

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公表特許公報(A)

(11) 特許出願公表番号

特表2020-532604

(P2020-532604A)

(43) 公表日 令和2年11月12日(2020.11.12)

(51) Int.Cl.			F I			テーマコード (参考)		
CO8J	3/24	(2006.01)	CO8J	3/24	CES	4F070		
CO8K	5/14	(2006.01)	CO8K	5/14		4J002		
CO8L	23/08	(2006.01)	CO8L	23/08		5G309		
HO1B	7/02	(2006.01)	HO1B	7/02	F			

審査請求 未請求 予備審査請求 未請求 (全 32 頁)

(21) 出願番号	特願2020-510093 (P2020-510093)	(71) 出願人	502141050
(86) (22) 出願日	平成30年8月27日 (2018.8.27)		ダウ グローバル テクノロジーズ エル
(85) 翻訳文提出日	令和2年2月19日 (2020.2.19)		エルシー
(86) 国際出願番号	PCT/US2018/048085		アメリカ合衆国 ミシガン州 48674
(87) 国際公開番号	W02019/046159		, ミッドランド, ダウ センター 204
(87) 国際公開日	平成31年3月7日 (2019.3.7)		0
(31) 優先権主張番号	62/551,998	(74) 代理人	100092783
(32) 優先日	平成29年8月30日 (2017.8.30)		弁理士 小林 浩
(33) 優先権主張国・地域又は機関	米国 (US)	(74) 代理人	100095360
			弁理士 片山 英二
		(74) 代理人	100120134
			弁理士 大森 規雄
		(74) 代理人	100128484
			弁理士 井口 司

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 過酸化物含有ポリオレフィン配合物

(57) 【要約】

エチレン系(コ)ポリマーと、酸化防止剤と、摂氏155度()以下の1時間半減期温度および/または135 以下の10時間半減期温度を有する0.15~1.00重量パーセントの有機過酸化物と、を含むポリオレフィン配合物を熔融配合するプロセス。また、修正されたレオロジーおよびそれから作製される架橋ポリオレフィン生成物を有する中間組成物、それを作成し、使用する方法、ならびにそれを含有する物品。

【選択図】なし

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

ポリオレフィン配合物を完全に硬化させることなく、その溶融粘度を修正するような方法で、ポリオレフィン配合物を化学的に修飾する方法であって、前記化学修飾の前に、60～99.45重量パーセント（重量％）の（A）エチレン系（コ）ポリマーまたは前記エチレン系（コ）ポリマーおよびポリプロピレンポリマーの組み合わせから本質的になるエチレン系（コ）ポリマー組成物と（但し、前記ポリプロピレンポリマーが、前記ポリオレフィン配合物の0～40重量％未満であることを条件とする）、0.05～2.00重量％未満の（B）酸化防止剤と、半減期温度試験法に従って測定したときに、摂氏155度（ ）以下の1時間半減期温度および/または135 以下の10時間半減期温度を有する、0.15～1.00重量パーセント（重量％）の（C）第1の有機過酸化剤と、を含み、すべての重量パーセントが、前記ポリオレフィン配合物の全重量に基づき、前記方法が、160.0 未満の温度で保たれている前記ポリオレフィン配合物の溶融物を160.0 以上の温度に加熱し、それによってすべての前記ポリオレフィン配合物または第1の中間組成物を完全に硬化させることなく、前記ポリオレフィン配合物の溶融粘度を化学的に修正して、前記ポリオレフィン配合物の前記溶融粘度を超える溶融粘度を有する前記第1の中間組成物を生じるように、前記溶融物中の（C）第1の有機過酸化剤を実質的に分解することを含み、前記ポリオレフィン配合物が、前記加熱工程前および工程中に、（C）第1の有機過酸化剤と同じでも異なってもよい（D）第2の有機過酸化剤を含まないことを条件として、前記ポリオレフィン配合物の前記溶融物が、前記（B）酸化防止剤および前記（C）第1の有機過酸化剤と接触している前記（A）エチレン系（コ）ポリマー組成物の溶融物を含む、方法。

10

20

【請求項 2】

前記第1の中間組成物を、後述される半減期温度試験方法に従って測定したときに、155 以下の1時間半減期温度および/または135 以下の10時間半減期温度を有する、0.05～3.0重量％の（D）第2の有機過酸化剤と接触させて、前記第1の中間組成物と、前記（C）第1の有機過酸化剤と同じまたは異なる（D）第2の有機過酸化剤と、を含む第2の中間組成物を得ることをさらに含む、請求項1に記載の方法。

【請求項 3】

前記第1の中間組成物または第2の中間組成物を成形して、それぞれ前記第1の中間組成物または第2の中間組成物で構成された成形形態を得ることをさらに含む、請求項1または2に記載の方法。

30

【請求項 4】

前記第2の中間組成物を硬化させて、架橋ポリオレフィン生成物を得ることをさらに含む、請求項2または3に記載の方法。

【請求項 5】

前記（A）エチレン系（コ）ポリマー組成物の溶融物を得るように、固体形態の前記（A）エチレン系（コ）ポリマー組成物を溶融することを含む予備工程をさらに含む、請求項1～4のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 6】

制限（i）～（v）のうちのいずれか1つによって記載され、（i）前記エチレン系（コ）ポリマーが、ポリエチレンホモポリマーであり、（ii）前記エチレン系（コ）ポリマーが、50～99.0重量％のエチレン系モノマー単位および50～0重量％超の（C₃～C₂₀）アルファ-オレフィン由来モノマー単位を含むエチレン/アルファ-オレフィンコポリマーであり、（iii）前記エチレン系（コ）ポリマーが、51～99.0重量％のエチレン系モノマー単位および49～1.0重量％の不飽和カルボン酸エステルモノマー単位を含むエチレン/不飽和カルボン酸エステルコポリマーであり、（iv）前記エチレン系（コ）ポリマー組成物が、（i）～（iii）のうちのいずれか1つの前記エチレン系（コ）ポリマーから本質的になり、（v）前記エチレン系（コ）ポリマー組成物が、（i）～（iii）のうちのいずれか1つの前記エチレン系（コ）ポリマーお

40

50

よび前記ポリプロピレンポリマーの組み合わせから本質的になる、請求項 1 ~ 5 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 7】

前記 (B) 酸化防止剤が、ヒンダードフェノール、硫黄官能性化合物、ホスファイト、ホスホナイト、ポリアミン、またはそれらの任意の 2 つ以上の組み合わせである、請求項 1 ~ 6 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 8】

制限 (i) ~ (xx) のうちのいずれか 1 つによってさらに特徴付けられ、(i) 前記 (C) 第 1 の有機過酸化物が、110.0 以下の 10 時間半減期温度および / または 130.0 以下の 1 時間半減期温度を有し、(ii) 前記 (C) 第 1 の有機過酸化物が、110.0 超の 10 時間半減期温度および / または 130.0 超の 1 時間半減期温度を有し、(iii) 前記 (D) 第 2 の有機過酸化物が、110.0 以下の 10 時間半減期温度および / または 130.0 以下の 1 時間半減期温度を有し、(iv) 前記 (D) 第 2 の有機過酸化物が、110.0 超の 10 時間半減期温度および / または 130.0 超の 1 時間半減期温度を有し、(v) (i) および (iii) の両方、(vi) (i) および (iv) の両方、(vii) (ii) および (iii) の両方、(viii) (ii) および (iv) の両方、(ix) 前記 (C) 第 1 の有機過酸化物の前記 1 時間半減期温度が、前記 (D) 第 2 の有機過酸化物の前記 1 時間半減期温度より少なくとも 11 高く、(x) 前記 (C) 第 1 の有機過酸化物の前記 10 時間半減期温度が、前記 (D) 第 2 の有機過酸化物の前記 10 時間半減期温度より少なくとも 11 高く、(xi) 前記 (C) 第 1 の有機過酸化物の前記 10 時間半減期温度が、110.0 超 ~ 120 であり、(xii) 前記 (C) 第 1 の有機過酸化物の前記 1 時間半減期温度が、130.0 超 ~ 140 であり、(xiii) (xi) および (xii) の両方、(xiv) 前記 (C) 第 1 の有機過酸化物が、ジクミル過酸化物であり、(xv) 前記 (C) 第 1 の有機過酸化物が、2,5-ジメチル-2,5-ジ(tert-ブチルペルオキシ)ヘキサンであり、(xvi) 前記 (D) 第 2 の有機過酸化物の前記 10 時間半減期温度が、110.0 超 ~ 120 であり、(xvii) 前記 (D) 第 2 の有機過酸化物の前記 1 時間半減期温度が、130.0 超 ~ 140 であり、(xviii) (xvi) および (xvii) の両方、(xix) 前記 (D) 第 2 の有機過酸化物が、ジクミル過酸化物であり、(xx) (xiv) および (xix) の両方である、請求項 1 ~ 7 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 9】

前記ポリオレフィン配合物が、0.05 ~ 2.0 重量%未満の (E) アルケニル官能性助剤、0.05 ~ 2.0 重量%未満の (F) トリー遅延剤 (例えば、水トリー遅延剤)、0.05 ~ 2.0 重量%未満の (G) ヒンダードアミン安定剤、および 0.05 ~ 1.0 重量%未満の (H) 焼成粘土充填剤から選択される少なくとも 1 つの添加剤をさらに含むが、但し、前記ポリオレフィン配合物の総量が、100 重量%であることを条件とする、請求項 1 ~ 8 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 10】

請求項 1 ~ 9 のいずれか一項に記載の方法によって調製される、第 1 の中間組成物。

【請求項 11】

請求項 2 に記載の方法によって調製され、93.0 ~ 99.5 重量%の前記第 1 の中間組成物、0.50 ~ 5.0 重量%の前記 (D) 第 2 の有機過酸化物、および 0 ~ 2.0 重量%未満の (E) アルケニル官能性助剤を含む、第 2 の中間組成物。

【請求項 12】

請求項 4 に記載の方法によって作製される、架橋ポリオレフィン生成物。

【請求項 13】

請求項 10 に記載の第 1 の中間組成物、請求項 11 に記載の第 2 の中間組成物、請求項 12 に記載の架橋ポリオレフィン生成物、またはそれらの任意の 2 つ以上の組み合わせを含む成形形態を含む、製品。

10

20

30

40

50

【請求項 14】

導電性コアと、前記導電性コアを少なくとも部分的に取り囲み、請求項 13 に記載の製品を含む被覆層と、を含む、被覆導体。

【請求項 15】

電気を伝導する方法であって、請求項 14 に記載の被覆導体の前記導電性コア全体に電圧を印加し、それによって前記導電性コアを通る電気の流れを発生させることを含む、方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

ポリオレフィン配合、それから作製される生成物、それを作製し、使用方法、ならびにそれを含有する物品が本分野に含まれる。

【背景技術】

【0002】

J. E. VostovichらのUS 2,930,083は、架橋ポリエチレンの押出、およびそれによってワイヤを被覆するプロセスに関する。

【0003】

R. van DrunenらのUS 5,614,592は、充填剤を含まない過酸化物マスターバッチおよびそれを作製するプロセスに関する。

【0004】

Y. C. KimおよびK. S. Yangは、Effect of Peroxide Modification on Melt Fracture of Linear Low Density Polyethylene during Extrusion, Polymer Journal, 1999, volume 31, number 17, pages 579 - 584を公開した。

【0005】

P. Nylander (「Nylander」)によるEP 2468813 A1は、スコッチ耐性ポリエチレン組成物に関する。具体的には、(i) 少なくとも0.1の炭素-炭素二重結合/1000炭素原子の総量を有する不飽和ポリエチレン、および(ii) 第1および第2の過酸化物を含む架橋剤混合物を含む、架橋性ポリエチレン組成物であり、第1の過酸化物は、第2の過酸化物よりも摂氏1~10度高い10時間半減期温度を有し、当該第1の過酸化物は、架橋剤混合物の第1および第2の過酸化物の総量に基づいて少なくとも8重量%の量で存在する。Nylanderは、押出中の早期架橋を回避しようとしている[0061]。

【0006】

G. Milaniらは、A Combined Experimental - Numerical Rheometric and Mechanical Characterization of EPM/EPDM Rubber for Medium Voltage Cable Applications Vulcanized with Peroxides, Journal of Applied Polymer Science, 2014, COI: 10.1002/APP.40075を公開した。

【発明の概要】

【0007】

ワイヤおよび電力ケーブルの被覆の溶融押出など、従来の過酸化物含有ポリオレフィン配合物(溶融物)の溶融押出の性能を損なう問題を認識した。従来の組成物は、低すぎるゼロ剪断粘度および/または溶融押出中に低すぎる低ひずみ伸張粘度を有し得、それによって不所望に、連続加硫(CV)チューブ中で架橋され得る前にたるんだ被覆をもたらす。ポリエチレンが、ワイヤおよびケーブル用途で使用するための可撓性電気絶縁などの可撓性架橋ポリオレフィン生成物を作製するために設計されたエラストマーである場合、問題は拡大する。そのようなポリエチレンエラストマーは、典型的には、メタロセンまた

10

20

30

40

50

はポストメタロセン触媒などの分子触媒で合成され、比較的狭い分子量分布の線状ポリマーである。高分子量（および高剪断粘度）のポリマーのみが、被覆が架橋され得るまでたるみに適切に抵抗する。これらの問題は、射出成形プロセスなど、従来のポリオレフィン配合物の溶融物を混合し、成形する他のプロセスを悩ませる。

【0008】

この問題に対する技術的解決策は、先行技術から明らかではない。溶融および混合したときに、低い剪断粘度/低い剪断誘導加熱および高いゼロ剪断粘度および/または高い低ひずみ伸長粘度/たるみなしの従来の相反する組み合わせを呈する新たなポリオレフィン配合物を発見するには、発明性が必要である。理想的には、そのような組成物およびプロセスは、酸化防止剤、助剤、トリ遅延剤、ヒンダードアミン安定剤、および/または充填剤などの1つ以上の添加剤の存在下で機能する。

