



(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公告本

(11)證書號數：TW I852909 B

(45)公告日：中華民國 113 (2024) 年 08 月 21 日

(21)申請案號：107129220

(22)申請日：中華民國 107 (2018) 年 08 月 22 日

(51)Int. Cl. : C08L67/02 (2006.01)

C08L33/16 (2006.01)

(30)優先權：2017/08/22 日本

2017-159369

(71)申請人：日商寶理塑料股份有限公司(日本) POLYPLASTICS CO., LTD. (JP)

日本

(72)發明人：五島一也 GOSHIMA, KAZUYA (JP)

(74)代理人：洪澄文

(56)參考文獻：

JP 2000-313790A

WO 2017/043334A1

審查人員：韓薰蘭

申請專利範圍項數：3 項 圖式數：0 共 17 頁

(54)名稱

阻燃性聚對苯二甲酸丁二酯樹脂組合物

(57)摘要

本發明係以使用丙烯酸鹵化苄酯系阻燃劑作為阻燃劑成形聚對苯二甲酸丁二酯樹脂組合物時，抑制成形機及模的腐蝕，及使用該聚對苯二甲酸丁二酯樹脂組合物之插入成型品中抑制金屬端子的腐蝕為課題。解決手段係於使用丙烯酸鹵化苄酯系阻燃劑作為阻燃劑之聚對苯二甲酸丁二酯樹脂組合物中，於該阻燃劑的製造步驟中減抑氯苯等鹵化芳香族化合物的量，解決上述課題。

[PROBLEM TO BE SOLVED] The present invention addresses the problem of suppressing corrosion of a molding machine or die and the corrosion of a metal terminal in an insert molded article using a polybutylene terephthalate resin composition when molding the polybutylene terephthalate resin composition that employs a halogenated benzyl acrylate-based flame retardant as a flame retardant.

[SOLUTION] The above-noted problem is solved by suppressing the amount of halogenated aromatic compound such as chlorobenzene in a manufacturing step of a flame retardant in the polybutylene terephthalate resin composition that employs a halogenated benzyl acrylate-based flame retardant as a flame retardant.



I852909

【發明摘要】

【中文發明名稱】 阻燃性聚對苯二甲酸丁二酯樹脂組合物

【英文發明名稱】 FLAME RETARDANT POLYBUTYLENE

TEREPHTHALATE RESIN COMPOSITION

【中文】

本發明係以使用丙烯酸鹵化苄酯系阻燃劑作為阻燃劑成形聚對苯二甲酸丁二酯樹脂組合物時，抑制成形機及模的腐蝕，及使用該聚對苯二甲酸丁二酯樹脂組合物之插入成形品中抑制金屬端子的腐蝕為課題。

解決手段係於使用丙烯酸鹵化苄酯系阻燃劑作為阻燃劑之聚對苯二甲酸丁二酯樹脂組合物中，於該阻燃劑的製造步驟中減抑氯苯等鹵化芳香族化合物的量，解決上述課題。

【英文】

[PROBLEM TO BE SOLVED]

The present invention addresses the problem of suppressing corrosion of a molding machine or die and the corrosion of a metal terminal in an insert molded article using a polybutylene terephthalate resin composition when molding the polybutylene terephthalate resin composition that employs a halogenated benzyl acrylate-based flame retardant as a flame retardant.

[SOLUTION]

The above-noted problem is solved by suppressing the amount of halogenated aromatic compound such as chlorobenzene in a manufacturing step of a flame retardant in the polybutylene

terephthalate resin composition that employs a halogenated benzyl acrylate-based flame retardant as a flame retardant.

