

(由本局填寫)

承辦人代碼：
大類：
IPC分類：

A6
B6

本案已向：

國(地區) 申請專利, 申請日期: 案號: , 有 無主張優先權

荷蘭	1999 年 3 月 22 日	1011631	<input checked="" type="checkbox"/> 無主張優先權
美國	1999 年 10 月 13 日	60/159,094	<input checked="" type="checkbox"/> 無主張優先權

有關微生物已寄存於: , 寄存日期: , 寄存號碼:

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

裝

訂

線

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

五、發明說明(1)

發明之範圍

本發明係關於一種阻燃性組合物及其製造方法。

一種阻燃性組合物及其製造方法係舉例說明於日本公告 J P 59 - 45352 中，其中三聚氰胺濃縮產物蜜勒胺及氰尿醯胺係製備並且在聚醯胺組合物中用作阻燃物。在本公告蜜勒胺係於 400 - 500 °C 之溫度加熱三聚氰胺數小時製造。氰尿醯胺係於 500 - 550 °C 加熱三聚氰胺來製造，直到氨氣不再釋放。

J P 59 - 45352 提到蜜勒胺之分解溫度高於 500 °C 而氰尿醯胺的則高於 600 °C。這個意指蜜勒胺及氰尿醯胺具有一個特別良好的熱安定性。根據

J P 59 - 45352，兩種化合物之氮含量都高於 60%，導致該物質係不可燃物。

J P 59 - 45352 也提到其他已知的阻燃物也可與蜜勒胺或氰尿醯胺合併使用。J P 59 - 45352 並未提到得到產物之組成。

三聚氰胺及縮合產物全都具有一種獨特的熱劣化曲線。這個意指三聚氰胺及彼之縮合產物在特定溫度時會分解形成含氮產物。在熱劣化過程中會釋放這些含氮產物在阻燃性行為中扮演一個重要的部份。為了得到聚合物中良好的阻燃性行為，其可能喜於合併各組合物中之阻燃性成份，例如蜜白胺、蜜勒胺及三聚氰胺及／或蜜勒胺之高縮合產物，其具有不同的劣化特性。這個的優點在於，無論火勢的重點溫度在何，幾乎都有一種成份在該重點溫度時劣

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂
線

五、發明說明(2)

化並且產生足夠的具有阻燃效果之含氮成份。然而，如果該阻燃性組合物含有揮發成份，例如尿素及／或水份，在該組合物用於具有高熔點聚合物中時將對加工性產生負面的效果，舉例來說在聚酯例如聚乙烯對苯二甲酸酯（P E T）或聚丁烯對苯二甲酸酯（P B T）或在聚醯胺中。這種負面的效果可能會在押出期間發泡或射出成型時在模具上形成沉積。如果該阻燃性組合物含有太高之三聚氰胺及／或蜜勒胺之高縮合產物濃度的話，組合物將變黃，其在（無色）聚合物組合物加工之例子中係不想要的。純粹三聚氰胺縮合產物例如純粹的蜜白胺或蜜勒胺或氰尿醯胺在聚合物中用作阻燃物係不適當的，因為其通常係難於，因此係昂貴的，製造純的化合物而且因為純粹的成份只具有一種劣化模式並且因此只適合用於有限的溫度範圍內。

申請者發現在聚合物組合物中優越的加工性及優越的阻燃性及色彩特性可以藉著使用一種阻燃性組合物而獲得，其包含：

1 0 - 9 0 w t % 蜜勒胺，
 0 . 0 1 - 3 0 w t % 蜜白胺，
 0 . 0 1 - 1 5 w t % 三聚氰胺，
 0 . 1 - 6 5 w t % 三聚氰胺及／或蜜勒胺之高縮合產物，揮發物含量係低於 3 w t % 而各成份之總用量為 1 0 0 w t % 。

在此揮發成份之濃度定義為在 T G A 測量（T G A =

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

訂線

五、發明說明(3)

熱重量分析)以加熱速率每分鐘 200°C 從室溫至 300°C 加熱該阻燃性組合物時重量之減少。

申請者也發現一種方法其係用於製造阻燃性組合物，其含有 $10-90\text{wt}\%$ 蜜勒胺、 $0.01-30\text{wt}\%$ 蜜白胺、 $0.01-15\text{wt}\%$ 三聚氰胺及 $0.1-65\text{wt}\%$ 三聚氰胺及/或蜜勒胺之高縮合產物，揮發物濃度低於 $3\text{wt}\%$ 而各成份總用量為 $100\text{wt}\%$ ，藉著加熱一種含三聚氰氨起始產物，舉例來說藉著使其通過一個加熱區，長於 0.1 秒，宜為 1 秒至 400 分鐘，尤其是 2 秒至 300 鐘，溫度為 $350-800^{\circ}\text{C}$ ，宜介於 375 與 600°C 之間而壓力介於 1KPa 及 50MPa 之間，宜介於大氣壓力及 30MPa 之間，尤其是介於大氣壓力及 15MPa 之間。