10

【0009】

我々の技術的解決策は、エチレン系（コ）ポリマーと、酸化防止剤と、後述される半減期温度試験方法に従って測定したときに、摂氏155度（ ）以下の1時間半減期温度および/または135 以下の10時間半減期温度を有する、0.15~1.00重量パーセント（重量%）の有機過酸化剤と、を含むポリオレフィン配合物を溶融配合するプロセスを含む。ポリオレフィン配合物の溶融配合（すなわち、溶融物の混合）中、ポリオレフィン配合物のレオロジー（例えば、粘度）が、ポリオレフィン配合物を硬化させることなく酸化防止剤の存在下で修正されるように、溶融物の温度が選択される。この溶融配合により、必要に応じて、得られたポリオレフィン配合物のレオロジー修正溶融物のその後の押出が可能になり、それが架橋され得るまでたるみを防ぐ十分に修正されたレオロジー（例えば、修正された溶融粘度）を有する中間組成物が得られる。我々の技術的解決策には、中間組成物およびそれから作製された架橋ポリオレフィン生成物、それを作製し、使用する方法、ならびにそれを含有する物品も含まれる。

20

【0010】

本発明のポリオレフィン配合物および生成物は、キャスト、被覆、押出、フィルム、ラミネート、成形品、およびシートを含むポリエチレンが利用されるあらゆる用途に有用である。

【発明の詳細な説明】

【0011】

概要および要約は、参照により本明細書に援用される。

30

【0012】

ポリオレフィン配合物の有機過酸化剤は、後述される半減期温度試験方法に従って測定したときに、少なくとも30 の1時間半減期温度および/または少なくとも25 の10時間半減期温度を有し得る。

【0013】

ポリオレフィン配合物の溶融配合（例えば、加熱および任意選択的に混合）中に、有機過酸化剤は、第1の中間組成物が架橋され得るまでそのたるみを防ぐ一方で、実質的に分解され、特定の最終用途のためにその成形を可能にする修正されたレオロジー（例えば、修正された溶融粘度）を有する第1の中間組成物を得ることができる。例えば、第1の中間組成物を第2の有機過酸化剤と接触させて、導電性コア（例えば、ワイヤ）上に被覆として押し出され得る、第2の中間組成物を得ることができ、被覆/導体をCVチューブでの加硫操作で硬化させて、導電性コアおよびその上に架橋されたポリオレフィン生成物の被覆を含む電力ケーブルを得ることができる。

40

【0014】

本発明のポリオレフィン配合物、中間組成物、および/または架橋ポリオレフィン生成物は、レオロジーが修正されていない比較組成物または生成物と比較して少なくとも1つの改善された特性を有し得る。改善された特性（複数可）は、硬化前の溶融ゼロ剪断粘度の増加および/または最終的な架橋度の増加であり得る。最終的な架橋度は、照射対過酸化剤/加熱、過酸化剤の組成および量、ならびに温度などの用いられた硬化条件下で達

50

成され得る、所与のエチレン系(コ)ポリマーのカップリングの最大範囲である。

【0015】

特定の本発明の実施形態は、相互参照を容易にするための番号付き態様として以下に説明される。追加の実施形態は、本明細書の他の場所で説明される。

【0016】

態様1．ポリオレフィン配合物を完全に硬化させることなく、その溶融粘度を修正するような方法で、ポリオレフィン配合物を化学的に修飾する方法であって、化学修飾の前に、60～99.45重量パーセント(重量%)の(A)エチレン系(コ)ポリマーまたはエチレン系(コ)ポリマーおよびポリプロピレンポリマー(50～100重量%、あるいは75～100重量%、あるいは95～100重量%のプロピレンモノマー単位)の組み合わせから本質的になるエチレン系(コ)ポリマー組成物と(但し、ポリプロピレンポリマーが、ポリオレフィン配合物の0～40重量%未満であることを条件とする)、0.05～2.00重量%未満の(B)酸化防止剤と、半減期温度試験法に従って測定したときに、155以下の1時間半減期温度および/または135以下の10時間半減期温度を有する、0.15～1.00重量パーセント(重量%)の(C)第1の有機過酸化物と、を含み、すべての重量パーセントが、ポリオレフィン配合物の全重量に基づき、方法が、160.0未満の温度で保たれているポリオレフィン配合物の溶融物を160.0以上の温度に加熱し、それによってすべてのポリオレフィン配合物または第1の中間組成物を完全に硬化させることなく、ポリオレフィン配合物の溶融粘度を化学的に修正して、ポリオレフィン配合物の溶融粘度を超える溶融粘度を有する第1の中間組成物を生じるように、溶融物中の(C)第1の有機過酸化物を実質的に分解することを含み、ポリオレフィン配合物が、加熱工程前および工程中に、(C)第1の有機過酸化物と同じでも異なってもよい(D)第2の有機過酸化物を含まないことを条件として、ポリオレフィン配合物の溶融物が、(B)酸化防止剤および(C)第1の有機過酸化物と接触している(A)エチレン系(コ)ポリマー組成物の溶融物を含む、方法。いくつかの態様では、加熱工程前のポリオレフィン配合物は、0.16～0.99重量%の(C)、あるいは0.20～0.60重量%の(C)、あるいは0.25～0.45重量%の(C)を含有する。ポリオレフィン配合物中の構成成分(A)～(C)の重量%量は、加熱工程の直前のそれらの総量である。加熱工程は、(A)の溶融物を(B)および(C)と接触させて混合すること、ならびに/または第1の中間組成物を混合することをさらに含むことができる。ポリオレフィン配合物は、構成成分(A)以外のポリオレフィンを含まない場合がある。

10

20

30

【0017】

態様2．第1の中間組成物を、後述される半減期温度試験方法に従って測定したときに、155以下の1時間半減期温度および/または135以下の10時間半減期温度を有する、0.05～3.0重量%の(D)第2の有機過酸化物と接触させて、第1の中間組成物と、(C)第1の有機過酸化物と同じまたは異なる(D)第2の有機過酸化物と、を含む第2の中間組成物を得ることをさらに含む、態様1に記載の方法。この方法は、態様2の接触工程の前に、第1の中間組成物を160.0未満の温度に冷却することをさらに含む得る。

【0018】

態様3．第1の中間組成物または第2の中間組成物を成形して、それぞれ第1の中間組成物または第2の中間組成物で構成された成形形態を得ることをさらに含む、態様1または2に記載の方法。いくつかの態様では、成形は、第1または第2の中間組成物の被覆、延伸、押出、成形、またはプレスを含み、それによって作製される成形形態は、被覆、延伸物品、押出品、成形品、またはプレス品を含む。いくつかの態様では、成形は、電力ケーブルの製造中に行われ得るように、ワイヤなどの導電性コア上の第1または第2の中間組成物の被覆の熱間押出を含む。電力ケーブルを作製するためのそのような被覆の熱間押出に使用される温度は、130～150であり得る。押出条件は、ダイの寸法および押出速度も含む得る。いくつかの態様では、第1または第2の中間組成物の成形は、第1または第2の中間組成物を押出して、それぞれその押出形態を得ることを含む。

40

50

【0019】

態様4．第2の中間組成物を硬化させて、架橋ポリオレフィン生成物を得ることをさらに含む、態様2または3に記載の方法。このステップは、(D)第2の有機過酸化物を実質的に分解するために、十分に高い温度(典型的には150以上)で十分に長く加熱することを含む。

【0020】

態様5．(A)エチレン系(コ)ポリマー組成物の溶融物を得るように、(A)エチレン系(コ)ポリマー組成物の固体形態(例えば、粉末、ペレット、または成形品)を溶融することを含む予備工程(加熱工程の前)をさらに含む、態様1~4のいずれか1つに記載の方法。溶融ステップは、(A)エチレン系(コ)ポリマー組成物の溶融物が、(B)酸化防止剤および(C)第1の有機過酸化物と接触して形成されるように、(B)酸化防止剤および/または(C)第1の有機過酸化物の存在下で行うことができ、加熱工程でそのまま使用されてもよい。あるいは、溶融ステップは、(A)エチレン系(コ)ポリマー組成物の溶融物が、(B)酸化防止剤および(C)第1の有機過酸化物を含まずに(接触せずに)形成されるように、(B)酸化防止剤および/または(C)第1の有機過酸化物の不在下で行うことができる。(A)エチレン系(コ)ポリマー組成物の溶融物が、(B)酸化防止剤および/または(C)第1の有機過酸化物を含まずに形成される態様では、この方法は、必要に応じて、(B)酸化防止剤および(C)第1の有機過酸化物と接触した(A)エチレン系(コ)ポリマー組成物の溶融物を得るように、(B)酸化防止剤および/または(C)第1の有機過酸化物を含まない(A)エチレン系(コ)ポリマー組成物を、(B)酸化防止剤および/または(C)第1の有機過酸化物と接触させる工程をさらに含み、加熱工程でそのまま使用されてもよい。

【0021】

態様6．制限(i)~(v)のうちのいずれか1つによって記載され、(i)エチレン系(コ)ポリマーが、ポリエチレンホモポリマーであり、(ii)エチレン系(コ)ポリマーが、50~99.0重量%のエチレン系モノマー単位および50~0重量%超の(C₃~C₂₀)アルファ-オレフィン由来コモノマー単位を含むエチレン/アルファ-オレフィンコポリマーであり、(iii)エチレン系(コ)ポリマーが、51~99.0重量%のエチレン系モノマー単位および49~1.0重量%の不飽和カルボン酸エステルコモノマー単位を含むエチレン/不飽和カルボン酸エステルコポリマーであり、(iv)エチレン系(コ)ポリマー組成物が、(i)~(iii)のうちのいずれか1つのエチレン系(コ)ポリマーから本質的になり、(v)エチレン系(コ)ポリマー組成物が、(i)~(iii)のうちのいずれか1つのエチレン系(コ)ポリマーおよびポリプロピレンポリマーの組み合わせから本質的になる、態様1~5のいずれか1つに記載の方法。

【0022】

態様7．(B)酸化防止剤が、ヒンダードフェノール、硫黄官能性化合物、ホスファイト、ホスホナイト、ポリアミン、またはそれらの任意の2つ以上の組み合わせである、態様1~6のいずれか1つに記載の方法。

【0023】

態様8．制限(i)~(xx)のうちのいずれか1つによってさらに特徴付けられ、(i)(C)第1の有機過酸化物が、110.0以下の10時間半減期温度および/または130.0以下の1時間半減期温度を有し、(ii)(C)第1の有機過酸化物が、110.0超の10時間半減期温度および/または130.0超の1時間半減期温度を有し、(iii)(D)第2の有機過酸化物が、110.0以下の10時間半減期温度および/または130.0以下の1時間半減期温度を有し、(iv)(D)第2の有機過酸化物が、110.0超の10時間半減期温度および/または130.0超の1時間半減期温度を有し、(v)(i)および(iii)の両方、(vi)(i)および(iv)の両方、(vii)(ii)および(iii)の両方、(viii)(ii)および(iv)の両方、(ix)(C)第1の有機過酸化物の1時間半減期温度が、(D)第2の有機過酸化物の1時間半減期温度より少なくとも10.0、あるいは少なくとも

10

20

30

40

50

11、あるいは少なくとも13、あるいは少なくとも15、あるいは少なくとも17、あるいは少なくとも20.0 高く、(x)(C)第1の有機過酸化物の10時間半減期温度が、(D)第2の有機過酸化物の前記10時間半減期温度より少なくとも10.0、あるいは少なくとも11、あるいは少なくとも13、あるいは少なくとも15、あるいは少なくとも17、あるいは少なくとも20.0 高く、(xi)(C)第1の有機過酸化物の10時間半減期温度が、110.0 超~120、あるいは111 超~119、あるいは111 超~117 であり、(xii)(C)第1の有機過酸化物の1時間半減期温度が、130.0 超~140、あるいは131 超~139、あるいは131 超~136 であり、(xiii)(xi)および(xii)の両方、(xiv)(C)第1の有機過酸化物が、ジクミル過酸化物であり、(xv)(C)第1の有機過酸化物が、2,5-ジメチル-2,5-ジ(tert-ブチルペルオキシ)ヘキサンであり、(xvi)(D)第2の有機過酸化物の10時間半減期温度が、110.0 超~120、あるいは111 超~115、あるいは111 超~113 であり、(xvii)(D)第2の有機過酸化物の1時間半減期温度が、130.0 超~140、あるいは131 超~135、あるいは131 超~133 であり、(xviii)(xvi)および(xvii)の両方、(xix)(D)第2の有機過酸化物が、ジクミル過酸化物であり、(xix)(xiv)および(xix)の両方、(xx)(xv)および(xix)の両方である、態様1~7のいずれか1つに記載の方法。

10

【0024】

態様9.ポリオレフィン配合物が、0.05~2.0重量%未満の(E)アルケニル官能性助剤、0.05~2.0重量%未満の(F)トリ-遅延剤(例えば、水トリ-遅延剤)、0.05~2.0重量%未満の(G)ヒンダードアミン安定剤、および0.05~10.0重量%未満の(H)焼成粘土充填剤から選択される(から選ばれる)少なくとも1つの添加剤をさらに含むが、但し、ポリオレフィン配合物の総量が、100重量%であることを条件とする、態様1~8のいずれか1つに記載の方法。いくつかの態様では、ポリオレフィン配合物は、ポリプロピレンポリマーを含まず、(E)アルケニル官能性助剤、(F)トリ-遅延剤、(G)ヒンダードアミン安定剤、および(H)焼成粘土充填剤を含む。いくつかの態様では、ポリオレフィン配合物は、ポリプロピレンポリマー、(E)アルケニル官能性助剤、(F)トリ-遅延剤、(G)ヒンダードアミン安定剤、および(H)焼成粘土充填剤を含む。(A)~(D)の総重量%が100重量%未満である実施形態では、ポリオレフィン配合物は、構成成分(E)~(H)などの少なくとも1つの添加剤をさらに含む。すべての態様では、ポリオレフィン配合物の総重量は、100.00重量%である。

