

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号
特許第3620852号
(P3620852)

(45) 発行日 平成17年2月16日(2005. 2. 16)

(24) 登録日 平成16年11月26日(2004. 11. 26)

(51) Int. Cl. ⁷	F I
C O 8 G 73/06	C O 8 G 73/06
C O 7 D 251/70	C O 7 D 251/70 Z
C O 8 K 5/16	C O 8 K 5/16
C O 8 L 79/04	C O 8 L 79/04 Z
C O 9 K 21/14	C O 9 K 21/14

請求項の数 1 (全 8 頁)

(21) 出願番号 特願平8-518621	(73) 特許権者 チバ スペシャルティ ケミカルズ ホールディング インク. スイス国, 4 0 5 7 パーセル, クリベックシュトラーセ 1 4 1
(86) (22) 出願日 平成7年11月23日(1995. 11. 23)	
(65) 公表番号 特表平10-511409	
(43) 公表日 平成10年11月4日(1998. 11. 4)	
(86) 国際出願番号 PCT/NL1995/000402	
(87) 国際公開番号 W01996/016948	(74) 代理人 弁理士 松井 光夫
(87) 国際公開日 平成8年6月6日(1996. 6. 6)	
審査請求日 平成14年10月30日(2002. 10. 30)	(72) 発明者 デ ケイーツァー, アウグスティヌス, オイゲネ, ヘンク オランダ国, 6 1 3 3 ビービー シッター ード, プロエクストラート 3 8
(31) 優先権主張番号 9401088	
(32) 優先日 平成6年12月1日(1994. 12. 1)	
(33) 優先権主張国 ベルギー (BE)	

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 メラミンの縮合生成物の製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

少なくとも1のメラミン縮合生成物を製造する方法であって、(i) 少なくとも1の有機酸、(ii) 少なくとも1の、前記有機酸のアンモニアまたはメラミンの塩、または(iii) 上記(i)と(ii)との混合物の存在下で、アンモニアが発生したときにそれが反応場所から除去されるのに十分な反応条件下で、メラミンまたはメラミンの塩を含む出発物質を加熱する段階を含む方法。

【発明の詳細な説明】

発明の背景

1. 発明の分野

本発明は、メラミン縮合生成物の製造方法に関し、特にハロゲンを含まず、難燃性を与えるメラミン縮合生成物の製造方法に関する。

2. 関連技術の記載

メラミンは、ある反応条件下で加熱されるとメラミン縮合生成物を形成する。反応においてアンモニアが放出される。同様に、メラミンの塩は、加熱されると縮合生成物を形成する。メラミン縮合生成物は、メレム (melem)、メロン (melone) およびメラム (melam) ならびにそれらの塩を含む。一般に、メラム (C₆H₉N₁₁) は、メラミンおよび／またはメラミン塩を315℃より下で加熱すると形成し、メラミン合成の副生物である。本発明の目的のために、メラミン縮合生成物は、メラミンまたはメラミン塩の、アンモニアを放出しての自己縮合から得られる生成物を包含する。この故に、例えばメラミン縮合生成物は、

メラミンと例えばホルムアルデヒドとの縮合反応（アミノ樹脂を生ずる）の生成物ではない。

縮合を経てのメラムの製造に関する詳細な方法は、例えばV.A.ガル'ペリン（Gal'perin）らの、Zhurnal Organicheskoi Khimii、第7巻、第11号、第2431～2432頁（1971年11月）およびガフリロバ（Gavrilova）らのZhurnal Organicheskoi Khimii、第13巻、第3号、第669～670頁（1977年3月）に記載されている。実験室規模の実験においては、メラミンは ZnCl_2 縮合剤を用いて、 290°C ～ 320°C の温度で、メラムの塩に転化された。詳細には、3.3gのメラミンを1.7gの無水塩化亜鉛と混合し、オープンチューブ中で 290°C の温度で1時間加熱した。オープンチューブは、いわゆる静止系である。生成物を沸騰メタノールで洗浄して残留塩化亜鉛を除去した。次いでそれを希塩酸で洗浄して残留メラミンを除去した。かくして得られたメラムの亜鉛塩は、メラム87.2重量%および亜鉛11.8重量%を含んでいた。メラム亜鉛塩からメラムを製造するためのさらなる処理においては、メラム亜鉛塩を、水酸化ナトリウムの1%溶液中で5～7分間沸騰させた。次に、この溶液を濾過して冷却した。沈殿を熱水で洗浄し、 170°C の温度で2時間乾燥した。生成物の収量は、2.7gであった。

