ（メチルメタクリレート）およびその様々なコポリマーは、低い圧力および低い温度で溶解性である故に、比較的容易に溶液紡糸されることが既知である。これらは、本開示に従って、繊維を製造する一方法として、溶融紡糸され得ることも想定される。

【 0 0 5 4 】

[0051]ポリマー混和物、アロイ構成において、または架橋結合で化学的に結合された構造において、2種以上のポリマー材料を含むポリマー組成物の形成に対して実質的な利点がある。理論に束縛されるものではないが、こうしたポリマー組成物は、ポリマーの特質を変えること、例えば、ポリマー鎖の柔軟性または鎖運動性、全体の分子量を改善すること、ポリマー材料の網目の形成により強化することによって、物理的特性を改善すると考えられる。

30

【 0 0 5 5 】

[0052]この概念の一実施形態において、有益な特性のために、2種の関連するポリマー材料をブレンドすることができる。例えば、高分子量ポリ塩化ビニルを低分子量ポリ塩化ビニルとブレンドすることができる。同様に、高分子量ナイロン材料を低分子量ナイロン材料とブレンドすることができる。

40

【 0 0 5 6 】

[0053]ポリアミドは、少なくとも20、例えば、少なくとも25、少なくとも30、または少なくとも35の相対粘度（RV）を有することができる。上限に関して、ポリアミドは、70未満、例えば、60未満、55未満、または50未満のRVを有することができる。範囲に関して、ポリアミドは、20 ~ 70、例えば、25 ~ 60、30 ~ 55、または35 ~ 50のRVを有することができる。

【 0 0 5 7 】

[0054]所望の特性を実現するために、ポリアミド末端基を制御することができる。ナイロン6, 6は、例えば、アミノ末端基および酸末端基を含有する。酸末端基は、不活性酢

50

酸末端基および反応性カルボン酸末端基を含める。一部の態様において、アミン末端基は、ポリアミドの、 $50 \mu\text{eq}/\text{グラム}$ 未満、例えば、 $45 \mu\text{eq}/\text{グラム}$ 未満、 $40 \mu\text{eq}/\text{グラム}$ 未満、または $35 \mu\text{eq}/\text{グラム}$ 未満の量で存在する。下限に関して、アミン末端基は、少なくとも $5 \mu\text{eq}/\text{グラム}$ 、例えば、少なくとも $10 \mu\text{eq}/\text{グラム}$ 、少なくとも $15 \mu\text{eq}/\text{グラム}$ 、または少なくとも $20 \mu\text{eq}/\text{グラム}$ の量で存在する。範囲に関して、アミン末端基は、 $5 \sim 50 \mu\text{eq}/\text{グラム}$ 、例えば、 $10 \sim 45 \mu\text{eq}/\text{グラム}$ 、 $15 \sim 40 \mu\text{eq}/\text{グラム}$ 、または $20 \sim 35 \mu\text{eq}/\text{グラム}$ の量で存在することができる。

【0058】

[0055]本明細書において使用する場合、デルタ末端基 (DEGまたはDEGs) は、アミン末端 (-NH₂) の量引く、カルボン酸末端 (-COOH) の量と定義される。DEG計算法は周知である。

10

【0059】

[0056]上記したように、ベースポリアミド組成物は、DEGレベルの特定の範囲および/または限界を用いる。一部の実施形態において、ベースポリアミド組成物は、 $-30 \mu\text{eq}/\text{グラム} \sim -90 \mu\text{eq}/\text{グラム}$ 、例えば、 $-35 \mu\text{eq}/\text{グラム} \sim -85 \mu\text{eq}/\text{グラム}$ 、 $-40 \mu\text{eq}/\text{グラム} \sim -80 \mu\text{eq}/\text{グラム}$ 、 $-45 \mu\text{eq}/\text{グラム} \sim -75 \mu\text{eq}/\text{グラム}$ 、 $-50 \mu\text{eq}/\text{グラム} \sim -70 \mu\text{eq}/\text{グラム}$ 、 $-55 \mu\text{eq}/\text{グラム} \sim -65 \mu\text{eq}/\text{グラム}$ 、 $-60 \mu\text{eq}/\text{グラム} \sim -65 \mu\text{eq}/\text{グラム}$ 、 $-45 \mu\text{eq}/\text{グラム} \sim -65 \mu\text{eq}/\text{グラム}$ 、 $-45 \mu\text{eq}/\text{グラム} \sim -60 \mu\text{eq}/\text{グラム}$ 、 $-50 \mu\text{eq}/\text{グラム} \sim -65 \mu\text{eq}/\text{グラム}$ 、または $-55 \sim -60 \mu\text{eq}/\text{グラム}$ の範囲のDEGレベルを有する。下限に関して、ベースポリアミド組成物は、 $-90 \mu\text{eq}/\text{グラム}$ より多い、 $-85 \mu\text{eq}/\text{グラム}$ より多い、 $-80 \mu\text{eq}/\text{グラム}$ より多い、 $-75 \mu\text{eq}/\text{グラム}$ より多い、 $-70 \mu\text{eq}/\text{グラム}$ より多い、 $-65 \mu\text{eq}/\text{グラム}$ より多い、 $-60 \mu\text{eq}/\text{グラム}$ より多い、 $-55 \mu\text{eq}/\text{グラム}$ より多い、または $-50 \mu\text{eq}/\text{グラム}$ より多いDEGレベルを有することができる。上限に関して、ベースポリアミド組成物は、 $-30 \mu\text{eq}/\text{グラム}$ 未満、例えば、 $-35 \mu\text{eq}/\text{グラム}$ 未満、 $-40 \mu\text{eq}/\text{グラム}$ 未満、 $-45 \mu\text{eq}/\text{グラム}$ 未満、 $-50 \mu\text{eq}/\text{グラム}$ 未満、 $-55 \mu\text{eq}/\text{グラム}$ 未満、または $-60 \mu\text{eq}/\text{グラム}$ 未満のDEGレベルを有することができる。本明細書に記載されたように、これらの特有のDEGレベルはまた、配合後に、最終製品における有利で相乗的な性質の、予期しない組み合わせをもたらすことも明らかになった。

20

30

【0060】

[0057]いくつかの場合において、DEGレベルは、重合反応混合物における過剰なヘキサメチレンジアミン (HMD) の量を制御することによって、得ること/実現すること/制御することができる。HMDは、反応で用いられる(ジ)カルボン酸、例えば、アジピン酸よりも揮発性であると考えられる。HMDおよびカルボン酸は、化学式のバランスを取るよう作用し(末端基のための理論的な値に基づいて)、その2つの間のバランス(故にDEG)は、ポリアミド組成物の所望の特性を実現するように調節することができる。いくつかの場合において、過剰なHMDは、重合反応混合物に添加されない。いくつかの場合において、アジピン酸は、重合反応混合物に添加される。

40

【0061】

[0058]いくつかの場合において、DEGレベルは、(一)酸および/または(モノ)アミンを組み込むことによって、例えば、末端構造の一部を「キャッピングすること」によって得て/実現して/制御して、所望のDEGレベル、例えば、所望の末端基バランスに到達することができる。

【0062】

[0059]いくつかの場合において、単官能性末端キャッピングの利用は、制御する、例えば、重合の速度を遅くする、意外な利点をもたらすことが分かった。理論に束縛されるものではないが、キャッピングは(1)反応性末端の量を制限し、(2)重合度を有限な数

50

まで制限すると考えられる。いくつかの場合において、用いられる末端キャッピングが多いほど、(最大)分子量(100%変換で)は低くなり得る。前者と後者の両方は、高い負のDEG系をもたらすことによって実現することができる。単官能性の酸および/またはアミンの付加は、負のDEGレベルを増すことになる。