加熱區之實施例係此類型之加熱區其係位於押出機，例如單及雙螺桿押出機；壓力釜；渦輪混合器；犁狀葉片混合器；滾動混合器；渦流混合器；帶狀葉片混合器；混練器；連續及不連續捏合機；旋轉滾筒烘箱，等等之中。

三聚氰胺、蜜勒胺、蜜白胺及三聚氰胺及/或蜜勒胺高縮合產物之混合物可以任意地獲得，藉著處理進一步加熱之產物，得到一種阻燃性組合物其含有 $10-90\text{wt}\%$ 蜜勒胺、 $0.01-30\text{wt}\%$ 蜜白胺、 $0.01-10\text{wt}\%$ 三聚氰胺及 $0.1-65\text{wt}\%$ 三聚氰胺及/或蜜勒胺之高縮合產物，揮發物濃度低於 $1\text{wt}\%$ 而各成份總用量為 $100\text{wt}\%$ 。這個進一步的處理宜利用水

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂線

五、發明說明(4)

來溶解清洗並且自阻燃性組合物移除一部份三聚氰胺及／或其他水溶性成份。

關於本方法用之起始材料，使用上可由幾乎純化的三聚氰胺構成，舉例來說由連續運轉之氣相三聚氰胺設備獲得其中三聚氰胺係藉由結晶獲得。一種藉由氣相法製造三聚氰胺舉例 U S - A - 3 2 1 0 3 5 2 中之方法。受到蜜白胺及／或蜜勒胺及／或三聚氰胺及／或蜜勒胺之高縮合產物污染之三聚氰胺可以任意地用作起始材料，舉例來說在三聚氰胺設備起動期間形成之產物或氣相三聚氰胺設備在純化之前已經經過結晶而製成的那種三聚氰胺或者其他方法中形成的受到蜜白胺及／或蜜勒胺及／或三聚氰胺及／或蜜勒胺之高縮合產物污染之三聚氰胺。也可能使用液相法中得到之三聚氰胺作為起始材料。一種已知的藉著液相法製造三聚氰胺之方法係於 U S - A - 4 5 6 5 8 6 7 中說明，其中已知純度低於氣相法之產物的；尤其，彼之蜜白胺含量係較高的。污染物像是殘留的觸媒、脲基三聚氰胺及／或碳酸胍也可能不由地出現。含氧三氮雜苯化合物例如三聚氰胺二醯胺、三聚氰胺一醯胺及／或三聚氰酸也可能不由地出現高達 5 w t %。用於製造三聚氰胺之起始材料之殘留物，例如尿素及／或二氰二醯胺，也可能出現；二氰二醯胺可能不由地出現高達 1 0 w t %，同時三聚氰胺可能含有高達 3 0 w t % 尿素。用於本方法之起始材料也可能包括內含尿素、含氧三氮雜苯化合物、二氰二醯胺、碳酸胍、脲基三聚氰胺及殘餘觸媒之混合物之污染

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明(5)

物。

在本發明之較佳體系中該阻燃性組合物係藉著在壓力釜中或押出機中加熱含三聚氰胺起始產物製成。較佳者在介於大氣壓力及 20 MPa 之間，在 350 - 625 °C 之溫度以及介於 0.1 秒及 360 分鐘間之滯留時間。尤其含三聚氰胺起始產物之加熱係於押出機，其在押出機中之滯留時間介於 0.1 秒及 60 分鐘之間，中進行。

本發明也關係到含有以下成份之阻燃性聚合物組合物：

a. 65 - 95 wt % 含聚合物組合物

b. 5 - 35 wt % 根據本發明之阻燃性組合物

根據本發明之阻燃性組合物尤其適合用於要求耐熱性阻燃物之聚合物組合物，舉例來說在聚醯胺、聚醯亞胺、聚酯、含苯乙烯聚合物、環氧樹脂、不飽和聚酯樹脂及聚亞胺酯。聚醯亞胺之實施例係由二胺及二羧酸衍化成及／或由氨基羧酸或相對應之內醯胺衍化成之聚醯胺及共聚醯胺，例如聚醯胺 4、聚醯胺 6、聚醯胺 6 / 6、6 / 10、6 / 9、6 / 12、4 / 6、66 / 6、6 / 66、聚醯胺 11、聚醯胺 12，部份芳香族（共）聚醯胺，舉例來說以芳香族二胺及己二酸為基礎之聚醯胺；由烯二胺及異及／或苯二甲酸及彼之共聚醯胺、共聚醯醯胺、共聚醯醯胺，等等製備之聚醯胺。

聚酯之實施例係由二羧酸及二醇衍化成及／或由羧基羧酸或相對應內酯衍化成之聚酯例如聚對苯二甲酸乙二酯

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

訂線

五、發明說明(6)