この追加の処理後のメラム生成物中の亜鉛および塩素のパーセンテージは、この参考文献には報告されていなかった。しかしながら、後者の研究において、この反応のメラム生成物は、亜鉛3.5重量%および塩素1.6重量%の残留含量を有していることがわかった。言い換えれば、有意の量の塩化亜鉛が、それを除く試みの後でさえ、メラム中に残っている。亜鉛および塩素不純物の存在は、重要な欠点である。両イオンは洗い落としにくい。さらに、生成物から亜鉛および塩素を洗い落とすことは、メラムの高い加水分解度をもたらし得る。

あるいは、メラミンはまた、実験室規模（例えばミリグラムまたはグラム規模）で、縮合剤としての無機酸の存在中で、メラムのような縮合生成物に転化され得る。無機酸としては、 HCl 、 HBr 、硫酸、リン酸およびそれらの混合物を包含する。これらの酸のアンモニアまたはメラミンの塩がまた使用され得る。しかしながら、これらの代替小規模合成には欠点がある。これらはとりわけ、高い反応温度を必要とすること、低い収率、高いメラミン昇華度、副生物の形成および最終生成物中のハロゲン残留物を含む。これらの欠点は、これらの代替法を、大量生産規模（例えばキログラムまたはトンの規模）のメラミンの縮合生成物の製造には適さないものにする。

発明の要約および目的

本発明の目的は、生成物から残留物を除去することの、以前は困難であった実施の必要を減らすまたは除く、メラミン縮合生成物の製造方法を提供することである。

本発明の他の目的は、大規模または大量生産の規模で、メラミン縮合生成物を製造することができる方法を提供することである。

本発明のさらなる目的は、ハロゲン不在中で、メラミン縮合生成物を製造する効率のよい方法を提供することである。

これらのおよび他の目的は、少なくとも1のメラミン縮合生成物を製造する方法であって、(i) 少なくとも1の有機酸、(ii) 少なくとも1の、前記有機酸のアンモニアまたはメラミンの塩、または(iii) 上記(i)と(ii)との混合物の存在下で、アンモニアが発生したときにそれが反応場所から除去されるのに十分な反応条件下で、メラミンまたはメラミンの塩を含む出発物質を加熱する段階を含む方法によって満足される。

本発明のさらなる目的は、難燃性および熱安定性を有する成形可能なポリマー組成物を提供することである。

これらのおよび他の目的は、1) 上記方法によって製造されたメラミン縮合生成物および2) 成形可能なポリマーを含むポリマー組成物によって、本発明に従い満足される。

本発明の方法の利点は、残留する縮合剤を除去する困難な段階に対する必要性を減らすまたは除くことを含む。さらに、本発明に従い得られるメラミン縮合生成物は、多くの適用のために必要な難燃性のレベルを与える。

1重量%未満、さらに特に0.5重量%未満の残留縮合剤含量を有する、メラムのようなメ

10

20

30

40

50

ラミン縮合生成物は、ポリマー組成物において防炎加工剤（flame proofing agent）として使用するのに非常に適していることが、さらにわかった。メラミン縮合生成物は、他の防炎加工剤、例えばハロゲン化合物およびメラミンに比べて、高い熱安定性を有する。メラムおよびより高次のメラミン縮合生成物、例えばメレム、メロンおよびメトン（methon e）は、350℃より下の温度で、大量に昇華および分解することはない。その結果、本発明のポリマー組成物は、慣用の防炎加工剤を組み込んだ組成物に比べて、よりよい熱安定性を示す。さらなる利点は、メラムを調合したポリマー組成物の射出成形中に、金型沈積物が形成される傾向がないことである。