【0063】

[0060]一実施形態において、(一)酸および/または(モノ)アミンは、 $1\ \mu\text{eq}/\text{グラム} \sim 40\ \mu\text{eq}/\text{グラム}$ 、例えば、 $1\ \mu\text{eq}/\text{グラム} \sim 35\ \mu\text{eq}/\text{グラム}$ 、 $3\ \mu\text{eq}/\text{グラム} \sim 35\ \mu\text{eq}/\text{グラム}$ 、 $3\ \mu\text{eq}/\text{グラム} \sim 30\ \mu\text{eq}/\text{グラム}$ 、 $5\ \mu\text{eq}/\text{グラム} \sim 30\ \mu\text{eq}/\text{グラム}$ 、 $5\ \mu\text{eq}/\text{グラム} \sim 25\ \mu\text{eq}/\text{グラム}$ 、 $7\ \mu\text{eq}/\text{グラム} \sim 25\ \mu\text{eq}/\text{グラム}$ 、 $7\ \mu\text{eq}/\text{グラム} \sim 20\ \mu\text{eq}/\text{グラム}$ 、 $10\ \mu\text{eq}/\text{グラム} \sim 20\ \mu\text{eq}/\text{グラム}$ 、または $10\ \mu\text{eq}/\text{グラム} \sim 15\ \mu\text{eq}/\text{グラム}$ の範囲のレベルで組み込まれる。上限に関して、(一)酸および/または(モノ)アミンは、 $40\ \mu\text{eq}/\text{グラム}$ 未満、例えば、 $35\ \mu\text{eq}/\text{グラム}$ 未満、 $30\ \mu\text{eq}/\text{グラム}$ 未満、 $25\ \mu\text{eq}/\text{グラム}$ 未満、 $20\ \mu\text{eq}/\text{グラム}$ 未満、または $15\ \mu\text{eq}/\text{グラム}$ 未満のレベルで組み込むことができる。下限に関して、(一)酸および/または(モノ)アミンは、 $1\ \mu\text{eq}/\text{グラム}$ より多い、例えば、 $3\ \mu\text{eq}/\text{グラム}$ より多い、 $5\ \mu\text{eq}/\text{グラム}$ より多い、 $7\ \mu\text{eq}/\text{グラム}$ より多い、または $10\ \mu\text{eq}/\text{グラム}$ より多いレベルで組み込むことができる。

10

【0064】

[0061]例示的な(一)酸には、それに限定されないが、酢酸、プロピオン酸(propionic acid)、酪酸、吉草酸、ヘキサノ酸、オクタン酸、パルミチン酸、ミリスチン酸、デカン酸、ウンデカン酸、ドデカン酸、オレイン酸、もしくはステアリン酸、またはその任意の組み合わせが挙げられる。例示的な(モノ)アミンには、それに限定されないが、ベンジルアミン、エチルアミン、プロピルアミン、ブチルアミン、ペンチルアミン、ヘキシルアミン、2-エチル-1-ヘキシルアミン、ヘプチルアミン、オクチルアミン、ノニルアミン、デシルアミン、ウンデシルアミン、ドデシルアミン、アミルアミン、tert-ブチルアミン、テトラデシルアミン、ヘキサデシルアミン、もしくはオクタデシルアミン、またはその任意の組み合わせが挙げられる。

20

【0065】

[0062]意外なことに、かつ予想外に、ポリアミド樹脂における、カルボン酸末端基のアミン末端基に対する比を制御することによって、重量平均分子量、数平均分子量、 z 平均分子量、多分散指数、および固有粘度における増加が、配合する工程の間、ポリアミド樹脂について最小化されることが分かった。一部の態様において、ポリアミド樹脂における、カルボン酸末端基のアミン末端基に対する比は、1.8より大きい、例えば、1.9より大きい、2より大きい、2.1より大きい、2.2より大きい、2.3より大きい、2.4より大きい、2.5より大きい、2.6より大きい、または2.7より大きい。上限に関して、ポリアミド樹脂における、カルボン酸末端基のアミン末端基に対する比は、3:1以下、例えば、2.975:1以下、2.95:1以下、2.925:1以下、2.9:1以下、2.875:1以下、2.85:1以下、2.825:1以下、2.8:1以下、2.775:1以下、2.75:1、2.725:1以下、または2.7:1以下である。範囲に関して、ポリアミド樹脂における、カルボン酸末端基のアミン末端基に対する比は、1.81:1~3:1、例えば、1.9:1~3:1、2:1~3:1、2.1:1~2.975:1、2:1~2.95:1、2.2:1~2.925:1、2.3:1~2.9:1、または2.4:1~2.7:1であってもよく、全ての範囲およびその間の値を含める。

30

40

【0066】

[0063]アミノ末端基および/または酸の量は、ポリアミドの溶解の後、電位差測定分析によって測定される。方法は、例えば、「Encyclopedia of Industrial Chemical Analysis」、17巻、293頁、1973に説明される。アミン末端基(GTA)および/または酸(BMS)の量は、トリフルオロエタノ

50

ール中にポリアミドを完全に溶解させ、過剰な強塩基を添加した後、電位差滴定法によって測定することができる。次いで、塩基性種を強酸の水溶液で滴定する。分子鎖制限剤 (chain limiter) の量は、添加される分子鎖制限剤のモル量と、製品ポリマーの質量との間の比によって計算される。分子鎖制限剤の量は、ポリアミドを加水分解し、続いて、液体クロマトグラフィーによる分析によって測定することもできる。

【0067】

[0064]ポリアミド6,6不平衡(unbalanced)アミンを得ることは、当業者に既知の様々な方法で、例えば、ジアミン化合物および二酸の化学量論的不均衡に応じた重合中に、またはポリアミド6,6不平衡最終アミンを得るための、化合物の添加による押出成形中に実現することができる。

【0068】

[0065]下限に関して、組成物は、少なくとも40wt.%、例えば、少なくとも42.5wt.%、少なくとも45wt.%、少なくとも47.5wt.%、少なくとも50wt.%、または少なくとも55wt.%の量でポリアミドを含めることができる。上限に関して、組成物は、70wt.%以下、68wt.%以下、66wt.%以下、64wt.%以下、62wt.%以下、または60wt.%以下の量でポリアミドを含めることができる。範囲に関して、組成物は、40~70wt.%、例えば、42.5~68wt.%、45~66wt.%、47.5~64wt.%、50~62wt.%、または55~60wt.%の量でポリアミドを含めることができる。

相乗剤

[0066]本明細書に記載の組成物で使用される相乗剤は、多様であってもよい。一部の態様において、相乗剤はリン含有化合物であってもよい。一部の態様において、相乗剤は、リン酸塩、例えばポリリン酸塩である。例示的な相乗剤には、ホスフィン酸塩、ジエチル-ホスフィン酸アルミニウム、およびポリリン酸メラミンが挙げられる。さらなる例は、メラミンの縮合生成物および/もしくはメラミンとポリリン酸との反応生成物および/もしくはメラミンとポリリン酸との縮合生成物の反応生成物、またはその混合物を含むか；あるいはメレム、メラム、メロン、ピロリン酸ジメラミン、ポリリン酸メラミン、ポリリン酸メレム、ポリリン酸メラム、ポリリン酸メロンおよび/またはその混合ポリ塩を含むか；あるいは式 $(NH_4)_yH_3-yPO_4$ および/または式 $(NH_4PO_3)_z$ (式中、 y は1~3であり、 z は1~10000である)の窒素含有リン酸塩を含む。またさらなる例には、混合アルカリ-アルミニウム亜リン酸塩、およびアルカリ金属塩とその混合物が挙げられる。