【指定代表圖】 無。

【代表圖之符號簡單說明】 無。

【發明說明書】

【中文發明名稱】 阻燃性聚對苯二甲酸丁二酯樹脂組合物

【英文發明名稱】 FLAME RETARDANT POLYBUTYLENE

TEREPHTHALATE RESIN COMPOSITION

【技術領域】

【0001】 本發明係關於阻燃性聚對苯二甲酸丁二酯樹脂組合物，及其製造方法。

【先前技術】

【0002】 聚對苯二甲酸丁二酯樹脂(PBT樹脂)由於各種的電特性優異，作為工程塑膠，廣泛地利用於電、電子零件等種用途。該等用途中，為了防止因積污導電(tracking)等引起發火，要求所使用的材料為阻燃性。聚對苯二甲酸丁二酯樹脂，由於其本身阻燃性不足，經添加阻燃劑作為阻燃性樹脂組合物使用。

【0003】 作為添加於聚對苯二甲酸丁二酯樹脂的阻燃劑之一種的鹵化丙烯酸苄酯系阻燃劑，專利文獻1中，介紹聚丙烯酸五溴苄酯(PBBPA)。作為製造該阻燃劑的方法於專利文獻1的段落[0004]例示，將單體之丙烯酸五溴苄酯，於乙二醇單甲基醚或甲基乙基酮、乙二醇二甲基醚中聚合的方法及於氯苯中聚合的方法。

【0004】 該等之中，鹵化芳香族化合物之氯苯作為溶劑聚合的情況，最終的PBBPA中為有微量的氯苯存在為雜質。因此，添加其之經阻燃劑化的聚對苯二甲酸丁二酯樹脂組合物為亦含有氯苯。

【0005】 一般而言，該氯苯為安定的化合物，但於高溫環境下，特別是與金屬氧化物或鹼金屬系化合物等金屬接觸的情況，發生脫氯化，產生氯化氫等化合物。因此，於含其之組合物的成形中，有發生成形機或模的腐蝕，或插入成形品的端子腐蝕的問題的情況。

[先前技術文獻]

[專利文獻]

【0006】 專利文獻1：日本特表2015-532350號公報

【發明內容】

[發明欲解決的課題]

【0007】 本發明係以使用丙烯酸鹵化苄酯系阻燃劑作為阻燃劑成形聚對苯二甲酸丁二酯樹脂組合物時，抑制成形機或模的腐蝕，以及使用該聚對苯二甲酸丁二酯樹脂組合物之插入成形品中抑制金屬端子的腐蝕為課題。

[用於解決課題的手段]

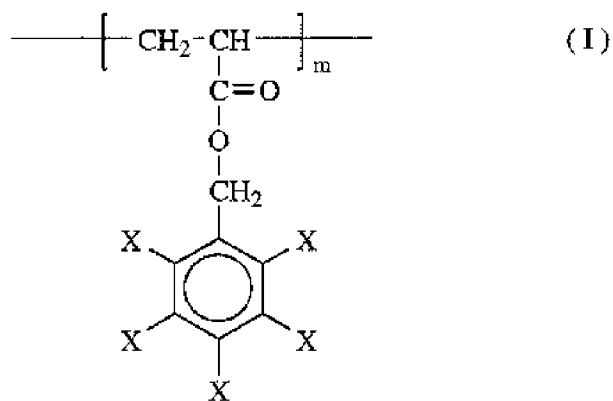
【0008】 本發明者於以成形聚對苯二甲酸丁二酯樹脂組合物時抑制成形機或模的腐蝕，以及使用該聚對苯二甲酸丁二酯樹脂組合物之插入成形品中抑制金屬端子的腐蝕為課題的研究過程中，發現使用丙烯酸鹵化苄酯系阻燃劑作為阻燃劑之聚對苯二甲酸丁二酯樹脂組合物中，藉由減抑該聚對苯二甲酸丁二酯樹脂組合物所含有之氯苯等鹵化芳香族化合物的量，特別是減抑源自該阻燃劑的製造步驟的鹵化芳香族化合物的量，可解決上述課題，而完成本發明。

【0009】 亦即，本發明係關於以下(1)至(8)。

(1)一種阻燃性聚對苯二甲酸丁二酯樹脂組合物，其係含有聚對苯二甲酸丁

二酯樹脂及丙烯酸鹵化苄酯系阻燃劑的阻燃性聚對苯二甲酸丁二酯樹脂組合物，其特徵在於：藉由頂空間氣相層析法(150°C，1小時加熱)所測定之前述阻燃劑以外的鹵化芳香族化合物的含量係未達0.5 ppm。