20

30

【0025】

態様10.態様1~9のいずれか1つに記載の方法によって調製される、第1の中間組成物。

【0026】

態様11.態様2に記載の方法によって調製され、93.0~99.5重量%の第1の中間組成物、0.50~5.0重量%の(D)第2の有機過酸化物、および0~2.0重量%未満の(E)アルケニル官能性助剤を含む、第2の中間組成物。いくつかの態様では、第2の中間組成物は、態様2に依存する場合、態様3~9のいずれか1つの方法により調製される。

40

【0027】

態様12.態様4に記載の方法によって作製される、架橋ポリオレフィン生成物。いくつかの態様では、架橋ポリオレフィン生成物は、態様4に従属する場合、態様5~9のいずれか1つに記載の方法によって作製される。

【0028】

態様13.態様10に記載の第1の中間組成物、態様11に記載の第2の中間組成物、態様12に記載の架橋ポリオレフィン生成物、またはそれらの任意の2つ以上の組み合わせを含む成形形態を含む、製品。いくつかの態様では、製品は、被覆、フィルム、シー

50

ト、および射出成形品から選択される。例えば、電力ケーブル、農業用フィルム、食品包装、ガメントバッグ、食料品袋、重包装紙袋、工業用シート、パレットおよびシュリンクラップ、バッグ、パケツ、冷凍容器、蓋、およびおもちゃの被覆。

【0029】

態様14．導電性コアと、当該導電性コアを少なくとも部分的に取り囲み、態様13に記載の製品を含む被覆層と、を含む、被覆導体。

【0030】

態様15．電気を伝導する方法であって、態様14に記載の被覆導体の導電性コア全体に電圧を印加し、それによって導電性コアを通る電気の流れを発生させることを含む、方法。

【0031】

番号付きの態様は、後の実施例のいずれか1つの制限によって補正される場合がある。

【0032】

「助剤」という用語は、架橋を向上させる化合物、すなわち、硬化助剤を意味する。典型的な助剤は、それらそれぞれの骨格または環部分構造に炭素原子を含む非環式または環式化合物である。したがって、従来の助剤の骨格または環の部分構造は、炭素に基づいている（炭素系部分構造）。

【0033】

「(コ)ポリマー」という用語は、「ホモポリマーまたはコポリマー」の縮合形態である。ホモポリマーは、コモノマーではなく1つのモノマーのみから誘導されたモノマー単位で構成された高分子である。「コポリマー」は、モノマーを重合することによって作製されるモノマー単位と、1つ以上の異なるコモノマーを重合することによって作製される1つ以上の異なる種類のコモノマー単位と、を有する高分子または高分子の集合体である。モノマーおよびコモノマーは重合性分子である。モノマー単位または「マー」とも呼ばれるモノマー単位は、単一のモノマー分子によって（それから誘導される）高分子（複数可）の構造に寄与される最大の構成単位である。コモノマー単位または「コマー」とも呼ばれるコモノマー単位は、単一のコモノマー分子によって（それから誘導される）高分子（複数可）の構造に寄与される最大の構成単位である。各単位は典型的には二価である。「バイポリマー」は、モノマーと1つのコモノマーとから作製されるコポリマーである。「ターポリマー」は、モノマーと2つの異なるコモノマーとから作製されるコポリマーである。エチレン系コポリマーは、モノマー単位がモノマーエチレン($\text{CH}_2 = \text{CH}_2$)から誘導され、平均して分子あたり少なくとも50重量パーセントを構成し、コモノマー単位が1つ以上の本明細書に記載されるコモノマーから誘導され、平均して高分子の分子あたり>0～最大で50重量パーセントを構成するようなコポリマーである。

【0034】

「硬化」および「架橋」という用語は、本明細書において互換的に使用され、架橋生成物（ネットワークポリマー）を形成することを意味する。

【0035】

「エチレン系(コ)ポリマー」という用語は、 $\text{H}_2\text{C} = \text{CH}_2$ から誘導される50～100重量%の繰り返し単位と、それぞれ50～0重量%の($\text{C}_3 \sim \text{C}_{20}$)アルファ-オレフィン、酢酸ビニル、およびアクリル酸アルキルから選択され、ポリプロピレンポリマーを含まない1つ以上のコモノマーと、を含有する高分子を意味する。エチレン系(コ)ポリマーは、100重量%のエチレン性モノマー単位および0重量%のコモノマー単位を有するポリエチレンホモポリマー、または>50～<100重量%のエチレン性モノマー単位および>0～<50重量%、あるいは1～<50重量%、あるいは5～<50重量%のコモノマー単位を有するエチレン/コモノマーコポリマーであってもよい。

【0036】

「有機過酸化物を分解する温度」という表現を修飾する「より低い」および「より高い」という用語は、相互に関連している。

10

20

30

40

50

【0037】

「(メタ)アクリレート」という用語には、アクリレート、メタアクリレート、およびそれらの組み合わせが含まれる。(メタ)アクリレートは、非置換であってもよい。

【0038】

上述のように、溶融形態の中間組成物(例えば、第1の中間組成物)のレオロジーは、それが作製される溶融形態のポリオレフィン配合物のレオロジーに対して修正される。レオロジー修正の相対的範囲は、後述される動的振動剪断粘度試験方法および/または伸長粘度試験方法および/またはゼロ剪断粘度試験方法によって特徴付けることができる。いくつかの態様では、特徴付けは、動的振動剪断粘度試験方法および/またはゼロ剪断粘度試験方法、あるいは動的振動剪断粘度試験方法、ならびに135で測定されたそのV100および/またはV0.1/V100試験値による。比較の目的で、構成成分(A)、(B)、および(C)からなるポリオレフィン配合物の実施形態、ならびにそれから調製された第1の中間組成物の実施形態で特徴付けを実施してもよい。比較の目的で、特徴付けは、構成成分(A)、(B)、および(C)からなるポリオレフィン配合物の実施形態を、所与の溶融混合温度(例えば、135)で、(C)第1の有機過酸化物の半減期の少なくとも6倍(6x)以上に等しくなるように計算された期間にわたってレオロジー修正に供した後に実施してもよく、その期間を計算するために(レオロジー修正を行うためではない)、(C)の半減期は、その温度(例えば、135)でドデカン中で測定され、それによってレオロジーが修正された第1の中間組成物が得られる。この期間は、その温度でのドデカン中の(C)の半減期の少なくとも6x、あるいは少なくとも12倍(12x)、あるいは少なくとも18倍(18x)、およびその温度でのドデカン中の(C)の半減期の最大60倍(60x)、あるいは最大45倍(45x)、あるいは最大30倍(30x)に等しくなるように計算され得る。追加または代替比較のために、前述の文および構成成分(D)のように調製された第1の中間組成物からなる第2の中間組成物の実施形態を特徴付けることによって、ポリオレフィン組成物を第2の中間組成物と比較することができる。

10

20

【0039】

(第1の)中間組成物を得るためにポリオレフィン配合物の分子間に形成される熱的に不可逆的な結合の程度は、架橋ポリオレフィン生成物を得るために(第1の)中間組成物の分子間に形成される熱的に不可逆的な結合の程度よりもかなり小さい。この差は、後述されるゲル含有率試験方法によって特徴付けることができる。一般に、ゲル含有率が高いと、分子間に形成される熱的に不可逆的な結合の程度は大きく、その逆も同様である。(第1の)中間組成物は、0%~(<)40%未満、あるいは0%~<30%、あるいは0%~<20%、あるいは0%~<10%、あるいは0%~<5%、あるいは0%~1%、あるいは(>)0%超~(<)40%未満、あるいは>0%~<30%、あるいは>0%~<20%、あるいは>0%~<10%、あるいは>0%~<5%、あるいは>0%~<1%のゲル含有率(不溶性画分)を有し得る。いくつかの態様では、(第1の)中間組成物は、0%、あるいは0.01%、あるいは0.05%、あるいは0.1%の最小ゲル含有率を有し得る。架橋エチレン性ポリマー生成物は、()40%以上~100%、あるいは50%~100%、あるいは60%~100%、あるいは70%~100%、あるいは40%~<100%、あるいは50%~<100%、あるいは60%~<100%、あるいは70%~<100%のゲル含有率(不溶性画分)を有し得る。いくつかの態様では、架橋ポリオレフィン生成物は、99%、あるいは95%、あるいは90%の最大のゲル含有率を有し得る。上記のゲル含有率は、ゲル含有率試験方法によって特徴付けられる。

30

40

【0040】

構成成分(A)エチレン系(C)ポリマー組成物:エチレンモノマーおよび任意選択的に1つ以上のオレフィン官能性モノマーで作製された繰り返し単位で構成される単層または多層、均一または不均一、連続相または不連続相の架橋高分子であり、この高分子は、炭素原子、または架橋される際にネットワーク構造を生じる、そのような架橋性高分

50

子の集合から本質的になる、またはそれらからなる骨格を有する。(A)は、コポリマーとも称されるエチレンまたはエチレン/アルファ-オレフィンインターポリマーから誘導された繰り返し単位を含有し、エチレンから誘導された繰り返し単位およびエチレンとは異なるアルファ-オレフィンモノマーから誘導された繰り返し単位を含有するポリエチレンホモポリマーであり得る。インターポリマーには、バイポリマー、ターポリマー等が含まれる。

【0041】

(A)エチレン系(コ)ポリマーは、99~100重量%のエチレン系モノマー単位を含有するポリエチレンホモポリマーであり得る。ポリエチレンホモポリマーは、配位重合によって作製された高密度ポリエチレン(HDPE)ホモポリマー、またはラジカル重合によって作製された低密度ポリエチレン(LDPE)ホモポリマーであってもよい。

10

【0042】

あるいは、(A)エチレン系(コ)ポリマー組成物は、50~100重量%未満のエチレン系モノマー単位、および50~0重量%の(C₃~C₂₀)アルファ-オレフィン由来のモノマー単位を含有するエチレン/アルファ-オレフィンコポリマーであってもよい。(A)エチレン/アルファ-オレフィンコポリマーのエチレン/アルファ-オレフィンコポリマーの実施形態は、線状低密度ポリエチレン(LLDPE)、中密度ポリエチレン(MDPE)、または高密度ポリエチレン(HDPE)であってもよい。あるいは、ポリオレフィンポリマーは、低密度ポリエチレン(LDPE)であってもよい。インターポリマーの全重量に基づいて、少なくとも1重量%、少なくとも5重量%、少なくとも10重量%、少なくとも15重量%、少なくとも20重量%、または少なくとも25重量%の-オレフィン含有率を有するエチレン/アルファ-オレフィン(「-オレフィン」)インターポリマー。これらのインターポリマーは、インターポリマー全重量に基づいて、50重量%未満、45重量%未満、40重量%未満、または35重量%未満のアルファ-オレフィン含有率を有し得る。例示的なエチレン/-オレフィンインターポリマーは、20~1重量%のジエンモノマー単位を含有するエチレン/プロピレン、エチレン/1-ブテン、エチレン/1-ヘキセン、エチレン/1-オクテン、エチレン/ジエン、50~100重量%のエチレンモノマー単位、49~0重量%超のプロピレンモノマー単位、および20~1重量%のジエンモノマー単位を含有するエチレン/プロピレン/1-オクテン、エチレン/プロピレン/1-ブテン、エチレン/1-ブテン/1-オクテン、エチレン/プロピレン/ジエン(EPDM)である。エチレン/ジエンコポリマーまたはEPDM中のジエンモノマー単位を作製するために使用されるジエンは、独立して、1,3-ブタジエン、1,5-ヘキサジエン、1,7-オクタジエン、エチリデンノルボルネン、ジシクロペンタジエン、ビニルノルボルネン、またはそれらの任意の2つ以上の組み合わせであり得る。

20

30

【0043】

(A)エチレン系(コ)ポリマー組成物のエチレン/アルファ-オレフィンコポリマー態様の(C₃~C₂₀)アルファ-オレフィンは、H₂C=C(H)-R(I)であってもよく、式中、Rは、直鎖(C₁~C₁₈)アルキル基である。(C₁~C₁₈)アルキル基は、1~18個の炭素原子を有する一価の非置換飽和炭化水素である。Rの例としては、メチル、エチル、プロピル、ブチル、ペンチル、ヘキシル、ヘプチル、オクチル、ノニル、デシル、ウンデシル、ドデシル、トリデシル、テトラデシル、ペンタデシル、ヘキサデシル、ヘプタデシル、およびオクタデシルが挙げられる。いくつかの実施形態では、(C₃~C₂₀)アルファ-オレフィンは、1-プロペン、1-ブテン、1-ヘキセン、または1-オクテン、あるいは1-ブテン、1-ヘキセン、または1-オクテン、あるいは1-ブテンまたは1-ヘキセン、あるいは1-ブテンまたは1-オクテン、あるいは1-ヘキセンまたは1-オクテン、あるいは1-ブテン、あるいは1-ヘキセン、あるいは1-オクテン、あるいは1-ブテン、1-ヘキセン、および1-オクテンのうちの任意の2つの組み合わせである。あるいは、アルファ-オレフィンは、3-シクロヘキシル-1-プロペン(アリルシクロヘキサン)およびビニルシクロヘキサンなどの-オレフ

40

50

インをもたらす、シクロヘキサンまたはシクロペンタンなどの環式構造を有してもよい。
($C_3 \sim C_{20}$) アルファ - オレフィン は、エチレンモノマーを備えるコモモノマーとして使用され得る。

【0044】

(A) エチレン系 (コ) ポリマー組成物は、架橋性エチレン / 不飽和カルボン酸エステルコポリマー、または架橋性エチレン / 不飽和カルボン酸エステルコポリマーおよびポリプロピレンポリマーの組み合わせから本質的になり得る。