【0069】

[0067]一部の態様において、相乗剤は非リン含有相乗剤であってもよい。例示的な追加の相乗剤には、43-821として、Dow Corning(登録商標)で販売されるシリコーン粉末が挙げられる。追加の相乗剤には、ホウ酸亜鉛、次亜リン酸カルシウム、アルミニウム塩と組み合わせた亜リン酸水素アルミニウムが挙げられる。

【0070】

[0068]下限に関して、組成物は、少なくとも0.1wt.%、例えば、少なくとも0.5wt.%、少なくとも1wt.%、少なくとも2wt.%、少なくとも3wt.%、または少なくとも4wt.%の量で相乗剤を含めることができる。上限に関して、組成物は、15wt.%以下、14wt.%以下、13wt.%以下、12wt.%以下、11wt.%以下、または10wt.%以下の量で相乗剤を含めることができる。範囲に関して、組成物は、0.1~15wt.%、例えば、0.5~14wt.%、1~13wt.%、2~12wt.%、3~11wt.%、または4~10wt.%の量で相乗剤を含めることができる。

添加剤

[0069]一部の態様において、組成物はまた、様々な添加剤、例えば、フィラー、強化剤、安定剤、着色剤などを含めることもでき、但し、添加剤は、熱可塑性組成物の所望の特性に悪影響を及ぼさない。添加剤の混合物を使用してもよい。こうした添加剤は、成分を

10

20

30

40

50

混合してポリマー組成物を形成する間の好適な時間で混合することができる。

【0071】

[0070]他の好適な添加剤の例には、流動性改良剤、熱安定剤、フィラー、およびその組み合わせが挙げられる。概して、添加剤は、少なくとも0.05wt.%、例えば、少なくとも0.1wt.%、少なくとも0.5wt.%、少なくとも1wt.%、少なくとも5wt.%、または少なくとも10wt.%の量で存在することができる。上限に関して、添加剤は、55wt.%以下から、52.5wt.%以下から、50wt.%以下から、47.5wt.%以下から、または45wt.%以下からの量で存在することができる。範囲に関して、添加剤は、0.05~55wt.%、例えば、0.5~52.5wt.%、1~50wt.%、5~47.5wt.%、または10~45wt.%の量で存在す

10

【0072】

[0071]一部の態様において、組成物は、ガラス繊維を含めることができる。ガラス繊維は、少なくとも5wt.%、例えば、少なくとも10wt.%、少なくとも12.5wt.%、少なくとも15wt.%、少なくとも20wt.%、または少なくとも25wt.%の量で存在することができる。上限に関して、ガラス繊維は、45wt.%以下から、42.5wt.%以下から、40wt.%以下から、37.5wt.%以下から、または35wt.%以下からの量で存在することができる。範囲に関して、ガラス繊維は、5~45wt.%、例えば、10~42.5wt.%、12.5~40wt.%、15~37.5wt.%、20~35wt.%、または25~35wt.%の量で存在することが

20

【0073】

[0072]一部の態様において、1種または複数の熱安定剤を、組成物において含めることができる。好適な熱安定剤添加剤は、例えば、有機亜リン酸塩、例えば、亜リン酸トリフェニル、亜リン酸トリス(2,6-ジメチルフェニル)、亜リン酸トリス(混合モノおよびジノニルフェニル)など；トリフェニルホスフィン、ホスホン酸塩、例えばベンゼンホスホン酸ジメチルなど、リン酸塩、例えばリン酸トリメチルなど、または前述の熱安定剤の少なくとも1種を含む組み合わせが挙げられる。一部の態様において、熱安定剤は、ハロゲン化銅および有機リン化合物を含む銅含有熱安定剤である。有機リン化合物は、トリフェニルホスフィンまたはトリフェニルホスファイトであってもよい。有機リン化合物およびハロゲン化銅は、錯体、例えば、ハロゲン化銅(I)/ビス(トリフェニルホスフィン)、ハロゲン化銅(I)/ビス(トリフェニルホスファイト)、ヨウ化銅(I)/ビス(トリフェニルホスフィン)、および/またはヨウ化銅(I)/ビス(トリフェニルホスファイト)を形成してもよい。一部の態様において、熱安定剤は、最終化合物における充填が臭素900ppm未満を含んで「非ハロゲン等級」をもたらすように、臭素を含むことができる。一部の態様において、熱安定剤は、最終製品からの銅の接触腐食を減らすために、錯体を形成するか、さもなければ水溶性を減らし、および/または銅の移行を防ぐ形態、例えば、非移行性銅である銅を含むことができる。

30

【0074】

[0073]熱安定剤は、少なくとも0.05wt.%、例えば、少なくとも0.1wt.%、少なくとも0.25wt.%、少なくとも0.5wt.%、少なくとも0.75wt.%、少なくとも1wt.%、または少なくとも1.5wt.%の量で存在することができる。上限に関して、熱安定剤は、5wt.%以下から、4.5wt.%以下から、4.25wt.%以下から、4wt.%以下から、3.75wt.%以下から、または3.5wt.%以下からの量で存在することができる。範囲に関して、熱安定剤は、0.05~5wt.%、例えば、0.1~4.75wt.%、0.25~4.5wt.%、0.5~4.25wt.%、0.75~4wt.%、1wt.%~3.75wt.%、または1.5~3.5wt.%の量で存在することが

40

【0075】

[0074]一部の態様において、熱安定剤は、CuI, KI熱安定剤および/またはBr,

50

Cu, P熱安定剤を含むことができる。これらの態様において、CuI, KI熱安定剤は、少なくとも0.1wt.%, 例えば、少なくとも0.25wt.%, 少なくとも0.5wt.%, 少なくとも0.75wt.%, 少なくとも1wt.%, または少なくとも1.5wt.%の量で存在することができる。上限に関して、CuI, KI熱安定剤は、4wt.%以下から、3.75wt.%以下から、3.5wt.%以下から、または3wt.%以下からの量で存在することができる。範囲に関して、CuI, KI熱安定剤は、0.1~4wt.%, 例えば、0.25~3.75wt.%, 0.5~3.5wt.%, 0.75~3.25wt.%, 1wt.%~3wt.%, または1.5~3wt.%の量で存在することができる。これらの態様において、Br, Cu, P熱安定剤は、少なくとも0.01wt.%, 例えば、少なくとも0.05wt.%, 少なくとも0.075wt.%, または少なくとも0.1wt.%の量で存在することができる。上限に関して、Br, Cu, P熱安定剤は、1.5wt.%以下から、1wt.%以下から、0.75wt.%以下から、または0.5wt.%以下からの量で存在することができる。範囲に関して、Br, Cu, P熱安定剤は、0.01~1.5wt.%, 例えば、0.05~1wt.%, 0.1~0.75wt.%, または0.1~0.5wt.%の量で存在することができる。

