



(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公開本

(11)公開編號：TW 201211150 A1

(43)公開日：中華民國 101 (2012) 年 03 月 16 日

(21)申請案號：100126315

(22)申請日：中華民國 100 (2011) 年 07 月 26 日

(51)Int. Cl.：

*C08L67/00 (2006.01)*

*C09K19/38 (2006.01)*

*C08K5/103 (2006.01)*

*C08J3/20 (2006.01)*

*C08J7/00 (2006.01)*

(30)優先權：2010/07/30 日本

2010-171898

(71)申請人：住友化學股份有限公司 (日本) SUMITOMO CHEMICAL COMPANY, LIMITED  
(JP)

日本

(72)發明人：福原義行 FUKUHARA, YOSHIYUKI (JP)；松見泰夫 MATSUMI, YASUO (JP)

(74)代理人：洪武雄；陳昭誠

申請實體審查：無 申請專利範圍項數：6 項 圖式數：1 共 24 頁

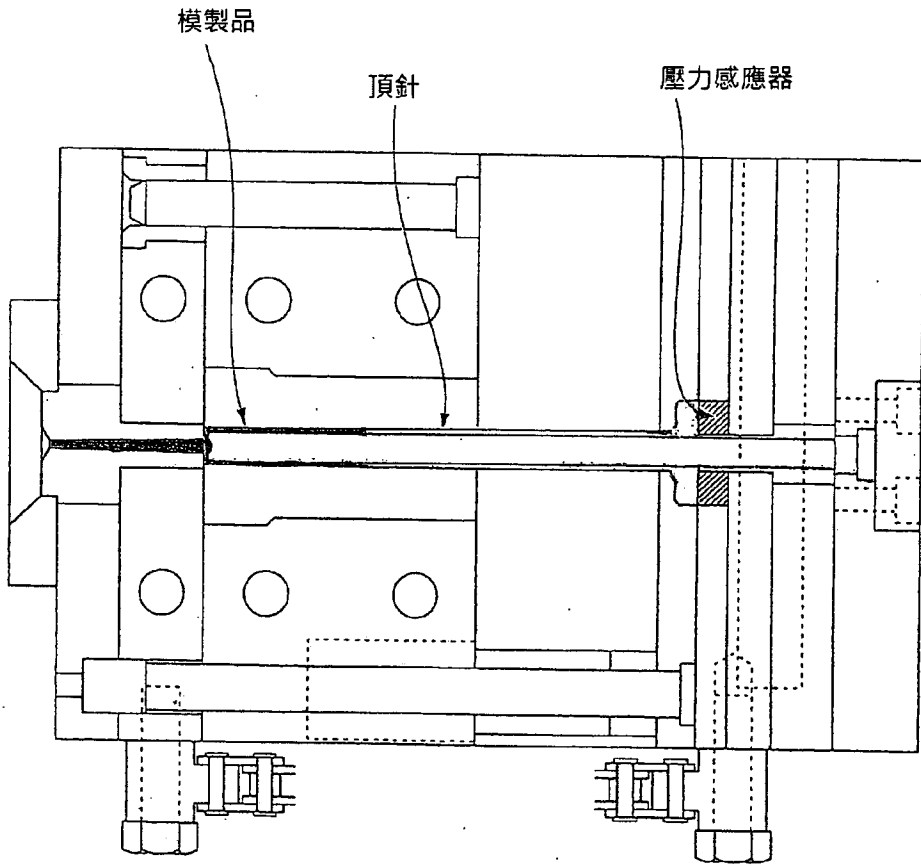
(54)名稱

液晶聚酯組成物的製造方法

METHOD FOR PRODUCING LIQUID CRYSTAL POLYESTER COMPOSITION

(57)摘要

本發明提供一種製造液晶聚酯組成物的方法，該方法包括將液晶聚酯及多元醇脂肪酸酯進料至具有排氣口之擠壓機中，然後在排氣口之減壓度為-0.06MPa 以下(以錶壓計)之狀態下進行熔融捏拌。依此方法所得之組成物可提供具有薄壁部份及複雜形狀之塑造物品。





(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公開本

(11)公開編號：TW 201211150 A1

(43)公開日：中華民國 101 (2012) 年 03 月 16 日

(21)申請案號：100126315

(22)申請日：中華民國 100 (2011) 年 07 月 26 日

(51)Int. Cl.：

*C08L67/00 (2006.01)*

*C09K19/38 (2006.01)*

*C08K5/103 (2006.01)*

*C08J3/20 (2006.01)*

*C08J7/00 (2006.01)*

(30)優先權：2010/07/30 日本

2010-171898

(71)申請人：住友化學股份有限公司 (日本) SUMITOMO CHEMICAL COMPANY, LIMITED  
(JP)

日本

(72)發明人：福原義行 FUKUHARA, YOSHIYUKI (JP)；松見泰夫 MATSUMI, YASUO (JP)