発明の詳細な記載

本発明のメラミン縮合生成物は、メラミンまたはメラミン塩を含む出発物質の自己縮合の結果であり、アンモニアの放出をもたらす。具体的なメラミン縮合生成物としては、メラム、メレムおよびメロンを包含する。好ましくは、メラミン縮合生成物は主としてメラムを含む。

10

メラミン塩の例としては、リン酸、硫酸、硝酸、脂肪酸およびギ酸から製造される塩を包含する。

本発明の加熱の段階は、メラミン縮合生成物の形成を成し遂げる温度およびアンモニアが発生したときにそれが反応場所から除去されるのに十分な反応条件で行われる。例えば加熱段階は、約250～約350℃の温度で行われ得る。しかし、好ましくは、加熱段階は、約280～約320℃の温度で行われる。

本発明において、縮合剤として有機酸が使用される。本発明の有機酸は、種々の有機酸から選択され得る。一般に、有機酸は、その構造中に、例えばカルボキシル基、スルホン基またはリン酸基を含み得る。他の酸基が可能である。スルホン酸が好ましい有機酸である。最も好ましくは、パラートルエンスルホン酸が使用される。

20

有機酸の混合物を使用することができる。さらに、有機酸のアンモニアまたはメラミンの塩が使用され得る。有機酸およびそのアンモニアまたはメラミンの塩の混合物が使用され得る。好ましくは有機酸が使用される。

一般に、有機酸または有機酸の塩の量は、メラミンまたはメラミン塩の量に対して、例えば約0.05～約5.0モルであることができる。好ましくは、有機酸または有機酸の塩の量は、メラミンまたはメラミン塩の量に対して、約0.1～約3.0モルである。

加熱段階は好ましくは、反応混合物に少なくともいくつか振動を与えながら行われる。例えば、反応混合物を攪拌することができる。好ましくは反応は、実質的に水平に据えられた攪拌された反応器中で行われる。縮合の結果、アンモニア、 NH_3 が形成される。アンモニアは、不活性ガス例えば窒素を用いて、反応器から追放され得る。反応の長さは1～6時間、好ましくは3～5時間である。

30

好ましくは、メラム塩が優勢なメラミン縮合生成物である。メラム塩は、塩基で中和されてメラムを与えることができる。塩基は、例えばアンモニア、水酸化ナトリウム、重炭酸ナトリウムおよびそれらの溶液で有り得る。アンモニア溶液が好ましい。反応条件によって、メラムの他に、他のメラミン縮合生成物例えばメレム、メロンおよびメトンがまた形成され得る。メラミン縮合生成物の量は、HPLC（高圧液体クロマトグラフィー）によって決定される。メラミン縮合は好ましくは、実質的に水平に据えられた攪拌された反応器中で、約250～約350℃の温度で行われ得る。驚くべきことに、実質的に水平に据えられた攪拌された反応器中で、約250～約350℃の温度では、種々の物質が、縮合反応を助けるために、縮合剤として使用できることが分かった。これらは、例えば金属塩を包含する。金属塩はルイス酸を包含する。酸例えば無機酸例えばハロゲン化水素酸、硫酸およびリン酸がまた使用できる。これらの酸のアンモニウムまたはメラミン塩がまた使用できる。高沸点の有機酸例えば脂肪酸またはスルホン酸がまた使用され得る。高沸点の有機酸の例としては、ステアリン酸、パルミチン酸および／またはオレイン酸である。

40

本発明方法によって製造されたメラミン縮合生成物は、ポリマーと混合されて防炎組成物を与えることができる。残留縮合剤含量1重量%未満、特に0.5重量%未満を有する上記メラミン縮合生成物は、ポリマー組成物において防炎加工剤として使用するのに非常に

50

適していることがわかった。防災加工されたポリマー組成物は、1以上のポリマーを上記メラミン縮合生成物と、例えば押出機中で、高められた温度例えば約150～約450℃の温度で混合することにより、製造することができる。混合物は、顆粒（または他の所望の物理的形状、例えばペレット、粉末、フレーク等）に変えられる。

本発明方法によって製造されたメラミン縮合生成物および成形可能なポリマーの相対的な量は、最終組成物が難燃性および成形性を備えるように選択される。メラミン縮合生成物の量は、例えば約5～約35重量%、より特には約10～約25重量%であり得る。