、聚對苯二甲酸丁二酯、聚-1,4-二羥甲基環己烷對苯二甲酸酯、聚羥基苯甲酸酯、彼之聚己內酯及共聚酯、共聚醚酯，等等。

含苯乙烯聚合物之實施例係聚苯乙烯、丙烯腈-苯乙烯共聚物、丙烯腈-苯乙烯-丁二烯共聚物及彼之混合物。

較佳地該阻燃性組合物係用於聚酯例如聚對苯二甲酸乙二酯及/或聚對苯二甲酸丁二酯中，聚對苯二甲酸丁二酯係尤其佳，或用於聚醯胺例如尼龍-6、尼龍6,6或尼龍4,6中。

已知“含聚合物組合物”係組合物其，除了聚合物，也許還含有補強劑及/或填料，化合物其與阻燃性組合物，除了根據本發明之外的阻燃性成份，加上一般添加物具有加成效應。

如果補強劑及/或填料係用於本發明之聚合物組合物中，其濃度可能在寬廣的範圍內變動，某個程度上藉由希望達到之機械性質之水平來測定。通常，在強化的阻燃性組合物中補強劑之濃度不會多於50wt%。強化的阻燃性組合物宜含有5-50wt%補強劑，更佳者15-45wt%。該補強劑可以選自無機補強劑，例如雲母、黏土、滑石或玻璃纖維，或芳香醯胺纖維及/或碳纖。無論如何玻璃纖維係較佳的。

根據本發明阻燃性組合物之阻燃效應可以藉著與阻燃性組合物，例如成碳性化合物，無論與觸媒組合促成成碳之

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂
線

五、發明說明(7)

形成者，具有加成效應之化合物之出現來補強。屆時通常阻燃性組合物之濃度可以選定的低一點。

原則上，所有已知的物質其補強阻燃性組合物之效應者可以用作成碳性化合物。實施例係酚醛樹脂、環氧樹脂、三聚氰胺樹脂、醇酸樹脂、烯丙基樹脂、不飽和聚酯樹脂、矽烷樹脂、氨基甲酸酯樹脂、丙烯酸樹脂、聚次苯醚、聚碳酸、澱粉、葡萄糖及含有兩個以上羥基之化合物。含有兩個以上羥基之化合物之實施例係含有兩個以上羧基之醇，舉例來說季戊四醇、二季戊四醇、三季戊四醇及彼之混合物。在整個聚合物組合物中與阻燃物具有加成效應之成碳性化合物之濃度通常介於0與30wt%之間，宜介於1與20wt%之間。

關於促成碳形成用之觸媒，舉例來說可由鎢酸之金屬鹽；鎢與非金屬之錯合酸氧化物；氧化錫之鹽類；氨基磺酸銨及／或彼之二聚物製成。鎢酸之金屬鹽宜為鎢酸之鹼金屬鹽類，尤其是鎢酸鈉。已知“鎢與非金屬之錯合酸氧化物”係錯合酸氧化物類其係由非金屬例如矽或磷及鎢形成，例如矽鎢酸或磷鎢酸。促成碳形成用之觸媒之用量其用於整個聚合物組合物中係0.1—5wt%，以0.1—2.5wt%為宜。

根據本發明之阻燃性組合物之阻燃效應可以進一步使用一種或更多其他阻燃性成份來強化。原則上，所有已知的阻燃物都可用作其他阻燃性成份。實施例係氧化銻，舉例來說三氧化銻，與鹵素化合物合併；鹼土金屬氧化物，

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明(8)

舉例來說氧化鋅、氧化鎂；其他金屬氧化物，舉例來說氧化鋁、氧化矽、氧化鐵及氧化錳；金屬氫氧化物，舉例來說氫氧化鎂及氫氧化鋁；金屬硼酸鹽，舉例來說硼酸鋅，無論有沒有水；以及含磷化合物。含磷化合物之實施例係磷酸鋅、磷酸鉍、焦磷酸鉍、聚磷酸鉍、乙二胺磷酸、對二氮己環磷酸、對二氮己環焦磷酸、三聚氰胺磷酸、二三聚氰胺磷酸、三聚氰胺焦磷酸、三聚氰胺聚磷酸、蜜白胺磷酸、蜜白胺焦磷酸、蜜白胺聚磷酸、蜜勒胺磷酸、蜜勒胺焦磷酸、蜜勒胺聚磷酸、胍磷酸、二氰二醯胺磷酸、尿素磷酸及三聚氰胺及／或蜜勒胺高縮合產物之磷酸類、焦磷酸類及聚磷酸類以及這些磷酸之混合物。磷酸之酸類、鹽類、混合酸鹽類、酯類、部份酯化物類及混合酯化物類也可使用。也可以使用磷化氧、磷化硫及磷烷及磷酸鹽、亞磷酸鹽及次磷酸鹽及彼之酸、鹽、混合酸鹽、酯、部份酯化物及混合酯化物。其他阻燃性成份之濃度可在寬廣的範圍內變動但通常不高於根據本發明之阻燃性組合物之用量。用量宜介於0及35wt%之間，尤其在1及20wt%之間。較佳者係磷酸鹽、次磷酸鹽及磷酸鹽。這種成份之實施例係舉例說明於Kirk Othmer，化學技術百科全書，第10卷，396-419頁(1980年)。眾所皆知的實施例係：三羥甲基丙烷之酯類及甲基磷酸、乙甲基次磷酸及乙甲基次磷酸之鋁鹽。在此提到的許多化合物也可促成碳之形成。其他出現於阻燃性組合物中已知的化合物例如聚四氟乙烯也可能出現。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明(9)