(2)丙烯酸鹵化苄酯系阻燃劑為通式(I)所示之溴化丙烯酸系聚合物之(1)所記載的阻燃性聚對苯二甲酸丁二酯樹脂組合物：



(式中，X為氫原子或溴原子，至少1個以上的X為溴，m為10至2000的數)。

(3)丙烯酸鹵化苄酯系阻燃劑為聚丙烯酸五溴苄酯之(1)或(2)所記載的阻燃性聚對苯二甲酸丁二酯樹脂組合物。

(4)前述阻燃劑以外的鹵化芳香族化合物為鹵化苯之(1)至(3)中任一項所記載的阻燃性聚對苯二甲酸丁二酯樹脂組合物。

(5)前述阻燃劑以外的鹵化芳香族化合物為氯苯之(1)至(4)中任一項所記載的阻燃性聚對苯二甲酸丁二酯樹脂組合物。

(6)一種(1)至(5)中任一項所記載的阻燃性聚對苯二甲酸丁二酯樹脂組合物的製造方法，其特徵在於：丙烯酸鹵化苄酯系阻燃劑的製造時，溶劑中的鹵化芳香族化合物的含量為100 ppm以下。

(7)丙烯酸鹵化苄酯系阻燃劑的製造時，不使用鹵化芳香族化合物作為溶劑

之(6)所記載的阻燃性聚對苯二甲酸丁二酯樹脂組合物的製造方法。

(8)丙烯酸鹵化苄酯系阻燃劑的製造時，使用由乙二醇單甲基醚、甲基乙基酮、乙二醇二甲基醚及二噁烷所成群組選擇一種以上的溶劑作為溶劑之(6)或(7)所記載的阻燃性聚對苯二甲酸丁二酯樹脂組合物的製造方法。

(9)進行真空乾燥之(6)至(8)中任一項所記載的阻燃性聚對苯二甲酸丁二酯樹脂組合物的製造方法。

[發明效果]

【0010】 根據本發明，使用丙烯酸鹵化苄酯系阻燃劑作為阻燃劑的聚對苯二甲酸丁二酯樹脂組合物中，藉由於該阻燃劑的製造步驟中減抑氯苯等鹵化芳香族化合物的量，可抑制成形該聚對苯二甲酸丁二酯樹脂組合物時的成形機及模的腐蝕，以及於使用該聚對苯二甲酸丁二酯樹脂組合物的插入成形品中抑制金屬端子的腐蝕。

【圖式簡單說明】

無。

【實施方式】

[用於實施發明的形態]

【0011】 以下，詳細地說明本發明的一實施態樣。本發明不限定為以下的實施態樣，於不損害本發明效果的範圍可額外實施適宜變更。

【0012】 [阻燃性聚對苯二甲酸丁二酯樹脂組合物]

以下，以列舉方式說明本實施態樣之聚對苯二甲酸丁二酯樹脂組合物的各

成分的詳細實例。

【0013】 (聚對苯二甲酸丁二酯樹脂)

聚對苯二甲酸丁二酯樹脂(PBT樹脂)，係將至少包含對苯二甲酸或其酯形成性衍生物(C₁₋₆烷基酯或酸鹵化物等)的二羧酸成分，與至少包含碳原子數4的烷二醇(1,4-丁二醇)或其酯形成性衍生物(乙醯化物等)二醇成分，聚縮合所得之聚對苯二甲酸丁二酯樹脂。本實施態樣中，聚對二甲酸丁二酯樹脂不限定為同元聚對苯二甲酸丁二酯樹脂，亦可為含有對苯二甲酸丁二酯單元60莫耳%以上的共聚物。

