

發明專利說明書

公告本

(本說明書格式、順序及粗體字，請勿任意更動，※記號部分請勿填寫)

※申請案號：97/20890

※申請日期：97.6.5

※IPC 分類：C08L 77/00 (2006.01.01)

C08K 5/3492 (2006.01.01)

一、發明名稱：(中文/英文)

聚醯胺樹脂組成物

POLYAMIDE RESIN COMPOSITION

二、申請人：(共1人)

姓名或名稱：(中文/英文)

旭化成化學股份有限公司

ASAHI KASEI CHEMICALS CORPORATION

代表人：(中文/英文) 藤原健嗣 / FUJIWARA, TAKETSUGU

住居所或營業所地址：(中文/英文)

日本國東京都千代田區有樂町一丁目1番2號

1-2, Yuraku-cho, 1-chome, Chiyoda-ku, Tokyo, Japan

國籍：(中文/英文) 日本國 / JAPAN

三、發明人：(共1人)

姓名：(中文/英文)

坂田範夫

/ SAKATA, NORIO

國籍：(中文/英文)

日本國 / JAPAN

四、聲明事項：

☐ 主張專利法第二十二條第二項 ☐ 第一款或 ☐ 第二款規定之事實，其事實發生日期為： 年 月 日。

☒ 申請前已向下列國家（地區）申請專利：

【格式請依：受理國家（地區）、申請日、申請案號 順序註記】

☒ 有主張專利法第二十七條第一項國際優先權：

1. 日本國；2007 年 06 月 05 日；特願 2007-149532（主張優先權）

☐ 無主張專利法第二十七條第一項國際優先權：

☐ 主張專利法第二十九條第一項國內優先權：

【格式請依：申請日、申請案號 順序註記】

☐ 主張專利法第三十條生物材料：

☐ 須寄存生物材料者：

國內生物材料 【格式請依：寄存機構、日期、號碼 順序註記】

國外生物材料 【格式請依：寄存國家、機構、日期、號碼 順序註記】

☐ 不須寄存生物材料者：

所屬技術領域中具有通常知識者易於獲得時，不須寄存。

五、中文發明摘要：

本發明係提供一種含有聚醯胺樹脂(A)、氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑(B)、與界面活性劑(C)之聚醯胺樹脂組成物，其中，該聚醯胺樹脂組成物含有：含有至少 1 種以上熔點為 255 至 270°C 之聚醯胺樹脂(A1)之前述聚醯胺樹脂(A)60 至 75 質量% 與前述氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑(B)25 至 40 質量% 之合計 100 質量份、以及含有至少 1 種以上聚伸烷基多元醇之脂肪酸酯之前述界面活性劑(C)0.1 至 1.0 質量份；並且，分散於前述聚醯胺樹脂組成物中之前述氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑(B)之平均分散粒徑為 1 至 20 μm 。

六、英文發明摘要：

The present invention provides a polyamide resin composition containing a polyamide resin (A), a melamine cyanurate flame retardant agent (B) and a surfactant (C), which contains a total 100 mass parts constituted of 60~75 mass% of the polyamide resin (A) containing at least one polyamide resin (A1) having a melting point of 255~270°C and 25~40 mass% of the melamine cyanurate flame retardant agent (B), and 0.1~1.0 mass parts of the surfactant (C) containing at least one fatty acid ester of polyalkylene multivalent alcohol, wherein average dispersion particle diameter of the melamine cyanurate flame retardant agent (B) dispersed in the polyamide resin composition is 1~20 μm .

七、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：

1	二軸擠壓機	2	第一供給口
3	第二供給口	4	真空通風口
5	螺桿	6	螺桿有效長度
7	樹脂之流動方向		

八、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。

九、發明說明：

[相關申請案]

本申請案係基於 2007 年 6 月 5 日所申請之日本專利申請案(日本特願 2007-149532 號)，其內容皆包含於此做為參照。

【發明所屬之技術領域】

本發明係有關具有高阻燃性之聚醯胺樹脂組成物及其製造方法。

【先前技術】

聚醯胺樹脂係利用其機械特性、電特性、耐藥品性、成型加工性、及焊料耐熱性等優良之特點而被使用在汽車零件等或電、電子零件等各種領域中。其中，含有為不含鹵素之阻燃劑的氰尿酸三聚氰胺(melamine cyanurate)系阻燃劑之聚醯胺樹脂組成物，係被廣泛利用在如連接器(connector)等電、電子零件等要求阻燃性和焊料耐熱性之領域中。

近年來，在連接器用途中，尋求能滿足阻燃性程度更高之 IEC60695-2-11 規格及 IEC60695-2-13 規格之耐火性試驗的材料。然而，至今之連接器用途中所使用之聚醯胺樹脂現今仍未能滿足此等要求。

在專利文獻 1 中揭示一種為了使成型後之成型品之韌性提高而由含有氰尿酸三聚氰胺之阻燃性聚醯胺樹脂組成物粒狀體與聚醯胺樹脂粒狀體混合而成之阻燃性聚醯胺樹脂成形材料，係會抑制銀產生而使外觀美化。

9/12/08

97. 9. 9 修正
年 月 日 補充

此外，在專利文獻 2 中揭示一種含有聚醯胺樹脂與三
吡系阻燃劑與羧醯胺系蠟之阻燃性聚醯胺樹脂組成物，係
會使灼熱絲(glow wire)著火溫度提高。在專利文獻 3 中揭
示一種成形用組成物，其含有：非分支之熱塑性聚醯胺、
氰尿酸三聚氰胺、氰尿酸三聚氰胺以外之含氮阻燃劑、與
磷酸酯系阻燃劑。

另外，在專利文獻 4 中揭示將聚醯胺樹脂與氰尿酸三
聚氰胺熔融混練而成之母料(masterbatch)、與將聚醯胺樹
脂熔融混練而成之阻燃性聚醯胺樹脂組成物，係在拉伸破
裂伸度等機械特性為優良。

並且，在專利文獻 5 中揭示以特定添加劑處理微細之
氰尿酸三聚氰胺之表面而抑制再凝聚之技術。

[專利文獻 1]日本特開平 11-302536 號公報

[專利文獻 2]日本特開 2005-171232 號公報

[專利文獻 3]日本特表 2008-512525 號公報

[專利文獻 4]日本特開平 8-245875 號公報

[專利文獻 5]日本特開昭 54-148050 號公報

【發明內容】

(發明欲解決的課題)

然而，專利文獻 1 至 4 中所揭示之聚醯胺樹脂組成物
依然並非具有充分之阻燃性者，而尋求更進一步之改良。

此外，根據本發明人等之研究，專利文獻 5 中所揭示
之技術在抑制再凝聚之效果為不足，而即使添加預定量之
阻燃劑也無法得到目標之阻燃性能。

本發明欲解決的課題係提供具有高阻燃性之聚醯胺樹
脂組成物。

(解決課題的手段)

本發明人等為了解決上述課題而致力研究後，結果發現藉由將聚醯胺樹脂、特定之氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑、與特定之界面活性劑以特定之調配比例進行調配，其中，分散於該組成物中之氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑係具有特定之平均分散粒徑，藉此可得到一種聚醯胺樹脂組成物，可解決上述課題，遂完成本發明。

換言之，本發明係：

- (1) 一種聚醯胺樹脂組成物，其係含有聚醯胺樹脂(A)、氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑(B)、與界面活性劑(C)之聚醯胺樹脂組成物，其中，該聚醯胺樹脂組成物含有：

含有至少 1 種以上熔點為 255 至 270℃ 之聚醯胺樹脂(A1)之前述聚醯胺樹脂(A)60 至 75 質量%、與前述氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑(B)25 至 40 質量% 之合計 100 質量份；以及

含有至少 1 種以上聚伸烷基多元醇之脂肪酸酯之前述界面活性劑(C)0.1 至 1.0 質量份；

並且，分散於前述聚醯胺樹脂組成物中之前述氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑(B)之平均分散粒徑為 1 至 20 μm 。

- (2) 如前述(1)之聚醯胺樹脂組成物，其中，前述聚醯胺樹脂(A)復含有熔點為 180 至 250℃ 之聚醯胺樹脂(A2)。

- (3) 如前述(2)之聚醯胺樹脂組成物，其中，前述聚醯胺

樹脂(A)係由前述聚醯胺樹脂(A1)40至80質量%、與前述聚醯胺樹脂(A2)20至60質量%所組成。

- (4) 如前述(1)至(3)中任一項之聚醯胺樹脂組成物，其中，前述聚醯胺樹脂(A1)係聚醯胺 66。
- (5) 如前述(2)至(4)中任一項之聚醯胺樹脂組成物，其中，前述聚醯胺樹脂(A2)係從聚醯胺 6、以及由聚醯胺 6、聚醯胺 610、聚醯胺 612 或聚醯胺 6I 之單體單元 1 種以上與聚醯胺 66 之單體單元所組成之聚醯胺共聚物中選出之 1 種以上之聚醯胺。
- (6) 如前述(1)至(5)中任一項之聚醯胺樹脂組成物，其中，前述氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑(B)之平均分散粒徑係 5 至 15 μm 。
- (7) 如前述(1)至(6)中任一項之聚醯胺樹脂組成物，其中，前述氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑(B)係氰尿酸三聚氰胺。
- (8) 如前述(1)至(7)中任一項之聚醯胺樹脂組成物，其中，前述界面活性劑(C)係從由聚氧伸乙基單月桂酸酯、聚氧伸乙基單硬脂酸酯、聚氧伸乙基二硬脂酸酯、聚氧伸乙基單油酸酯、聚氧伸乙基山梨醇酐單月桂酸酯、聚氧伸乙基山梨醇酐單硬脂酸酯、聚氧伸乙基山梨醇酐三硬脂酸酯、聚氧伸乙基山梨醇酐單油酸酯、及聚氧伸乙基山梨醇酐三油酸酯所成群組中選出之