【0045】

(A) エチレン系 (コ) ポリマー組成物のエチレン系 (コ) ポリマーのコポリマー実施形態の架橋性エチレン / 不飽和カルボン酸エステルコポリマーの実施形態は、エチレンモノマーおよび少なくとも1つの不飽和カルボン酸エステルコモモノマーを共重合することによって作製される。各不飽和カルボン酸エステルコモモノマーは、独立して、水素原子および1分子当たり3 ~ 20個の炭素原子を有してもよく、すなわち ($C_3 \sim C_{20}$) 不飽和カルボン酸エステルであってもよい。いくつかの態様では、不飽和カルボン酸エステルコモモノマーは、($C_2 \sim C_8$) カルボン酸ビニルであってもよく、架橋性エチレン / 不飽和カルボン酸エステルコポリマーは、エチレン - ビニル ($C_2 \sim C_8$) カルボン酸ビニルコポリマーであり、これはエチレン - ビニル ($C_2 \sim C_8$) カルボン酸ビニルコポリマーの総重量に基づいて、 $> 0 \sim < 3.5$ 重量%、あるいは $> 0 \sim 3.0$ 重量%、あるいは $> 0 \sim 2.0$ 重量%、あるいは $0.5 \sim 2.0$ 重量%の ($C_2 \sim C_8$) カルボン酸ビニルコモモノマー含有率を有し得る。いくつかの態様では、($C_2 \sim C_8$) カルボン酸ビニルは、2 ~ 8個の炭素原子、あるいは2 ~ 4個の炭素原子を有するカルボン酸陰イオンのビニルエステルである。ビニル ($C_2 \sim C_8$) カルボン酸ビニルは、酢酸ビニル、プロピオン酸ビニル、またはブタン酸ビニルなどの ($C_2 \sim C_4$) カルボン酸ビニルであってもよく、架橋性エチレン / 不飽和カルボン酸エステルコポリマーは、エチレン - ビニル ($C_2 \sim C_4$) カルボン酸ビニルバイポリマー、あるいはエチレン - 酢酸ビニル (EVA) バイポリマー、あるいはエチレン - プロピオン酸ビニルバイポリマー、あるいはエチレン - ブタン酸ビニルバイポリマーであってもよい。EVA バイポリマーは、エチレン由来のモノマー単位および酢酸ビニル由来のコモモノマー単位から本質的になる。EVA バイポリマーの酢酸ビニルコモモノマー単位含有率は、EVA バイポリマーの総重量に基づいて、 $> 0 \sim < 3.5$ 重量%、あるいは $> 0 \sim 3.0$ 重量%、あるいは $> 0 \sim 2.0$ 重量%、あるいは $0.5 \sim 2.0$ 重量%であり得る。重量%値は、EVA 1分子当たりの平均である。代替または追加として、(A) (例えば、EVA バイポリマー) は、ASTM D 1238 - 04 に従って測定された、2 ~ 60 g / 10分、あるいは5 ~ 40 g / 10分のメルトインデックス (190、2.16 kg) を有し得る。

【0046】

いくつかの態様では、(A) エチレン系 (コ) ポリマー組成物のエチレン系 (コ) ポリマーのコポリマー実施形態の架橋性エチレン / 不飽和カルボン酸エステルコポリマー実施形態を作製するために使用される不飽和カルボン酸エステルコモモノマーは、($C_1 \sim C_8$) アルキル (メタ) アクリレートであってもよく、架橋性エチレン / 不飽和カルボン酸エステルコポリマーは、エチレン - ($C_1 \sim C_8$) アルキル (メタ) アクリレートコポリマー (EAA) であり、これはエチレン - ($C_1 \sim C_8$) アルキル (メタ) アクリレートコポリマーの総重量に基づいて、 $> 0 \sim < 3.5$ 重量%、あるいは $> 0 \sim 3.0$ 重量%、あるいは $> 0 \sim 2.0$ 重量%、あるいは $0.5 \sim 2.0$ 重量%の ($C_1 \sim C_8$) アルキル (メタ) アクリレートモノマー含有率を有し得る。いくつかの態様では、($C_1 \sim C_8$) アルキルは、($C_1 \sim C_4$) アルキル、($C_5 \sim C_8$) アルキル、または ($C_2 \sim C_4$) アルキルであり得る。EAA は、エチレン由来のモノマー単位、ならびにエチルアクリレートおよび / またはエチルメタクリレートモノマー単位などの、1つ以上の異なる種類の ($C_1 \sim C_8$) アルキル (メタ) アクリレート由来のコモモノマー単位から本質的になる。($C_1 \sim C_8$) アルキルは、メチル、エチル、1, 1 - ジメチルエチル、ブチル、または2 - エチルヘキシルであり得る。(メタ) アクリレートは、アクリレート、メタクリレー

10

20

30

40

50

ト、またはこれらの組み合わせであり得る。(C₁ ~ C₈)アルキル(メタ)アクリレートは、エチルアクリレートであってもよく、EAAは、エチレン-エチルアクリレートコポリマー(EEA)であってもよく、または(C₁ ~ C₈)アルキル(メタ)アクリレートは、エチルメタクリレートであってもよく、EAAは、エチレン-エチルメタクリレートコポリマー(EEMA)であってもよい。EEAまたはEEMAのエチルアクリレートまたはエチルメタクリレートモノマー単位含有率は、それぞれ独立して、EEAまたはEEMAバイポリマーの総重量に基づいて、>0 ~ <3.5重量%、あるいは>0 ~ 3.0重量%、あるいは>0 ~ 2.0重量%、あるいは0.5 ~ 2.0重量%であり得る。

【0047】

いくつかの態様では、(A)エチレン系(コ)ポリマー組成物のエチレン系(コ)ポリマーのコポリマー実施形態を作製するために使用されるモノマーは、ChaudharyのWO2016/200600A1(2016年5月24日に出願されたPCT/US16/033879)の段落[0019]、またはMeverdenらのUS5,266,627の加水分解性シランモノマーなどのオレフィン官能性加水分解性シランをさらに含み得る。オレフィン官能性加水分解性シランは、(A)のエチレン系(コ)ポリマーのコポリマー実施形態の上にグラフト化(後反応器)することができる。代替として、オレフィン官能性加水分解性シランをエチレンおよびモノマーと共重合させて、加水分解性シリル基を含有するエチレン系(コ)ポリマーのコポリマー実施形態を直接作製してもよい。いくつかの態様において、オレフィン官能性加水分解性シランは、ビニルトリメトキシシラン(VTMS)、ビニルトリエトキシシラン(VTES)、ビニルトリアセトキシシラン、または-(メタ)アクリロキシプロピルトリメトキシシランであり、加水分解性シリル基は、2-トリメトキシシリルエチル、2-トリエトキシシリルエチル、2-トリアセトキシエチル、または3-トリメトキシシリルプロピルオキシカルボニルエチルもしくは3-トリメトキシシリルプロピルオキシカルボニルプロピルである。

【0048】

(A)エチレン系(コ)ポリマー組成物は、ポリプロピレンポリマーを含まなくてもよい。代替として、(A)エチレン系(コ)ポリマー組成物は、99~100重量%のプロピレン系モノマー単位を含有するポリプロピレンポリマー、あるいは、50~100重量%未満のプロピレン系モノマー単位および50~0重量%のエチレン系モノマー単位を含有するプロピレン/エチレンコポリマー、あるいは50~100重量%未満のプロピレン系モノマー単位、49~0重量%超のエチレン系単位、および20~1重量%のジエン系モノマー単位を含有するプロピレン/エチレン/ジエン(EPDM)コポリマーをさらに含み得る。ジエン系モノマー単位を作製するために使用されるジエンは、1,3-ブタジエン、1,5-ヘキサジエン、1,7-オクタジエン、エチリデンノルボルネン、ジシクロペンタジエン、またはビニルノルボルネンであり得る。

【0049】

(A)エチレン系(コ)ポリマー組成物は、2つ以上の異なるエチレン系(コ)ポリマーのブレンド、または2つ以上の異なる触媒との重合反応の反応器生成物であってもよい。(A)エチレン系(コ)ポリマー組成物は、The Dow Chemical CompanyからのELITE(商標)ポリマーなどの2つ以上の反応器中で作製されてもよい。

【0050】

(A)エチレン系(コ)ポリマー組成物は、その多くが当技術分野において周知である任意の好適なプロセスにより作製され得る。(A)を調製するために、ポリオレフィンポリマーを生成するための、任意の従来または今後発見される生成プロセスを用いてもよい。典型的には、生成プロセスは、1つ以上の重合反応を含む。例えば、エチレン系(コ)ポリマーは、高圧重合プロセスを使用して調製され得るLDPEであり得る。代替として、エチレン系(コ)ポリマーは、チーグラ・ナッタ、酸化クロム、メタロセン、ポストメタロセン触媒などの1つ以上の重合触媒を使用して行われる配位重合プロセスを使用して調製してもよい。好適な温度は、0 ~ 250、または30、または200で

10

20

30

40

50

ある。好適な圧力は、大気圧(101kPa)~10,000気圧(およそ1,013メガパスカル(「MPa」))である。ほとんどの重合反応では、用いられる触媒対重合性オレフィン(モノマー/コモノマー)のモル比は、 10^{-12} :1~ 10^{-1} :1、または 10^{-9} :1~ 10^{-5} :1である。

【0051】

(A)エチレン系(コ)ポリマー組成物のエチレン系(コ)ポリマーのコポリマー実施形態の架橋性エチレン/不飽和カルボン酸エステルコポリマーの実施形態を作製するのに好適な重合方法は、一般に周知である。架橋性エチレン/不飽和カルボン酸エステルコポリマーは、エチレンおよび1つ以上の不飽和カルボン酸エステルコモノマーを低圧または高圧(例えば、触媒なし)で反応器内で共重合させて、架橋性エチレン/不飽和カルボン酸エステルコポリマーを得ることによって作製することができる。代替として、架橋性エチレン/不飽和カルボン酸エステルコポリマーは、架橋性エチレン/不飽和カルボン酸エステルコポリマーのグラフトコポリマー形態を作製するために、任意選択的に過酸化物質または触媒で開始または促進された、不飽和カルボン酸エステルなどのコモノマーとのポリエチレンの反応性押出などの反応器後グラフト法によって作製されてもよい。

10

【0052】

(A)エチレン系(コ)ポリマー組成物は、バルク形態の顆粒またはペレットであり得る。ポリオレフィン配合物中の(A)エチレン系(コ)ポリマー組成物の量は、すべてポリオレフィン配合物の総重量に基づいて、60~99.45重量%、あるいは75~99.45重量%、あるいは80~99.00重量%、あるいは85~99.00重量%、あるいは90~98重量%であり得る。

20

【0053】

構成成分(B)酸化防止剤：酸化を阻害する有機分子、またはかかる分子の集合。(B)酸化防止剤は、ポリオレフィン組成物および/または架橋ポリオレフィン生成物に酸化防止特性を提供するように機能する。(B)酸化防止剤は、ヒンダードフェノール、硫黄官能性化合物、ホスファイト、ホスホナイト、ポリアミン(例、重合2,2,4-トリメチル-1,2-ジヒドロキノリン、例えば、AGERITE RESIN D)、またはその任意の2つ以上の組み合わせであり得る。好適な(B)の例としては、ビス(4-(1-メチル-1-フェニルエチル)フェニル)アミン(例えば、NAUGARD 445)、2,2'-メチレン-ビス(4-メチル-6-t-ブチルフェノール)(例えば、VANOX MBPC)、2,2'-チオビス(2-t-ブチル-5-メチルフェノール)(CAS番号90-66-4、4,4'-チオビス(2-t-ブチル-5-メチルフェノール)(4,4'-チオビス(6-tert-ブチル-m-クレゾールとしても既知である)、CAS番号96-69-5、市販のLOWINOX TBM-6)、2,2'-チオビス(6-t-ブチル-4-メチルフェノール(CAS番号90-66-4、市販のLOWINOX TBP-6)、トリス[(4-tert-ブチル-3-ヒドロキシ-2,6-ジメチルフェニル)メチル]-1,3,5-トリアジン-2,4,6-トリオン(例えば、CYANOX 1790)、ペンタエリスリトールテトラキス(3-(3,5-ビス(1,1-ジメチルエチル)-4-ヒドロキシフェニル)プロピオネート)(例えば、IRGANOX 1010、CAS番号6683-19-8)、3,5-ビス(1,1-ジメチルエチル)-4-ヒドロキシベンゼンプロパン酸2,2'-チオジエタンジイルエステル(例えば、IRGANOX 1035、CAS番号41484-35-9)、ジステアリルチオジプロピオネート(「DSTDP」)、ジラウリルチオジプロピオネート(例えば、IRGANOX PS800)、ステアリル3-(3,5-ジ-t-ブチル-4-ヒドロキシフェニル)プロピオネート(例えば、IRGANOX 1076)、2,4-ビス(ドデシルチオメチル)-6-メチルフェニル(IRGANOX 1726)、4,6-ビス(オクチルチオメチル)-o-クレゾール(例えば、IRGANOX 1520)、および2',3-ビス[[3-[3,5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシフェニル]pプロピオニル]]プロピオノヒドラジド(IRGANOX 1024)が挙げられる。いくつかの態様では、(B)は、4,4'-チオビス(2-t-ブチル-5-メチルフェノール

30

40

50

) (4, 4 - チオビス(6 - tert - ブチル - m - クレゾール)としても既知である)、2, 2 - チオビス(6 - t - ブチル - 4 - メチルフェノール、トリス[(4 - tert - ブチル - 3 - ヒドロキシ - 2, 6 - ジメチルフェニル)メチル] - 1, 3, 5 - トリアジン - 2, 4, 6 - トリオン、ジステアリルチオジプロピオネート、もしくはジラウリルチオジプロピオネート、またはそれらの任意の2つ以上の組み合わせである。組み合わせは、トリス[(4 - tert - ブチル - 3 - ヒドロキシ - 2, 6 - ジメチルフェニル)メチル] - 1, 3, 5 - トリアジン - 2, 4, 6 - トリオンとジステアリルチオジプロピオネートであってもよい。いくつかの態様では、ポリオレフィン配合物および架橋ポリオレフィン生成物は、(B)酸化防止剤を含まない。存在する場合、(B)酸化防止剤は、ポリオレフィン配合物の0.01~1.5重量%、あるいは0.05~1.2重量%、あるいは0.1~1.0重量%であり得る。