(74)代理人：洪武雄；陳昭誠

申請實體審查：無 申請專利範圍項數：6 項 圖式數：1 共 24 頁

(54)名稱

液晶聚酯組成物的製造方法

METHOD FOR PRODUCING LIQUID CRYSTAL POLYESTER COMPOSITION

(57)摘要

本發明提供一種製造液晶聚酯組成物的方法，該方法包括將液晶聚酯及多元醇脂肪酸酯進料至具有排氣口之擠壓機中，然後在排氣口之減壓度為-0.06MPa 以下(以錶壓計)之狀態下進行熔融捏拌。依此方法所得之組成物可提供具有薄壁部份及複雜形狀之塑造物品。

## 六、發明說明：

### 【發明所屬之技術領域】

本發明係有關一種製造液晶聚酯之方法，該液晶聚酯組成物可包括液晶聚酯與脫模劑。

### 【先前技術】

液晶聚酯具有高度耐熱性與強度，且具有極佳熔融流動性，因此用於作為製造各種產品與組件之塑造材料，包括電力與電子組件。特定言之，基於其優異之熔融流動性，液晶聚酯較佳用於作為製造具有薄壁部份之塑造物品及具有複雜形狀之塑造物品之塑造材料。然而，在液晶聚酯之塑造過程中，有時候很難自用於塑造之模型中取出塑造物，即該液晶聚酯之脫模性較差，因此取出該塑造物品較為費力，且該塑造物品可能變形。因此，已研究在液晶聚酯中混和脫模劑。例如：JP-A-2-208353 說明使用一種季戊四醇脂肪酸酯作為脫模劑，及 JP-A-2009-108297 說明使用一種預定之多元醇脂肪酸作為脫模劑。此外，亦已知可藉由將液晶聚酯與脫模劑送進擠壓機後，進行熔融捏拌，可製得液晶聚酯組成物(參見 JP-A-2-208353 與 JP-A-2009-108297)。

### 【發明內容】

JP-A-2-208353 所說明之方法中，所製得之液晶聚酯組成物不一定具有充分脫模性。JP-A-2009-108297 所說明之方法中，所製得之液晶聚酯組成物具有優異之脫模性。然而，在焊接等處理過程中，容易在高溫下產生氣泡(表面

上之氣泡)。因此本發明之目的為提供一種可以製造具有優異脫模性且較不容易在高溫下產生氣泡之液晶聚酯組成物之方法。

為了達成上述目的，本發明提供一種製造液晶聚酯組成物之方法，該方法包括將液晶聚酯與多元醇脂肪酸酯進料至具有排氣口之擠壓機中，然後在排氣口之減壓度以錶壓計為 $-0.06\text{MPa}$ 以下(在本案中，「以上」或「以下」係包含本數)之狀態下進行熔融捏拌。

再者，本發明提供一種使用該上述液晶聚酯組成物製造液晶聚酯塑造物品之方法。

根據本發明，可以製造具有優異脫模性且較不容易在高溫下產生氣泡之液晶聚酯組成物，且亦可藉由塑造該液晶聚酯組成物，而有利於製造具有薄壁部份之塑造物品及具有複雜形狀之塑造物品。

### 【實施方式】

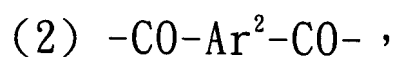
液晶聚酯較佳係一種在熔融態下展現液晶性質之液晶聚酯，且其熔融於 $450^{\circ}\text{C}$ 以下之溫度。液晶聚酯可為液晶聚酯醯胺、液晶聚酯醚、液晶聚酯碳酸酯，或者液晶聚酯亞胺。液晶聚酯較佳係藉由僅使用一種芳香族化合物作為原料單體而製造之完全芳香族液晶聚酯。

該液晶聚酯之典型實例包括藉由聚合(聚縮合)芳香族羧基羧酸、芳香族二羧酸，及選自由芳香族二醇、芳香族羧基胺與芳香族二胺所組成群組之化合物所得之液晶聚酯；藉由聚合多種芳香族羧基羧酸所得之液晶聚酯；藉由

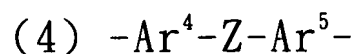
聚合芳香族二羧酸，及選自由芳香族二醇、芳香族羥基胺與芳香族二胺所組成群組之化合物所得之液晶聚酯；以及藉由聚合聚酯(如：聚對酞酸乙烯酯)，及芳香族羥基羧酸所得之液晶聚酯。此時，一部份或所有之芳香族羥基羧酸、芳香族二羧酸、芳香族二醇、芳香族羥基胺與芳香族二胺之各者可使用其可聚縮合之衍生物替代。