その形が何であっても、物質が難燃性を有していれば、組成物の最終的な物理的形状は重要であるとは現在は考えられていない。組成物中で比較的均一である、ポリマー組成物の微粉粒子が好ましい。最終的な物理的形状への変換は、当業者に公知の種々のやり方で行うことができる。

10

本発明方法によって製造されたメラミン縮合生成物によって防災加工され得るポリマーは、好ましくは成形可能なポリマーである。好ましくは、ポリマーは射出成形されることができ、熱可塑性ポリマーである。しかしながら、幾つかの場合、熱硬化性ポリマーがまた使用できる。種々のポリマーおよびポリマーの混合物が使用できる。例としては、以下のポリマーの1以上を包含する：

(1) モノーまたはジオレフィンのポリマー、例えばポリプロピレン (PP)、ポリイソブチレン、ポリ-1-ブテン、ポリメチル-1-ペンテン、ポリイソプレン、ポリブタジエン、ポリエチレン（任意的に架橋されている）例えば高密度ポリエチレン (HDPE)、低密度ポリエチレン (LDPE) または線状低密度ポリエチレン (LLDPE)、またはこれらの混

20

合物；
(2) モノーまたはジオレフィンの（任意的に他のビニルモノマーを含む）コポリマー、例えばエチレン-プロピレンコポリマー、線状低密度ポリエチレンおよびこれらと低密度ポリエチレンとの混合物ならびに、エチレンとプロピレンおよびジエン例えばヘキサジエン、ジクロロペンタジエンまたはエチリデン ノルボルネン (EPT) とのターポリマー；さらにそのようなコポリマーと(1)に記載したポリマーとの混合物、例えばポリプロピレン/エチレン-プロピレン コポリマー；

(3) ポリスチレン、ポリ(p-メチルスチレン)、ポリ(α-メチルスチレン)および、スチレンまたはα-メチルスチレンとジエンまたはアクリル誘導体とのコポリマー例えばスチレン ブタジエン、スチレン アクリロニトリル、スチレン アルキルメタクリレート、スチレン ブタジエン アルキルアクリレート、スチレン-無水マレイン酸、スチレン-アクリロニトリル-メチルアクリレート、ならびにスチレンのブロックコポリマー、例えばスチレン-ブタジエン-スチレン、スチレン-イソプレン-スチレン、スチレン-エチレン/ブチレン-スチレンまたはスチレン-エチレン/プロピレン-スチレン；

30

(4) スチレンまたはα-メチルスチレンの、ポリブタジエン、ポリブタジエン-スチレンまたはポリブタジエン-アクリロニトリルコポリマーへのグラフトコポリマー；スチレンおよびアクリロニトリル（またはメタクリロニトリル）の、ポリブタジエンへのグラフトコポリマー (ABS)；スチレン、アクリロニトリルおよびメチルメタクリレートのポリブタジエンへのグラフトコポリマー (MBS)；スチレンおよび無水マレイン酸のポリブタジエンへのグラフトコポリマー；スチレン、アクリロニトリルおよび無水マレイン酸またはマレイン酸イミドのポリブタジエンへのグラフトコポリマー；スチレンおよびマレイン酸イミドのポリブタジエンへのグラフトコポリマー；スチレンおよびアルキルアクリレート（またはアルキルメタクリレート）のポリブタジエンへのグラフトコポリマー；スチレンおよびアクリロニトリルのエチレン-プロピレン-ジエン ターポリマーへのグラフトコポリマー (AES)；ポリアルキルアクリレートまたはポリアルキルメタクリレートのアクリレート-ブタジエンコポリマーへのグラフトコポリマー、ならびに(3)に記載のコポリマーとの混合物；

40

(5) α, β-不飽和酸およびその誘導体から誘導されたポリマー、例えばポリアクリレートおよびポリメタクリレートおよびポリアクリルアミドおよび、その他の不飽和モノマーとのコポリマー、例えばアクリロニトリル-ブタジエンコポリマー、アクリロニトリ

50

ルーアルキルアクリレートコポリマー、アクリロニトリルーアルコキシャルキルアクリレートコポリマーまたはアクリロニトリルーアルキルメタクリレートーブタジエンターポリマー；