10

【0054】

構成成分(C)第1有機過酸化物および(D)第2有機過酸化物は、独立して、式 $R^{\circ} - O - O - R^{\circ}$ の一過酸化物または式 $R^{\circ} - O - O - R - O - O - R^{\circ}$ の二価酸化物であり、各 R° は、($C_1 \sim C_{20}$)アルキル基、($C_1 \sim C_{20}$)アルキル - C(=O) - 基、($C_1 \sim C_{20}$)アルキル - O - C(=O) - 基、または($C_6 \sim C_{10}$)アリール基であり、Rは、($C_2 \sim C_{10}$)アルキレン、-C(=O) - ($C_2 \sim C_{10}$)アルキレン、-C(=O) - ($C_2 \sim C_{10}$)アルキレン - C(=O) -、($C_3 \sim C_6$)シクロアルキレン、またはフェニレンである二価の基であるが、但し、構成成分(C)および(D)は、-OOH基が含まれていないことを条件とする。

20

【0055】

いくつかの態様では、(C)第1の有機過酸化物および/または(D)第2の有機過酸化物は、独立して、110.0以下の10時間半減期温度および/または130.0以下の1時間半減期温度を有する。かかる有機過酸化物の例は、(名称および[CAS番号])ジイソブチリル過酸化物[3437-84-1]、クミルペルオキシネオデカノエート[26748-47-0]、ジ(3-メトキシブチル)ペルオキシジカーボネート[52238-68-3]、1, 1, 3, 3-テトラメチルブチルペルオキシネオデカノエート[51240-95-0]、クミルペルオキシネオヘプタノエート[130097-36-8]、tert-アミルペルオキシネオデカノエート[68299-16-1]、ペルオキシジカーボネート[78350-78-4、19910-65-7、および105-65-6]の混合物、ジ-sec-ブチルペルオキシジカーボネート[19910-65-7]、ジイソプロピルペルオキシジカーボネート[105-64-6]、ジ(4-tert-ブチルシクロヘキシル)ペルオキシジカーボネート[15520-11-3]、ジ(2-エチルヘキシル)ペルオキシジカーボネート[16111-62-9]、tert-ブチルペルオキシネオデカノエート[26748-41-4]、ジブチルペルオキシジカーボネート[16215-49-9]、ジセチルペルオキシジカーボネート[26322-14-5]、ジミリスチルペルオキシジカーボネート[53220-22-7]、1, 1, 3, 3-テトラメチルブチルペルオキシピバレート[22288-41-1]、tert-ブチルペルオキシネオヘプタノエート[26748-38-9]、tert-アミルペルオキシピバレート[29240-17-3]、tert-ブチルペルオキシピバレート[927-07-1]、ジ(3, 5, 5-トリメチルヘキサノイル)過酸化物[3851-87-4]、ジラウロイル過酸化物[105-74-8]、ジデカノイル過酸化物[762-12-9]、1, 1, 3, 3-テトラメチルブチルペルオキシ-2-エチルヘキサノエート[22288-43-3]、tert-アミルペルオキシ-2-エチルヘキサノエート[686-31-7]、ジベンゾイル過酸化物[94-36-0]、tert-ブチルペルオキシ-2-エチルヘキサノエート[3006-82-4]、tert-ブチルペルオキシジエチルアセテート[2550-33-6]、tert-ブチルペルオキシイソブチレート[109-13-7]、tert-アミルペルオキシ2-エチルヘキシルカーボネート[70833-40-8]、tert-アミルペルオキシアセテート[690-83-5]、tert-ブチルペルオキシ-3, 5, 5-トリメチルヘキ

30

40

50

サノエート [1 3 1 2 2 - 1 8 - 4]、tert - ブチルペルオキシイソプロピルカーボネート [2 3 7 2 - 2 1 - 6]、tert - ブチルペルオキシ 2 - エチルヘキシルカーボネート [3 4 4 4 3 - 1 2 - 4]、tert - アミルペルオキシベンゾエート [4 5 1 1 - 3 9 - 1]、tert - ブチルペルオキシアセテート [1 0 7 - 7 1 - 1]、tert - ブチルペルオキシベンゾエート [6 1 4 - 4 5 - 9]、またはそれらの任意の 2 つの組み合わせである、一過酸化物である。かかる有機過酸化物の別の例は、(名称および [CAS 番号]) 2, 5 - ジメチル - 2, 5 - ジ (2 - エチルヘキサノイルペルオキシ) ヘキサン [1 3 0 5 2 - 0 9 - 0]、1, 1 - ジ (tert - ブチルペルオキシ) - 3, 3, 5 - トリメチルシクロヘキサン [6 7 3 1 - 3 6 - 8]、1, 1 - ジ (tert - アミルペルオキシ) シクロヘキサン [1 5 6 6 7 - 1 0 - 4]、1, 1 - ジ (tert - ブチルペルオキシ) シクロヘキサン [3 0 0 6 - 8 6 - 8]、2, 2 - ジ (tert - ブチルペルオキシ) ブタン [2 1 6 7 - 2 3 - 9]、ブチル 4, 4 - ジ (tert - ブチルペルオキシ) 吉草酸塩 [9 9 5 - 3 3 - 5]、またはそれらの任意の 2 つの組み合わせである、二価酸化物である。(C) および (D) の前述の例は、市販されている (例えば、Akzo Nobel および / または Gelest Inc. から)。

【 0 0 5 6 】

いくつかの態様では、(C) 第 1 の有機過酸化物および / または (D) 第 2 の有機過酸化物は、独立して、110.0 超の 10 時間半減期温度および / または 130.0 超の 1 時間半減期温度を有する。かかる有機過酸化物の例は、(名称および [CAS 番号]) ジクミル過酸化物 [8 0 - 4 3 - 3]、tert - ブチルクミル過酸化物 [3 4 5 7 - 6 1 - 2]、ジ - tert - ブチル過酸化物 [1 1 0 - 0 5 - 4]、3, 3, 5, 7, 7 - ペンタメチル - 1, 2, 4 - トリオキセパン [2 1 5 8 7 7 - 6 4 - 8]、またはそれらの任意の 2 つの組み合わせである、一過酸化物である。かかる有機過酸化物の別の例は、(名称および [CAS 番号]) ジ (tert - ブチルペルオキシイソプロピル) ベンゼン [2 5 1 5 5 - 2 5 - 3] (単一位置異性体または 2 つもしくは 3 つの位置異性体の混合物)、2, 5 - ジメチル - 2, 5 - ジ (tert - ブチルペルオキシ) ヘキサン [7 8 - 6 3 - 7]、2, 5 - ジメチル - 2, 5 - ジ (tert - ブチルペルオキシ) ヘキシン - 3 [1 0 6 8 - 2 7 - 5]、3, 6, 9 - トリエチル - 3, 6, 9 - トリメチル - 1, 4, 7 - トリペルオキシノン [2 4 7 4 8 - 2 3 - 0]、またはそれらの任意の 2 つの組み合わせである、二価酸化物である。(C) および (D) の前述の例は、市販されている (例えば、Akzo Nobel および / または Gelest Inc. から)。

【 0 0 5 7 】

任意選択的な構成成分 (E) アルケニル官能性助剤 : 骨格または環の部分構造、ならびにそれに結合した 2 つ以上のプロペニル、アクリレート、および / またはビニル基を含有する分子であって、部分構造が、炭素原子および任意選択的に窒素原子で構成される、分子、またはかかる分子の集合体。(E) アルケニル官能性助剤は、ケイ素原子を含まなくてもよい。(E) アルケニル官能性助剤は、制限 (i) ~ (v) のうちのいずれか 1 つによって記載されるプロペニル官能性助剤であってもよく、(i) (E) は、2 - アリルフェニルアリルエーテル、4 - イソプロペニル - 2, 6 - ジメチルフェニルアリルエーテル、2, 6 - ジメチル - 4 - アリルフェニルアリルエーテル、2 - メトキシ - 4 - アリルフェニルアリルエーテル、2, 2' - ジアリルビスフェノール A、O, O - ジアリルビスフェノール A、またはテトラメチルジアリルビスフェノール A であり、(ii) (E) は、2, 4 - ジフェニル - 4 - メチル - 1 - ペンテンまたは 1, 3 - ジイソプロペニルベンゼンであり、(iii) (E) は、トリアリルイソシアヌレート (「TAIC」)、トリアリルシアヌレート (「TAC」)、トリアリルトリメリテート (「TATM」)、N, N, N, N, N - ヘキサアリル - 1, 3, 5 - トリアジン - 2, 4, 6 - トリアミン (「HATATA」、N²、N²、N⁴、N⁴、N⁶、N⁶ - ヘキサアリル - 1, 3, 5 - トリアジン - 2, 4, 6 - トリアミンとしても既知である)、オルトギ酸トリアリル、ペンタエリスリトールトリアリルエーテル、クエン酸トリアリル、またはアコニチン酸トリアリルであり、(iv) (E) は、(i) のプロペニル官能性助剤のうちの

任意の2つの混合物である。代替として、(E)は、トリメチロールプロパントリアクリレート(「TMP TA」)、トリメチロールプロパントリメチルアクリレート(「TMP TMA」)、エトキシ化ビスフェノールAジメタクリレート、1,6-ヘキサジオールジアクリレート、ペンタエリスリトールテトラアクリレート、ジペンタエリスリトールペンタアクリレート、トリス(2-ヒドロキシエチル)イソシアヌレートトリアクリレート、およびプロポキシ化グリセリルトリアクリレートから選択される従来のアクリレート官能性助剤であり得る。代替として、(E)は、少なくとも50重量%の1,2-ビニル含有率を有するポリブタジエンおよびトリビニルシクロヘキサン(「TVCH」)から選択されるビニル官能性助剤であってもよい。代替として、(E)は、US5,346,961またはUS4,018,852に記載されているアルケニル官能性助剤であってもよい。代替として、(E)は、アルファ-メチルスチレンダイマー(AMSD)であってもよい。代替として、(E)は、前述のアルケニル官能性助剤のうちの任意の2つ以上の組み合わせであり得る。いくつかの態様では、ポリオレフィン配合物および架橋ポリオレフィン生成物は、(E)アルケニル官能性助剤を含まない。存在する場合、(E)アルケニル官能性助剤は、ポリオレフィン配合物の0.01~4.5重量%、あるいは0.05~2重量%、あるいは0.1~1重量%、あるいは0.2~0.5重量%であり得る。

10

20

30

40

50

【0058】

任意選択的な構成成分(F)トリー遅延剤(例えば、水トリー遅延剤)、水および/もしくは電気トリーイングを阻害する分子、またはかかる分子の集合体。トリー遅延剤は、水トリー遅延剤または電気トリー遅延剤であり得る。水トリー遅延剤は、電界と湿気または水分との複合効果にさらされるとポリオレフィンを劣化させるプロセスである、水トリーイングを阻害する化合物である。電圧安定剤とも呼ばれる電気トリー遅延剤は、部分的な放電に起因する固体電気絶縁における電気的前駆破壊プロセスである、電気トリーイングを阻害する化合物である。電気トリーイングは、水がない場合に発生し得る。水トリーイングおよび電気トリーイングは、被覆がポリオレフィンを含有する、被覆導体を含有する電気ケーブルについての問題である。(F)は、ポリ(エチレングリコール)(PEG)であり得る。いくつかの態様では、ポリオレフィン組成物および架橋ポリオレフィン生成物は、(F)トリー遅延剤を含まない。存在する場合、(F)トリー遅延剤は、ポリオレフィン組成物の0.01~1.5重量%、あるいは0.05~1.2重量%、あるいは0.1~1.0重量%であり得る。

【0059】

任意選択的な構成成分(G)ヒンダードアミン安定剤:少なくとも1つの立体的にかさ高い有機基に結合し、劣化または分解の阻害剤として機能する塩基性窒素原子を含有する分子、またはかかる分子の集合体。(G)は、立体障害のあるアミノ官能基を有し、酸化的劣化を阻害し、ポリオレフィン配合物の保存期間を増加することもできる化合物である。好適な(G)の例は、ブタン二酸ジメチルエステル、4-ヒドロキシ-2,2,6,6-テトラメチル-1-ピペリジン-エタノール(CAS番号65447-77-0、市販のLOWILITE62)を含むポリマー、およびN,N-ビスホルミル-N,N-ビス(2,2,6,6-テトラメチル-4-ピペリジニル)-ヘキサメチレンジアミン(CAS番号124172-53-8、市販のUvinul4050H)である。いくつかの態様では、ポリオレフィン組成物および架橋ポリオレフィン生成物は、(G)ヒンダードアミン安定剤を含まない。存在する場合、(G)ヒンダードアミン安定剤は、ポリオレフィン組成物の、0.001~1.5重量%、あるいは0.002~1.2重量%、あるいは0.002~1.0重量%、あるいは0.005~0.5重量%、あるいは0.01~0.2重量%、あるいは0.05~0.1重量%であり得る。

【0060】

任意選択的な構成成分(H)焼成粘度充填剤は、含水アルミニウム層状ケイ酸塩を加熱してその含水アルミニウム層状ケイ酸塩を乾燥させて(すなわち、水を追い出して)、焼成アルミニウム層状ケイ酸塩を得ることによって作製された処理鉱物である。処理鉱物は、焼成アルミニウム層状ケイ酸塩、および任意選択的に、鉄、マグネシウム、アルカリ