具有羧基之化合物(如：芳香族羥基羧酸或芳香族二羧酸)之可聚縮合衍生物的實例包括其中羧基已轉化成烷氧羰基或芳氧羰基之可聚縮合衍生物、其中羧基已轉化成鹵甲醯基之可聚縮合衍生物，及其中羧基已轉化成醯基氧羰基之可聚縮合衍生物。具有羥基之化合物(如：芳香族羥基羧酸、芳香族二醇或芳香族羥基胺)之可聚縮合衍生物的實例包括其中羥基已經醯化反應轉化成醯基氧基之可聚縮合衍生物。具有胺基之化合物(如：芳香族羥基胺或芳香族二胺)之可聚縮合衍生物的實例包括其中胺基已經醯化反應轉化成醯胺基之可聚縮合衍生物。

該液晶聚酯較佳係一種具有如下式(1)所代表之重覆單位(下文中有時候稱為“重覆單位(1)”)之液晶聚酯，更佳為該液晶聚酯進一步具有如下式(2)所代表之重覆單位(下文中有時候稱為“重覆單位(2)”)及如下式(3)所代表之重覆單位(下文中有時候稱為“重覆單位(3)”)：



其中  $Ar^1$  代表伸苯基、伸萘基或伸聯苯基， $Ar^2$  與  $Ar^3$  分別獨立代表伸苯基、伸萘基、伸聯苯基或如下式(4)所代表之基團， $X$  與  $Y$  分別獨立代表氧原子或亞胺基(-NH-)，且上述由  $Ar^1$ 、 $Ar^2$  或  $Ar^3$  所代表之基團中之氫原子可分別獨立經鹵原子、烷基或芳基取代，以及



其中  $Ar^4$  與  $Ar^5$  分別獨立代表伸苯基或伸萘基，且  $Z$  代表氧原子、硫原子、羰基、磺醯基或亞烷基(alkylidene group)。

此時，鹵原子之實例包括氟原子、氯原子與溴原子。烷基之實例包括甲基、乙基、正丙基、異丙基、正丁基、異丁基、第二丁基、第三丁基與 2-乙基己基，且其碳原子數通常為 1 至 10。芳基之實例包括苯基、鄰甲苯基、間甲苯基、對甲苯基、1-萘基與 2-萘基，且其碳原子數通常為 6 至 20。亞烷基之實例包括亞甲基、亞乙基、亞異丙基、亞正丁基與 2-乙基亞己基，且其碳原子數通常為 1 至 10。

重覆單位(1)係衍生自芳香族羥基羧酸之重覆單位，且  $Ar^1$  較佳係對-伸苯基(衍生自對羥基苯甲酸)或 2,6-伸萘基(衍生自 6-羥基-2-萘甲酸)。

重覆單位(2)係衍生自芳香族二羧酸之重覆單位。 $Ar^2$  較佳係對-伸苯基(衍生自對酞酸)、間伸苯基(衍生自異酞酸)或 2,6-伸萘基(衍生自 2,6-伸萘基二羧酸)。

重覆單位(3)係衍生自芳香族二醇、芳香族羥基胺或芳香族二胺之重覆單位，且  $Ar^3$  較佳為對-伸苯基(衍生自氫

醜、對-胺基苯酚或對-伸苯基二胺)或 4,4'-伸聯苯基(衍生自 4,4'-二羥基聯苯、4-胺基-4'-羥基聯苯或 4,4'-二胺基聯苯)。

以構成該液晶聚酯之所有重覆單位之總量計(該總量係為：相當於由構成液晶聚酯之各重覆單位之質量除以各重覆單位之分子式質量而決定的各重覆單位之物質量之量(莫耳數)的加總值)，重覆單位(1)之含量較佳為 30 莫耳%以上，更佳為 30 至 80 莫耳%，以及亦更佳為 40 至 70 莫耳%。當重覆單位(1)含量增加時，較容易改良該液晶聚酯之液晶性質。然而，當含量太高時，該液晶聚酯之熔融溫度變更高，因而變得難以塑造該液晶聚酯。

以構成該液晶聚酯之所有重覆單位之總量計，重覆單位(2)之含量較佳為 35 莫耳%以下，更佳為 10 至 35 莫耳%，以及亦更佳為 15 至 30 莫耳%。

以構成該液晶聚酯之所有重覆單位之總量計，重覆單位(3)之含量較佳為 35 莫耳%以下，更佳為 10 至 35 莫耳%，以及亦更佳為 15 至 30 莫耳%。

由於液晶聚酯之分子量較易提高，因此以[重覆單位(2)]/[重覆單位(3)](莫耳/莫耳)計，重覆單位(2)之含量與重覆單位(3)之含量比值較佳為 0.9/1 至 1/0.9，進而有利於加強該液晶聚酯之耐熱性及強度。

由於該液晶聚酯之黏度較易於熔融時下降，因此該重覆單位(3)較佳係一種其中 X 與 Y 為氧原子之重覆單位，即，衍生自芳香族二醇之重覆單位。

該液晶聚酯之較佳製法係藉由熔融聚合原料單體，然後再由所得聚合物(前聚合物)進行固相聚合。藉此可以在令人滿意之可操作性下得到具有高度耐熱性及高強度之高分子量液晶聚酯。上述之熔融聚合可在觸媒之存在下進行，且該觸媒之實例包括金屬化合物，如：乙酸鎂、乙酸亞錫、鈦酸第三丁酯、乙酸鉛、乙酸鈉、乙酸鉀與三氧化銻；及含氮雜環化合物，如：N,N-二甲基胺基吡啶與N-甲基咪唑。此等觸媒中，較佳係使用含氮雜環化合物。