(6) 不飽和アルコールおよびアミンまたはそのアシル誘導体またはアセタールから誘導されたポリマー、例えばポリビニルアルコール、ポリビニルアセテート、ポリビニルステアレート、ポリビニルベンゾエート、ポリビニルマレエート、ポリビニルブチラール、ポリアリルフタレート、ポリアリルメラミン、ならびに(1)に記載のオレフィンとのコポリマー；

(7) 環状エーテルのホモポリマーおよびコポリマー、例えばポリアルキレングリコール、ポリエチレンオキシド、ポリプロピレンオキシドまたは、ビスグリシジルエーテルとのそれらのコポリマー；

(8) ポリアセタール、例えばポリオキシメチレン、ならびにコモノマー例えばエチレンオキシドを含有するそのようなポリオキシメチレン；熱可塑性ポリウレタン、アクリレートまたはMBSで変性されたポリアセタール；

(9) ポリフェニレンオキシドおよびスルフィドおよび、スチレンポリマーとまたはポリアミドとのそれらの混合物；

(10) ポリエーテル、ポリエステルおよびポリブタジエンから誘導された、一方に末端水酸基および他方に脂肪族または芳香族ポリイソシアネートを有するポリウレタン、ならびにそれらの前駆体生成物；

(11) ジアミンおよびジカルボン酸から誘導された、および／またはアミノカルボン酸または対応するラクトンから誘導された、ポリアミドおよびコポリアミド、例えばポリアミド4、ポリアミド6/6、6/10、6/9、6/12、4/6、ポリアミド11、ポリアミド12、芳香族ジアミンおよびアジピン酸に基づく芳香族ポリアミド；ヘキサメチレンジアミンおよびイソフタル酸および／またはテレフタル酸および任意的に変性剤としてエラストマーから作られたポリアミド、例えばポリー2,4,2-トリメチルヘキサメチレンテレフタルアミド、ポリーm-フェニレンイソフタルアミド；ポリアミドの、ポリオレフィン、オレフィンコポリマー、アイオノマーまたは化学的に結合したまたはグラフトしたエラストマーとのブロックコポリマー、またはポリエーテルとの例えばポリエチレングリコール、ポリプロピレングリコールまたはポリテトラメチレングリコールとのブロックコポリマー；さらに、EPTまたはABSで変性されたポリアミドまたはコポリアミド、ならびに加工中に形成されたポリアミド(RIMポリアミド系)；

(12) ポリ尿素、ポリイミド、ポリアミドイミド、ポリベンズイミダゾールおよびポリシロキサン；

(13) ジカルボン酸およびジアルコールから誘導された、および／またはヒドロキシカルボン酸または対応するラクトンから誘導されたポリエステル、例えばポリエチレンテレフタレート、ポリブチレンテレフタレート、ポリー1,4-ジメチロールシクロヘキサンテレフタレート、ポリヒドロキシベンゾエート、ならびにヒドロキシ末端基を有するポリエーテルから誘導されたブロックポリエーテルエステル；さらに、ポリカーボネートまたはMBSで変性されたポリエステル；

(14) ポリカーボネート、ポリエステルポリカーボネート、ポリスルホン、ポリエーテルスルホンおよびポリエーテルケトン；および

(15) 熱硬化性樹脂、例えば不飽和ポリエステル、飽和ポリエステル、アルキド樹脂、ポリアクリレートまたはポリエーテルまたは、これらのポリマーの1以上および架橋剤を含む組成物。

防炎加工されたポリマー組成物はまた、当業者に公知の、ポリマー組成物に使用される成分、例えば充填剤、可塑剤、滑剤、安定剤、難燃剤、協力剤、加工助剤および強化繊維例えば炭素繊維またはガラス繊維を含むことができる。

実施例

以下の限定的でない実施例によって、本発明をさらに説明する。

比較例 A

10

20

30

40

50

メラミン (5g) (DSM) および無水塩化亜鉛 (2.5g) をオープンチューブ中で290℃で1時間加熱した。生成物をまず沸騰メタノールで、ついで稀塩酸で洗浄して、メラムの亜鉛塩を与えた。メラムの亜鉛塩を1% NaOH溶液中で6分間沸騰した。濾過し、冷却した後、生成物を170℃で1時間乾燥して、メラム (3.95g) を与えた。生成物の分析は、3.5重量%の亜鉛および1.6重量%の塩素を示した。