【0014】 聚對苯二甲酸丁二酯樹脂的末端羧基量，只要不損害本發明的目的則無特別限定，較佳為30 meq/kg以下，更佳為25 meq/kg以下。

【0015】 聚對苯二甲酸丁二酯樹脂的固有黏度，只要不損害本發明的目的則無特別限定，較佳為0.60 dL/g以上1.2 dL/g以下，更佳為0.65 dL/g以上0.9dL/g以下。使用該等範圍的固有黏度的聚對苯二甲酸丁二酯樹脂的情況，成為所獲得之聚對苯二甲酸丁二酯樹脂組合物特別為成形性優異者。再者，摻混具有不同的固有黏度的聚對苯二甲酸丁二酯樹脂，可調整固有黏度。例如，藉由摻混固有黏度1.0 dL/g的聚對苯二甲酸丁二酯樹脂與固有黏度0.7 dL/g的聚對苯二甲酸丁二酯樹脂，可調製固有黏度0.9 dL/g的聚對苯二甲酸丁二酯樹脂。聚對苯二甲酸丁二酯樹脂的固有黏度，例如，可於鄰-氯酚中以溫度35°C的條件測定。

【0016】 聚對苯二甲酸丁二酯樹脂的調製中，使用對苯二甲酸以外的芳香族二羧酸或其酯形成性衍生物作為共單體成分時，例如，可使用間苯二甲酸、鄰苯二甲酸、2,6-萘二羧酸、4,4'-二羧基二苯基醚等C₈₋₁₄芳香族二羧酸；琥珀酸、己二酸、壬二酸、癸二酸等C₄₋₁₆烷二羧酸；環己烷二羧酸等C₅₋₁₀環烷二羧酸；該

等二羧酸成分的酯形成性衍生物(C₁₋₆烷基酯衍生物或酸鹵化物等)。該等二羧酸成分，可單獨或組合2種以上使用。

【0017】 該等二羧酸成分之中，更佳為間苯二甲酸等C₈₋₁₂芳香族二羧酸，及己二酸、壬二酸、癸二酸等C₆₋₁₂烷二羧酸。

【0018】 聚對苯二甲酸丁二酯樹脂的調製中，使用1,4-丁二醇以外的二醇成分作為共單體成分的情況，例如，可使用乙二醇、丙二醇、三亞甲基二醇、1,3-丁二醇、六亞甲基二醇、新戊二醇、1,3-辛烷二醇等C₂₋₁₀烷二醇；二乙二醇、三乙二醇、二丙二醇等聚氧基烷二醇；環己烷二甲醇、氫化雙酚A等脂環式二醇；雙酚A、4,4'-二羥基聯苯等芳香族二醇；雙酚A的環氧乙烷2莫耳加成物、雙酚A的環氧丙烷3莫耳加成物等雙酚A的C₂₋₄環氧烷加成物；或該等二醇之酯形成性衍生物(乙醯化物等)。該等二醇成分，可單獨或組合2種以上使用。

【0019】 該等二醇成分之中，更佳為乙二醇、三亞甲基二醇等C₂₋₆烷二醇，二乙二醇等聚氧基烷二醇，或環己烷二甲醇等脂環式二醇等。

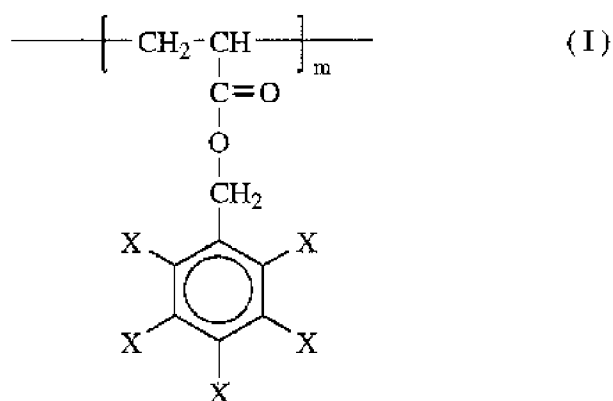
【0020】 作為二羧酸成分及二醇成分以外可使用的共單體成分，例如，可列舉4-羥基苯甲酸、3-羥基苯甲酸、6-羥基-2-萘甲酸、4-羧基-4'-羥基聯苯等芳香族羥基羧酸；乙醇酸、羥基己酸等脂肪族羥基羧酸；丙內酯、丁內酯、戊內酯、己內酯(ε-己內酯等)等C₃₋₁₂內酯；該等共單體成分的酯形成性衍生物(C₁₋₆烷基酯衍生物、酸鹵化物、乙醯化物等)。