該液晶聚酯之流動起始溫度較佳為 270°C 或更高，及更佳為 280°C 或更高，且通常為 400°C 或更低，及較佳為 380°C 或更低。當該液晶聚酯之流動起始溫度越高時，越容易改良該液晶聚酯之耐熱性及強度。然而，當流動起始溫度太高時，該液晶聚酯之熔融溫度會提高，因而難以塑造該液晶聚酯。

流動起始溫度亦稱為流動溫度，其係當液晶聚酯之熱熔融物在 9.8MPa(100kg/cm<sup>2</sup>) 承載量之狀態下，以 4°C/分鐘之升溫速率，通過內直徑 1mm 且長度 10mm 之毛細管流變儀時，該熔融物之黏度達到 4,800Pa·s(48,000 泊)時之溫度。該流動起始溫度可作為液晶聚酯之分子量指標(參見例如：“液晶聚合物之合成、塑造與應用(Synthesis, Molding and Application of Liquid Crystal Polymer)”，Naoyuki Koide 編輯，p. 95，CMC，1987 年 6 月 5 日發表)。

用於與液晶聚酯混合之多元醇脂肪酸酯可為由脂肪酸

與多元醇縮合得到之偏酯或全酯，或可能為其中二種或多種之混合物。偏酯為由多元醇之部份羥基與脂肪酸進行醯化反應得到之酯，而全酯為由多元醇之所有羥基與脂肪酸進行醯化反應得到之酯。

該脂肪酸較佳為具有 10 至 32 個碳原子之較高碳數脂肪酸，其實例包括飽和脂肪酸，如：癸酸、十一碳酸、十二碳酸、十三碳酸、十四碳酸、十五碳酸、十六碳酸(棕櫚酸)、十七碳酸、十八碳酸(硬脂酸)、十九碳酸、二十碳酸、二十二碳酸與二十六碳酸；以及不飽和脂肪酸，如：棕櫚烯酸、油酸、亞油酸、亞麻酸、二十碳烯酸、二十碳五烯酸與鯨蠟烯酸。若必要時，可使用其中二種或多種。於其中，較佳為具有 10 至 22 個碳原子之脂肪酸，更佳為具有 14 至 20 個碳原子之脂肪酸。

多元醇為一種分子中具有二個或多個醇系羥基之化合物，且較佳為具有 3 至 32 個碳原子之多元醇。其實例包括聚甘油醚，如：甘油醚、二甘油醚與十甘油醚；季戊四醇、二季戊四醇、二乙二醇與丙二醇。若必要時，可使用其中二種或多種。由所得的多元醇脂肪酸酯之耐熱性觀點而言，其中較佳為季戊四醇與二季戊四醇。

多元醇脂肪酸酯可由多元醇與脂肪酸經過脫水之聚縮合反應而酯化製得。以酯化反應為例，可藉由適當調整多元醇中羥基量及脂肪酸量，分別製備偏酯或全酯。

多元醇脂肪酸酯中，由熱重量分析法(TGA)測定之 5% 失重率溫度(TB)較佳為 250°C 或更高，更佳為 280°C 或更

高。當此 5%失重率溫度太低時，該多元醇脂肪酸可能於組成物塑造期間熱分解。

以液晶聚酯之質量份數為 100%計，多元醇脂肪酸酯之混合量較佳為 0.1 至 1 質量份，更佳為 0.1 至 0.5 質量份。當多元醇脂肪酸酯之混合量太高時，不均勻分佈在塑造物品表面上之多元醇脂肪酸酯會過量增加，因此變得難以充分防止氣泡產生。當混合量太低時，不均勻分佈在塑造物品表面上之多元醇脂肪酸酯反而不足，因此變得難以展現令人滿意之脫模性。

該液晶聚酯可視需要與一種或多種無機填料混合。此無機填料可為纖維性填料、片狀填料或粒狀填料。纖維性填料之實例包括玻璃纖維、PAN 為基底或瀝青為基底碳纖維、碳化矽纖維、石膏纖維、陶瓷纖維、金屬纖維(如：不銹鋼纖維、鋁纖維或黃銅纖維)、氧化鋯纖維、氧化鋁纖維、氧化矽纖維、氧化鋁矽酸鹽纖維、氧化鈦纖維、硼纖維、鈦酸鉀晶鬚(whisker)、鈦酸鋇晶鬚、碳酸鈣晶鬚、矽灰石晶鬚(wollastonite whisker)、硼酸鋁晶鬚、氧化鋅晶鬚、氮化矽晶鬚、碳化矽晶鬚與石綿。片狀填料之實例包括綠土(smectites)，如：蒙脫石(montmorillonite)、多鋁蒙特石(bidellite)、鐵膨潤石(nontronite)、鎂膨潤石(saponite)、鋅膨潤石(sauconite)、矽鎂石(stevensite)、Na-水輝石(Na-hectorite)、Li-水輝石；層狀聚矽酸鹽，如：水矽鈉石(kanemite)與斜水矽鈉石(kenyaite)；雲母如：金雲母(phlogopite)、白雲母