金属、およびアルカリ土類から選択されるゼロ、1つ以上の追加元素を含んでもよい。(H)焼成粘土は、焼成カオリン鉱物、焼成スメクタイト鉱物、焼成イライト鉱物、焼成亜硫酸塩鉱物、焼成海泡石鉱物、または焼成アタパルジャイト鉱物であってもよい。焼成カオリン鉱物は、焼成カオリナイト、焼成ダイカイト、焼成ハロイサイト、または焼成ナクライトであり得る。焼成スメクタイト鉱物は、焼成モンモリロナイト、焼成ノントロナイト、焼成バイデライト、または焼成サポナイトであり得る。焼成イライト鉱物は、焼成粘土雲母であり得る。(H)焼成粘土は、焼成モンモリロナイト、焼成ノントロナイト、焼成バイデライト、焼成ボルコンスコイト、焼成ヘクトライト、焼成サポナイト、焼成ソーコナイト、焼成パーミキュライト、焼成ハロイサイト、焼成セリサイト、またはそれらの任意の2つ以上の組み合わせであり得る。いくつかの態様では、焼成粘土は、焼成モンモリロナイトまたはBASFのTranslink 37などの焼成カオリン鉱物である。いくつかの態様では、ポリオレフィン配合物および架橋ポリオレフィン生成物は、(H)焼成粘土を含まない。(H)焼成粘土は、存在する場合、すべてポリオレフィン配合物の総重量に基づいて、 $> 0 \sim 39.45$ 重量%、あるいは $> 0 \sim 33$ 重量%、あるいは $> 0 \sim 25.0$ 重量%、あるいは $0.1 \sim 20$ 重量%、あるいは $3 \sim 10$ 重量%の量であってもよい。

10

【0061】

加えて、ポリオレフィン配合物は、酸捕捉剤、カーボンブラック、キャリア樹脂、着色剤、伸展油、難燃剤、潤滑剤、金属不活性化剤、メチルラジカルスカベンジャー、核剤、可塑剤、加工助剤、スコーチ遅延剤、スリップ剤、および界面活性剤から選択される1つ以上の任意選択的な添加剤を、各々 $0.005 \sim 1$ 重量%、あるいは $0.005 \sim 0.5$ 重量%さらに含んでもよい。いくつかの態様では、ポリオレフィン配合物および架橋ポリオレフィン生成物は、直前述の添加剤のうちのいずれか1つを含まない。

20

【0062】

架橋ポリオレフィン生成物：ポリオレフィン配合物の硬化中に形成されるC-C結合架橋を含有する、ネットワークポリエチレン系樹脂を含有する反応生成物。ネットワークポリエチレン系樹脂は、ネットワーク構造を得るために、(A)エチレン系(C)ポリマー組成物のカップリング高分子の反応生成物を含んでもよい。

【0063】

架橋ポリオレフィン生成物はまた、(C)および/もしくは(D)有機過酸化物の分解もしくは反応のアルコール副生成物、ならびに/または任意の存在する任意選択的な添加剤の反応の複製生物もしくは(E)アルケニル官能性助剤などの構成成分などの硬化の副生成物を含有してもよい。

30

【0064】

架橋ポリオレフィン生成物は、分割固体形態または連続形態であり得る。分割固体形態は、顆粒、ペレット、粉末、またはそれらの任意の2つ以上の組み合わせを含み得る。連続形態は、成形部品(例えば、射出成形部品)または押出成形部品(例えば、被覆導体またはケーブル)であり得る。

【0065】

化合物は、そのすべての同位体および天然の存在量ならびに同位体濃縮形態を含む。濃縮形態は、医学的用途または偽造防止用途を有し得る。

40

【0066】

本明細書の任意の化合物、組成物、配合物、混合物、または生成物は、H、Li、Be、B、C、N、O、F、Na、Mg、Al、Si、P、S、Cl、K、Ca、Sc、Ti、V、Cr、Mn、Fe、Co、Ni、Cu、Zn、Ga、Ge、As、Se、Br、Rb、Sr、Y、Zr、Nb、Mo、Tc、Ru、Rh、Pd、Ag、Cd、In、Sn、Sb、Te、I、Cs、Ba、Hf、Ta、W、Re、Os、Ir、Pt、Au、Hg、Tl、Pb、Bi、ランタノイド、およびアクチノイドから選択される化学元素のうちのいずれか1つを含まない可能性があるが、但し、その化合物、組成物、配合物、混合物、または反応生成物に必要な化学元素(例えば、ポリオレフィンに必要なCおよびH、ま

50

たはアルコールに必要なC、H、およびO)は除外されないことを条件とする。

【0067】

特に示されない限り、以下を適用する。代替的に、異なる実施形態に先行する。ASTMは、ASTM International (West Conshohocken, Pennsylvania, USA)である。IECは、国際電気標準会議 (Geneva, Switzerland)である。ISOは、国際標準化機構 (Geneva, Switzerland)である。いずれの比較実施例も、単なる説明の目的で使用されており、先行技術とみなされてはならない。含まないまたは欠いているとは、完全に存在しないこと、代替として検出不可能であることを意味する。IUPACは、国際純正応用化学連合 (IUPAC Secretariat, Research Triangle Park, North Carolina, USA)である。必須ではなく、選択の許容を与えることができる。操作可能とは、機能的に可能または効果的であることを意味する。任意選択的な(任意選択的に)とは、存在しない(含まれない)、あるいは存在する(含まれる)ことを意味する。PPMは、重量ベースである。特性は、標準試験方法および測定条件(例えば、粘度: 23 および 101.3 kPa)を用いて測定される。範囲は、端点、部分範囲、およびその中に包含される整数値および/または小数値を含むが、整数の範囲が小数値を含まない場合を除く。室温: 23 ± 1

10

【0068】

AC絶縁破壊(ACBD)強度試験方法(架橋後のACBD、未老化または老化(kV/mm)): AC絶縁耐力としても知られている。下記の圧縮成形方法2を使用して、公称0.90mm(35ミル)厚の硬化(架橋)圧縮成形ブランクとして試験片を調製する。0.01モル(M)の塩化ナトリウム水溶液で満たされたガラス製Uチューブ中の試験片を6キボルト(kV)で21日間老化させて、老化した試験片を得る。Exxon Univolts N61変圧器オイルを使用して、Brinkman AC絶縁耐力試験機で、未老化または老化試験片のACBD強度を試験する。

20

【0069】

圧縮成形方法1:(溶融レオロジー測定のための試料を調製するために使用)過酸化物のうちの1つ以上の分解に起因する著しい架橋を防止するために次の条件で圧縮成形される: 120 で3分間の500ポンド/平方インチ(psi)(3.5MPa)、続いて120 で3分間の2500psi(17MPa)、2500psi(17MPa)で30 に冷却し、圧力を開放して得られた成形ブランクを除去する。

30

【0070】

圧縮成形法2:(電気的および機械的測定のための試料を調製するために使用)次の条件で圧縮成形して、異なる寸法の完全に硬化した(架橋した)試験片を作製する: 125 で3分間の500psi(3.5MPa)、続いて180 で20分間2500psi(17MPa)、2500psi(17MPa)で30 に冷却し、圧力を開放して得られた成形ブランクを除去する。

【0071】

密度は、ASTM D792-13、変位によるプラスチックの密度および比重(相対密度)のための標準試験方法、方法B(水以外の液体中、例えば、液体2-プロパノール中の固体プラスチックを試験するための)に従って測定される。試料は、シートまたは成形された試験片の形態の未老化固体である。結果を、立方センチメートル当たりのグラム単位(g/cm³またはg/cc)で報告する。

40

【0072】

比誘電率および散逸率の試験方法(2kV、130、架橋後60Hzでの散逸率(%))。ASTM D150-11、固体電気絶縁のAC損失特性および誘電率(比誘電率)の標準試験方法に従い、TETTEX試験片ホルダーおよびTETTEX AG機器温度制御ユニットを備えるGUIDLINE高電圧静電容量ブリッジユニット、モデル9920A上60Hzで試験を行う。試験片は、圧縮成形法2で調製した硬化(架橋)した1.3mm(50ミル)厚の圧縮成形ブランクである。このブランクを、60の真空オ

50

ーブンで5日間脱気する。圧縮成形および脱気したブランクから直径88.9ミリメートル(mm、3.5インチ)の円形のディスク状の試験片を切り取り、60ヘルツ(Hz)および2kV印加応力で、25、40、90、および130の温度で試験片を試験する。

【0073】

動的振動剪断粘度試験方法(135でV0.1/V100および135でV100(Pa·s))は、0.1ラジアン/秒(rad/秒、「V0.1」)~100rad/秒(「V100」)の範囲にわたって、TA Instruments Advanced Rheometric Expansion Systemを使用し、135の温度および0.25%のひずみ(絶縁層の押出条件を代表する)で行う。V0.1およびV100は、それぞれ0.1rad/秒および100rad/秒での粘度であり、比V0.1/V100は、剪断減粘特性の尺度である。パスカル秒(Pa·s)で粘度を測定した。試験片は、圧縮成形方法1によって調製されたエージングしていない圧縮成形ブランクから取得される。

10

【0074】

伸長粘度試験方法(135または150、1/s、0.2、0.5、または1(Pa·s)のヘンキーひずみでの伸長粘度、135または150、1/s(Pa·s)での最大伸長粘度、および135または150、1/sでの最大伸長粘度に対応するヘンキーひずみ):伸長粘度固定ジオメトリーおよびTA Orchestratorソフトウェアを備えるARES FCUレオメーターを使用して測定される。135または150で1/秒の速度で試験を行い、押出条件をシミュレートする。得られた最大粘度値(ピーク)、得られた最大ヘンキーひずみ、0.2、0.5、および1のヘンキーひずみでの粘度を報告する。試験片は、圧縮成形方法1によって調製されたエージングしていない圧縮成形ブランクから取得される。ポアズで測定し、100,000ポアズ=10.0kPa·sで、キロパスカル秒(kPa·s)に変換した。

20

【0075】

ゲル含有率試験方法:ASTM D2765に従ってポリマーをデカヒドロナフタレン(デカリン)で抽出することによる架橋によって、エチレンプラスチック中で生成されるゲル含有率(不溶性画分)を判定する。これは、架橋の程度または範囲を測定する1つの方法である。182での下記MDR実験から得られた試験片で試験を行う。WILEYミル(20メッシュスクリーン)を使用して、粉末試料(各試料につき少なくとも1グラムの材料)を調製する。120メッシュスクリーンからポーチを作製する。ポーチを慎重に作製して、そこから粉末試料が漏れないようにする。完成したポーチの幅は、1.90センチメートル(cm、0.75インチ)以下であり、長さは5.08cm(2インチ)以下である。空のポーチを化学天秤で計量する。0.3グラム(+/-0.02g)の粉末試料をポーチに入れる。ポーチの折り目を無理に開けてはならない。ポーチ+試料を計量する。ポーチをステーブルで密封し、密封されたポーチと内部の試料、およびステーブルを計量する。1リットル(L)の沸騰デカヒドロナフタレン(デカリン)および10グラムの2,2-メチレン-ビス(4-メチル-6-第三級ブチルフェノール)を含有するフラスコに、密封したポーチを入れる。加熱したマントル内のフラスコ中で6時間煮沸させ、電圧レギュレーターをオフにし、(デカリン)が引火点を下回るまで冷却水を流し続ける。デカリンが冷えたら、冷却水を止め、フラスコからポーチを取り出す。フードの下でポーチを冷まして、できるだけ多くの溶媒を除去する。次いで、ポーチを150に設定された真空オーブンに4時間入れ、25インチ(635mm)水銀の真空を維持する。オーブンからポーチを取り出し、室温まで冷却する。冷却したポーチ+残りの試料+ステーブルの重量を化学天秤上で記録する。次の等式を使用して、抽出パーセント(%抽出)を計算する。
$$\% \text{抽出} = 100 \times (W3 - W4) / (W2 - W1)$$
、式中、×は、乗算を示し、/は、除算を示し、W1は、空のポーチの重量であり、W2は、ステーリング前のポーチ+試料の重量であり、W3は、試料、ポーチ、およびステーブルの重量であり、W4は、ポーチ、ステーブル、および抽出後の残りの試料の重量である。ゲル含有率 =

30

40

50

100% - %抽出

【0076】

半減期温度試験方法：示差走査熱量測定 - 熱活性モニタリング (DSC - TAM) による有機過酸化物の分解熱流束のモニタリングにより、ドデカン中 0.1 モル (M) の濃度の有機過酸化物の溶液で測定され、純粋なドデカンの熱流束と比較される。溶液から放出される熱は、有機過酸化物の濃度 [P] に直接関係する。1 時間半減期温度は、その温度で 60 分 (60.0 分) 加熱した後、有機過酸化物の 50 パーセント (50.0 パーセント) が分解する熱エネルギーの尺度である。10 時間半減期温度は、その温度で 600 分 (600.0 分) 加熱した後、有機過酸化物の 50 パーセント (50.0 パーセント) が分解する熱エネルギーの尺度である。1 時間半減期温度は、10 時間半減期温度よりも高い。有機過酸化物の 1 時間または 10 時間の半減期温度が高いほど、試験方法における過酸化物の安定性は高くなり、ポリオレフィン配合物における有機過酸化物の安定性は高くなる。

10

【0077】

熱クリープ伸長およびホットセット試験方法 (架橋後 200、0.2 MPa での熱クリープ (%)) : 熱クリープ伸長を測定して、硬化 (架橋) の程度または範囲を判定し、ホットセットを使用して、熱クリープ伸長後の試料緩和を測定する。電力ケーブル絶縁材料の ICEA - T - 28 - 562 - 2003 試験方法に基づく基本試験。試験片の底部に印加される 0.2 メガパスカル (MPa) 応力を使用し、ガラスドアを備え、150 または 200 に設定されたオープン内で圧縮成形方法 2 によって調製された 1.3 ミリメートル (mm、50 ミル) 厚の試験片で熱クリープを行う。ASTM D412 タイプ D に従って作製された引張棒から各試料材料の 3 つの試験片を切り取る。試験片を 15 分間引き伸ばし、長さの増加率を測定する。3 つの値の平均を熱クリープとして報告する。加熱下で 5 分間負荷を取り除き、10 分間室温で試験片を冷却した後、同じ試験片のホットセット値を取得する。壊れるか、または 175% を超える熱クリープを有する試料は、試験に不合格である。壊れず、175% 未満の熱クリープを有する試料は、試験に合格である。