該聚合物組合物也可能含有其他習慣使用的添加物，例如熱及UV安定劑、脫模劑、可塑劑、軟化劑、潤滑劑、分散劑、色母及／或顏料，以這些添加物之習慣用量只要性質不會造成不利的影響。

根據本發明之聚合物組合物基本上可以利用已知的傳統技術，舉例來說藉著在乾燥條件下在滾動混合器中混合所有或部份成份，接著在熔融混合器，舉例來說 Brabender 混合器或單或雙螺桿押出機或捏合機中熔融製成。宜使用雙螺桿押出機。

本發明之聚合物組合物之不同成份可以一起摻到押出機的頸部。其也可以摻到押出機押出機的不同部位。該成份之中的某些，舉例來說色母、安定劑、阻燃性組合物、與阻燃物具有加成效應之化合物及／或其他阻燃性成份可以舉例來說加至該聚合物中形成母膠料。

根據本發明之聚合物組合物可以利用熟於此藝之士所知之技術加工成半成品或最終產品，例如射出成型。

本發明將進一步參照以下之實施例說明之：

比較實施例 A

三聚氰胺（由DSM氣相加工之產品）係以每小時3公斤之速率摻到共旋轉雙螺桿押出機（Werder & Pfeleiderer，ZSK 30/33型）。氣缸溫度設定於330℃而螺桿速度設定於40rpm。該成份摻到押出機之滯留時間係115秒。由押出機押出之固態混合物係白色而且具有以下之組

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

訂
線

五、發明說明(10)

成：88wt%三聚氰胺、6wt%蜜白胺、2wt%蜜勒胺及4wt%三聚氰胺及／或蜜勒胺高縮合產物。揮發物含量係1.6wt%。阻燃性組合物之組成利用高壓液相層析法(HPLC)而定。獲得的數值之相對誤差為5%或更小。

實施例 1

三聚氰胺(由DSM氣相加工之產品)係以每小時1公斤之速率摻到共旋轉雙螺桿押出機(Werder & Pfeiderer, ZSK 30/33型)。氣缸溫度設定於400℃而螺桿速度設定於40rpm。該成份摻到押出機之滯留時間接近95秒。由押出機押出之固態混合物係白色到淡灰棕色而且具有以下之組成：8wt%三聚氰胺、0.5wt%蜜白胺、73wt%蜜勒胺及18.5wt%三聚氰胺及／或蜜勒胺高縮合產物。揮發物含量係0.4wt%。阻燃性組合物之組成利用高壓液相層析法(HPLC)而定。

實施例 2

三聚氰胺(由DSM氣相加工之產品)係以每小時2公斤之速率摻到共旋轉雙螺桿押出機(Werder & Pfeiderer, ZSK 30/33型)。氣缸溫度設定於450℃而螺桿速度設定於40rpm。該成份摻到押出機之滯留時間接近100秒。由押出機押出之固態混合物係白色到淡灰棕色而且具有以下之組成：1.3wt%三聚氰胺、0.1

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (11)

w t % 蜜白胺、6.4 w t % 蜜勒胺及 23.7 w t % 三聚氰胺及 / 或蜜勒胺高縮合產物。揮發物含量係 0.1 w t %。阻燃性組合物之組成利用高壓液相層析法 (H P L C) 而定。

實施例 3

三聚氰胺 (由 D S M 氣相加工之產品) 係以每小時 3 公斤之速率摻到共旋轉雙螺桿押出機 (Werder & Pfeleiderer, ZSK 30/33 型)。氣缸溫度設定於 450 °C 而螺桿速度設定於 40 r p m。該成份摻到押出機之滯留時間接近 80 秒。由押出機押出之固態混合物係白色到淡灰棕色而且具有以下之組成: 1 w t % 三聚氰胺、0.1 w t % 蜜白胺、8.6 w t % 蜜勒胺及 12.9 w t % 三聚氰胺及 / 或蜜勒胺高縮合產物。揮發物含量係 0.2 w t %。阻燃性組合物之組成利用高壓液相層析法 (H P L C) 而定。