至少 1 種。

- (9) 一種聚醯胺樹脂組成物之製造方法，該聚醯胺樹脂組成物係含有聚醯胺樹脂(A)、氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑(B)、與界面活性劑(C)，該製造方法，包括：使用至少 1 台原料供給裝置將所有成分從二軸擠壓機之第一供給口投入並進行熔融混練之步驟；

並且，前述聚醯胺樹脂組成物含有：

含有至少 1 種以上熔點為 255 至 270°C 之聚醯胺樹脂(A1)之前述聚醯胺樹脂(A)60 至 75 質量%、與前述氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑(B)25 至 40 質量% 之合計 100 質量份；以及

含有至少 1 種以上聚伸烷基多元醇之脂肪酸酯之前述界面活性劑(C)0.1 至 1.0 質量份；

而且，分散於前述聚醯胺樹脂組成物中之前述氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑(B)之平均分散粒徑為 1 至 20 μm 。

- (10) 如前述(9)之聚醯胺樹脂組成物之製造方法，其中，前述投入係包括：使用至少 1 台原料供給裝置將由前述聚醯胺樹脂(A)之全量、前述界面活性劑(C)之全量、與前述氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑(B)之 10 至 50 質量% 所組成之摻合物從二軸擠壓機之第一供給口投入；以及使用與前述原料供給裝置不同之另外之至少 1 台原料供給裝置將前述氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑(B)之 50 至 90 質量% 從前述二軸擠壓機之第一供給

口投入。

(11)如前述(9)或(10)之聚醯胺樹脂組成物之製造方法，其中，前述氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑(B)之中位徑(median diameter)係1至25 μ m。

(12)如前述(9)至(11)中任一項之聚醯胺樹脂組成物之製造方法，其中，前述聚醯胺樹脂(A)係由熔點為255至270℃之聚醯胺樹脂(A1)40至70質量%、與熔點為180至250℃之聚醯胺樹脂(A2)30至60質量%所組成。

(13)如前述(9)至(12)中任一項之聚醯胺樹脂組成物之製造方法，其中，前述聚醯胺樹脂(A1)係聚醯胺66，前述聚醯胺樹脂(A2)係從聚醯胺6、以及由聚醯胺6、聚醯胺610、聚醯胺612或聚醯胺6I之單體單元1種以上與聚醯胺66之單體單元所組成之聚醯胺共聚物中選出之1種以上之聚醯胺。

(14)如前述(9)至(13)中任一項之聚醯胺樹脂組成物之製造方法，其中，前述氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑(B)係氰尿酸三聚氰胺。

(15)如前述(9)至(14)中任一項之聚醯胺樹脂組成物之製造方法，其中，前述界面活性劑(C)係從由聚氧伸乙基單月桂酸酯、聚氧伸乙基單硬脂酸酯、聚氧伸乙基二硬脂酸酯、聚氧伸乙基單油酸酯、聚氧伸乙基山梨醇酐單月桂酸酯、聚氧伸乙基山梨醇酐單硬脂酸酯、聚氧伸乙基山梨醇酐三硬脂酸酯、聚氧伸乙基山梨醇

酞單油酸酯、及聚氧伸乙基山梨醇酐三油酸酯所成群組中選出之至少 1 種。

(發明的效果)

根據本發明，可提供具有高阻燃性之聚醯胺樹脂組成物。

具體而言，根據本發明，能以厚度 3mm 之試驗片來提供 IEC60695-2-13 規格之灼熱絲著火溫度在 800°C 以上之具有優良阻燃性之聚醯胺樹脂組成物及其製造方法。

【實施方式】

以下，詳細說明關於本發明之實施方式(以下，稱為本實施形態)。再者，本發明並非受以下之實施形態所限定，而是在其要旨之範圍內可予以各種變形實施。

本實施形態之聚醯胺樹脂組成物係含有聚醯胺樹脂(A)、氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑(B)、與界面活性劑(C)之聚醯胺樹脂組成物，其中，該聚醯胺樹脂組成物含有：

含有至少 1 種以上熔點為 255 至 270°C 之聚醯胺樹脂(A1)之前述聚醯胺樹脂(A)60 至 75 質量%、與前述氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑(B)25 至 40 質量%之合計 100 質量份；以及

含有至少 1 種以上聚伸烷基多元醇之脂肪酸酯之前述界面活性劑(C)0.1 至 1.0 質量份；

並且，分散於前述聚醯胺樹脂組成物中之前述氰尿酸

三聚氰胺系阻燃劑(B)之平均分散粒徑為 1 至 20 μm 。

[聚醯胺樹脂(A)]

從聚醯胺樹脂組成物之焊料耐熱性之觀點來看，使用於本實施形態中之聚醯胺樹脂(A)係含有至少 1 種以上熔點在 255°C 以上 270°C 以下之聚醯胺樹脂(A1)之聚醯胺樹脂。

在本實施形態中，聚醯胺樹脂係在主鏈中具有醯胺鍵(-NHCO-)之聚合物，可舉例如：聚己內醯胺(聚醯胺 6)、聚己二醯丁二胺(聚醯胺 46)、聚己二醯己二胺(聚醯胺 66)、聚環己醯己二胺(聚醯胺 6C)、聚癸二醯己二胺(聚醯胺 610)、聚月桂醯己二胺(聚醯胺 612)、聚十一內醯胺(聚醯胺 11)、聚月桂內醯胺(聚醯胺 12)、聚間苯二甲醯己二胺(聚醯胺 6I)、聚對苯二甲醯己二胺(聚醯胺 6T)、聚對苯二甲醯壬二胺(聚醯胺 9T)、聚對苯二甲醯月桂二胺(聚醯胺 12T)、聚己二醯間苯二甲胺(聚醯胺 MXD6)、及含有此等中至少 2 種不同之聚醯胺形成成分的聚醯胺共聚物、以及此等之混合物等。

在本實施形態中，熔點可藉由微差掃描熱量(DSC, Differential Scanning Calorimetry)測定求出。具體而言，使用微差掃描熱量測定裝置從室溫在 20°C / 分鐘之升溫條件下測定樣品，並觀測吸熱波峰溫度(T_{m1})後，保持在較 T_{m1} 高 20 至 50°C 之溫度 30 分鐘。接著在以 20°C / 分鐘之降溫條件將樣品冷卻至室溫後，再次觀測以 20°C / 分鐘之升溫條件測定時之吸熱波峰，以其峰頂表示之溫度做為

熔點。

在本實施形態中，聚醯胺樹脂(A)係含有至少 1 種以上熔點在 255℃ 以上 270℃ 以下之聚醯胺樹脂(A1)之聚醯胺樹脂。從加工性之觀點來看，聚醯胺樹脂(A)以復含有熔點在 180 以上 250℃ 以下之聚醯胺樹脂(A2)為佳。

在本實施形態中，在聚醯胺樹脂組成物之焊料耐熱性之觀點上，聚醯胺樹脂(A1)係以聚醯胺 66 為佳，在改善成形時之流動性、韌性之觀點上，聚醯胺樹脂(A2)係以從聚醯胺 6、以及由聚醯胺 6、聚醯胺 610、聚醯胺 612 或聚醯胺 6I 之單體單元 1 種以上與聚醯胺 66 之單體單元所組成之聚醯胺共聚物中選出之 1 種以上之聚醯胺為佳。

聚醯胺樹脂(A2)可使用聚醯胺 6 及聚醯胺共聚物之 1 種，也可使用 2 種以上之混合物。

聚醯胺樹脂(A2)係以聚醯胺 6、或由聚醯胺 6 單體單元與聚醯胺 66 單體單元所組成之聚醯胺共聚物(PA66/6)較佳。在此，在流動性與焊料耐熱性之平衡優良之觀點上，構成聚醯胺樹脂(A2)之聚醯胺 66 單體單元與聚醯胺 6 單體單元之莫耳比係以聚醯胺 66 單體單元在 60 莫耳% 以上 95 莫耳% 以下、聚醯胺 6 單體單元在 5 莫耳% 以上 40 莫耳% 以下為佳，較佳之範圍係聚醯胺 66 單體單元在 80 莫耳% 以上 95 莫耳% 以下、聚醯胺 6 單體單元在 5 莫耳% 以上 20 莫耳% 以下。