20

【0078】

メルトインデックス (I₂) は、ASTM D1238 - 04 (190、2.16 kg)、押出プラトメーターによる熱可塑性樹脂のメルトフローレートの標準試験方法に従って、以前は「条件 E」として既知であり、また I₂ としても既知である 190 / 2.16 キログラム (kg) の条件を使用して測定される。結果を、10 分当たりの溶出したグラム単位 (g / 10 分) または 1.0 分当たりのデシグラム (dg / 1 分) で報告する。10.0 dg = 1.00 g。測定された I₂ は、ポリマーが 2.16 キログラム (kg) の力を受ける 10 分の間、内径 2.0955 ミリメートル (0.0825 インチ) の押出レオメーターオリフィスを通して力を受け得る 190 でのポリオレフィンポリマー (例えば、ポリエチレン) の量である。I₂ は、ポリオレフィンポリマーの重量平均分子量 (M_w) に反比例するが、反比例は、必ずしも線形ではない。したがって、概して、M_w が高いほど、I₂ は低くなる。

30

【0079】

スコーチ時間および最終的架橋試験方法 (MDR : それぞれ 140 での t_{s1} (分) および MH - ML (N - m)) : Alpha Technologies のレオメーター MDR モデル 2000 ユニットを使用して、試験材料の移動ダイレオメーター (MDR) 分析を実施する。ASTM 手順 D 5289 「Standard Test Method for Rubber - Property Vulcanization Using Rotorsless Cure Meters」に基づく基本試験。6 グラムの試験材料を使用して MDR 分析を実施する。両方の温度条件で、182 ° または 140、0.5 度のアーク振動で材料を試験する。コールドプレス後、BRABENDER (商標) ミキシングボウルから試験用の材料を直接取得する。MDR 機器に試験材料を入れる。弾性トルクは、それぞれ、140 で 0 (開始) ~ 120 分、または 182 で 0 (開始

40

50

) ~ 20分の時間の関数として測定し、弾性トルク曲線対時間をプロットする。t s 1によって(140 での最小値(M L)からの弾性トルクの0.113ニュートンメートル(N - m)増加の時間)、押出条件でのスコーチまたは早期架橋への抵抗までの時間とも呼ばれるスコーチ時間を評価する。スコーチ時間をt s 1 @ 140 として省略する。最終的な架橋度は、182 でのMH(最大弾性トルク) - ML(最小弾性トルク)によって反映される。

【0080】

ショアAおよびショアD硬度試験方法：厚さ6.4mm(250ミル)および直径51mmの架橋試験片を調製し、ASTM D 2240 - 15、ゴム特性デュロメーター硬度の標準試験方法を使用して試験する。5回の測定の平均を記録する。試験片は、圧縮成形方法2によって調製された未老化圧縮成形ブランクである。

10

【0081】

引張強度、引張伸び、引張弾性率、および引張破断弾性率試験方法。圧縮成形法2によって調製されたブランクから切り取った、公称1.78mm(70ミル)の厚さを有するタイプIVドッグボーン形の試験片として、試験片を調製する。タイプII ASTM D 5423 - 93試験機械的対流式オープンを使用して、成形後に23 に保たれた未老化架橋ポリオレフィン生成物試験片および136 のオープンで最大7日間老化された老化架橋ポリオレフィン生成物試験片の引張特性を測定する。ASTM D 638 - 10プラスチックの引張特性の標準試験方法、およびUL 1581電線、ケーブル、フレキシブルコードの参照標準、およびUL 2556電線およびケーブル試験方法に従って、50.8cm(20インチ)/分の変位速度で引張測定を行う。5回の測定の平均を記録する。

20

【0082】

ゼロ剪断粘度(135 でのゼロ剪断粘度(P a . s))は、動的振動剪断粘度試験法から推定されるか、またはSR - 200、25.0パスカル、3分間のクリープ、15分間の回復、135 を使用したクリープ回復から測定される。試験片は、圧縮成形方法1によって調製された未老化の圧縮成形ブランクである。

【実施例】

【0083】

エチレン系(コ)ポリマー(A1)：0.922g/cm³の密度および1.8g/10分のメルトインデックス(I₂)(190、2.16kg)を有する高圧反応器製の低密度ポリエチレン(LDPE)製品であり、The Dow Chemical Company(Midland, Michigan, USA)から入手される。エチレン系(コ)ポリマー(A1)は、Introduction to Polymer Chemistry, Stille, Wiley and Sons, New York, 1962, pages 149 to 151に記載される種類の管状高圧反応器およびプロセスで作製される。プロセスは、フリーラジカルで開始され、170~310メガパスカル(MPa、すなわち平方インチ当たり25,000~45,000ポンド(psi))の圧力、および200 ~ 350 の温度で行われる。

30

【0084】

エチレン系(コ)ポリマー(A2)：0.870g/cm³の密度および4.8g/10分のメルトインデックス(I₂)(190、2.16kg)を有する、分子触媒製のエチレン/1-オクテンエラストマーコポリマー開発製品番号XUS 38660.00であり、The Dow Chemical Companyから入手される。

40

【0085】

エチレン系(コ)ポリマー(A3)：0.880g/cm³の密度および1.8g/10分のメルトインデックス(I₂)(190、2.16kg)を有する、分子触媒製のエチレン/1-オクテンエラストマーコポリマー開発製品番号XUS 38661.00であり、The Dow Chemical Companyから入手される。

【0086】

50

エチレン系(コ)ポリマー(A4)：2重量%のジクミル過酸化物を含有し、 0.92 g/cm^3 の密度、135で34.3の $V_{0.1}/V_{100}$ 、および135で672パスカル秒(Pa-s)の V_{100} を有するペレット化低密度ポリエチレン化合物。The Dow Chemical Companyから入手される。

【0087】

エチレン系(コ)ポリマー(A5)： 0.920 g/cm^3 の密度および2.3g/10分のメルトインデックス(I_2) (190、2.16kg)を有する低密度ポリエチレン製品DOW LDPE 6211。The Dow Chemical Companyから入手される。

【0088】

ポリプロピレンホモポリマー(hPP)：Braskemから製品FF018Fとして入手され、1.8g/10分(230、2.16kg、ASTM D1238-04)のメルトフローレートを有する。

【0089】

酸化防止剤(B1)：AddivantからLowinox TBM-6として入手される4,4-チオビス(2-t-ブチル-5-メチルフェノール)。

【0090】

第1の有機過酸化物(C1)：137.0の1時間半減期温度および117.1の10時間半減期温度を有し、AkzoNobelからPerkadox BC-FFとして入手されるジクミル過酸化物。

【0091】

第1の有機過酸化物(C2)：134の1時間半減期温度および115の10時間半減期温度を有し、ArkemaからLuperox 101として入手される2,5-ジメチル-2,5-ジ(tert-ブチルペルオキシ)ヘキサン。

【0092】

第2の有機過酸化物(D1)：137.0の1時間半減期温度および117.1の10時間半減期温度を有し、AkzoNobelからPerkadox BC-FFとして入手されるジクミル過酸化物。

【0093】

アルケニル官能性助剤(E1)：NOF America CorporationからNofmer MSDとして入手されるアルファ-メチルスチレンダイマー。

【0094】

トリ-遅延剤(F1)：20,000グラム/モルの平均分子量を有し、ClariantからPolyglykol 20000SRUとして入手されるポリエチレングリコール。

【0095】

ヒンダードアミン安定剤(G1)：SABO S.p.A.(Levate, Italy)からSabostab UV119として入手される1,3,5-トリアジン-2,4,6-トリアミン、N2,N2-1,2-エタンジイルビス[N2-[3-[[4,6-ビス[ブチル(1,2,2,6,6-ペンタメチル-4-ピペリジニル)アミノ]-1,3,5-トリアジン-2-イル]アミノ]プロピル]-N,N-ジブチル-N,N-ビス(1,2,2,6,6-ペンタメチル-4-ピペリジニル)-(主成分)。

【0096】

焼成粘土(H1)：BASFからTranslink 37として入手される焼成力オリン鉱物。

【0097】

一般調製1：(D1)を60に加熱して溶融する。(E1)を様々な重量/重量比(表1を参照)(D1)/(E1)で溶融物に添加して、(D1)および(E1)を含む第2の混合物を得る。固形物(A2)、(A4)、(B1)、(F1)、および(G1)

10

20

30

40

50

を容器内で別々に手で混合して、固形物の混合物を得る。固形物の混合物を、カムローターを備える420 mLのBrabenderバッチミキサー中で125、毎分40回転(rpm)で10分間配合して、ブレンドを得る。依然として40rpmで混合しながら、温度を180に上げ、10分間混合を続けて、最初の間組成物1を得る。ブレンドをコールドプレスして薄い薄シートにし、シートをストリップに切る。ストリップを冷凍庫内で硬化させ、硬化したストリップをペレタイザーに通して、第1の間組成物1を含むペレットを作製する。ガラス瓶内のペレットを50で2時間加熱し、シリンジから測定量の(D1)および(E1)の第2の混合物を加熱したペレット上に噴霧する。得られた噴霧ペレットを瓶内で10分間、室温でタンブルブレンドし、噴霧ペレットを含む瓶を50のオープンに16時間入れ、次にジャーの内容物を再び室温で10分間タンブルブレンドし、次いで瓶の内容物を、420 mLのBrabenderミキシングボウル内でカムローターを使用し、120および30rpmで10分間混合して、第2の間組成物1を得る。使用された構成成分の含有率は、表1で以下に報告されている。場合によっては関連する試験方法に従って、第2の間組成物1の試料をコールドプレスまたは圧縮成形し、第2の間組成物1を特徴付ける。結果を後の表2に報告する。

10

【0098】

一般調製2：(D1)を60に加熱して溶融する。(E1)を様々な重量/重量比(表3aおよび3bを参照)(D1)/(E1)で溶融物に添加して、(D1)および(E1)を含む第2の混合物を得る。(C2)を、ペレット(A3)、任意選択的に(A5)または(hPP)上に個別に噴霧し、得られた混合物を(B1)、(F1)、および(G1)と容器内で手で混合して、固体混合物を得る。固形物の混合物を、カムローターを備える420 mLのBrabenderバッチミキサー中で125、毎分40回転(rpm)で10分間配合して、ブレンドを得る。依然として40rpmで混合しながら、温度を180に上げ、20分間混合を続けて、最初の間組成物2を得る。ブレンドをコールドプレスして薄い薄シートにし、シートをストリップに切る。ストリップを冷凍庫内で硬化させ、硬化したストリップをペレタイザーに通して、第2中間組成物1を含むペレットを作製する。ガラス瓶内のペレットを50で2時間加熱し、シリンジから測定量の(D1)および(E1)の第2の混合物を加熱したペレット上に噴霧する。得られた噴霧ペレットを瓶内で10分間、室温でタンブルブレンドし、噴霧ペレットを含む瓶を50のオープンに16時間入れ、次にジャーの内容物を再び室温で10分間タンブルブレンドし、次いで瓶の内容物を、420 mLのBrabenderミキシングボウル内でカムローターを使用し、120および30rpmで10分間混合して、第2の間組成物1を得る。使用された構成成分の含有率は、表3aおよび3bで以下に報告されている。場合によっては関連する試験方法に従って、第2の間組成物2の試料をコールドプレスまたは圧縮成形し、第2の間組成物2を特徴付ける。結果を後の表4aおよび4bに報告する。

20

30

【0099】

比較例1(CE1)：一般調製1に従って調製され、表1に示される組成および以下の表2に示される特性を有する。

【0100】

本発明の実施例1~2(IE1~IE2)：一般調製1に従って調製され、表1に示される組成および以下の表2に示される特性を有する。

40

【表 1】

表 1 : CE1 および IE1 ~ IE2 の組成

構成成分 (重量パーセント)	CE1	IE1	IE2
エチレン系 (コ) ポリマー (A1)	0	0	0
エチレン系 (コ) ポリマー (A2)	96.48	81.48	81.84
エチレン系 (コ) ポリマー (A3)	0	0	0
エチレン系 (コ) ポリマー (A4) *	0	15.00	15.00
エチレン系 (コ) ポリマー (A5)	0	0	0
ポリプロピレンホモポリマー (hPP)	0	0	0
酸化防止剤 (B1)	0.34	0.34	0.34
第1の有機過酸化物 (C1) *	0	0.30	0.30
第2の有機過酸化物 (D1)	2.00	2.00	1.70
アルケニル官能性助剤 (E1)	0.40	0.40	0.34
トリー遅延剤 (F1)	0.58	0.58	0.58
ヒンダードアミン安定剤 (G1)	0.20	0.20	0.20
焼成粘土 (H1)	0	0	0
合計	100.00	100.00	100.00

* (A4) 中 2 重量%の (C1) : 15.00 重量% (A4) $\times 0.02$ (C1) / (A4) = 0.30 重量% (C1)

【表 2】

表 2 : CE1 および IE1 ~ IE2 の特徴付けプロパティ

特徴付け (単位)	CE1	IE1	IE2
135°Cでの V0.1/V100	14.8	33.1	30.6
135°Cでの V100 (Pa. s)	1345	1397	1372
135°Cでのゼロ剪断粘度-クリープ回復 (Pa. s)	9081	20790	20720
135°Cでのゼロ剪断粘度、動的振動剪断 (Pa. s)	18997	59570	52659
135°C、1/s、ヘンキーひずみ 0.2 での伸長粘度 (kPa. s)	13.2	16.5	18.4
135°C、1/s、ヘンキーひずみ 0.5 での伸長粘度 (kPa. s)	17.3	28.2	31.1
135°C、1/s、ヘンキーひずみ 1 での伸長粘度 (kPa. s)	21.3	39.8	44.9
135°C、1/s での最大伸長粘度 (kPa. s)	41.7	183.9	214.8
135°C、1/s での最大伸長粘度に対応するヘンキーひずみ	3.3	3.5	3.3
MDR : 140°Cでの ML (N-m)	0.021	0.032	0.029
MDR : 140°Cでの t _{s1} (分)	28.7	29.7	30.3
MDR : 182°Cでの MH-ML (N-m)	0.54	0.56	0.48
架橋後のゲル含有率 (重量%)	92.7	93.9	91.2
押出後のゲル含有率 (重量%)	試験せず	<1%	<1%
架橋後 200°C、0.2MPa での熱クリープ (%)	38.5	30.5	42.4
架橋後の ACBD、未老化 (kV/mm)	37.1 \pm 1.2	37.9 \pm 0.9	39.3 \pm 0.8
架橋後の ACBD、老化 (kV/mm)	36.1 \pm 3.0	37.0 \pm 2.8	37.6 \pm 2.5
架橋後 2kV、130°C、60Hz での散逸率 (%)	0.97	1.23	1.44