(muscovite)、絹雲母(sericite)、含氟金雲母、四矽酸鹽  
氟雲母、四矽酸鈉氟雲母、Na-帶雲母(Na-taeniolite)與  
Li-帶雲母；鉛白、滑石、矽灰石、膨潤土(bentonite)、  
高嶺土(kaolin)、多水高嶺土(halloysite)、蛭石  
(vermiculite)、綠泥石(chlorite)、葉蠟石  
(pyrophyllite)、黏土、磷酸鋅、磷酸鈦、石墨(graphite)、  
氧化鋁、沸石(zeolite)、氫氧化鎂、氫氧化鋁、氫氧化鋅、  
氮化硼、氧化鐵、碳酸鈣、硫酸鈣、硫酸鋇、與玻璃片。  
粒狀填料之實例包括氧化矽、氧化鈦、陶瓷珠、玻璃珠、  
空心玻璃珠、碳黑、氧化鋁、沸石、氫氧化鎂、氫氧化鋁、  
氧化鎂、氧化鋅、氮化硼、碳化矽、氧化鐵、碳酸鈣、碳  
酸鎂、與硫酸鈣。

該液晶聚酯可視需要與一種或多種添加劑混合，例  
如，著色劑(如：染料與色素)、抗氧化劑、熱穩定劑、紫  
外線吸收劑、抗靜電劑與界面活性劑。

本發明中，液晶聚酯組成物係由液晶聚酯與多元醇脂  
肪酸酯，若必要時，可併用其他成份，共同熔融捏拌而製  
得。可將該等成份分別送進具有排氣口之擠壓機中，然後  
在排氣口之減壓度為-0.06MPa以下，較佳為-0.07MPa以下  
(以錶壓計)之狀態下進行熔融捏拌。依此方法可以得到較  
不容易在高溫下產生氣泡之液晶聚酯。

擠壓機之實例包括裝備一段式或多段式排氣口之單螺  
桿擠壓機與雙螺桿擠壓機。可使用從具有單向旋轉單螺紋  
之雙螺桿擠壓機至具有三螺紋之雙螺桿擠壓機之各種雙螺

桿擠壓機，作為上述雙螺桿擠壓機，且該雙螺桿擠壓機可為反向旋轉、平行軸、斜軸或不完全接合型雙螺桿擠壓機。此等雙螺桿擠壓機中，較佳為具有一個或多個排氣口之單向旋轉雙螺桿擠壓機。

擠壓機之螺桿直徑較佳為 50mm 以下，更佳為 45mm 以下。擠壓機之機缸(cylinder)之全長(L)對全寬(D)之比例(L/D)較佳為 50 以上，更佳為 60 以上。當螺桿直徑等於或大於上述預定值且 L/D 等於或大於上述預定值時，由於可在排氣口之減壓過程中充分脫氣，揮發性成份較不容易留在組成物中，因此可得到在高溫下更抑制氣泡產生之液晶聚酯組成物。

決定螺桿設計之螺桿元件通常包含由前向輸送器(forward flight)構成之用於運送之元件、用於塑化部份之元件及用於捏拌部份之元件組成。以雙螺桿擠壓機為例，該塑化部份與捏拌部份通常使用螺桿元件構成，如：反向輸送器(reverse flight)、密封環、前向捏拌盤與逆向捏拌盤之組合。

排氣口之開口長度較佳為比螺桿直徑大 0.5 至 5 倍。當排氣口之開口長度太小時，無法達到充分脫氣效果。當排氣口之開口長度太大時，可能有外來物從排氣口進入，會造成向上洩出(vent-up)(係熔融樹脂自排氣口上升之現象)，亦可能破壞運送與捏拌能力。

排氣口之開口寬度較佳為比螺桿直徑大 0.3 至 1.5 倍。當排氣口之開口寬度太小時，無法達到充分脫氣效果。

當排氣口之開口寬太大時，可能有外來物從排氣口進入，會造成向上洩出(係熔融樹脂自排氣口上升之現象)，亦可能破壞運送與捏拌能力。

該排氣口通常使用幫浦減壓，且幫浦之實例包括水封型幫浦、旋轉幫浦、油擴散型幫浦與渦輪型幫浦。

較佳為在排氣口之上游側提供一個可以讓熔融組成物完全填滿之密封部份。以雙螺桿擠壓機為例，具有其幾何形狀設計成可隨著螺桿旋轉而升壓之能力之螺桿形狀(除反向輸送器外，如：密封環或逆向捏拌機)，係適合用為構成密封部份之螺桿形狀。該密封部份可視需要組合使用諸如捏拌盤之元件而構成。