比較例 B

メラミン (25.2g) (DSM) および塩化アンモニウム (5.4g) の混合物を、オープン中に置かれた300mlフラスコ中で340℃の温度で攪拌しながら加熱した。縮合反応中に形成したアンモニア (NH₃) を、窒素によって反応混合物から除去した。アンモニアを1モルのH₂SO₄溶液でトラップした。340℃で2時間の反応時間の後、フラスコの内容物を冷却し、3%アンモニア溶液1リットルで洗浄した。濾過し、乾燥した後、メラム (21.2g) を得た。塩素含量は5.7重量%であった。メラムの収率は90%であった。

10

比較例 C

ナイロン-4,6 (Stanyl; 商標、DSMから) 80重量%および、比較例 A で記載したように製造したメラム20重量%を含む粉末混合物を、2軸押出機で、320℃の温度で押出し、押出物を顆粒状にした。得られた顆粒中の塩素残留量は、腐食挙動のため、生成物がさらに加工されるのを不適当にした。

実施例 1

メラミン (252g) (DSM) およびパラートルエンスルホン酸1水和物 (174g) (ヘキスト) の混合物を、オープン中に置かれた2リットルフラスコ中で290℃の温度で攪拌しながら加熱した。縮合反応から形成したアンモニア (NH₃) を、窒素によって反応混合物から除去した。アンモニアを1モルのH₂SO₄溶液でトラップした。290℃で2時間の反応時間の後、フラスコの内容物を冷却し、3%アンモニア溶液1リットルで洗浄した。濾過し、乾燥した後、メラム (235g、収率100%) を得た。硫黄含量は0.015重量%未満であった。ゆえに、パラートルエンスルホン酸含量は、0.08重量%未満であった。

20

実施例 2

メラミン (25.2g) およびパラートルエンスルホン酸アンモニウム (18.9g) の混合物を、オープン中に置かれた300mlフラスコ中で290℃の温度で攪拌しながら加熱した。縮合反応中に形成したアンモニア (NH₃) を、窒素によって反応混合物から除去した。アンモニアを1モルのH₂SO₄溶液でトラップした。290℃で2時間の反応時間の後、フラスコの内容物を冷却し、3%アンモニア溶液1リットルで洗浄した。濾過し、乾燥した後、メラム (23.1g) を得た。パラートルエンスルホン酸含量は0.1重量%未満であった。

30

実施例 3

水平に配置された二重壁の攪拌された反応器 (有効容積120リットルを有する) を、サーモスタットで調温して制御した油加熱反応器ジャケット (350℃に設定した) によって加熱した。反応器にメラミン (37.2kg) およびパラートルエンスルホン酸 (25.3kg) を入れた。縮合反応において形成したアンモニアをすべて除去するために、穏やかな窒素過圧 (0.6m³/時間) 下で反応器を運転した。反応器内容物の温度を徐々に300℃に上げ、その後内容物を冷却させた。全反応時間は260分間であり、そのうちのおよそ60分間は、加熱に費やした。生成物を3%アンモニア溶液で洗浄して、メラムを与えた。メラムを175℃の温度3時間乾燥して、乾燥メラム粉末を与えた。パラートルエンスルホン酸含量0.2重量%を有する乾燥メラム粉末34.1kg (収率99.1%) を得た。

40

防災性 (Flame-Proof) 試験

種々のポリマー組成物の防災性 (flame proofing characteristic) を評価するために、ポリマー組成物の顆粒を、約250~約400℃の温度で射出成形することによって、試験棒に加工した。試験棒は測定すると、127×12.7×2.5mm、127×12.7×1.6mmおよび127×12.7×1.0mmであった。試験棒 (各実験につき10本) を、アンダーライターズ ラボラトリーズ社 (Underwriters Laboratories, Inc.)、ブレットイン 94 (Bulletin 94) (UL-94)、コンパッション テスト フォー ザ クラシフィケーション オブ マテリアルズ (Combustion Test for the Classification of Materials) に従う試験法に供した。