【0021】 聚對苯二甲酸丁二酯樹脂的含量，較佳為樹脂組合物的全質量之30至90質量%，更佳為40至80質量%，再佳為50至70質量%。

【0022】 (丙烯酸鹵化苄酯系阻燃劑)

作為本發明使用之丙烯酸鹵化苄酯系阻燃劑，可列舉下述通式(I)所示溴化

丙烯酸系聚合物。



式中的X至少一個以上為溴。X的數於一構成單位中為1至5，由阻燃化的效果較佳為3至5。平均聚合物m為10至2000，較佳為15至1000的範圍。平均聚合度低者，熱安定性惡化，超過2000時使經添加的聚對苯二甲酸丁二酯樹脂的成形性惡化。再者，上述溴化丙烯酸系聚合物可1種或2種以上混合使用。

【0023】 本發明所使用的丙烯酸鹵化苄酯系阻燃劑，該阻燃劑本身之上述溴化丙烯酸系聚合物以外，作為雜質，含有源自聚合時的溶劑或溴化丙烯酸系聚合物的分解物的鹵化芳香族化合物時，該等雜質之阻燃劑以外的鹵化芳香族化合物的含量，較佳為100 ppm以下，更佳為50 ppm以下，再佳為30 ppm以下，特佳為10 ppm以下。阻燃劑以外的鹵化芳香族化合物的含量，例如，丙烯酸鹵化苄酯系阻燃劑經粉碎的樣品，於頂空間中經加熱處理時產生的氣體，藉由氣相層析測定，可求出源自鹵化芳香族化合物的氣體產生量。

【0024】 通式(I)所示的溴化丙烯酸系聚合物係藉由將含有溴的丙烯酸苄酯單獨聚合而獲得，亦可使類似構造的甲基丙烯酸苄酯等共聚合。作為含有溴的丙烯酸苄酯，可列舉丙烯酸五溴苄酯、丙烯酸四溴苄酯、丙烯酸三溴苄酯、或其混合物。其中，較佳為丙烯酸五溴苄酯。再者，作為可共聚合的成分之甲

基丙烯酸苄酯，可列舉對應於上述丙烯酸酯的甲基丙烯酸酯。進一步地，亦可能與乙烯系單體的共聚合，可列舉丙烯酸、丙烯酸甲酯、丙烯酸乙酯、丙烯酸丁酯、丙烯酸苄酯等丙烯酸酯類，甲基丙烯酸、甲基丙烯酸甲酯、甲基丙烯酸乙酯、甲基丙烯酸丁酯、甲基丙烯酸苄酯等甲基丙烯酸酯類，苯乙烯、丙烯晴、富馬酸、馬來酸等不飽和羧酸或其酸酐，乙酸乙烯酯、氯乙烯等。再者，亦可使用交聯性乙烯系單體、二丙烯酸二甲苯酯、二甲基丙烯酸二甲苯酯、二丙烯酸四溴二甲苯酯、二甲基丙烯酸四溴二甲苯酯、丁二烯、異戊二烯、二乙烯基苯。該等相對於丙烯酸苄酯及甲基丙烯酸苄酯使用等莫耳量以下，較佳為0.5倍莫耳量以下。

【0025】 揭示上述溴化丙烯酸系聚合物的製造法的一例，可列舉將溴化丙烯系的單體進行溶液聚合、或塊狀聚合使其反應至規定的聚合物的方法。溶液聚合的情況，作為溶劑，較佳為不使用鹵化苯、或氯苯等鹵化芳香族化合物。再者，作為溶液聚合時的溶劑，較佳為乙二醇單甲基醚、或甲基乙基酮、乙二醇二甲基醚及二噁烷等非質子性溶劑。