【0076】

10

[0075]追加のフィラーまたは強化剤は、これらの使用で既知の任意の材料を含める。例えば、好適なフィラーおよび強化剤には、ケイ酸塩およびシリカ粉末、例えばケイ酸アルミニウム(ムライト)、ケイ酸合成カルシウム、ケイ酸ジルコニウム、溶融シリカ、結晶性シリカグラファイト、天然ケイ砂など；ホウ素粉末、例えば、ホウ素-窒化物粉末、ホウ素-ケイ酸塩粉末など；酸化物、例えば二酸化チタン、酸化アルミニウム、酸化マグネシウムなど；硫酸カルシウム(その無水物、二水和物、または三水和物として)；単結晶繊維または「ウイスキー」、例えば、炭化ケイ素、アルミナ、炭化ホウ素、鉄、ニッケル、銅など；繊維(連続繊維およびチョップド繊維を含める)、例えば、炭素繊維、Eガラスなどのガラス繊維など；硫化物、例えば、硫化モリブデン、硫化亜鉛など；バリウム化合物、例えば、チタン酸バリウム、バリウムフェライト、硫酸バリウム、重晶石など；金属および金属酸化物、例えば、粒子状または繊維状のアルミニウム、青銅、亜鉛、銅、およびニッケルなど；フレーク状フィラー、例えば、ガラスフレーク、フレーク状炭化ケイ素、二ホウ化アルミニウム、アルミニウムフレーク、鋼フレークなど；繊維質フィラー、例えば、ケイ酸アルミニウム、酸化アルミニウム、酸化マグネシウム、および硫酸カルシウム半水和物などの少なくとも1種を含むブレンドから誘導されるものなどの無機短繊維；天然のフィラーおよび強化剤、例えば、木材を粉砕することによって得られる木粉、繊維質製品、例えば、セルロース、綿、サイザル麻、黄麻、デンプン、コルク粉、リグニン、グラウンドナッツ殻、トウモロコシ、コメの籾殻など；繊維を形成することが可能な有機ポリマー、例えば、ポリ(エーテルケトン)、ポリイミド、ポリベンゾオキサゾール、ポリ(フェニレンスルフィド)、芳香族ポリアミド、芳香族ポリイミド、ポリエーテルイミドなどから形成される強化有機繊維質フィラー；ならびに追加のフィラーおよび強化剤、例えば、マイカ、長石、煙塵、フィライト、石英、ケイ岩、真珠岩、トリポリ岩、ケイ藻土、カーボンブラックなど、あるいは前述のフィラーまたは強化剤の少なくとも1種を含む組み合わせが挙げられる。一部の態様において、組成物は芳香族ポリアミドを含まない。

20

30

40

【0077】

[0076]フィラーおよび強化剤は、伝導性を促進するために金属材料の層で被覆するか、またはポリマーマトリックス樹脂を用いた接着および分散を改善するためにシランで表面処理することができる。加えて、強化フィラーは、モノフィラメント繊維またはマルチフィラメント繊維の形態で用意することができ、単独で、または他の種類の繊維、但し、例えば、共織(co-weaving)もしくはコア/シース、サイドバイサイド、もしくはマトリックス、およびフィブリルの構造と組み合わせて、または繊維製造の当業者に既知の他の方法によって使用してもよい。好適な共織構造には、例えば、ガラス繊維-炭素繊維、炭素繊維-芳香族ポリイミド(アラミド)繊維、および芳香族ポリイミドファイバ

50

ーグラス繊維などが挙げられる。繊維質フィラーは、例えば、粗紡糸、繊維質強化剤織物、例えば0～90度繊維など；不織繊維質強化剤、例えば、連続ストランドマット、チョップドストランドマット、薄織物、紙、およびフェルトなど；または三次元強化剤、例えば組紐の形態で供給することができる。一部の態様において、組成物は、層状ケイ酸塩を含まない。加えて、一部の態様において、組成物はポリリン酸アンモニウムおよびポリリン酸亜鉛を含まない。他のさらなる態様において、組成物はシアヌル酸メラミンおよびホウ酸亜鉛を含まない。

【0078】

[0077]酸化防止剤または「安定剤」（例えば、ヒンダードフェノールおよび/もしくは第二級アリールアミン）、ならびに場合により第2の酸化防止剤（例えば、リン酸塩および/もしくはチオエステル）もまた、添加剤として含めることができる。好適な安定剤添加剤には、例えば、亜リン酸金属、例えば、亜リン酸ナトリウム、亜リン酸カルシウム、もしくは亜リン酸アルミニウム、または次亜リン酸ナトリウム、次亜リン酸カルシウム、もしくは次亜リン酸アルミニウムなどが挙げられる。他の好適な酸化防止剤には、有機亜リン酸塩、例えば、亜リン酸トリス（ノニルフェニル）、亜リン酸トリス（2,4-ジ-t-ブチルフェニル）、ビス（2,4-ジ-t-ブチルフェニル）ペンタエリスリトールジホスファイト、ジステアリルペンタエリスリトールジホスファイトなど；アルキル化モノフェノールまたはアルキル化ポリフェノール；ポリフェノールとジエンとのアルキル化反応生成物、例えば、テトラキス[メチレン（3,5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシヒドロシナメート）]メタンなど；パラ-クレゾールまたはジシクロペンタジエンのブチル化反応生成物；アルキル化ヒドロキノン；ヒドロキシル化チオジフェニルエーテル；アルキリデン-ビスフェノール；ベンジル化合物；ベータ-（3,5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシフェニル）-プロピオン酸と一価アルコールまたは多価アルコールとのエステル；ベータ-（5-tert-ブチル-4-ヒドロキシ-3-メチルフェニル）-プロピオン酸と一価アルコールまたは多価アルコールとのエステル；チオアルキル化合物またはチオアリール化合物のエステル、例えば、チオプロピオン酸ジステアリル、チオプロピオン酸ジラウリル、チオジプロピオン酸ジトリデシル、プロピオン酸オクタデシル-3-（3,5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシフェニル）、プロピオン酸ペンタエリスリチル-テトラキス[3-（3,5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシフェニル）]など；ベータ-（3,5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシフェニル）-プロピオン酸のアミドなど、あるいは前述の酸化防止剤の少なくとも1種を含む組み合わせが挙げられる。

【0079】

[0078]光安定剤および/または紫外線（UV）吸収添加剤を使用することもできる。好適な光安定剤添加剤には、例えば、ベンゾトリアゾール、例えば、2-（2-ヒドロキシ-5-メチルフェニル）ベンゾトリアゾール、2-（2-ヒドロキシ-5-tert-オクチルフェニル）-ベンゾトリアゾール、および2-ヒドロキシ-4-n-オクトキシベンゾフェノンなど、または前述の光安定剤の少なくとも1種を含む組み合わせが挙げられる。

【0080】

[0079]好適なUV吸収添加剤には、例えば、ヒドロキシベンゾフェノン；ヒドロキシベンゾトリアゾール；ヒドロキシベンゾトリアジン；シアノアクリレート；オキサニリド；ベンゾキサジン；2-（2H-ベンゾトリアゾール-2-イル）-4-（1,1,3,3-テトラメチルブチル）-フェノール（CYASORB（商標）5411）；2-ヒドロキシ-4-n-オクチルオキシベンゾフェノン（CYASORB（商標）531）；2-[4,6-ビス（2,4-ジメチルフェニル）-1,3,5-トリアジン-2-イル]-5-（オクチルオキシ）-フェノール（CYASORB（商標）1164）；2,2'-（1,4-フェニレン）ビス（4H-3,1-ベンゾキサジン-4-オン）（CYASORB（商標）UV-3638）；1,3-ビス[（2-シアノ-3,3-ジフェニルアクリロイル）オキシ]-2,2-ビス[[（2-シアノ-3,3-ジフェニルアクリロイル