為了防止排氣口中發生向上洩出之現象，排氣口之螺桿元件結構較佳為可以降低前向輸送器、前向捏拌盤等之桶身內壓的結構。較佳為該前向輸送器部份具有較大間距，這是因為桶身壓力會下降之故。同理，較佳為在排氣口之前設置具有高度運送能力之螺桿結構。

通常透過定量或定體積進料器，將各成份送入進料口。定量式進料器之進料系統之實例包括帶式系統、螺旋系統、振盪系統與台式系統。

適當選擇各成份之進料位置。當使用纖維性填料時，為了均勻進行熔融捏拌，較佳係使液晶聚酯與多元醇脂肪酸酯經上游側之進料口進料，而纖維性填料則經下游側之進料口進料。

排氣口較佳係位於下游側進料口之下游側，係因為如

此得到之液晶聚酯組成物可進一步在高溫下抑制氣泡產生。更佳為在下游側進料口之上游處及下游處各提供一個排氣口，因為如此得到之液晶聚酯組成物可進一步在高溫下抑制氣泡產生。當在上游側進料口附近或在下游側進料口之上游側提供排氣口時，在其附近之液晶聚酯可能沒有充分熔融，因此無法達到充分脫氣效果。

藉由所得組成物進行熔融塑造時，可能得到一種較不容易在高溫下產生氣泡之塑造物品。該塑造法較佳為射出塑型法，更佳為該射出塑型係在比組成物所含液晶聚酯之流動起始溫度高 10 至 80°C 之溫度下進行。當塑造溫度在此溫度範圍內時，該組成物展現優異之熔融流動性，且即使在將該組成物塑形成具有厚度為 1mm 以下之薄壁部份之連接器或具有複雜形狀之連接器時，仍具有令人滿意之可塑性。

以塑造物品製得之產品與組件之實例包括電力與電子設備之外殼，及電力設備組件，如：發電機、電馬達、變壓器、比流器、穩壓器、整流器、變頻器、繼電器、電氣接點(power contact)、開關、斷路器、刀形開關、多極棒、電力組件箱、插座與繼電器外殼。其實例進一步包括電子組件，如：感應器、LED 燈、燈座、燈罩、燈箱、連接器、小開關、線圈管、電容器、振盪器、各種接線端子板、變壓器、插頭、印刷電路版、小型馬達、磁頭基座、功率模組、硬碟驅動組件(硬碟驅動集線器、驅動器、硬碟基板等)與 DVD 組件(光學讀取頭等)。其實例進一步包括半導體裝

置、線圈等之密封樹脂，光學儀器(如：相機)之組件，可產生高磨擦熱之軸承、熱輻射組件及電子組件隔熱板(如：與汽車及交通工具相關之組件)。其中，較佳為具有相當複雜形狀且可具有薄壁部份之線圈管與連接器。

前述之本發明顯然可依許多方式變化。此等變化均視為於本發明之本質及範圍內，且所有熟悉此相關技藝之人士咸了解，所有修飾均仍在下列申請專利範圍之範圍內。

#### 實施例

本發明將以下列實施例更詳細說明，其不應構成本發明之限制範圍。

實施例 1 至 4 與比較實施例 1 至 4

液晶聚酯(1)：

在裝備攪拌器、扭力計、氮氣引入管、溫度計與回流冷凝器之反應器中，填入 994.5 克(g)(7.2 莫耳(mol))對羥基苯甲酸、446.9g(2.4mol)4,4'-二羥基聯苯、299.0g(1.8mol)對酞酸、99.7g(0.6mol)異酞酸與 1347.6g(13.2 mol)乙酸酐。當以氮氣充分置換反應器內部大氣後，以 30 分鐘時間在氮氣流下升高溫度至 150°C，且使該混合物回流 3 小時並保持在相同溫度。然後，添加 2.4g 1-甲基咪唑，以 2 小時 50 分鐘時間升溫至 320°C，同時蒸餾排出蒸餾副產物之乙酸與未反應之乙酸酐。當確認扭力增加時，取出內容物並冷卻至室溫。使用粗碎機碾碎所得之固體物質。當溫度在氮氣環境下以 1 小時時間自室溫上升至 250°C 後，該溫度再以 5 小時時間自 250°C 上升至 295°C，然後進