【0101】

表 2 のデータに示されているように、CE1 の溶融剪断および伸長特性は比較的劣っている。CE1 と比較して、IE1 および IE2 で観察された 140 で行われた MDR 試験からの ML (ポリマーの溶融時の最小弾性トルク) の大きい値は、後者の組成物のカップリングが、180 で行われた加熱工程 (配合) 中に「原位置で」起こっていたことを示す。135 の温度で行われた動的振動剪断試験では、IE1 および IE2 の組成物

は、 $V0.1/V100$ の値から明らかなように、CE1に対して強化された溶融ずり減粘特性を呈した。CE1と比較して、IE1およびIE2では、135でのゼロ剪断および伸長粘度の増加も観察された。140で行われたMDR試験では、 t_{s1} の同様の値（すなわち、架橋の同様の速度）がCE1に対してIE1およびIE2で観察された。つまり、MDRによって測定されるIE1およびIE2の架橋の本質的にすべては、第1の中間組成物1に吸収されたジクミル過氧化物およびNofmer MSDに起因する可能性がある（最初のポリオレフィン配合物を反応性配合して、第1の中間組成物を得た後）。135および140の温度は、ケーブル押出プロセスで通常使用される温度の代表値である。

【0102】

最終的な架橋度（ゲル含量および熱クリープによって測定される）および本発明の実施例IE1～IE2の絶縁耐力値は十分に高かった。IE1およびIE2の散逸係数（試験温度130で）は満足のいくものであり、CE1の散逸係数よりわずかに悪かった。

【0103】

比較例2（CE2）：一般調製2に従って調製され、表3aに示される組成および以下の表4aに示される特性を有する。

【0104】

本発明の実施例3～8（IE3～IE8）：一般調製2に従って調製され、表3aおよび3bに示される組成ならびに以下の表4aおよび4bに示される特性を有する。

【表3】

表3a：CE2およびIE3～IE5の組成

構成成分（重量パーセント）	CE2	IE3	IE4	IE5
エチレン系（コ）ポリマー（A1）	0	0	0	0
エチレン系（コ）ポリマー（A2）	0	0	0	0
エチレン系（コ）ポリマー（A3）	95.60	95.40	95.20	95.00
エチレン系（コ）ポリマー（A4）	0	0	0	0
エチレン系（コ）ポリマー（A5）	0	0	0	0
ポリプロピレンホモポリマー（hPP）	0	0	0	0
酸化防止剤（B1）	0.51	0.51	0.51	0.51
第1の有機過氧化物（C2）	0	0.20	0.40	0.60
第2の有機過氧化物（D1）	2.50	2.50	2.50	2.50
アルケニル官能性助剤（E1）	0.50	0.50	0.50	0.50
トリ遅延剤（F1）	0.89	0.89	0.89	0.89
ヒンダードアミン安定剤（G1）	0	0	0	0
焼成粘土（H1）	0	0	0	0
合計	100.00	100.00	100.00	100.00

10

20

30

40

【表 4】

表 3 b : I E 6 ~ I E 8 の組成

構成成分 (重量パーセント)	IE6	IE7	IE8
エチレン系 (コ) ポリマー (A1)	0	0	0
エチレン系 (コ) ポリマー (A2)	0	0	0
エチレン系 (コ) ポリマー (A3)	86. 20	77. 20	90. 20
エチレン系 (コ) ポリマー (A4) *	0	0	0
エチレン系 (コ) ポリマー (A5)	0	18. 00	0
ポリプロピレンホモポリマー (hPP)	9. 00	0	0
酸化防止剤 (B1)	0. 51	0. 51	0. 51
第 1 の有機過酸化物 (C2)	0. 40	0. 40	0. 40
第 2 の有機過酸化物 (D1)	2. 50	2. 50	2. 50
アルケニル官能性助剤 (E1)	0. 50	0. 50	0. 50
トリー遅延剤 (F1)	0. 89	0. 89	0. 89
ヒンダードアミン安定剤 (G1)	0	0	0
焼成粘土 (H1)	0	0	5. 00
合計	100. 00	100. 00	100. 00

10

20

【表 5】

表 4 a : C E 2 および I E 3 ~ I E 5 の特徴付けプロパティ

特徴付け (単位)	CE2	IE3	IE4	IE5
135°Cでの V0. 1/V100	5. 6	8. 4	30. 5	70. 3
135°Cでの V100 (Pa. s)	590	639	782	868
135°Cでのゼロ剪断粘度: クリープ回復 (Pa. s)	1990	3230	10460	40140
135°Cでのゼロ剪断粘度: 動的振動剪断 (Pa. s)	2651	4218	27734	98584
150°C、1/s、ヘンキーひずみ 0. 2 での伸長粘度 (kPa. s)	16. 8	18. 9	23. 9	35. 2
150°C、1/s、ヘンキーひずみ 0. 5 での伸長粘度 (kPa. s)	9. 7	17. 6	26. 3	55. 4
150°C、1/s、ヘンキーひずみ 1 での伸長粘度 (kPa. s)	6. 5	10. 9	21. 4	85. 9
150°C、1/s での最大伸長粘度 (kPa. s)	48. 0	72. 0	179	563
150°C、1/s での最大伸長粘度に対応するヘンキーひずみ	3. 09	3. 56	4. 10	3. 14
MDR : 140°Cでの ML (N-m)	0. 003	0. 006	0. 016	0. 031
MDR : 140°Cでの ts1 (分)	62	51. 6	38. 8	27. 8
MDR : 182°Cでの MH-ML (N-m)	0. 40	0. 49	0. 63	0. 70
架橋後のゲル含有率 (重量%)	80. 8	89. 6	92. 2	95. 0
押出後のゲル含有率 (重量%)	試験せず	<1%	<1%	<1%
架橋後 200°C、0. 2MPa での熱クリープ (%)	46. 7	30. 7	19. 9	14. 4
架橋後の ACBD、未老化 (kV/mm)	35. 2±1. 6	30. 9±3. 7	35. 8±0. 5	36. 1±1. 2
架橋後の ACBD、老化 (kV/mm)	31. 6±2. 0	31. 4±2. 5	34. 7±1. 2	31. 1±2. 1
架橋後 2kV、130°C、60Hz での散逸率 (%)	0. 08	0. 04	0. 04	0. 04

30

40

【表 6】

表 4 b : I E 6 ~ I E 8 の特徴付けプロパティ

特徴付け (単位)	I E 6	I E 7	I E 8
135°CでのV0, 1/V100	28. 7	43. 1	27. 5
135°CでのV100 (P a . s)	950	866	862
135°Cでのゼロ剪断粘度: クリープ回復 (P a . s)	13040	15640	6983
135°Cでのゼロ剪断粘度: 動的振動剪断 (P a . s)	32540	52500	28758
150°C、1/s、ヘンキーひずみ0. 2での伸長粘度 (k P a . s)	25. 6	21. 3	19. 9
150°C、1/s、ヘンキーひずみ0. 5での伸長粘度 (k P a . s)	33. 2	33. 0	23. 7
150°C、1/s、ヘンキーひずみ1での伸長粘度 (k P a . s)	34. 9	40. 3	28. 7
150°C、1/sでの最大伸長粘度 (k P a . s)	135	467	163
150°C、1/sでの最大伸長粘度に対応するヘンキーひずみ	3. 65	3. 60	3. 94
MDR : 140°CでのML (N-m)	0. 016	0. 019	0. 015
MDR : 140°Cでのt s 1 (分)	28. 6	37. 8	32. 3
MDR : 182°CでのMH-ML (N-m)	0. 56	0. 63	0. 71
架橋後のゲル含有率 (重量%)	92. 5	92. 1	92. 6
押出後のゲル含有率 (重量%)	<1%	<1%	<1%
架橋後200°C、0. 2MP aでの熱クリープ (%)	24. 2	18. 2	22. 9
架橋後のACBD、未老化 (k V/mm)	35. 6±1. 3	35. 6±1. 5	35. 1±1. 4
架橋後のACBD、老化 (k V/mm)	33. 6±2. 4	33. 9±0. 9	33. 2±1. 2
架橋後2k V、130°C、60Hzでの散逸率 (%)	0. 04	0. 03	0. 34

10

【 0 1 0 5】

20

表 4 a および 4 b のデータによって示されているように、C E 2 の溶融剪断および伸張特性は比較的劣っていた。C E 2 と比較して、I E 3 および I E 5 で観察された 1 4 0 で行われた M D R 試験からの M L (ポリマーの溶融時の最小弾性トルク) の大きい値は、後者の組成物のカップリングが、1 8 0 で行われた配合工程中に「原位置で」起こっていたことを示す。1 3 5 の温度で行われた動的振動剪断試験では、I E 3 ~ I E 5 の組成物は、V 0 . 1 / V 1 0 0 の値から明らかのように、C E 2 に対して強化された溶融ずり減粘特性を呈した。C E 2 と比較して、I E 3 および I E 5 では、1 3 5 でのゼロ剪断および伸長粘度の増加も観察された。組成物中の少量のポリプロピレンまたは L D P E の含有は、ゼロ剪断粘度および低ひずみ伸長粘度のさらなる増大をもたらす一方、少量の焼成粘土は、溶融レオロジー特性に大きな影響を及ぼさなかった (I E 6 ~ I E 8 対 I E 4)。1 3 5 および 1 4 0 の温度は、ケーブル押出プロセスで通常使用される温度の代表値である。I E 3 ~ I E 8 の組成物は、熱老化後でも満足な特性 (架橋、機械的および電氣的) も呈した。(硬度、引張、および熱老化性能データは示されていない。)

30

【 0 1 0 6】

「請求項」および「複数の請求項」を、それぞれ「態様」または「複数の態様」で置き換えることを除いて、以下の特許請求の範囲を番号付き態様として参照により本明細書に組み込む。

【 国際調査報告 】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No PCT/US2018/048085

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER INV. C08K5/14 C08K5/375 C08L23/08 C08J3/24 C08F8/00 H01B3/44 ADD. According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
B. FIELDS SEARCHED Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) C08K C08L H01B C08J Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used) EPO-Internal, WPI Data		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	WO 2016/200600 A1 (DOW GLOBAL TECHNOLOGIES LLC [US]) 15 December 2016 (2016-12-15) cited in the application paragraph [0003] - paragraph [0004] paragraph [0048] examples claims 1,7,8 -----	1-15
A	WO 2016/204949 A1 (DOW GLOBAL TECHNOLOGIES LLC [US]) 22 December 2016 (2016-12-22) paragraph [0002] paragraph [0120] paragraphs [0165], [0168] -----	1-15
A	US 5 530 072 A (SHIRODKAR PRADEEP P [US]) 25 June 1996 (1996-06-25) examples -----	1-15
	----- -/--	
<input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input checked="" type="checkbox"/> See patent family annex.		
* Special categories of cited documents : "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier application or patent but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art "&" document member of the same patent family		
Date of the actual completion of the international search		Date of mailing of the international search report
31 October 2018		28/11/2018
Name and mailing address of the ISA/ European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016		Authorized officer Russell, Graham

1

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/US2018/048085

C(Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	US 2004/127628 A1 (WALTON KIM LOUIS [US] ET AL) 1 July 2004 (2004-07-01) paragraph [0050]; examples; table III -----	1-15
A	EP 2 468 813 A1 (BOREALIS AG [AT]) 27 June 2012 (2012-06-27) cited in the application claims -----	1-15

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/US2018/048085

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
WO 2016200600 A1	15-12-2016	BR 112017025746 A2	07-08-2018
		CA 2987910 A1	15-12-2016
		CN 107690448 A	13-02-2018
		EP 3307819 A1	18-04-2018
		JP 2018518567 A	12-07-2018
		KR 20180016420 A	14-02-2018
		US 2018134882 A1	17-05-2018
		WO 2016200600 A1	15-12-2016
		WO 2016204949 A1	22-12-2016
CA 2989407 A1	22-12-2016		
CN 107771199 A	06-03-2018		
EP 3310853 A1	25-04-2018		
JP 2018527417 A	20-09-2018		
KR 20180019149 A	23-02-2018		
US 2018163039 A1	14-06-2018		
WO 2016204949 A1	22-12-2016		
US 5530072 A	25-06-1996		
		JP 2002515077 A	21-05-2002
		US 5530072 A	25-06-1996
US 2004127628 A1	01-07-2004	AU 2003282712 A1	23-04-2004
		BR 0314496 A	02-08-2005
		CA 2500431 A1	15-04-2004
		CN 102010541 A	13-04-2011
		EP 1546247 A1	29-06-2005
		JP 4478106 B2	09-06-2010
		JP 2006501358 A	12-01-2006
		KR 20050075345 A	20-07-2005
		MX PA05003390 A	22-06-2005
		US 2004127628 A1	01-07-2004
		WO 2004031284 A1	15-04-2004
		EP 2468813 A1	27-06-2012
ES 2415504 T3	25-07-2013		

フロントページの続き

(81)指定国・地域 AP(BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), EA(AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), EP(AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OA(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG), AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT

(74)代理人 100104282

弁理士 鈴木 康仁

(72)発明者 チャウダリー、バアラアトウ、アイ .

アメリカ合衆国 ペンシルベニア州 19426 カレッジビル, アルコラ ロード 400

Fターム(参考) 4F070 AA13 AB11 AB24 AC27 AC32 AC46 AC50 AC56 AC63 AC65

AE01 AE03 AE08 GA05 GB10 GC05

4J002 BB041 EA058 EK037 EV016 FD076 FD147 FD208 GQ00

5G309 RA05 RA12