10

20

30

40

50

）オキシ]メチル]プロパン(UVINUL(商標)3030);2,2'-(1,4-フェニレン)ビス(4H-3,1-ベンゾキサジン-4-オン);1,3-ビス[(2-シアノ-3,3-ジフェニルアクリロイル)オキシ]-2,2-ビス[[2-シアノ-3,3-ジフェニルアクリロイル)オキシ]メチル]プロパン;全て約100ナノメートル未満の粒径を有するナノサイズ無機材料、例えば、酸化チタン、酸化セリウム、および酸化亜鉛;など、またはポリマー組成物のポリマー成分の100重量部に基づいて、前述のUV吸収剤の少なくとも1種を含む組み合わせが挙げられる。

【0081】

[0080]一部の態様において、フィラーは、ホウ酸亜鉛およびステアリン酸亜鉛を含める。含められる場合、フィラーは、少なくとも0.01wt.%、例えば、少なくとも0.05wt.%、少なくとも0.075wt.%、または少なくとも0.1wt.%の量で存在することができる。上限に関して、フィラーは、5wt.%以下から、4.75wt.%以下から、4.5wt.%以下から、または4.25wt.%以下からの量で存在することができる。範囲に関して、フィラーは、0.01~5wt.%、例えば、0.05~4.75wt.%、0.1~4.5wt.%、または0.1~4.5wt.%の量で存在することができる。

10

【0082】

[0081]可塑剤、潤滑剤、および/または離型剤の添加剤を使用することもできる。例えば、フタル酸エステル、例えば、ジオクチル-4,5-エポキシ-ヘキサヒドロフタレート;トリス-(オクトキシカルボニルエチル)イソシアヌレート;トリストアリン;ポリ-アルファ-オレフィン;エポキシ化大豆油;シリコーン油を含めるシリコーン;エステル、例えば、脂肪酸エステル、例えば、アルキルステアリルエステル、例えば、ステアリン酸メチル;ステアリン酸ステアリル、テトラステアリン酸ペンタエリスリトールなど;ステアリン酸メチルと、ポリエチレングリコールポリマー、ポリプロピレングリコールポリマー、およびそのコポリマーを含む、親水性非イオン性界面活性剤および疎水性非イオン性界面活性剤との混合物、例えば、好適な溶媒中のステアリン酸メチルおよびポリエチレン-ポリプロピレングリコールコポリマー;ワックス、例えば、蜜蝋、モンタンワックス、パラフィンワックスなどを含む、これらの種類の材料の中でかなりの重複がある。

20

【0083】

[0082]着色剤、例えば、顔料および/または染料の添加剤も存在することができる。好適な顔料には、例えば、無機顔料、例えば、酸化金属および混合酸化金属、例えば、酸化亜鉛、二酸化チタン、酸化鉄など;硫化物、例えば、硫化亜鉛など;アルミン酸塩;硫酸ナトリウムスルホ-ケイ酸塩、クロム酸塩など;カーボンブラック;亜鉛フェライト;群青;ピグメントブラウン24;ピグメントレッド101;ピグメントイエロー119;有機顔料、例えば、アゾ、ジアゾ、キナクリドン、ペリレン、ナフタレンテトラカルボン酸、フラバントロン、イソインドリン、テトラクロロイソインドリノン、アントラキノン、アンサンスロン、ジオキサジン、フタロシアニン、およびアゾレーキ;ピグメントブルー60、ピグメントレッド122、ピグメントレッド149、ピグメントレッド177、ピグメントレッド179、ピグメントレッド202、ピグメントバイオレット29、ピグメントブルー15、ピグメントグリーン7、ピグメントイエロー147、およびピグメントイエロー150、または前述の顔料の少なくとも1種を含む組み合わせが挙げられる。

30

40

【0084】

[0083]これらの追加の添加剤は、存在する場合、少なくとも0.01wt.%、例えば、少なくとも0.05wt.%、少なくとも0.075wt.%、または少なくとも0.1wt.%の量で存在することができる。上限に関して、追加の添加剤は、4wt.%以下から、3wt.%以下から、2.75wt.%以下から、または2.5wt.%以下からの量で存在することができる。範囲に関して、追加の添加剤は、0.01~4wt.%、例えば、0.05~3wt.%、0.1~2.75wt.%、または0.~2.5wt.%の量で存在することができる。

最終成形製品を形成する方法

50

[0084]本明細書に記載されたように、組成物を配合し、次いで押出成形または射出成形して最終製品を成形することができる。一部の態様において、1.8より大きい、カルボン酸末端基のアミン末端基に対する比を有するポリアミド樹脂を使用することによって、押出成形中の圧力スパイクが避けられる。分子量の増加の制御を含む、押出成形中の追加の利点は、本明細書に記載される。

用途

[0085]本発明の組成物は、その熱安定性、流動性、加工性、および再利用性のために様々な用途において有用である。製品は、コネクタ、リレー、ターミナルブロック、モーター、壁板、照明、回路遮断器、スイッチ、およびセンサー、ならびに他の用途を含む電気用途および電氣的用途において使用することができる。

10

【0085】

[0086]本開示の組成物固有の特性は、従来の製品、例えば、既存の難燃性樹脂およびそれから形成される製品にはみられない機能性および利点をもたらす。

実施形態

[0087]実施形態1：ポリアミド、非ハロゲン系難燃剤、および相乗剤を含む難燃性ポリアミド組成物であって、ポリアミドが、1.8より大きい、カルボン酸末端基のアミン末端基に対する比を有する、難燃性ポリアミド組成物。

【0086】

[0088]実施形態2：組成物が、1種または複数の添加剤をさらに含む、実施形態1の一実施形態。

20

[0089]実施形態3：1種または複数の添加剤が、流動性改良剤、熱安定剤、フィラー、またはその組み合わせを含む、実施形態1または2の一実施形態。

【0087】

[0090]実施形態4：組成物の重量平均分子量が、20,000~100,000ダルトン、25,000~65,000ダルトン、または30,000~50,000ダルトンである、実施形態1から3のいずれかの一実施形態。

【0088】

[0091]実施形態5：z平均分子量が、30,000~600,000、35,000~220,000ダルトン、40,000~120,000ダルトン、または45,000~90,000ダルトンである、実施形態1から4のいずれかの一実施形態。

30

【0089】

[0092]実施形態6：組成物が、組成物の全重量に対して、ポリアミドを35~70wt.%含む、実施形態1から5のいずれかの一実施形態。

[0093]実施形態7：組成物が、組成物の全重量に対して、非ハロゲン系難燃剤を5~25wt.%含む、実施形態1から6のいずれかの一実施形態。

【0090】

[0094]実施形態8：組成物が、組成物の全重量に対して、相乗剤を0.1~15wt.%含む、実施形態1から7のいずれかの一実施形態。

[0095]実施形態9：組成物が、組成物の全重量に対して、ガラス繊維を5~45wt.%さらに含む、実施形態1から8のいずれかの一実施形態。

40

【0091】

[0096]実施形態10：組成物が、組成物の全重量に対して、熱安定剤を0.05~5wt.%含む、実施形態1から9のいずれかの一実施形態。

[0097]実施形態11：非ハロゲン系難燃剤が、有機リン難燃剤を含む、実施形態1から10のいずれかの一実施形態。

【0092】

[0098]実施形態12：相乗剤がポリリン酸塩を含む、実施形態1から11のいずれかの一実施形態。

[0099]実施形態13：相乗剤がポリリン酸メラミンを含む、実施形態1から12のいずれかの一実施形態。

50

【 0 0 9 3 】

[0100]実施形態 14：ポリアミドが、アミン末端基 50 μ eq / グラム未満を含む、実施形態 1 から 13 のいずれかの一実施形態。

[0101]実施形態 15：ポリアミドがナイロン 6, 6 を含む、実施形態 1 から 14 のいずれかの一実施形態。

【 0 0 9 4 】

[0102]実施形態 16：実施形態 1 から 15 のいずれかの組成物から形成される成形難燃性ポリアミド製品。

[0103]実施形態 17：成形製品を形成する方法であって、a) 1.8 より大きい、カルボン酸末端基のアミン末端基に対する比を有するポリアミドを形成するステップと、b) ポリアミドを、非ハロゲン系難燃剤およびリン含有化合物を含む相乗剤と配合して配合組成物を形成するステップと、c) 配合組成物を成形して成形製品を形成するステップとを含む、方法。