實施例 4

1008 克 (8 莫耳) 之三聚氰胺係置入體積大約 2000 毫升之壓力釜中。攪拌器係起始於將近 30 r p m 之速度。然後該反應器係加熱至要求之溫度。反應溫度係 500 °C。在壓力釜中之氮壓力, 其係於反應期間形成, 係利用控制閥保持於將近 2 M P a。反應時間係 60 分鐘。由壓力釜取出之固態混合物係白色到淡灰棕色而且具有以下之組成: 0.4 w t % 三聚氰胺、0.5

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (12)

w t % 蜜白胺、9 1 w t % 蜜勒胺及 8 w t % 三聚氰胺及
 / 或蜜勒胺高縮合產物。揮發物含量係 0 . 1 w t % 。阻
 燃性組合物之組成利用高壓液相層析法 (H P L C) 而定
 。

實施例 5

一台共旋轉雙螺桿押出機 (Werder & Pfleiderer , ZSK
 30/33 型) 係填充 : 4 5 份聚苯二甲酸丁二酯、3 0 份玻璃
 纖維、1 5 份實施例 2 之磨細產品及 1 0 份 Antiblaze ®
 1 0 4 5 (取自 Albright&Wilson 之環狀磷酸酯) 。氣缸溫
 度設定於 2 5 0 °C 而螺桿速度設定於 2 0 0 r p m 。厚度
 為 1 . 6 m m 之試片係由獲得之化合物製成並且試驗。依
 據 U L 9 4 之燃燒規範 V - 0 。彈性模數係 1 0 . 1
 G p a 而剪斷伸長率係 2 . 0 % (I S O 5 2 7 / 1)
 。

實施例 6

一台共旋轉雙螺桿押出機 (Werder & Pfleiderer , ZSK
 30/33 型) 係填充 : 4 5 份聚苯二甲酸丁二酯、3 0 份玻璃
 纖維、1 5 份實施例 3 之磨細產品及 1 0 份 Antiblaze ®
 1045 (取自 Albright&Wilson 之環狀磷酸酯) 。氣缸溫度設
 定於 2 5 0 °C 而螺桿速度設定於 2 0 0 r p m 。厚度為
 1 . 6 m m 之試片係由獲得之化合物製成並且試驗。依據
 U L 9 4 之燃燒規範 V - 0 。彈性模數係 1 0 . 0

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (13)

G p a 而剪斷伸長率係 2 . 0 % (I S O 5 2 7 / 1)

。

實施例 7

一台共旋轉雙螺桿押出機 (Werder & Pfeleiderer , ZSK 30/33 型) 係填充 : 4 5 份聚苯二甲酸丁二酯、3 0 份玻璃纖維、1 5 份實施例 4 之磨細產品及 1 0 份 Antiblaze[®] 1045 (取自 Albright&Wilson 之環狀磷酸酯) 。氣缸溫度設定於 2 5 0 °C 而螺桿速度設定於 2 0 0 r p m 。厚度為 1 . 6 m m 之試片係由獲得之化合物製成並且試驗。依據 U L 9 4 之燃燒規範 V - 0 。彈性模數係 1 0 . 2 G p a 而剪斷伸長率係 2 . 1 % (I S O 5 2 7 / 1)

。

實施例 8

一台共旋轉雙螺桿押出機 (Werder & Pfeleiderer , ZSK 30/33 型) 係填充 : 4 5 份聚醯胺 6 、 2 0 份玻璃纖維、3 0 份實施例 4 之磨細產品及 5 份 Antiblaze[®] 1045 (取自 Albright&Wilson 之環狀磷酸酯) 。氣缸溫度設定於 2 5 0 °C 而螺桿速度設定於 2 0 0 r p m 。厚度為 1 . 6 m m 之試片係由獲得之化合物製成並且試驗。依據 U L 9 4 之燃燒規範 V - 0 。彈性模數係 1 1 . 2 G p a 而剪斷伸長率係 2 . 0 % (I S O 5 2 7 / 1) 。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (14)

實施例 9

一台共旋轉雙螺桿押出機 (Werder & Pfleiderer , ZSK 30/33 型) 係填充 : 80 份聚醯胺 4 , 6 及 20 份實施例 3 之磨細產品。氣缸溫度設定於 300 - 315 °C 而螺桿速度設定於 270 r p m 。厚度為 1 . 6 m m 之試片係由獲得之化合物製成並且試驗。依據 U L 94 之燃燒規範 V - 0 。彈性模數係 3 . 6 G p a 而剪斷伸長率接近 25 % (I S O 527 / 1) 。

實施例 10

一台共旋轉雙螺桿押出機 (Werder & Pfleiderer , ZSK 30/33 型) 係填充 : 90 份聚醯胺 4 , 6 及 10 份實施例 3 之磨細產品。氣缸溫度設定於 300 - 315 °C 而螺桿速度設定於 270 r p m 。厚度為 1 . 6 m m 之試片係由獲得之化合物製成並且試驗。依據 U L 94 之燃燒規範 V - 0 。彈性模數係 2 . 3 G p a 而剪斷伸長率接近 30 % (I S O 527 / 1) 。

實施例 11

一台共旋轉雙螺桿押出機 (Werder & Pfleiderer , ZSK 30/33 型) 係填充 : 80 份聚醯胺 6 , 6 及 20 份實施例 3 之磨細產品。氣缸溫度設定於 270 - 280 °C 而螺桿速度設定於 200 r p m 。厚度為 1 . 6 m m 之試片係由獲得之化合物製成並且試驗。依據 U L 94 之燃燒規範 V

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (15)

— 0 .