就焊料耐熱性與成形時之流動性及韌性之平衡優良之觀點而言，聚醯胺樹脂(A1)與聚醯胺樹脂(A2)之較佳調配

比係在令聚醯胺之合計為 100 質量% 時，聚醯胺樹脂(A1)在 40 質量% 以上 80 質量% 以下、且聚醯胺樹脂(A2)在 20 質量% 以上 60 質量% 以下，又以聚醯胺樹脂(A1)在 50 質量% 以上 70 質量% 以下、而聚醯胺樹脂(A2)在 30 質量% 以上 50 質量% 以下較佳。

[氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑(B)]

使用於本實施形態中之氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑(B)係三聚氰胺或其衍生物、與氰尿酸或其衍生物之反應物。

氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑可依下述方法製造。

例如，在氰尿酸或其衍生物之水溶液中，添加三聚氰胺或其衍生物，並在 90 至 100°C 左右攪拌。可經由將作為反應生成物而獲得之沉澱物過濾乾燥後粉碎成微粉末而製造。

在本實施形態中，就氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑(B)之分散性之觀點而言，氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑(B)之中位徑(D50)係以在 1 μm 以上 25 μm 以下為佳。因氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑(B)之中位徑(D50)在 1 μm 以上，而使處理變容易，且可抑制氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑(B)之凝聚性惡化。因氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑(B)之中位徑(D50)在 25 μm 以下，故聚醯胺樹脂組成物之分散性與處理之平衡為優良。

在本實施形態中，所謂中位徑(D50)係指如同在 JIS Z8901 中之定義，在粒體之粒徑分布中，大於某粒徑之粒子之質量佔全粒體之質量之 50% 時的粒徑。

中位徑(D50)並無特別限定，可依例如雷射繞射散射法

進行測定。具體而言，可依據雷射繞射散射法，以粒徑為橫軸、以頻率(質量)為縱軸而作圖，並在令該頻率之累積質量之總和為 100% 時，測定其累積質量達 50% 之粒徑。

在本實施形態中，氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑(B)較佳可舉例如三聚氰胺與氰尿酸之等莫耳反應物之氰尿酸三聚氰胺。氰尿酸三聚氰胺可在其中含有未反應之三聚氰胺或氰尿酸 0.001 質量% 以上 0.30 質量% 以下。如此之氰尿酸三聚氰胺可適當使用已市售且工業上可取得之物。

在本實施形態中，就提高聚醯胺樹脂組成物之耐火性之觀點而言，分散於前述聚醯胺樹脂組成物中之前述氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑(B)之平均分散粒徑必須在 $1\mu\text{m}$ 以上 $20\mu\text{m}$ 以下。從拉伸特性之觀點來看，平均分散粒徑以在 $1\mu\text{m}$ 以上 $15\mu\text{m}$ 以下為佳、以在 $5\mu\text{m}$ 以上 $10\mu\text{m}$ 以下較佳。

聚醯胺樹脂組成物中之氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑(B)之平均分散粒徑之測定並無特別限定，可依例如下述之方法進行測定。

從將本實施形態之聚醯胺樹脂組成物成型所得之成型物，製作厚度 $5\mu\text{m}$ 之薄片。以光學顯微鏡觀察薄片，並藉由影像解析求出影像中所觀察到之氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑粒子之直徑後，以其平均值做為平均分散粒徑。

[界面活性劑(C)]

使用於本實施形態中之界面活性劑(C)係含有至少 1 種以上聚伸烷基多元醇之脂肪酸酯的界面活性劑。

聚伸烷基多元醇之脂肪酸酯可舉例如：聚乙二醇、聚

丙二醇、聚丁二醇等聚伸烷基多元醇、與癸酸、月桂酸、肉豆蔻酸、棕櫚酸、硬脂酸、二十二酸、二十六酸、二十八酸、三十酸、油酸、芥酸等脂肪族羧酸之酯衍生物，且在工業上為容易取得。在本實施形態中，就氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑(B)之分散性之觀點而言，宜使用聚氧伸乙基單月桂酸酯、聚氧伸乙基單硬脂酸酯、聚氧伸乙基二硬脂酸酯、聚氧伸乙基單油酸酯、聚氧伸乙基山梨醇酐單月桂酸酯、聚氧伸乙基山梨醇酐單硬脂酸酯、聚氧伸乙基山梨醇酐三硬脂酸酯、聚氧伸乙基山梨醇酐單油酸酯、聚氧伸乙基山梨醇酐三油酸酯等，特別是以聚氧伸乙基山梨醇酐單月桂酸酯、聚氧伸乙基山梨醇酐單硬脂酸酯、聚氧伸乙基山梨醇酐單油酸酯為佳。

[聚醯胺樹脂組成物]

本實施形態之聚醯胺樹脂組成物係含有前述聚醯胺樹脂(A)、前述氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑(B)、與前述界面活性劑(C)之聚醯胺樹脂組成物，其中，該聚醯胺樹脂組成物含有：

聚醯胺樹脂(A)60至75質量%、與氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑(B)25至40質量%之合計100質量份；以及

界面活性劑(C)0.1至1.0質量份；

並且，分散於聚醯胺樹脂組成物中之氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑(B)之平均分散粒徑為1至20 μm 。

從阻燃性與拉伸特性之觀點來看，相對於聚醯胺樹脂(A)與氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑(B)之合計 100 質量%，聚醯胺樹脂組成物中之氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑(B)之含量係在 25 質量% 以上 40 質量% 以下，且以 30 質量% 以上 40 質量% 以下為佳、以 35 質量% 以上 40 質量% 以下較佳。

從氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑之分散性與阻燃性之平衡之觀點來看，相對於聚醯胺樹脂(A)及氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑(B)之合計 100 質量份，聚醯胺樹脂組成物中之界面活性劑(C)之含量係在 0.1 以上 1.0 質量份以下，且以在 0.1 以上 0.75 質量份以下為佳、以在 0.1 以上 0.6 質量份以下較佳。

特別是，因令界面活性劑(C)之含量在 1.0 質量份以下，從而在以錐形摻合機(cone blender)摻合時，具有藉由聚醯胺樹脂(A)小球(pellet)滾過摻合機內部壁面而刮落附著於摻合機壁面之氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑(B)與界面活性劑(C)之效果(自淨效果)，故可使適當量之氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑(B)與界面活性劑(C)散佈於聚醯胺樹脂(A)表面上。由此效果而能使其成為氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑(B)之分散性優良之聚醯胺樹脂組成物。

在本實施形態之聚醯胺樹脂組成物中，在不損及本實施形態之目的之範圍內，可依需要而加入慣用之填充劑，例如：玻璃纖維或碳纖維等無機纖維；雲母、滑石、黏土礦物、氧化鋁、氧化矽、及磷灰石等無機填充劑；氫氧化鋁、氫氧化鎂、硼酸鋅、錫酸鋅、羥基錫酸鋅、多磷酸銨、

氰尿酸三聚氰胺、琥珀胍胺(succinoguanamine)、多磷酸三聚氰胺、硫酸三聚氰胺、苯二甲酸三聚氰胺、及磷酸鉍等阻燃劑；鈦白及碳黑等顏料或著色劑；次磷酸鈉等亞磷酸金屬鹽；受阻酚(hindered phenol)及受阻胺所代表之熱安定劑；高級脂肪酸金屬鹽、高級脂肪酸醯胺、高級脂肪酸酯等潤滑劑；各種可塑劑；以及抗靜電劑等各種添加劑。

本實施形態之聚醯胺樹脂組成物之拉伸伸度(%)係以在 1.7 以上 4.0 以下為佳。拉伸伸度以在 1.9 以上 3.8 以下較佳、以在 2.0 以上 3.5 以下更佳。

因拉伸伸度在上述範圍內，而能使其成為對連接器之針押入破裂耐性優良之聚醯胺樹脂組成物。

本實施形態之聚醯胺樹脂組成物係以灼熱絲著火溫度($^{\circ}\text{C}$)在 800°C 以上為佳。

因灼熱絲著火溫度在 800°C 以上，而能使其成為阻燃性優良之聚醯胺樹脂組成物。

(聚醯胺樹脂組成物之製造方法)

本實施形態之聚醯胺樹脂組成物之製造方法係含有聚醯胺樹脂(A)、氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑(B)、與界面活性劑(C)之聚醯胺樹脂組成物之製造方法，

其中，該製方法包括使用至少 1 台原料供給裝置將所有成分從二軸擠壓機之第一供給口投入後進行熔融混練之步驟；

並且，前述聚醯胺樹脂組成物含有：

含有至少一種以上熔點為 255 至 270°C 之聚醯胺樹脂

(A1)之前述聚醯胺樹脂(A)60至75質量%、與前述氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑(B)25至40質量%之合計100質量份；以及

含有至少1種以上聚伸烷基多元醇之脂肪酸酯之前述界面活性劑(C)0.1至1.0質量份；

而且，分散於前述聚醯胺樹脂組成物中之前述氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑(B)之平均分散粒徑為1至20 μm 。