10

【 0 0 9 5 】

[0104]実施形態 18：組成物が、1種または複数の添加剤をさらに含む、実施形態 17 の一実施形態。

[0105]実施形態 19：1種または複数の添加剤が、流動性改良剤、熱安定剤、フィラー、またはその組み合わせを含む、実施形態 17 または 18 の一実施形態。

【 0 0 9 6 】

[0106]実施形態 20：製品の重量平均分子量が、20,000 ~ 100,000 である、実施形態 17 から 19 のいずれかの一実施形態。

20

[0107]実施形態 21：製品の z 平均分子量が、50,000 ~ 600,000 である、実施形態 17 から 20 のいずれかの一実施形態。

【 0 0 9 7 】

[0108]実施形態 22：製品が、製品の全重量に対して、ナイロン 6, 6 を 40 ~ 70 wt.% 含む、実施形態 17 から 21 のいずれかの一実施形態。

[0109]実施形態 23：製品が、製品の全重量に対して、非ハロゲン系難燃剤を 5 ~ 25 wt.% 含む、実施形態 17 から 22 のいずれかの一実施形態。

【 0 0 9 8 】

[0110]実施形態 24：製品が、製品の全重量に対して、相乗剤を 0.1 ~ 15 wt.% 含む、実施形態 17 から 23 のいずれかの一実施形態。

30

[0111]実施形態 25：製品が、製品の全重量に対して、ガラス繊維を 5 ~ 45 wt.% さらに含む、実施形態 17 から 24 のいずれかの一実施形態。

【 0 0 9 9 】

[0112]実施形態 26：組成物が、組成物の全重量に対して、熱安定剤を 0.05 ~ 5 wt.% 含む、実施形態 17 から 25 のいずれかの一実施形態。

[0113]実施形態 27：非ハロゲン系難燃剤が、有機リン難燃剤を含む、実施形態 17 から 26 のいずれかの一実施形態。

【 0 1 0 0 】

[0114]実施形態 28：相乗剤がポリリン酸塩を含む、実施形態 17 から 27 のいずれかの一実施形態。

40

[0115]実施形態 29：相乗剤がポリリン酸メラミンを含む、実施形態 17 から 28 のいずれかの一実施形態。

【 0 1 0 1 】

[0116]実施形態 30：ポリアミドがナイロン 6, 6 を含む、実施形態 17 から 29 のいずれかの一実施形態。

[0117]実施形態 31：ポリアミド 40 ~ 70 wt.%、非ハロゲン系難燃剤 5 ~ 25 wt.%、相乗剤 0.1 ~ 15 wt.%、ガラス繊維 5 ~ 45 wt.%、および熱安定剤 0.05 ~ 5 wt.% を含む難燃性ポリアミド組成物であって、ポリアミドが、1.8 : 1 より大きい、カルボン酸末端基とアミン末端基との比を有する、難燃性ポリアミド組成物。

50

【0102】

[0118]実施形態32：ポリアミド40～70wt.%、非ハロゲン系難燃剤5～25wt.%、相乗剤0.1～15wt.%、および熱安定剤0.05～5wt.%を含む難燃性ポリアミド組成物であって、ポリアミドが、1.8：1より大きい、カルボン酸末端基とアミン末端基との比を有する、難燃性ポリアミド組成物。

【0103】

[0119]実施形態33：ポリアミドのRVを制御する方法であって、：ポリアミドの所望のRVを決定するステップと；アミン末端基、不活性末端基、またはカルボン酸末端基の少なくとも1つの値を調節するステップとを含み；ポリアミドが、1.8：1より大きい、カルボン酸末端基とアミン末端基との比を有する、方法。

10

【0104】

[0120]実施形態34：所望のRVが少なくとも20、または少なくとも35である、実施形態33に記載の一実施形態。

[0121]実施形態35：ポリアミドがナイロン6,6である、実施形態33または34に記載の一実施形態。

【0105】

[0122]実施形態36：流動性改良剤を使用しない、実施形態1から35のいずれかに記載の一実施形態。

[0123]実施形態37：ポリアミド、非ハロゲン系難燃剤、および相乗剤を含む難燃性ポリアミド組成物であって、以下の条件の少なくとも1つ：(a)最終組成物の重量平均分子量が、出発ポリアミド樹脂の重量平均分子量より300%未満大きい；(b)最終組成物の数平均分子量が、出発ポリアミド樹脂の数平均分子量より100%未満大きい；(c)最終組成物のZ平均分子量が、出発ポリアミド樹脂のZ平均分子量より100%未満大きい；(d)最終組成物の多分散指数が、出発ポリアミド樹脂の重量平均分子量より300%未満大きい；または(e)最終組成物の固有粘度が、出発ポリアミド樹脂の固有粘度より100%未満大きい、を満たす難燃性ポリアミド組成物。

20

【0106】

[0124]本開示は、以下の非限定的な実施例によってさらに理解される。

【実施例】

【0107】

30

実施例1

[0125]以下に示す粘度および末端基を有する、4種の試料ナイロン6,6樹脂を調製した。

【0108】

40

50

【表 1】

表 1 ナイロン 6,6 樹脂				
樹脂	A	B	C	D
相対粘度	42	36	48	36
アミン末端基 ($\mu\text{eq}/\text{グラム}$)	34	42	42	51
カルボン酸末端基 ($\mu\text{eq}/\text{グラム}$)	93	102	65	92
不活性末端基 ($\mu\text{eq}/\text{グラム}$)	11	10	20	10
カルボン酸末端基 のアミン末端基に 対する比	2.7	2.4	1.5	1.8
触媒は含まれる?	なし	なし	あり	なし
Mn	15,200	17,500	18,400	14,900
Mw	27,700	26,400	32,200	26,000
Mz	43,900	38,000	50,700	40,700
PDI	1.82	1.51	1.75	1.74
IV (dl/g)	2.32	2.20	2.58	2.25

【 0 1 0 9 】

[0126]次いで、上記の樹脂のそれぞれを、本明細書に記載の難燃剤および相乗剤と組み合わせさせた。樹脂の、初期の Mw、Mz、PDI、および IV を測定し、次いで配合後の全体の組成物の、最終の Mw、Mz、PDI、および IV を測定した。1.8 より大きい、カルボン酸末端基のアミン末端基に対する比を有した、樹脂 A および樹脂 B は、配合中に、Mw、Mz、PDI、および IV の許容できる増加を有することが分かった。1.8 以下の、カルボン酸末端基のアミン末端基に対する比を有した、樹脂 C および樹脂 D は、配合中に、Mw、Mz、PDI、および / または IV の許容できない増加を有することが分かった。加えて、配合中に、樹脂 D は、押出成形機において、望ましくない圧力スパイクを受けた。圧力増大を低減するために、スクリュウ速度を低減することができるか、またスクリュウ設計を変えることができるが、より低い生産率は、あまり経済的ではなく、あまり積極的でないスクリュウ設計は、添加剤成分を適度に混合しないことがある。