實施例 1 2

一台共旋轉雙螺桿押出機 (Werder & Pfleiderer , ZSK 30/33 型) 係填充 : 8 0 份丙烯腈 - 丁二烯 - 苯乙烯 (取自含 2 0 份橡膠之 D S M 之 Ronfalin [®]) 及 2 0 份實施例 3 之磨細產品。氣缸溫度設定於 1 8 0 - 2 1 0 °C 而螺桿速度設定於 2 0 0 r p m 。厚度為 1 . 6 m m 之試片係由獲得之化合物製成並且試驗。依據 U L 9 4 之燃燒規範 V - 0 .

實施例 1 3

9 8 . 0 % 三聚氰胺、0 . 8 1 % 尿素、0 . 0 3 % C O ₂、0 . 0 5 % 三聚氰酸二醯胺之類的不純物 (例如三聚氰酸二醯胺、三聚氰酸一醯胺、三聚氰酸及脲基三聚氰胺) 及 0 . 0 7 % 有機固體 (蜜勒胺、密白胺及其他無氧化合物) , 如根據 U S 4 5 6 5 8 6 7 中得到的, 係以每小時 8 公斤之速率摻入一台共旋轉雙螺桿押出機 (Werder & Pfleiderer , ZSK 30/33 型) 。氣缸溫度設定於 4 5 0 °C 而螺桿速度設定於 4 0 r p m 。該成份摻入押出機之滯留時間係 1 1 0 秒。由押出機押出之固態混合物係白色至淡棕色而且具有以下組成 : 7 w t % 三聚氰胺、2 w t % 蜜白胺、7 6 w t % 蜜勒胺、1 4 w t % 三聚氰胺及 / 或蜜勒胺高縮合產物, 以及將近 1 w t % 之不明殘餘物。揮發

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (16)

物含量係 0 . 2 w t % 。阻燃性組合物之組成係利用高壓液相層析法 (H P L C) 來測定。

實施例 1 4

一台共旋轉雙螺桿押出機 (Werder & Pfleiderer , ZSK 30/33 型) 係填充 : 4 5 份聚苯二甲酸丁二酯、3 0 份玻璃纖維、1 5 份實施例 1 3 之磨細產品及 1 0 份 Antiblaze[®] 1045 (取自 Albright & Wilson 之環狀磷酸酯) 。氣缸溫度設定於 2 5 0 °C 而螺桿速度設定於 2 0 0 r p m 。厚度為 1 . 6 m m 之試片係由獲得之化合物製成並且試驗。依據 U L 9 4 之燃燒規範 V - 0 。彈性模數係 1 0 . 0 G p a 而剪斷伸長率係 2 . 4 % (I S O 5 2 7 / 1) 。

實施例 1 5

根據 U S 3 2 1 0 3 5 2 之方法獲得的純度 9 9 . 9 2 % 之三聚氰胺係以每小時 8 公斤之速率摻入一台共旋轉雙螺桿押出機 (Werder & Pfleiderer , ZSK 30/33 型) 。氣缸溫度設定於 4 5 0 °C 而螺桿速度設定於 4 0 r p m 。該成份摻入押出機之滯留時間係 1 1 0 秒。由押出機押出之固態混合物係白色至淡棕色而且具有以下組成 : 6 w t % 三聚氰胺、1 w t % 蜜白胺、7 7 w t % 蜜勒胺、1 6 w t % 三聚氰胺及 / 或蜜勒胺高縮合產物。揮發物含量係 0 . 3 w t % 。阻燃性組合物之組成係利用高壓

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂線

五、發明說明 (17)

液相層析法 (H P L C) 來測定。

實施例 1 6

一台共旋轉雙螺桿押出機 (Werder & Pfleiderer , ZSK 30/33 型) 係填充 : 4 5 份聚苯二甲酸丁二酯、3 0 份玻璃纖維、1 5 份實施例 1 5 之磨細產品及 1 0 份 Antiblaze[®] 1045 (取自 Albright&Wilson 之環狀磷酸酯) 。氣缸溫度設定於 2 5 0 °C 而螺桿速度設定於 2 0 0 r p m 。厚度為 1 . 6 m m 之試片係由獲得之化合物製成並且試驗。依據 U L 9 4 之燃燒規範 V - 0 。彈性模數係 1 0 . 5 M p a 而剪斷伸長率係 2 . 2 % (I S O 5 2 7 / 1) 。