行固相聚合作用並維持在 295°C 下 3 小時，以得到流動起始溫度為 320°C 之液晶聚酯(1)。

液晶聚酯(2)：

在加裝攪拌器、扭力計、氮氣引入管、溫度計與回流冷凝器之反應器中，填入 994.5g(7.2mol)對羥基苯甲酸、446.9g(2.4mol)4,4'-二羥基聯苯、239.2g(1.44mol)對酞酸、159.5g(0.96mol)異酞酸與 1347.6g(13.2mol)乙酸酐。當以氮氣充分置換反應器內部大氣後，以 30 分鐘時間，在氮氣流下升高溫度至 150°C，且使該混合物回流 3 小時並保持在相同溫度。然後，添加 2.4g 1-甲基咪唑，以 2 小時 50 分鐘時間升溫至 320°C，同時蒸餾排出蒸餾之副產物乙酸與未反應之乙酸酐。當確認扭力增加時，取出內容物並冷卻至室溫。使用粗碎機碾碎所得之固體物質。當溫度在氮氣環境下以 1 小時時間自室溫上升至 220°C 後，該溫度再以 0.5 小時時間，自 220°C 上升至 240°C，然後進行固相聚合作用並維持在 240°C 下 10 小時，以得到流動起始溫度為 290°C 之液晶聚酯(2)。

脫模劑：

使用下列物質作為脫模劑。

脫模劑(1)：“VPG2571”（二季戊四醇與硬脂酸之全酯(六硬脂酸酯)與偏酯之混合物，5%失重率溫度：260°C)，由日本 Cognis Oleo Chemicals Japan Ltd. 製造。

脫模劑(2)：“VPG861”（季戊四醇與硬脂酸之全酯(四硬脂酸酯)與偏酯之混合物，5%失重率溫度：310°C)，由日本

Cognis Oleo Chemicals Japan Ltd. 製造。

脫模劑(1)與(2)之失重溫度係由下列方法測定。

5%失重率溫度之測定：

使用熱重量分析儀(“DTG-60”，由 Shimadzu Corporation 製造)，於氮氣環境中，在起始溫度 30°C、終止溫度 500°C 及 20°C/分鐘之升溫速率之條件下，進行熱重量分析。以樣本在 30°C 起始溫度下之重量為 100%，且當溫度上升以使樣本重量達到 95%時之溫度稱為 5%失重率溫度。

液晶聚酯組成物：

依據表 1 所示配方，將液晶聚酯、脫模劑、切碎之玻璃纖維(“CS03JAPX-1”，由 Owens Corning Corporation 製造)、滑石(“X-50”，由 NIPPON TALC Co., Ltd. 製造)與雲母(“AS-25S”，由 Yamaguchi Mica Co., Ltd. 製造)送入具有一個排氣口之單向旋轉雙螺桿擠壓機(“PCM-30”，由 Ikegai Iron Works, Ltd. 製造)中，於 340°C 下進行熔融捏拌，同時維持排氣口之減壓度在如表 1 所示之數值，然後製成丸粒以得到液晶聚酯組成物。該液晶聚酯與脫模劑經主進料口進料，而切碎之玻璃纖維、滑石與雲母則經側進料口進料。

氣泡之評估：

使用射出塑型機(“機型 ES-400”，由 Nissei Plastic Industrial Co., Ltd. 製造)將所得之液晶聚酯組成物塑造成迷你啞鈴型樣本(JIS K7113\_1(1/2))，並浸入熱焊劑槽

中 1 分鐘。以未出現樣本變形或氣泡時之最高溫度稱為耐焊接熱溫度。

#### 抗脫模性之測定

使用射出塑型機(“機型 ES-400”，由 Nissei Plastic Industrial Co., Ltd. 製造)與第 1 圖所示之模型，依恆定之射出速率，在機缸溫度 350°C，模型溫度 130°C 與閉模壓力 1,400kg/cm<sup>2</sup> 或 1,700kg/cm<sup>2</sup> 之條件下，將所得之液晶聚酯組成物射入第 1 圖所示之模型中。然後測定自模型內部取出樣本時所需之壓力(測試樣本 11 φ×15 φ×20mm，其核心與空洞之傾斜角均為 0)，並將此壓力視為抗脫模性。

表 1

	實施例 1	實施例 2	比較 實施例 1	比較 實施例 2	比較 實施例 3	實施例 3	實施例 4	比較 實施例 4
液晶聚酯(1) (質量份數)	36	36	36	36	36	41	41	41
液晶聚酯(2) (質量份數)	29	29	29	29	29	34	34	34
脫模劑(1) (質量份數)	0.3	—	0.3	—	—	0.3	0.3	0.3
脫模劑(2) (質量份數)	—	0.3	—	0.3	—	—	—	—
切碎之玻璃纖維(質 量份數)	22	22	22	22	22	—	—	—
滑石(質量份數)	13	13	13	13	13	—	—	—
雲母(質量份數)	—	—	—	—	—	25	25	25
排氣口之減壓度 (MPa)	-0.07	-0.07	-0.05	-0.05	-0.07	-0.07	-0.08	-0.05
耐焊接熱溫度(°C)	280	280	260	260	260	270	280	260
抗脫模性(kg/cm <sup>2</sup> ) (閉模壓力 1,400 kg/cm <sup>2</sup> )	10	60	10	60	200	39	39	39
抗脫模性(kg/cm <sup>2</sup> ) (閉模壓力 1,700 kg/cm <sup>2</sup> )	15	80	15	80	500	49	49	49