【0026】 上述溴化丙烯酸系聚合物，為了去除殘留聚丙烯酸鈉等反應副產物，較佳以水及/或含有鹼(鹼土)金屬離子的水溶液洗淨。含有鹼(鹼土)金屬離子的水溶液，可容易地將鹼(鹼土)金屬鹽投入水中獲得，最適合為不包含氯化物離子、磷酸離子等鹼(鹼土)金屬之氫氧化物(例如，氫氧化鈣)。作為鹼(鹼土)金屬鹽，例如使用氫氧化鈣的情況，一般而言，氫氧化鈣於20°C在100g的水中可溶約0.126g，水溶液濃度只要為溶解度並無特別規定。再者，藉由水及/或含有鹼(鹼土)金屬離子的水溶液之洗淨手法亦無特別限定，可將溴化丙烯酸系聚合物以適當時間，使其浸漬於水及/或含有鹼(鹼土)金屬離子的水溶液等手法。上述，經

由水及/或含有鹼(鹼土)金屬離子的水溶液洗淨處理後的溴化丙烯酸系聚合物，一般而言，成為溫水抽出分中的乾固分為100 ppm以下者，使用該等溴化丙烯酸系聚合物的情況，其成形品表面幾乎不產生異物。

【0027】 本發明的阻燃性聚對苯二甲酸丁二酯樹脂組合物，前述雜質之阻燃劑以外的鹵化芳香族化合物的含量未達0.5ppm，較佳為0.3ppm以下，更佳為0.1ppm以下。藉由使阻燃性聚對苯二甲酸丁二酯樹脂組合物中，阻燃劑以外的鹵化芳香族化合物的含量為上述範圍，於使用該聚對苯二甲酸丁二酯樹脂組合物的插入成形品中，可抑制金屬端子的腐蝕。該等阻燃劑以外的鹵化芳香族化合物的含量，例如，可將聚對苯二甲酸丁二酯樹脂組合物經粉碎樣品，於頂空間中經加熱處理時，藉由氣相層析測定，由源自鹵化芳香族化合物的氣體產生量求出。

【0028】 上述樹脂的阻燃化中，較佳組合使用銻系阻燃劑。作為阻燃劑的代表性者，可列舉三氧化銻、四氧化銻、五氧化銻、焦銻酸鈉等。進一步地，於防止因經燃燒的樹脂滴下所造成的延燒為目的，較佳組合使用聚四氟乙烯等滴下防止劑。

【0029】 上述溴化丙烯酸系聚合物及銻系阻燃劑對於樹脂的添加範圍，對於聚對苯二甲酸丁二酯樹脂100質量份，較佳為前述聚合物為3至30質量份，銻系阻燃劑為1至20質量份的範圍。溴化丙烯酸系聚合物及銻系阻燃劑的添加量過少時，無法賦予充分的阻燃性，過大時則有使作為成形品的物性惡化。

【0030】 (填充劑)

本發明的組合物根據需要使用填充劑。該等填充劑較佳係可得機械強度、耐熱性、尺寸安定性、電性質等性能優異的性質而調配，特別是有效於提高剛

性的目的。其係根據目的使用纖維狀、粉粒狀或板狀的填充劑。

【0031】 作為纖維狀填充劑，可列舉玻璃纖維、石綿纖維、碳纖維、氧化矽纖維、氧化矽、氧化鋁纖維、氧化鋯纖維、氮化硼纖維、氮化矽纖維、硼纖維、鈦酸鉀纖維，進一步地不鏽鋼、鋁、鈦、銅、黃銅等金屬的纖維狀物等。又，亦可使用聚醯胺、氟樹脂、丙烯酸系樹脂等高熔點的有機質纖維狀物質。

【0032】 作為粉粒狀填充劑，可列舉碳黑、石英粉末、玻璃珠粒、玻璃粉、矽酸鈣、矽酸鋁、高嶺土、滑石、黏土、矽藻土、矽灰石等矽酸鹽，氧化鐵、氧化鈦、氧化鋁等金屬氧化物，碳酸鈣、碳酸鎂等金屬碳酸鹽，硫酸鈣、硫酸鋇等金屬硫酸鹽，其他之碳化矽、氮化矽、氮化硼、各種金屬粉末等。