在本實施形態之聚醯胺樹脂組成物之製造方法中，只要為在將聚醯胺樹脂(A)、氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑(B)、與界面活性劑(C)摻合時，使用至少1台原料供給裝置從二軸擠壓機之第一供給口投入並進行熔融混練之方法則並無特別限定。就氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑(B)之分散性之觀點而言，以分別使用不同之至少1台原料供給裝置將聚醯胺樹脂(A)、氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑(B)、與界面活性劑(C)從二軸擠壓機之第一供給口投入為佳。在本實施形態中，以分別使用不同之至少1台原料供給裝置將聚醯胺樹脂(A1)、聚醯胺樹脂(A2)、氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑(B)、與界面活性劑(C)從二軸擠壓機之第一供給口投入則較佳。

在本實施形態之聚醯胺樹脂組成物之製造方法中，使用至少1台原料供給裝置將聚醯胺樹脂(A)60質量%以上75質量%以下與氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑(B)25質量%以上40質量%以下之合計100質量份、以及界面活性劑(C)0.1質量份以上1.0質量份以下從二軸擠壓機之第一供給口投入並進行熔融混練。

在本實施形態中，二軸擠壓機具體而言可舉例如：
COPERION 公司製 ZSK 系列、東芝機械(股)製 TEM 系列、日
本製鋼所(股)製 TEX 系列等。

第 1 圖係表示使用於本實施形態中之製造裝置之一例
的二軸擠壓機 1 之示意圖。

如第 1 圖所例示，使用於本實施形態中之二軸擠壓機
1 係具有螺桿 5，且相對於原料之流動方向，在上游側設置
有第一供給口 2，在較此為下游處設置有第二供給口 3，在
較此更下游處設置有做為減壓去揮發(devolatilization)
部之真空通風口 4 之構造。

使用於本實施形態之製造方法中之二軸擠壓機之 L/D (螺桿有效長度／螺桿外徑)係以在 20 以上 60 以下之範圍
為佳、以在 30 以上 50 以下較佳。

本實施形態中，所謂螺桿有效長度 6 係指在螺桿 5 之
長度中，相對於二軸擠壓機 1 之第一供給口 2 之原料流動
方向，從上游之末端至螺桿 5 之樹脂之流動方向 7 之尖端
為止的長度。

本實施形態中，所謂螺桿外徑係指旋轉直徑(螺桿直
徑)。

所謂旋轉直徑(螺桿直徑)，係意指當使螺桿旋轉時，
在螺桿有效長度之長度方向以垂直地取剖面時之最大圓直
徑。

在本實施形態中，從生產性與抑制熱劣化之觀點來
看，混練熔融時之溫度係以較聚醯胺樹脂(A)之熔點高 5

至 60°C 之溫度為佳、以高 5 至 50°C 之溫度較佳、以高 5 至 30°C 之溫度更佳。

用於將原料供給至二軸擠壓機之原料供給裝置係無特別限定，可使用單軸螺旋給料機(screw feeder)、二軸螺旋給料機、檯式給料機、旋轉給料機、液狀供給泵等。其中，失重式給料機(loss-in-weight feeder)係因原料供給之變動誤差少而佳。添加聚醯胺樹脂、氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑與界面活性劑之方法係無特別限定，可使用從各自之原料供給裝置將各成分投入之方法，或是將所有成分或任 2 種成分以混合機、錐形摻合機等混合後再以原料供給裝置添加之方法等常用方法。

在本實施形態中，從生產性與阻燃性之觀點來看，宜使用下述之方法：使用至少 1 台原料供給裝置將由聚醯胺樹脂(A)之全量、界面活性劑(C)之全量、與氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑(B)之 10 質量% 以上 50 質量% 以下所組成之摻合物從二軸擠壓機之第一供給口投入，並使用與原料供給裝置不同之另外之至少 1 台原料供給裝置將氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑(B)之 50 質量% 以上 90 質量% 以下從二軸擠壓機之第一供給口投入。

在本實施形態中，將界面活性劑(C)散佈於聚醯胺樹脂(A)表面後再使氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑(B)散佈而製成摻合物，並使用至少 1 台原料供給裝置將該摻合物從二軸擠壓機之第一供給口投入，並依需要而使用與供給摻合物之原料供給裝置不同之另外之至少 1 台原料供給裝置將氰尿

酸三聚氰胺系阻燃劑(B)從二軸擠壓機之第一供給口投入並進行熔融混練，上述步驟係因可得到氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑(B)之分散性優良之聚醯胺樹脂組成物，故為佳。

在本實施形態中，就聚醯胺樹脂組成物中之氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑(B)之分散性之觀點而言，製造聚醯胺樹脂組成物時使用之氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑(B)之中位徑(D50)係以在 $1\mu\text{m}$ 以上 $25\mu\text{m}$ 以下為佳。

(實施例)

以下，藉由實施例更詳細說明本實施形態，但本實施形態只要不超出其要旨，即不受以下之實施例所限制。再者，以下之實施例、比較例中所記載之物性評估係按照以下敘述進行。

(1) 熔點

使用 PerkinElmer 公司製微差熱量測定裝置 DSC-7。升溫、降溫條件分別以 $20^{\circ}\text{C}/\text{分鐘}$ 進行。使樣品約 10mg 從室溫開始升溫，並觀測吸熱波峰溫度(T_{m1})後，在較 T_{m1} 高 20 至 50°C 之溫度保持 3 分鐘。接著，在將樣品冷卻至室溫後，再次升溫並觀測吸熱波峰。以該峰頂所示之溫度做為熔點。

(2) 中位徑

使用島津製作所(股)製雷射繞射式粒度分布測定裝置 SALD-7000。以使樣品分散於純水中而成者做為測定樣品，使用流動槽(flow cell)進行測定。以粒徑為橫軸、以頻率(質量)為縱軸而作圖，並在令該頻率之累積質量總和為

100% 時，以累積質量達 50% 之粒徑做為中位徑(D50)。

(3) 平均分散粒徑

使用射出成型機(日精樹脂(股)製 PS40E)，將缸體溫度設定於 270℃、模具溫度設定於 80℃，以射出 12 秒、冷卻 18 秒之射出成型條件得到 128mm×18mm×3mm 之成型片。使用薄片切片機(microtome)(Leica Microsystems(股)製 RM2165)從該成型片製作 18mm×3mm×5 μm 之薄片。使用影像解析裝置[顯微鏡部：Nikon E600L，相機部：Sony XC-003，影像處理軟體：NIRECO LUZEX SE]，依據反射法對於 500 個以上之粒子測定此薄片中之氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑粒子之圓相當徑(Heywood diameter)(亦即與粒子之投影面積相同面積之圓之直徑)。以其平均值做為平均分散粒徑。

(4) 拉伸伸度

使用射出成型機(日精樹脂(股)製 PS40E)，將缸體溫度設定於 270℃、模具溫度設定於 80℃，以射出 12 秒、冷卻 18 秒之射出成型條件得到 3mm 厚之 ASTM1 號試驗片。按照 ASTM D638 進行拉伸伸度之測定。

(5) 灼熱絲著火溫度

使用射出成型機(日精樹脂(股)製 FN3000)，將缸體溫度設定於 270℃、模具溫度設定於 80℃，以射出 12 秒、冷卻 12 秒之射出成型條件得到 90mm×60mm×3.0mm 之試驗片。按照 IEC60695-2-13 規格(2000 年版)測定此試驗片之灼熱絲著火溫度。將灼熱絲著火溫度在 825℃ 以上者記載為 825℃，並將在 775℃ 著火者記載為 775℃、在 800℃ 著火者記

載為 800℃。

(6) 灼熱絲燃燒性試驗

將如第 2 圖所示之具有薄壁部且形狀複雜之連接器狀成型品 8(約 2.5cm×約 3cm×約 3.5cm)予以成型。對於連接器狀成型品 8 按照 IEC60695-2-11 規格(2000 年版)進行試驗。令試驗時之絲線溫度為 750℃，將絲線垂直按壓在第 2 圖中之符號 x 之位置。將在試驗中未觀察到燃燒之情形當做合格、將觀察到燃燒之情形當做不合格。此外，將材料之流動性低且無法得到連接器狀成型品之情形當做無法進行試驗。

(7) 焊料耐熱性

依記載於(1)之方法測定聚醯胺樹脂組成物之熔點，將 250℃ 以上者當做○、將未達 250℃ 者當做 x。

在實施例、比較例中使用之樹脂係如下述所示。

[聚醯胺樹脂(A)]

PA66：聚醯胺 66

旭化成 Chemicals(股)製 Leona(註冊商標)「1300」，
熔點：265℃

PA66／6：聚醯胺 66／6

旭化成 Chemicals(股)製 Leona(註冊商標)「9200」，
熔點：245℃

PA6：聚醯胺 6

宇部興產(股)製 UBE NYLON(註冊商標)6「1013B」，
熔點：220℃

PA66/6I：聚醯胺 66/6I

在製造例 1 中製得之聚醯胺，熔點：240℃

[氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑(B)]

MC-1：氰尿酸三聚氰胺

Ciba Speciality Chemicals(股)製 MC50，中位徑(D50)：4 μ m

MC-2：氰尿酸三聚氰胺

三菱化學工業(股)製 MCA-C0，中位徑(D50)：190 μ m

[界面活性劑(C)]

PEM：聚氧伸乙基單月桂酸酯

花王(股)製 EMANON(註冊商標)1112

PEG：聚乙二醇

三洋化成工業(股)製 PEG400

EBS：伸乙基雙硬脂醯胺(ethylene bisstearamide)