## 【圖式簡單說明】

第 1 圖係圖示用於實施例中抗脫模性測定之模型。

## 【主要元件符號說明】

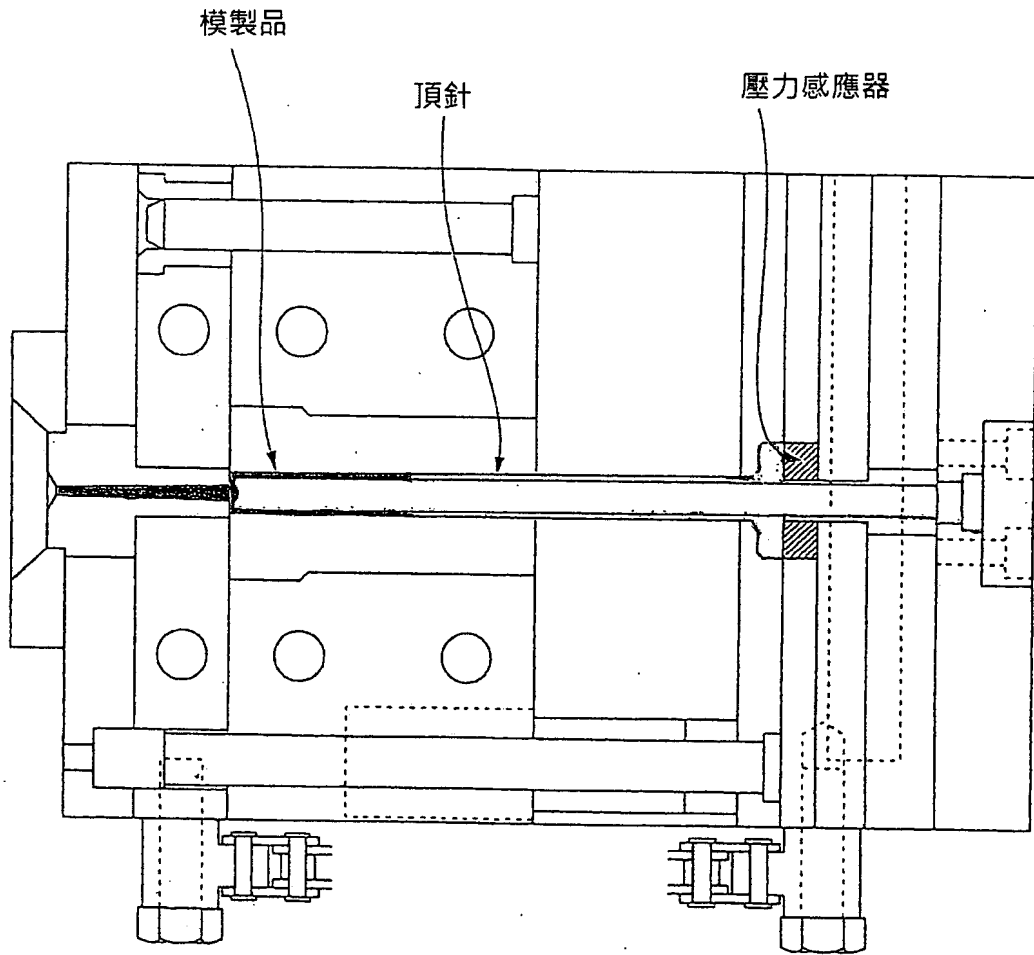
無。



七、申請專利範圍：

1. 一種製造液晶聚酯組成物之方法，該方法包括將液晶聚酯與多元醇脂肪酸酯  
進料至具有一個排氣口之擠壓機中，然後在排氣口之減壓度以錶壓計為 $-0.06\text{MPa}$  以下之狀態下進行熔融捏拌。
2. 如申請專利範圍第 1 項所述之方法，其中以液晶聚酯為 100 質量份計，該多元醇脂肪酸酯之進料量為 0.1 至 1 質量份。
3. 如申請專利範圍第 1 項所述之方法，其中以熱重量分析法測定該多元醇脂肪酸酯之 5%失重率溫度為  $250^{\circ}\text{C}$  或更高。
4. 如申請專利範圍第 1 項所述之方法，其中該液晶聚酯具有  $280^{\circ}\text{C}$  或更高之流動起始溫度。
5. 一種製造液晶聚酯塑造物品之方法，該方法包括塑造藉由申請專利範圍第 1 項所述之方法所製得之液晶聚酯組成物之步驟。
6. 如申請專利範圍第 5 項所述之方法，其中該液晶聚酯塑造物品為具有厚度 1 mm 以下之薄壁部之塑造物品。

八、圖式：



第1圖

四、指定代表圖：

(一)本案指定代表圖為：第（ 1 ）圖。

(二)本代表圖之元件符號簡單說明：

該代表圖無元件符號及其所代表之意義。

五、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：

本案無化學式。