【0033】 再者，作為板狀無機填充劑，可列舉雲母、玻璃片、各種金屬箔等。

【0034】 填充劑的種類無特別限定，可添加1種或複數種以上的填充劑特別地，較佳使用鈦酸鉀纖維、雲母、滑石、矽灰石。

【0035】 填充劑的添加量無特別規定者，對於聚對苯二甲酸丁二指數之100質量份較佳為200質量份以下。填充劑過剩添加的情況可觀察到成形性差而韌性降低。

【0036】 (添加劑)

進一步地，本發明的組合物，根據其目的，為了賦予阻燃性以外所期望的特性，可添加併用一般添加於熱可塑性樹脂等的習知物質。例如可調配抗氧化劑、紫外線吸收劑、光安定劑等安定劑、防靜電劑、滑劑、脫模劑、染料或顏料等著色劑、可塑劑之任一者。特別地為了提升耐熱性之抗氧化劑的添加為有效的。

【0037】 [阻燃性聚對苯二甲酸丁二酯樹脂組合物的製造方法]

本發明的阻燃性聚對苯二甲酸丁二酯樹脂組合物的形態，可為粉粒狀混合物，亦可為小粒等熔融混合物(熔融混練物)。本發明之一實施形態的聚對苯二甲酸丁二酯樹脂組合物的製造方法無特別限定者，可使用所屬技術領域已知的設備及方法製造。例如，混合必要成分，使用單軸或雙軸的擠壓機或其他的熔融混練裝置混練，可調製作為成形用小粒。亦可使用複數的擠壓機或其他熔融混練裝置。再者，可由給料斗將全部成分同時投入，亦可將一部分成分由側給料口投入。

【0038】 再者，本發明之阻燃性聚對苯二甲酸丁二酯樹脂組合物，較佳經由真空乾燥(真空抽氣)而製造。真空乾燥可使用一般所使用的蒸發器或烘箱等。

【0039】 (實施例)

以下，藉由實施例具體地說明本發明，但本發明只要不超出其意旨，不限定以下的實施例者。又，特性評估係藉由以下的方法進行。

(1) 鹵化芳香族化合物含量

將示於表1的成分、組成(質量份)經乾式摻混的材料，供給至具有30 mm ϕ 螺桿的雙軸擠壓機(日本製鋼所製)，於260°C 熔融混練，所得聚對苯二甲酸丁二酯樹脂組合物的小粒經粉碎者作為樣品。樣品5g，於20ml的頂空間中於150°C 放置1小時後，使用裝置：橫河Hewlett-Packard公司製的HP5890A，管柱：HR-1701(0.32 mm徑 \times 30m)，於50°C 保持1分鐘後，以5°C/分鐘使其升溫，藉由氣相層析，測定源自鹵化芳香族化合物的氣體產生量，鹵化芳香族化合物的含量以ppm表示。結果示於表1。

(2) 金屬腐蝕性

將示於表1的成分、組成(質量份)經乾式摻混的材料，供給至具有30 mm ϕ 螺桿的雙軸擠壓機(日本製鋼所製)，於260°C熔融混練，所得聚對苯二甲酸丁二酯樹脂組合物的小粒50g，與1cm \times 1cm的銀板同時置入300 ml的玻璃製瓶塞罐加栓，於150°C齒輪烘箱中靜置500小時後，目視確認銀板的表面，未產生腐蝕者評估為○，產生腐蝕者評估為×。結果示於表1。

(3) 阻燃性

將示於表1的成分、組成(質量份)經乾式摻混的材料，供給至具有30 mm ϕ 螺桿的雙軸擠壓機(日本製鋼所製)，於260°C熔融混練，所得聚對苯二甲酸丁二酯樹脂組合物的小粒，於140°C乾燥3小時後，以筒溫度250°C，模溫度70°C，射出成形，根據UL94，製作厚度1/32英吋的試驗片評估燃燒性。結果示於表1。

【0040】 [表1]