【 0 1 1 0 】

実施例 2

[0127]以下に記載の成分を有する、5 種の試料組成物を調製した。示されるように、ポリアミド、難燃剤、流動性改良剤、および相乗剤の量を変化させた。試料 1 および試料 2 のポリアミドはナイロン 6, 6 樹脂 D であった。試料 3 から試料 5 のポリアミドは、ナイロン 6, 6 樹脂 B であった。流動性改良剤 / 相乗剤は、43 - 821 として Dow Corning (登録商標) で販売されるシリコン粉末であった。難燃剤は、Exolit (登録商標) OP - 1230 または Exolit (登録商標) OP - 1400 として、Clariant によって販売されるリン難燃剤であった。試料 1 から試料 3 について、押出成形機に適用される真空は、- 27 mmHg ~ - 28 mmHg の間であり、試料 4 から試料 5 について、押出成形機に適用される真空は - 22 mmHg であった。実施例 1 および実施例 2 は、ポリアミド樹脂 D を用い、Mw、Mz、PDI、および IV の許容できない増加を有することが分かった。実施例 3 および実施例 5 によれば、押出成形機に適用さ

れる真空の量が増すことにより、系を乾燥させすぎる可能性があり、それによって、分子量増大を強化することがあり；それ故に、真空を適度なレベルまで操作して、配合中の分子量増大を最小化することが最適である。実施例 4 によれば、配合中の分子量増大は、Exolit（登録商標）OP-1400 について、Exolit（登録商標）OP-1230 に対していくらか少なかった。

【 0 1 1 1 】

【表 2 - 1】

表 2 試料 1 から試料 5 の試験結果					
試料	1 (比較)	2 (比較)	3	4	5
真空(Hg)	-28	-28	-27	-22	-22
ポリアミド樹脂のタイプ	D	D	B	B	B
ポリアミド	50.8	51.3	55.6	55.6	55.6
CuI, KI 熱安定剤	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5
ガラス繊維	30.0	30.0	25.0	25.0	25.0
Exolit(登録商標) OP-1230	--	--	--	13.5	--
Exolit(登録商標) OP-1400	13.5	13.5	13.5	--	13.5
流動性改良剤/相乗剤	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0
熱安定剤	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3
ホウ酸亜鉛	0.5	--	0.5	0.5	0.5
ステアリン酸亜鉛	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
粉碎樹脂 C	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
酸化防止剤	0.3	0.3	0.50	0.50	0.50
出発 Mn	14,900		17,500		
最終 Mn	24,400	23,800	20,000	18,300	17,800
パーセント増加(%)	64	60	14	5	2
出発 Mw	26,000		26,400		
最終 Mw	77,900	91,100	45,700	39,400	36,700
パーセント増加(%)	200	250	73	49	39

【 0 1 1 2 】

10

20

30

40

50

【表 2 - 2】

出発 Mz	40,700		38,000		
最終 Mz	273,700	511,600	104,300	78,400	70,580
パーセント 増加(%)	572	1157	174	106	86
出発 PDI	1.74		1.51		
最終 PDI	3.19	3.83	2.29	2.15	2.10
パーセント 増加(%)	83	120	52	42	39
出発 IV (dl/g)	2.25		2.20		
最終 IV (dl/g)	3.42	3.51	2.86	2.65	2.58
パーセント 増加(%)	52	56	30	20	17

10

【 0 1 1 3 】

20

実施例 3

[0128]以下の成分を有する10種の試料組成物を調製した。示されるように、ポリアミド、難燃剤、および相乗剤の量を変化させた。試料6から試料8および試料11から試料15のポリアミドは、ナイロン6,6樹脂Bであった。試料9のポリアミドは、ナイロン6,6樹脂Aであった。試料10のポリアミドはナイロン6,6樹脂Cであった。試料6から試料7、試料9から試料13、および試料15の相乗剤は、JLSによって販売されるポリリン酸メラミンであった。試料14の相乗剤は、高熱安定性ポリリン酸メラミンであった。試料11から試料12は、TP-P1507としてChemigon(登録商標)で販売される流動性改良剤を含めた。それぞれの試料の難燃剤は、Exolit(登録商標)OP-1230またはExolit(登録商標)OP-1400のいずれかとしてClariantによって販売されるリン難燃剤であった。

30

【 0 1 1 4 】

40

50

【表 3 - 1】

表 3 試料 6 から試料 15 の試験結果										
試料	6	7	8	9	10 (比較)	11	12	13	14	15
ポリアミ ド樹脂の タイプ	B	B	B	A	C	B	B	B	B	B
ポリアミ ド	60.1	59.1	50.6	50.1	50.1	49.6	49.1	47.3	50.1	50.1
CuI, KI 熱安定剤	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5
ガラス織 維	15.0	15.0	25.0	25.0	25.0	25.0	25.0	30.0	25.0	25.0
Exolit(登 録商標) OP-1230	13.0	14.0	--	14.0	14.0	14.0	14.0	14.0	14.0	14.0
Exolit(登 録商標) OP-1400	--	--	20.0	--	--	--	--	--	--	--
相乗剤	7.50	7.50	--	6.50	6.50	6.50	6.50	5.50	6.50 (MP P35 0)	6.50
熱安定剤	0.30	0.30	0.30	0.30	0.30	0.30	0.30	--	0.30	0.30
ホウ酸亜 鉛	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50
ステアリ ン酸亜鉛	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10
粉碎樹脂 C	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	0.6	2.0	2.0
流動性改 良剤	--	--	--	--	--	0.50	1.00	--	--	--
出発 Mn	17,500			15,200	18,400	17,500				
最終 Mn	16,400		14,900	17,200	19,700	17,100	15,900	17,800	21,700	17,900
パーセン ト増加 (%)	-6.3		-15	13	7	-2.3	-9.2	1.7	24	2.2

【 0 1 1 5 】

10

20

30

40

50

【表 3 - 2】

出発 Mw	26,400			27,700	32,200	26,400				
最終 Mw	37,200		34,900	47,100	65,000	42,900	38,700	43,000	48,500	46,500
パーセント増加 (%)	41		32	70	103	63	47	63	84	76
出発 Mz	38,000			43,900	50,700	38,000				
最終 Mz	72,900		66,600	117,400	223,100	94,600	82,600	100,600	122,300	106,200
パーセント増加 (%)	92		75	167	340	149	117	65	22	79
出発 PDI	1.51			1.82	1.75	1.51				
最終 PDI	2.27		2.35	2.73	3.29	2.51	2.43	2.41	2.23	2.60
パーセント増加 (%)	50		56	50	88	66	61	60	48	72
出発 IV (dg/l)	2.20			2.32	2.58	2.20				
最終 IV (dl/g)	2.64		2.49	2.70	3.15	1.78	2.51	2.81	2.80	2.73
パーセント増加 (%)	20		13	16	22	-20.1	14	28	28	24

10

20

【0116】

実施例 4

[0129]以下に記載の成分を有する、6種の試料組成物を調製した。示されるように、ポリアミド、難燃剤、および相乗剤の量を変化させた。実施例16から実施例21のポリアミドはナイロン6,6樹脂Bであった。実施例16から実施例19の相乗剤は、JLSによって販売されるポリリン酸メラミンであった。実施例16から実施例18および実施例20から実施例21は、TP-H1606としてBrueggemannによって販売される熱安定剤を含めた。実施例19は、H3386としてBrueggemannによって販売される熱安定剤を含めた。それぞれの試料の難燃剤は、Exolit(登録商標)OP-1230またはExolit(登録商標)OP-1400のいずれかとしてClariantによって販売されるリン難燃剤であった。