花王(股)製 KAOWAX(註冊商標)EB-P

(製造例 1)聚醯胺 PA66/6I 之製造例

將己二酸與己二胺之等莫耳鹽 1.2kg、間苯二甲酸與己二胺之等莫耳鹽 0.3kg、己二酸 0.06kg 及純水 1.5kg 裝入 5L 之高壓釜中並充分攪拌。將高壓釜內以氮氣取代 5 次後，一面攪拌一面費時約 1 小時將溫度從室溫升溫至 220℃。此時，高壓釜之錶壓上升至 1.8MPa。直接緩緩去除水蒸氣並維持在 1.8MPa，同時持續加熱。並且在加熱 2 小時後，若內溫達 260℃即停止加熱，關閉高壓釜之排出閥，費時約 8 小時冷卻至室溫。冷卻後打開高壓釜，將約 2kg

之聚合物取出並粉碎。將所得之粉碎聚合物放入 10L 之蒸發器中，並在氮氣氣流下、 200°C 進行固相聚合 10 小時。經由固相聚合所得之聚醯胺係含有間苯二甲醯己二胺單元 18.8 莫耳%。

(實施例 1)

使用各自之失重式給料機(K-TRON 公司製 LWF-D5)3 台分別將(A)PA66 及 PA66/6 與(B)MC-1 供給至二軸擠壓機(東芝機械(股)製 TEM35、二軸同方向螺桿旋轉型， $L/D=47.6$ ($D=37\text{mm}\phi$))之第一供給口，並使用液體供給泵(富士泵公司製 3MC051)1 台將(C)PEM 供給至該第一供給口。此時，將給料機及泵之供給量調整成：相對於聚醯胺樹脂(A)與氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑(B)之合計 100 質量%，使 PA66 達 50 質量%、PA66/6 達 25 質量%、MC-1 達 25 質量%；並相對於 PA66、PA66/6 與 MC-1 之合計 100 質量份，使 PEM 之含量達 0.20 質量份。並且以缸體溫度 270°C 、擠壓速率 $20\text{Kg}/\text{小時}$ (停滯時間 3 分鐘)進行擠壓。從擠壓機尖端噴嘴以線狀排出聚合物，施行冷水浴、切割後，得到小球(pellet)。所得之小球於表面未觀察到龜裂而為狀態良好。以所得之聚醯胺樹脂組成物做為成型材料進行評估後之結果係如表 1 所示。

(實施例 2)

除了將給料機及泵之供給量調整成：相對於聚醯胺樹脂(A)與氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑(B)之合計 100 質量%，使 PA66 達 40 質量%、PA66/6 達 20 質量%、MC-1 達 40

質量% 以外，其餘與實施例 1 同樣進行而得到小球。所得之小球於表面可觀察到龜裂。以所得之聚醯胺樹脂組成物做為成型材料進行評估後之結果係如表 1 所示。

(實施例 3)

除了將給料機及泵之供給量調整成：相對於聚醯胺樹脂(A)與氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑(B)之合計 100 質量%，使 PA66 達 35 質量%、PA66/6 達 40 質量%、MC-1 達 25 質量% 以外，其餘與實施例 1 同樣進行而得到小球。所得之小球於表面未觀察到龜裂而為狀態良好。以所得之聚醯胺樹脂組成物做為成型材料進行評估後之結果係如表 1 所示。

(實施例 4)

除了將給料機及泵之供給量調整成：相對於聚醯胺樹脂(A)與氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑(B)之合計 100 質量%，使 PA66 達 30 質量%、PA66/6 達 35 質量%、MC-1 達 35 質量% 以外，其餘與實施例 1 同樣進行而得到小球。所得之小球於表面可觀察到龜裂。以所得之聚醯胺樹脂組成物做為成型材料進行評估後之結果係如表 1 所示。

(實施例 5)

除了將給料機及泵之供給量調整成：相對於聚醯胺樹脂(A)與氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑(B)之合計 100 質量%，使 PA66 達 25 質量%、PA66/6 達 35 質量%、MC-1 達 40 質量% 以外，其餘與實施例 1 同樣進行而得到小球。所得之小球於表面可觀察到龜裂。以所得之聚醯胺樹脂組成物

做為成型材料進行評估後之結果係如表 1 所示。

(比較例 1)

除了將給料機及泵之供給量調整成：相對於聚醯胺樹脂(A)與氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑(B)之合計 100 質量%，使 PA66 達 55 質量%、PA66/6 達 25 質量%、MC-1 達 20 質量% 以外，其餘與實施例 1 同樣進行而得到小球。所得之小球於表面未觀察到龜裂而為狀態良好。以所得之聚醯胺樹脂組成物做為成型材料進行評估後之結果係如表 1 所示。所得之聚醯胺樹脂組成物之阻燃性低，且灼熱絲著火溫度未達 800℃，並且灼熱絲燃燒性試驗也不合格，而無法達成本實施形態之目的。

(比較例 2)

除了將給料機及泵之供給量調整成：相對於聚醯胺樹脂(A)與氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑(B)之合計 100 質量%，使 PA66 達 35 質量%、PA66/6 達 45 質量%、MC-1 達 20 質量% 以外，其餘與實施例 1 同樣進行而得到小球。所得之小球於表面未觀察到龜裂而為狀態良好。以所得之聚醯胺樹脂組成物做為成型材料進行評估後之結果係如表 1 所示。所得之聚醯胺樹脂組成物之阻燃性低，且灼熱絲著火溫度未達 800℃，並且灼熱絲燃燒性試驗也不合格，而無法達成本實施形態之目的。

(比較例 3)

除了將給料機及泵之供給量調整成：相對於聚醯胺樹脂(A)與氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑(B)之合計 100 質量%，

使 PA66 達 20 質量%、PA66/6 達 35 質量%、MC-1 達 45 質量% 以外，其餘與實施例 1 同樣進行而得到小球。以所得之聚醯胺樹脂組成物做為成型材料進行評估後之結果係如表 1 所示。所得之聚醯胺樹脂組成物之阻燃性低，且灼熱絲燃燒性試驗不合格。此外，聚醯胺樹脂組成物之熔點低於 250℃，而焊料耐熱性不良。所得之聚醯胺樹脂組成物無法達成本實施形態之目的。

[表 1]

		實施例 1	實施例 2	實施例 3	實施例 4	實施例 5	比較例 1	比較例 2	比較例 3
聚醯胺樹脂(A)	種類 比例	PA66 50	PA66 40	PA66 35	PA66 30	PA66 25	PA66 55	PA66 35	PA66 20
	種類 比例	PA66/6 25	PA66/6 40	PA66/6 25	PA66/6 35	PA66/6 35	PA66/6 25	PA66/6 45	PA66/6 35
氰尿酸三聚氰 胺系阻燃劑(B)	種類 比例	MC-1 25	MC-1 40	MC-1 25	MC-1 35	MC-1 40	MC-1 20	MC-1 20	MC-1 45
界面活性劑(C)	種類 比例	PEM 0.20	PEM 0.20	PEM 0.20	PEM 0.20	PEM 0.20	PEM 0.20	PEM 0.20	PEM 0.20
平均分散粒徑(μm)		12.2	14.4	11.8	12.9	14	10.2	9.6	19.6
拉伸伸度(%)		3.2	2	3.3	2.3	2.1	4.2	4.1	1.8
灼熱絲著火溫度		800℃	800℃	800℃	800℃	800℃	750℃	775℃	800℃
灼熱絲燃燒性試驗		合格	合格	合格	合格	合格	不合格	不合格	不合格
焊料耐熱性		○	○	○	○	○	○	○	x

(實施例 6)

在將(A)PA66 5kg、及 PA66/6 2.5kg 投入錐形摻合機 (PLATEC 公司製 SKD25S) 中後，加入(C)在 23°C 為液體之 PEM (熔點 10 至 13°C) 0.02kg 並混合，使 PEM 散佈於聚醯胺小球表面。並且，再加入(B)MC-1 1kg 並混合，使粉末狀之 MC-1 散佈於聚醯胺小球表面後，得到摻合物。使用各自之失重式給料機(K-TRON 公司製 LWF-D5) 2 台分別將此摻合物、與 MC-1 1.5kg 供給至二軸擠壓機(東芝機械(股)製 TEM35、二軸同方向螺桿旋轉型， $L/D=47.6$ ($D=37\text{mm } \phi$)) 之第一供給口。此時，將給料機之供給量調整成：並相對於聚醯胺樹脂(A)與氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑(B)之合計 100 質量%，使 PA66 達 50 質量%、PA66/6 達 25 質量%、MC-1 達 25 質量%；並相對於 PA66、PA66/6 與 MC-1 之合計 100 質量份，使 PEM 之含量達 0.20 質量份。並且以缸體溫度 270°C、擠壓速率 30Kg/小時(停滯時間 2 分鐘)進行擠壓。從尖端噴嘴以線狀排出聚合物，施行冷水浴、切割後，得到小球。所得之小球於表面未觀察到龜裂而為狀態良好。以所得之聚醯胺樹脂組成物做為成型材料進行評估後之結果係如表 2 所示。

(實施例 7)