實施例 1 7

9 8 . 7 % 三聚氰胺、1 . 0 % 尿素、0 . 0 6 % C O₂、0 . 1 % 三聚氰酸二醯胺之類的化合物 (例如三聚氰酸二醯胺、三聚氰酸一醯胺、三聚氰酸及脲基三聚氰胺) 及 0 . 1 2 % 有機固體 (蜜勒胺、密白胺及其他化合物) 及 0 . 0 2 % (2 0 0 p p m) 之殘餘無機觸媒，如在冷卻之後而在根據 U S 3 2 1 0 3 5 2 中說明之方法之結晶步驟之前得到的，係以每小時 8 公斤之速率摻入一台共旋轉雙螺桿押出機 (Werder & Pfleiderer , ZSK 30/33 型) 。氣缸溫度設定於 4 5 0 °C 而螺桿速度設定於 4 0 r p m 。該成份摻入押出機之滯留時間係 1 1 0 秒。由押出機押

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (18)

出之固態混合物係白色至淡棕色而且具有以下組成：6 w t % 三聚氰胺、1 w t % 蜜白胺、74 w t % 蜜勒胺、20 w t % 三聚氰胺及／或蜜勒胺高縮合產物。揮發物含量係0.3 w t %。阻燃性組合物之組成係利用高壓液相層析法 (H P L C) 來測定。

實施例 18

一台共旋轉雙螺桿押出機 (Werder & Pfleiderer, ZSK 30/33 型) 係填充：45 份聚苯二甲酸丁二酯、30 份玻璃纖維、15 份實施例 17 之磨細產品及 10 份 Antiblaze® 1045 (取自 Albright & Wilson 之環狀膦酸酯)。氣缸溫度設定於 250 °C 而螺桿速度設定於 200 r p m。厚度為 1.6 m m 之試片係由獲得之化合物製成並且試驗。依據 U L 94 之燃燒規範 V - 0。彈性模數係 10.2 G P a 而剪斷伸長率係 2.0 % (I S O 527 / 1)。

實施例 19

三聚氰胺 (由 D S M 氣相加工之產品) 係以每小時 1 公斤之速率摻到共旋轉雙螺桿押出機 (Werder & Pfleiderer, ZSK 30/33 型)。氣缸溫度設定於 400 °C 而螺桿速度設定於 40 r p m。該成份摻到押出機之滯留時間係 95 秒。由押出機押出之固態混合物係磨細。磨細之產物係以比例將大約 200 克置於將近 90 °C 之 3 公升水中清洗。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂線

五、發明說明 (19)

1 5 分鐘之後將熱的泥狀物以過濾移出。殘餘物係根據相同之步驟再處理三次。清洗後之產物最終在 1 2 0 °C 之真空乾燥烘箱中乾燥直到內含水份少於 1 w t % 為止。由此得到之產物係白色而且具有以下之組成：1 w t % 三聚氰胺、2 w t % 蜜白胺、7 7 w t % 蜜勒胺及 2 0 w t % 三聚氰胺及 / 或蜜勒胺高縮合產物。揮發物含量係 0 . 3 w t % 。阻燃性組合物之組成利用高壓液相層析法 (H P L C) 而定。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

四、中文發明摘要(發明之名稱：阻燃性組合物及其製備方法)

阻燃性組合物，其包含
 10 - 90 wt % 蜜勒胺，
 0.01 - 30 wt % 蜜白胺，
 0.01 - 15 wt % 三聚氰胺，
 0.1 - 65 wt % 三聚氰胺及／或蜜勒胺之高縮合
 產物，揮發物含量係低於3 wt % 而各成份之總用量為
 100 wt %。還有一種製造阻燃性組合物，其含有10
 - 90 wt % 蜜勒胺、0.01 - 30 wt % 蜜白胺、
 0.01 - 15 wt % 三聚氰胺及0.1 - 65 wt % 三
 聚氰胺及／或蜜勒胺之高縮合產物，之方法，該揮發物含
 量係低於3 wt %，藉著加熱含三聚氰氨起始產物多於
 0.1 秒，舉例來說藉著使其通過一個加熱區，溫度為
 350 - 800 °C 而壓力介於1 KPa 及50 MPa 之間。
 本發明還關係到含有該阻燃性組合物之聚合物組合物。

英文發明摘要(發明之名稱：

FLAME-RETARDING COMPOSITION AND PROCESS FOR THE
PREPARATION THEREOF

Flame-retarding composition comprising
 10 - 90 wt.% melem,
 0.01 - 30 wt.% melam,
 0.01 - 15 wt.% melamine,
 0.1 - 65 wt.% higher condensation products of melamine
 and/or melem, the volatiles content being lower than 3
 wt.% and the sum of the individual components amounting
 to 100 wt.%. Also a process for the preparation of a
 flame-retarding composition comprising 10 - 90 wt.%
 melem, 0.01-30 wt.% melam, 0.01 - 15 wt.% melamine and
 0.1 - 65 wt.% higher condensation products of melamine
 and/or melem, the volatiles content being lower than 3
 wt.%, by heating melamine-containing starting product
 for more than 0.1 second, for example by passing it
 through a heating zone, at a temperature of 350 - 800°C
 and a pressure of between 1 KPa and 50 MPa. The
 invention also relates to polymer compositions
 containing the flame-retarding composition.