30

【0117】

40

50

【表 4 - 1】

表 4 試料 16 から試料 21 の試験結果						
試料	16	17	18	19	20	21
ポリアミド樹脂のタイプ	B	B	B	B	B	B
ポリアミド	52.3	51.3	50.5	53.1	51.8	51.0
ガラス繊維	25.0	25.0	25.0	25.0	25.0	25.0
Exolit(登録商標) OP-1230	14.0	14.0	14.0	14.0	--	--
Exolit(登録商標) OP-1400	--	--	--	--	20.0	20.0
相乗剤	6.50	6.50	6.50	6.50	--	--
TP-H1606 熱安定剤	0.50	1.00	1.40	--	1.00	1.40
H3386 熱安定剤	--	--	--	0.25	--	--
ホウ酸亜鉛	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50
ステアリン酸亜鉛	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10
粉碎樹脂 C	1.10	1.60	2.00	0.60	1.60	2.00
出発 Mn	17,500					
最終 Mn	20,300	17,837	17,300	18,000	15,600	17,600
パーセント増加(%)	16	1.9	-1.2	2	-10.9	0.57
出発 MW	26,400					
最終 Mw	40,100	36,600	46,300	33,500	30,900	33,400
パーセント増加(%)	52	39	75	27	17	27
出発 Mz	38,000					
最終 Mz	71,800	68,300	98,400	62,200	52,200	57,800
パーセント増加(%)	89	80	159	64	69	52
出発 PDI	1.51					
最終 PDI	1.97	2.05	2.67	1.86	1.98	1.89
パーセント増加(%)	30	36	77	23	31	25

【 0 1 1 8 】

【表 4 - 2】

出発 IV (dl/g)	2.20					
最終 IV (dl/g)	2.83	2.65	2.88	2.55	2.47	2.34
パーセント増加(%)	29	20	31	16	12	6.3

10

20

30

40

50

【 0 1 1 9 】

[0130]本開示は詳細に説明されてきたが、本開示の趣旨内および範囲内の改変は、当業者に容易に明らかになるであろう。こうした改変はまた、本開示の一部としても考慮されるものである。前述の説明、その開示が全て参照によって本明細書に組み込まれる、当分野の、関連する知識、および背景に関連した前述の参照に鑑みて、さらなる記述は不要であると考えられる。加えて、本開示の態様および様々な実施形態の部分は、全体として、または一部分、組み合わせるか、または交換することができることが前述の説明から理解されたい。さらに、当業者は、前述の説明は、例示に過ぎず、本開示を限定しようというものではないと認識するであろう。最後に、本明細書で参照された、全ての特許、文献、および出願は、その全体が参照によって組み込まれる。

10

本発明は以下の実施態様を含む。

[1] ポリアミド、非ハロゲン系難燃剤、および相乗剤を含む難燃性ポリアミド組成物であって、前記ポリアミドが、1.8より大きい、カルボン酸末端基のアミン末端基に対する比を有する、難燃性ポリアミド組成物。

[2] 1種または複数の添加剤をさらに含む、[1]に記載の組成物。

[3] 前記1種または複数の添加剤が、流動性改良剤、熱安定剤、フィラー、またはその組み合わせを含む、[2]に記載の組成物。

[4] 前記組成物の重量平均分子量が、20,000~100,000ダルトンである、[1]から[3]のいずれかに記載の組成物。

[5] z平均分子量が、30,000~600,000ダルトンである、[1]から[4]のいずれかに記載の組成物。

20

[6] 前記組成物の全重量に対して、ポリアミドを35~70wt.%含む、[1]から[5]のいずれかに記載の組成物。

[7] 前記組成物の全重量に対して、非ハロゲン系難燃剤を5~25wt.%含む、[1]から[6]のいずれかに記載の組成物。

[8] 前記組成物の全重量に対して、相乗剤を0.1~15wt.%含む、[1]から[7]のいずれかに記載の組成物。

[9] 前記組成物の全重量に対して、ガラス繊維を5~45wt.%さらに含む、[1]から[8]のいずれかに記載の組成物。

[10] 前記組成物の全重量に対して、熱安定剤を0.05~5wt.%含む、[1]から[9]のいずれかに記載の組成物。

30

[11] 成形製品を形成する方法であって、

a) 1.8より大きい、カルボン酸末端基のアミン末端基に対する比を有するポリアミドを形成するステップと、

b) 前記ポリアミドを、非ハロゲン系難燃剤、および場合により、リン含有化合物を含む相乗剤と配合して、配合組成物を形成するステップと、

c) 前記配合組成物を成形して、前記成形製品を形成するステップとを含む、方法。

[12] 前記組成物が、1種または複数の添加剤をさらに含む、[11]に記載の方法。

[13] 前記1種または複数の添加剤が、流動性改良剤、熱安定剤、フィラー、またはその組み合わせを含む、[11]または[12]に記載の方法。

40

[14] 前記製品の重量平均分子量が、20,000~100,000である、[11]から[13]のいずれかに記載の方法。

[15] 前記製品のz平均分子量が、40,000~600,000である、[11]から[14]のいずれかに記載の方法。

[16] ポリアミドのRVを制御する方法であって、

a) ポリアミドの所望のRVを決定するステップと、

b) アミン末端基、不活性末端基、またはカルボン酸末端基の少なくとも1つの値を調節するステップであり、重合触媒の次亜リン酸ナトリウムの除外も所望される、ステップとを含む、

50

前記ポリアミドが、1.8より大きい、カルボン酸末端基のアミン末端基に対する比を有する、方法。

[17] 所望のRVが少なくとも20である、[16]に記載の方法。

[18] 前記ポリアミドがナイロン6,6である、[16]または[17]に記載の方法。

[19] 成形製品が流動性改良剤を含まない、[16]から[18]のいずれかに記載の方法。

[20] ポリアミド、非ハロゲン系難燃剤、および相乗剤を含む難燃性ポリアミド組成物であって、以下の条件の少なくとも1つ：

(a) 最終組成物の重量平均分子量が、出発ポリアミド樹脂の重量平均分子量より300%未満大きい；

(b) 最終組成物の数平均分子量が、出発ポリアミド樹脂の数平均分子量より100%未満大きい；

(c) 最終組成物のZ平均分子量が、出発ポリアミド樹脂のZ平均分子量より100%未満大きい；

(d) 最終組成物の多分散指数が、出発ポリアミド樹脂の重量平均分子量より300%未満大きい；または

(e) 最終組成物の固有粘度が、出発ポリアミド樹脂の固有粘度より100%未満大きい、を満たす、難燃性ポリアミド組成物。

10

20

30

40

50

フロントページの続き

- 弁理士 松尾 淳一
(74)代理人 100168066
弁理士 鈴木 雄太
(72)発明者 ホワイト, キンバリー・エム
アメリカ合衆国77002テキサス州ヒューストン, トラビス・ストリート 1010, スウィー
ト900
審査官 藤井 明子
(56)参考文献 特開2016-098240(JP, A)
特開2001-072978(JP, A)
特開2018-065974(JP, A)
特表2012-516368(JP, A)
特開2004-123869(JP, A)
国際公開第2015/156363(WO, A1)
国際公開第2008/068898(WO, A1)
国際公開第2009/110480(WO, A1)
特開2013-064032(JP, A)
特開2011-012206(JP, A)
国際公開第2010/098335(WO, A1)
米国特許出願公開第2017/0029621(US, A1)
特開2018-168287(JP, A)
(58)調査した分野 (Int.Cl., DB名)
C08L 1/00 - 101/14
C08K 3/00 - 13/08
C08G 69/00 - 69/50