在將(A)PA66 4kg、及 PA66/6 2kg 投入錐形摻合機中後，加入(C)在 23°C 為液體之 PEM(熔點 10 至 13°C) 0.02kg 並混合，使 PEM 散佈於聚醯胺小球表面。並且，再加入(B)MC-1 1.5kg 並混合，使粉末狀之 MC-1 散佈於聚醯胺小

球表面後，得到摻合物。除了使用各自之失重式給料機 2 台分別供給此摻合物、與 MC-1 2.5kg，並將給料機之供給量調整成：相對於聚醯胺樹脂(A)與氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑(B)之合計 100 質量%，使 PA66 達 40 質量%、PA66/6 達 20 質量%、MC-1 達 40 質量% 以外，其餘與實施例 6 同樣進行而得到小球。所得之小球於表面未觀察到龜裂而為狀態良好。以所得之聚醯胺樹脂組成物做為成型材料進行評估後之結果係如表 2 所示。

(實施例 8)

在將(A)PA66 3.5kg、及 PA66/6 4kg 投入錐形摻合機中後，加入(C)在 23℃為液體之 PEM(熔點 10 至 13℃) 0.02kg 並混合，使 PEM 散佈於聚醯胺小球表面。並且，再加入(B)MC-1 1kg 並混合，使粉末狀之 MC-1 散佈於聚醯胺小球表面後，得到摻合物。除了使用各自之失重式給料機 2 台分別供給此摻合物、與 MC-1 1.5kg，並將給料機之供給量調整成：相對於聚醯胺樹脂(A)與氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑(B)之合計 100 質量%，使 PA66 達 35 質量%、PA66/6 達 40 質量%、MC-1 達 25 質量% 以外，其餘與實施例 6 同樣進行而得到小球。所得之小球於表面未觀察到龜裂而為狀態良好。以所得之聚醯胺樹脂組成物做為成型材料進行評估後之結果係如表 2 所示。

(實施例 9)

在將(A)PA66 2.5kg、及 PA66/6 3.5kg 投入錐形摻合機中後，加入(C)在 23℃為液體之 PEM(熔點 10 至 13℃)

0.02kg 並混合，使 PEM 散佈於聚醯胺小球表面。並且，再加入(B)MC-1 1.5kg 並混合，使粉末狀之 MC-1 散佈於聚醯胺小球表面後，得到摻合物。除了使用各自之失重式給料機 2 台分別供給此摻合物、與 MC-1 2.5kg，並將給料機之供給量調整成：相對於聚醯胺樹脂(A)與氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑(B)之合計 100 質量%，使 PA66 達 25 質量%、PA66/6 達 35 質量%、MC-1 達 40 質量% 以外，其餘與實施例 6 同樣進行而得到小球。所得之小球於表面未觀察到龜裂而為狀態良好。以所得之聚醯胺樹脂組成物做為成型材料進行評估後之結果係如表 2 所示。

(實施例 10)

在將(A)PA66 3kg、及 PA66/6 3.5kg 投入錐形摻合機中後，加入(C)在 23℃ 為液體之 PEM(熔點 10 至 13℃) 0.02kg 並混合，使 PEM 散佈於聚醯胺小球表面。並且，再加入(B)MC-1 1kg 並混合，使粉末狀之 MC-1 散佈於聚醯胺小球表面後，得到摻合物。除了使用各自之失重式給料機 2 台分別供給此摻合物、與 MC-1 2.5kg，並將給料機之供給量調整成：相對於聚醯胺樹脂(A)與氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑(B)之合計 100 質量%，使 PA66 達 30 質量%、PA66/6 達 35 質量%、MC-1 達 35 質量% 以外，其餘與實施例 6 同樣進行而得到小球。所得之小球於表面未觀察到龜裂而為狀態良好。以所得之聚醯胺樹脂組成物做為成型材料進行評估後之結果係如表 2 所示。

(實施例 11)

在將(A)PA66 4kg、及 PA66/6 2.5kg 投入錐形摻合機中後，加入(C)在 23℃ 為液體之 PEM(熔點 10 至 13℃) 0.02kg 並混合，使 PEM 散佈於聚醯胺小球表面。並且，再加入(B)MC-1 1kg 並混合，使粉末狀之 MC-1 散佈於聚醯胺小球表面後，得到摻合物。除了使用各自之失重式給料機 2 台分別供給此摻合物、與 MC-1 2.5kg，並將給料機之供給量調整成：相對於聚醯胺樹脂(A)與氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑(B)之合計 100 質量%，使 PA66 達 40 質量%、PA66/6 達 25 質量%、MC-1 達 35 質量% 以外，其餘與實施例 6 同樣進行而得到小球。所得之小球於表面未觀察到龜裂而為狀態良好。以所得之聚醯胺樹脂組成物做為成型材料進行評估後之結果係如表 2 所示。

(比較例 4)

在將(A)PA66 5.5kg、及 PA66/6 2.5kg 投入錐形摻合機中後，加入(C)在 23℃ 為液體之 PEM(熔點 10 至 13℃) 0.02kg 並混合，使 PEM 散佈於聚醯胺小球表面。並且，再加入(B)MC-1 1kg 並混合，使粉末狀之 MC-1 散佈於聚醯胺小球表面後，得到摻合物。除了使用各自之失重式給料機 2 台分別供給此摻合物、與 MC-1 1kg，並將給料機之供給量調整成相對於聚醯胺樹脂(A)與氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑(B)之合計 100 質量%，使 PA66 達 55 質量%、PA66/6 達 25 質量%、MC-1 達 20 質量% 以外，其餘與實施例 6 同樣進行而得到小球。所得之小球於表面未觀察到龜裂而為狀態良好。以所得之聚醯胺樹脂組成物做為成型材料進行

評估後之結果係如表 2 所示。所得之聚醯胺樹脂組成物之阻燃性低，且灼熱絲著火溫度未達 800℃，並且灼熱絲燃燒性試驗也不合格，而無法達成本實施形態之目的。

(比較例 5)

在將(A)PA66 3.5kg、及 PA66/6 4.5kg 投入錐形摻合機中後，加入(C)在 23℃為液體之 PEM(熔點 10 至 13℃) 0.02kg 並混合，使 PEM 散佈於聚醯胺小球表面。並且，再加入(B)MC-1 1kg 並混合，使粉末狀之 MC-1 散佈於聚醯胺小球表面後，得到摻合物。除了使用各自之失重式給料機 2 台分別供給此摻合物、與 MC-1 1kg，並將給料機之供給量調整成：相對於聚醯胺樹脂(A)與氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑(B)之合計 100 質量%，使 PA66 達 35 質量%、PA66/6 達 45 質量%、MC-1 達 20 質量% 以外，其餘與實施例 6 同樣進行而得到小球。所得之小球於表面未觀察到龜裂而為狀態良好。以所得之聚醯胺樹脂組成物做為成型材料進行評估後之結果係如表 2 所示。所得之聚醯胺樹脂組成物之阻燃性低，且灼熱絲著火溫度未達 800℃，並且灼熱絲燃燒性試驗也不合格，而無法達成本實施形態之目的。

(比較例 6)

在將(A)PA66 2.0kg、及 PA66/6 3.5kg 投入錐形摻合機中後，加入(C)在 23℃為液體之 PEM(熔點 10 至 13℃) 0.02kg 並混合，使 PEM 散佈於聚醯胺小球表面。並且，再加入(B)MC-1 1.5kg 並混合，使粉末狀之 MC-1 散佈於聚醯胺小球表面後，得到摻合物。除了使用各自之失重式給料

機 2 台分別供給此摻合物、與 MC-1 3kg，並將給料機之供給量調整成：相對於聚醯胺樹脂(A)與氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑(B)之合計 100 質量%，使 PA66 達 20 質量%、PA66/6 達 35 質量%、MC-1 達 45 質量% 以外，其餘與實施例 6 同樣進行而得到小球。所得之小球於表面可觀察到龜裂。以所得之聚醯胺樹脂組成物做為成型材料進行評估後之結果係如表 2 所示。所得之聚醯胺樹脂組成物之阻燃性低，且灼熱絲燃燒性試驗不合格。此外，聚醯胺樹脂組成物之熔點在 250℃ 以下，而焊料耐熱性不良。所得之聚醯胺樹脂組成物無法達成本實施形態之目的。

[表 2]

		實施例 6	實施例 7	實施例 8	實施例 9	實施例 10	實施例 11	比較例 4	比較例 5	比較例 6
聚醯胺樹脂(A)	種類 比例	PA66 50	PA66 40	PA66 35	PA66 25	PA66 30	PA66 40	PA66 55	PA66 35	PA66 20
	種類 比例	PA66/6 25	PA66/6 20	PA66/6 40	PA66/6 35	PA66/6 35	PA66/6 25	PA66/6 25	PA66/6 45	PA66/6 35
氧尿酸三聚氰 胺系阻燃劑(B)	種類 比例	MC-1 25	MC-1 40	MC-1 25	MC-1 40	MC-1 35	MC-1 35	MC-1 20	MC-1 20	MC-1 45
	種類 比例	PEM 0.20	PEM 0.20	PEM 0.20	PEM 0.20	PEM 0.20	PEM 0.20	PEM 0.20	PEM 0.20	PEM 0.20
平均分散粒徑(μm)		11.3	13.8	10.8	13.2	12	12.6	10.5	9	19.4
拉伸伸度(%)		3.4	2.2	3.6	2.4	2.6	2.5	4.1	4.3	2.1
灼熱絲著火溫度		825°C	825°C	825°C	825°C	825°C	825°C	775°C	775°C	775°C
灼熱絲燃燒性試驗		合格	合格	合格	合格	合格	合格	不合格	不合格	不合格
焊料耐熱性		○	○	○	○	○	○	○	○	x