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

訂

公告本

申請日期	89年2月15日
案號	89102535
類別	C09K21/14, C08K5/34

(以上各欄由本局填註)

A4
C4

554036

修正
民國 91 年 11 月修正
補充

發明專利說明書

一、發明 名稱	中文	阻燃性組合物及其製備方法
	英文	Flame-retarding composition and process for the preparation thereof
二、發明 人	姓名	(1) 伍特·席那 Heinen, Wouter (2) 瑞尼爾·基爾凱斯 Kierkels, Renier Henricus Maria
	國籍	(1) 荷蘭 (2) 荷蘭
	住、居所	(1) 荷蘭麥斯奇契特雷肯瓦佛街二十一號 Lakenweversstraat 21, 6211 BK Maastricht, the Netherlands (2) 荷蘭西爾維登街十二號 Veldstraat 12, 6099 AT Heel, the Netherlands
	姓名 (名稱)	(1) 汽巴化學專業股份有限公司 Ciba Specialty Chemicals Holding Inc.
三、申請人	國籍	(1) 瑞士
	住、居所 (事務所)	(1) 瑞士倍斯市克利貝克街一四一號 Klybeckstr. 141, CH-4057 Bael, Switzerland
	代表人 姓名	(1) 漢斯彼得·威特廉 Wittlin, Hans-Peter 瓦爾特·克里文 Kleewein, Walter

裝

訂

線

公告本

A8
B8
C8
D8

六、申請專利範圍

附件 2A：第 89102535 號專利申請案

中文申請專利範圍 替換本

民國 92 年 1 月 29 日 修正

修正
補充

1. 一種阻燃性組合物，其包含
 10 - 90 wt % 蜜勒胺，
 0.01 - 30 wt % 蜜白胺，
 0.01 - 15 wt % 三聚氰胺，
 0.1 - 65 wt % 三聚氰胺及 / 或蜜勒胺之高縮合
 產物，揮發物含量係低於 3 wt % 而且各成份之總用量為
 100 wt %。

2. 一種製造阻燃性組合物之方法，其中一種阻燃性
 組合物其含有 10 - 90 wt % 蜜勒胺、0.01 - 30
 wt % 蜜白胺、0.01 - 15 wt % 三聚氰胺、0.1
 - 65 wt % 三聚氰胺及 / 或蜜勒胺之高縮合產物，揮發
 物含量係低於 3 wt % 而且各成份之總用量為 100
 wt %，係於溫度 350 - 800 °C 及壓力介於 1 KPa
 及 50 MPa 之間時，藉著加熱含三聚氰胺之起始產物多
 於 0.1 秒而製得。

3. 如申請專利範圍第 2 項之方法，其中含三聚氰胺
 之起始產物係於壓力釜或押出機中加熱。

4. 如申請專利範圍第 3 項之方法，其中含三聚氰胺
 之起始產物係於押出機中加熱保持 0.1 秒及 60 分鐘之
 間的滯留時間。

5. 如申請專利範圍第 2 至 4 項中任一項之方法，其

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

六、申請專利範圍

中該阻燃性組合物接著利用水來清洗，使得一部份之三聚氰胺及任何水溶性成份溶解並且自阻燃性組合物中移除。

6 . 如申請專利範圍第 2 至 4 項中任一項之方法，其中受到蜜白胺及 / 或蜜勒胺及 / 或三聚氰胺及 / 或蜜勒胺之高縮合產物污染之三聚氰胺係用作起始產物。

7 . 如申請專利範圍第 2 至 4 項中任一項之方法，其中，作為該起始產物者，為三聚氰胺設備起動期間所形成的產物或在任何結晶化發生之前於氣相設備中製得的三聚氰胺。

8 . 如申請專利範圍第 2 至 4 項中任一項之方法，其中以由液相方法獲得之三聚氰胺用作起始產物。

9 . 一種阻燃性聚合物組合物，其含有以下成份：

a . 65 - 95 wt % 含聚合物之組合物，

b . 5 - 35 wt % 根據申請專利範圍第 1 項之阻燃性組合物。

10 . 如申請專利範圍第 9 項之阻燃性聚合物組合物，其中該組合物還含有強化纖維。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線