	實施例1	比較例1
PBT樹脂	100質量份	100質量份
阻燃劑1	18.8質量份	
阻燃劑2		18.8質量份
阻燃助劑	9.4質量份	9.4質量份
滴下防止劑	0.7質量份	0.7質量份
抗氧化劑	0.4質量份	0.4質量份
脫模劑	1.6質量份	1.6質量份
鹵化芳香族化合物含量	N.D.	1.5 ppm
金屬腐蝕性	○	×
阻燃性	V-0	V-0

表中的N. D.表示為檢出界線(0.1 ppm)以下。

【0041】 表1記載的各成分的詳細內容如下所述。

PBT樹脂：Win Tech Polymer公司製，末端羧基濃度18 meq/kg，固有黏度0.88 dl/g的聚對苯二甲酸丁二酯樹脂

阻燃劑1：使用乙二醇單甲基醚的溶劑中聚合的聚丙烯酸五溴苄酯(阻燃劑以外的鹵化芳香族化合物含量8ppm)

阻燃劑2：使用氯苯的溶劑中聚合的聚丙烯酸五溴苄酯(阻燃劑以外的鹵化芳香族化合物含量150ppm)

阻燃助劑：三氧化銻

滴下防止劑：聚四氟乙烯

抗氧化劑：四[亞甲基-3-(3,5-二-第三丁基-4-羥基苯基)丙酸酯]甲烷(BASF JAPAN公司製「IRGANOX 1010」)

脫模劑：低分子量聚乙烯(三洋化成工業公司製「SANWAX161-P」)

【符號說明】

無。

【發明申請專利範圍】

【第1項】 一種阻燃性聚對苯二甲酸丁二酯樹脂組合物的製造方法，製造阻燃性聚對苯二甲酸丁二酯樹脂組合物，

其特徵在於：

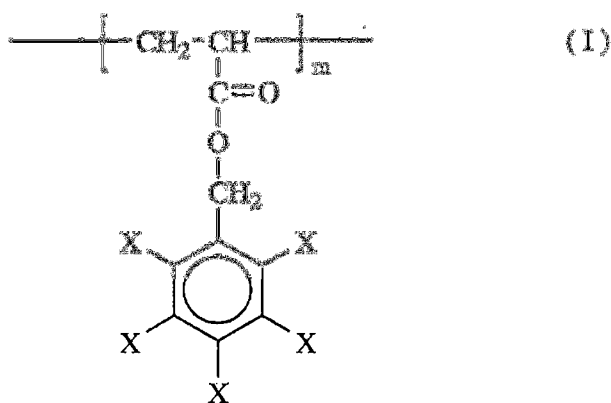
該阻燃性聚對苯二甲酸丁二酯樹脂組合物含有聚對苯二甲酸丁二酯樹脂及丙烯酸鹵化苄酯系阻燃劑的阻燃性聚對苯二甲酸丁二酯樹脂組合物，

藉由頂空間氣相層析法(150°C，1小時加熱)所測定之前述阻燃劑以外的鹵化芳香族化合物的含量係未達0.5 ppm，

丙烯酸鹵化苄酯系阻燃劑的製造時，溶劑中的鹵化芳香族化合物的含量為100 ppm以下，

丙烯酸鹵化苄酯系阻燃劑的製造時，使用由乙二醇單甲基醚、甲基乙基酮、乙二醇二甲基醚及二噁烷所成群組選擇一種以上的溶劑作為溶劑，

丙烯酸鹵化苄酯系阻燃劑為通式(I)所示之溴化丙烯酸系聚合物：



式中，X為氫原子或溴原子，至少1個以上的X為溴，m為10至2000的數。

【第2項】 如申請專利範圍第1項之阻燃性聚對苯二甲酸丁二酯樹脂組合物的製造方法，其中，丙烯酸鹵化苄酯系阻燃劑的製造時，不使用鹵化芳香

族化合物作為溶劑。

【第3項】 如申請專利範圍第1項之阻燃性聚對苯二甲酸丁二酯樹脂組合物的製造方法，其中，進行真空乾燥。