(實施例 12)

除了使用 PA6 取代(A)PA66/6 以外，其餘與實施例 10 同樣進行而得到小球。所得之小球於表面未觀察到龜裂而為狀態良好。以所得之聚醯胺樹脂組成物做為成型材料進行評估後之結果係如表 3 所示。

(實施例 13)

除了使用 PA66/6I 取代(A)PA66/6 以外，其餘與實施例 10 同樣進行而得到小球。所得之小球於表面未觀察到龜裂而為狀態良好。以所得之聚醯胺樹脂組成物做為成型材料進行評估後之結果係如表 3 所示。

(實施例 14)

在將(A)PA66 5kg 投入錐形摻合機中後，加入(C)在 23℃為液體之 PEM(熔點 10 至 13℃)0.02kg 並混合，使 PEM 散佈於聚醯胺小球表面。並且，再加入(B)MC-1 1kg 並混合，使粉末狀之 MC-1 散佈於聚醯胺小球表面後，得到摻合物。使用各自之失重式給料機(K-TRON 公司製 LWF-D5)2 台分別將此摻合物、與 MC-1 2.5kg 供給至二軸擠壓機(東芝機械(股)製 TEM35、二軸同方向螺桿旋轉型， $L/D=47.6$ ($D=37\text{mm}\phi$))之第一供給口。此時，以相對於聚醯胺樹脂(A)與氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑(B)之合計 100 質量% 使 PA66 達 65 質量%、MC-1 達 35 質量%，且相對於 PA66 與 MC-1 之合計 100 質量份使 PEM 之含量達 0.20 質量份的方式進行供給，同時以缸體溫度 270℃、擠壓速率 30Kg/小時(停滯時間 2 分鐘)進行擠壓。從尖端噴嘴以線狀排出聚合物，施

行冷水浴、切割後，得到小球。所得之小球於表面可觀察到龜裂。以所得之聚醯胺樹脂組成物做為成型材料進行評估後之結果係如表 3 所示。

(比較例 7)

除了使用 PA66/6 取代(A)PA66 以外，其餘與實施例 14 同樣進行而得到小球。所得之小球於表面上觀察到龜裂而為狀態良好。以所得之聚醯胺樹脂組成物做為成型材料進行評估後之結果係如表 3 所示。所得之聚醯胺樹脂組成物之熔點在 250℃ 以下，而焊料耐熱性不良。所得之聚醯胺樹脂組成物無法達成本實施形態之目的。

(比較例 8)

除了不添加(C)PEM 以外，其餘與實施例 10 同樣進行而得到小球。所得之小球於表面可觀察到龜裂。以所得之聚醯胺樹脂組成物做為成型材料進行評估後之結果係如表 3 所示。所得之聚醯胺樹脂組成物之阻燃性低，且灼熱絲著火溫度未達 800℃，並且灼熱絲燃燒性試驗也不合格，而無法達成本實施形態之目的。

(比較例 9)

在將(A)PA66 3kg、及 PA66/6 3.5kg 投入錐形摻合機中後，加入(C)在 23℃ 為液體之 PEM(熔點 10 至 13℃) 0.02kg 並混合，使 PEM 散佈於聚醯胺小球表面。並且，再加入(B)MC-1 1kg 並混合，使粉末狀之 MC-1 散佈於聚醯胺小球表面後，得到摻合物。除了使用各自之失重式給料機 2 台分別供給此摻合物、與 MC-1 2.5kg，並將給料機之供

給量調整成使 PEM 達 1.5 質量份以外，其餘與實施例 10 同樣進行而得到小球。所得之小球於表面未觀察到龜裂而為狀態良好。以所得之聚醯胺樹脂組成物做為成型材料進行評估後之結果係如表 3 所示。所得之聚醯胺樹脂組成物之阻燃性低，且灼熱絲燃燒性試驗不合格，而無法達成本實施形態之目的。

(比較例 10)

除了使用 PEG 取代(C)PEM 以外，其餘與實施例 10 同樣進行而得到小球。所得之小球於表面可觀察到龜裂。以所得之聚醯胺樹脂組成物做為成型材料進行評估後之結果係如表 3 所示。所得之聚醯胺樹脂組成物之阻燃性低，且灼熱絲著火溫度未達 800℃，並且灼熱絲燃燒性試驗也不合格，而無法達成本實施形態之目的。

(比較例 11)

除了使用 EBS 取代(C)PEM 以外，其餘與實施例 10 同樣進行而得到小球。所得之小球於表面可觀察到龜裂。以所得之聚醯胺樹脂組成物做為成型材料進行評估後之結果係如表 3 所示。所得之聚醯胺樹脂組成物之阻燃性低，且灼熱絲燃燒性試驗不合格，而無法達成本實施形態之目的。

(比較例 12)

除了使用 MC-2 取代(B)MC-1 以外，其餘與實施例 10 同樣進行而得到小球。所得之小球於表面可觀察到龜裂。以所得之聚醯胺樹脂組成物做為成型材料進行評估後之結果係如表 3 所示。所得之聚醯胺樹脂組成物之阻燃性低，

且灼熱絲著火溫度未達 800°C ，並且灼熱絲燃燒性試驗也不合格，而無法達成本實施形態之目的。

[表 3]

		實施例 12	實施例 13	實施例 14	比較例 7	比較例 8	比較例 9	比較例 10	比較例 11	比較例 12
聚醯胺樹脂(A)	種類 比例	PA66 50	PA66 50	PA66 65		PA66 30	PA66 30	PA66 30	PA66 30	PA66 30
	種類 比例	PA6 25	PA66/6 25		PA66/6 65	PA66/6 35	PA66/6 35	PA66/6 35	PA66/6 35	PA66/6 35
羧尿酸三聚胺系阻燃劑(B)	種類 比例	MC-1 25	MC-1 25	MC-1 35	MC-1 35	MC-1 35	MC-1 35	MC-1 35	MC-1 35	MC-1 35
	種類 比例	PEM 0.20	PEM 0.20	PEM 0.20	PEM 0.20	無	PEM 1.50	PEM 0.20	PEM 0.20	PEM 0.20
平均分散粒徑(μm)		11.4	11.6	12.4	10.2	24.5	10.8	21.5	12.7	46.2
拉伸伸度(%)		3.3	3.1	2.6	3.3	1.7	3.2	1.8	2.4	1.4
灼熱絲著火溫度		825℃	825℃	800℃	800℃	775℃	800℃	775℃	800℃	750℃
灼熱絲燃燒性試驗		合格	合格	合格	合格	不合格	不合格	不合格	不合格	不合格
焊料耐熱性		○	○	○	×	○	○	○	○	○

由表 1 至表 3 之結果得知，實施例 1 至 14 之聚醯胺樹脂組成物係任一者皆為阻燃性優良者。

另一方面，氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑(B)之含量未達 25 質量% 之比較例 1、2、4 及 5 係灼熱絲著火溫度未達 800℃，並且灼熱絲燃燒性試驗也不合格，為阻燃性低者。

氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑(B)之含量超過 40 質量% 之比較例 3 及 6 係焊料耐熱性不良，並且灼熱絲燃燒性試驗也不合格，為阻燃性低者。

此外，不含聚醯胺樹脂(A1)之比較例 7 係焊料耐熱性不良，為阻燃性低者。

並且，不含做為界面活性劑(C)之聚伸烷基多元醇脂肪酸酯之比較例 8、10 及 11 係灼熱絲燃燒性試驗不合格，為阻燃性低者。

並且，含有超過 1.0 質量份之界面活性劑(C)之比較例 9 係灼熱絲燃燒性試驗不合格，為阻燃性低者。

此外，氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑(B)之平均分散粒徑超過 20 μm 之比較例 12 係灼熱絲著火溫度未達 800℃，並且灼熱絲燃燒性試驗也不合格，為阻燃性低者。

(產業上之利用可能性)

本發明之聚醯胺樹脂組成物係由於具有高阻燃性，故做為各種機械工業零件和電子零件(特別是連接器等產業用材料)為有用。

【圖式簡單說明】

第 1 圖係表示使用於本實施形態中之製造裝置之一例

之二軸擠壓機 1 之示意圖。

第 2 圖係表示在本實施形態中使用於阻燃性試驗之連接器狀成型品 8。第 2 圖 A 係從連接器狀成型品 8 之上方俯視之平面圖。第 2 圖 B 係從連接器狀成型品 8 之較短面之正面圖。第 2 圖 C 係從連接器狀成型品 8 之較長面之側面圖。其上部係具有 9 個被壁 11 隔開而成之開口部 12 的煙囪部 9，下部係周圍被框 13 所圍成之空洞部 10。

【主要元件符號說明】

1	二軸擠壓機	2	第一供給口
3	第二供給口	4	真空通風口
5	螺桿	6	螺桿有效長度
7	樹脂之流動方向	8	連接器狀成型品
9	煙囪部	10	空洞部
11	壁	12	開口部
13	框		

公告本

第 097120890 號專利申請案
102 年 3 月 26 日修正替換頁

十、申請專利範圍：

1. 一種聚醯胺樹脂組成物，其係含有聚醯胺樹脂(A)、氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑(B)、與界面活性劑(C)之聚醯胺樹脂組成物，其中，該聚醯胺樹脂組成物含有：

含有至少一種以上熔點為 255 至 270℃ 之聚醯胺樹脂(A1)與熔點為 180 至 250℃ 之聚醯胺樹脂(A2)之前述聚醯胺樹脂(A)60 至 75 質量%、與前述氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑(B)25 至 40 質量%之合計 100 質量份；以及

含有至少 1 種以上聚伸烷基多元醇之脂肪酸酯之前述界面活性劑(C)0.1 至 1.0 質量份；

前述聚醯胺樹脂(A)係由前述聚醯胺樹脂(A1)40 至 80 質量%與前述聚醯胺樹脂(A2)20 至 60 質量%所組成者，

前述聚醯胺樹脂(A1)係聚醯胺 66，

前述聚醯胺樹脂(A2)係從聚醯胺 6、以及由聚醯胺 6、聚醯胺 610、聚醯胺 612 或聚醯胺 6I 之單體單元 1 種以上與聚醯胺 66 之單體單元所組成之聚醯胺共聚物中選出之 1 種以上之聚醯胺；

並且，分散於前述聚醯胺樹脂組成物中之前述氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑(B)之平均分散粒徑為 1 至 20 μm 。

2. 如申請專利範圍第 1 項之聚醯胺樹脂組成物，其中，前述氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑(B)之平均分散粒徑係 5 至 15 μm 。

3. 如申請專利範圍第 1 項或第 2 項之聚醯胺樹脂組成物，其中，前述氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑(B)係氰尿酸三聚氰胺。
4. 如申請專利範圍第 1 項或第 2 項之聚醯胺樹脂組成物，其中，前述界面活性劑(C)係從由聚氧伸乙基單月桂酸酯、聚氧伸乙基單硬脂酸酯、聚氧伸乙基二硬脂酸酯、聚氧伸乙基單油酸酯、聚氧伸乙基山梨醇酐單月桂酸酯、聚氧伸乙基山梨醇酐單硬脂酸酯、聚氧伸乙基山梨醇酐三硬脂酸酯、聚氧伸乙基山梨醇酐單油酸酯、及聚氧伸乙基山梨醇酐三油酸酯所成群組中選出之至少 1 種。
5. 一種聚醯胺樹脂組成物之製造方法，該聚醯胺樹脂組成物係含有聚醯胺樹脂(A)、氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑(B)、與界面活性劑(C)

其中，該製造方法包括：使用至少 1 台原料供給裝置將所有成分從二軸擠壓機之第一供給口投入並進行熔融混練之步驟；並且，前述聚醯胺樹脂組成物含有：

含有至少一種以上熔點為 255 至 270℃ 之聚醯胺樹脂(A1)與熔點為 180 至 250℃ 之聚醯胺樹脂(A2)之前述聚醯胺樹脂(A)60 至 75 質量%、與前述氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑(B)25 至 40 質量% 之合計 100 質量份；以及

含有至少 1 種以上聚伸烷基多元醇之脂肪酸酯之前述界面活性劑(C)0.1 至 1.0 質量份；

前述聚醯胺樹脂(A)係由前述聚醯胺樹脂(A1)40至80質量%與前述聚醯胺樹脂(A2)20至60質量%所組成者，

前述聚醯胺樹脂(A1)係聚醯胺 66，

前述聚醯胺樹脂(A2)係從聚醯胺 6、以及由聚醯胺 6、聚醯胺 610、聚醯胺 612 或聚醯胺 6I 之單體單元 1 種以上與聚醯胺 66 之單體單元所組成之聚醯胺共聚物中選出之 1 種以上之聚醯胺；

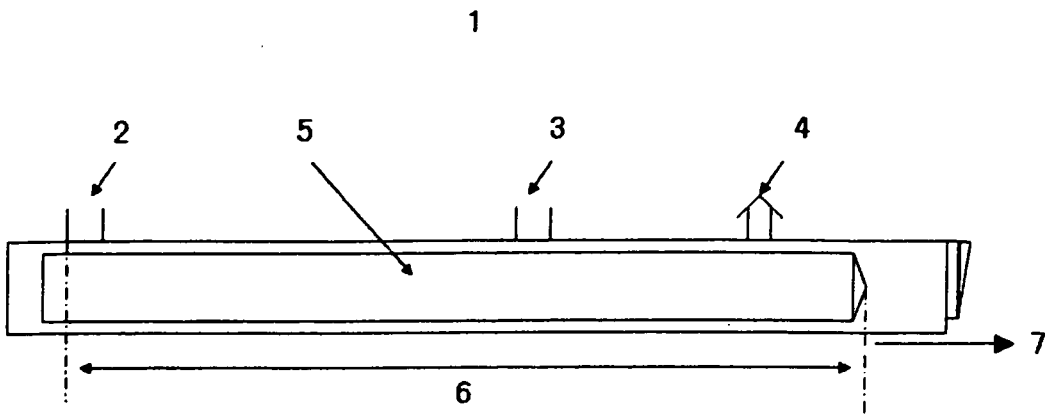
而且，分散於前述聚醯胺樹脂組成物中之前述氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑(B)之平均分散粒徑為 1 至 20 μm 。

6. 如申請專利範圍第 5 項之聚醯胺樹脂組成物之製造方法，其中，前述投入係包括：使用至少 1 台原料供給裝置將由前述聚醯胺樹脂(A)之全量、前述界面活性劑(C)之全量、與前述氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑(B)之 10 至 50 質量% 所組成之摻合物從二軸擠壓機之第一供給口投入；以及使用與前述原料供給裝置不同之另外之至少 1 台原料供給裝置將前述氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑(B)之 50 至 90 質量% 從前述二軸擠壓機之第一供給口投入。
7. 如申請專利範圍第 5 項或第 6 項之聚醯胺樹脂組成物之製造方法，其中，前述氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑(B)之中位徑係 1 至 25 μm 。
8. 如申請專利範圍第 5 項或第 6 項之聚醯胺樹脂組成物之製造方法，其中，前述聚醯胺樹脂(A)係由熔點為 255

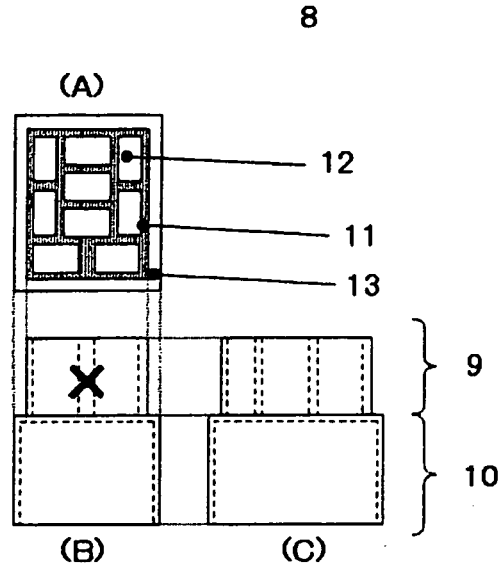
至 270℃ 之聚醯胺樹脂(A1)40 至 70 質量%、與熔點為 180 至 250℃ 之聚醯胺樹脂(A2)30 至 60 質量% 所組成者。

9. 如申請專利範圍第 5 項或第 6 項之聚醯胺樹脂組成物之製造方法，其中，前述聚醯胺樹脂(A1)係聚醯胺 66，前述聚醯胺樹脂(A2)係從聚醯胺 6、以及由聚醯胺 6、聚醯胺 610、聚醯胺 612 或聚醯胺 6I 之單體單元 1 種以上與聚醯胺 66 之單體單元所組成之聚醯胺共聚物中選出之 1 種以上之聚醯胺。
10. 如申請專利範圍第 5 項或第 6 項之聚醯胺樹脂組成物之製造方法，其中，前述氰尿酸三聚氰胺系阻燃劑(B)係氰尿酸三聚氰胺。
11. 如申請專利範圍第 5 項或第 6 項之聚醯胺樹脂組成物之製造方法，其中，前述界面活性劑(C)係從由聚氧伸乙基單月桂酸酯、聚氧伸乙基單硬脂酸酯、聚氧伸乙基二硬脂酸酯、聚氧伸乙基單油酸酯、聚氧伸乙基山梨醇酐單月桂酸酯、聚氧伸乙基山梨醇酐單硬脂酸酯、聚氧伸乙基山梨醇酐三硬脂酸酯、聚氧伸乙基山梨醇酐單油酸酯、及聚氧伸乙基山梨醇酐三油酸酯所成群組中選出之至少 1 種。

公告本



第 1 圖



第 2 圖