50

この試験法によれば、試験した物質は、1 実験当たり10試料からの結果の基づき、94 V-0、94 V-1 または94 V-2 として分類された。94 V-0 は達成するのが最も難しい等級であり、多くの適用は、非常に薄い部分でUL94 V-0 評価を必要とする。UL 94にかかるこれらの等級のそれぞれの基準は以下の通りである：

UL 94 V-0:試験炎を除去した後、有炎燃焼時間（flaming time）および／または無炎燃焼時間（glowing time）が10秒を超えてはならず、かつ平均して5秒を超えてはならない。試料のいずれも、脱脂綿を発火させる火炎粒子（flaming particle）を滴下しない。

UL 94 V-1:試験炎を除去した後、有炎燃焼時間および／または無炎燃焼時間が30秒を超えてはならず、かつ平均して25秒を超えてはならない。試料のいずれも、脱脂綿を発火させる火炎粒子を滴下しない。

10

UL 94 V-2:試験炎を除去した後、有炎燃焼時間および／または無炎燃焼時間が30秒を超えてはならず、かつ平均して25秒を超えてはならない。試料は、脱脂綿を発火させる火炎粒子を滴下する。

試験炎を除去した後、30秒より多く有炎燃焼し、かつ平均して25秒より多く有炎燃焼する試験棒は、UL 94に従う分類をされないが、「有炎燃焼（flaming）」として分類される。

UL 94はさらに、すべての試験試料が、V要件に合うことを必要とする。

実施例 4

ナイロン-4,6（36.1kg、Stanyl;商標、DSM）80重量%および、実施例 3で記載したように製造したメラム20重量%を含む粉末状の混合物を、2 軸押出機で、320℃の温度で押出し、押出物を顆粒状にした。顆粒のポリマー組成物から、UL 94に従って試験棒を作った。試験棒をUL 94難燃性試験に供した。得られたUL 94評価は、1.6mmでV-0であった。

20

実施例 5

実施例 4と同様の実験において、ナイロン-4,6（36.1kg、Stanyl;商標、DSM）90重量%およびメラム（実施例 3で記載したように製造した）10重量%の粉末混合物を、加工して顆粒を与えた。この顆粒から作った試験棒は、1.6mmでUL 94 V-0 要件を満たした。

実施例 6

実施例 4と同様の実験において、ナイロン-6,6（Akulon;商標、DSM）80重量%および実施例 3で記載したように製造したメラム20重量%の粉末混合物を、加工して顆粒にした。試験棒は、1.6mmでUL 94 V-0 要件を満たした。

実施例 7

ABS（Ronfalin;商標、DSMから）80重量%および実施例 3で記載したように製造したメラム20重量%を含む粉末状の混合物を、275℃の温度で、2 軸押出機で押出し、加工して顆粒を得た。この顆粒から試験棒を作り、UL 94に従い試験した。すべての試験棒は、1.6mmでUL 94 V-0 要件を満たした。

30

実施例 8

ポリウレタン80重量%および実施例 3で記載したように製造したメラム20重量%を含む混合物を、290℃の温度で、2 軸押出機で押出し、加工して顆粒を与えた。この顆粒から射出成形により試験棒を作り、難燃性を試験した。すべての試験棒は、試験棒の厚さ1.6mmでUL 94 V-0 要件を満たした。

実施例 9

ナイロン-4,6（Stanyl;商標、DSM）80重量%および、メラムに対して2重量%の遊離のパラトルエンスルホン酸を有するメラム20重量%を含む混合物を、320℃の温度で、2 軸押出機で押出した。発泡の問題により、製造した試験棒はUL 94要件を満たさなかった。本発明を、詳細にかつその特定の実施態様について記載してきたが、その意図および範囲からはずれることなく、そこに種々の変更および修正がなされ得ることは当業者には明らかである。

40

フロントページの続き

(72)発明者 ディークストラ, ベルナルダス, ヨゼフ, ハルメン
オランダ国, 6432 イージェー ホエンスブロエク, パンフィスストラート 28

審査官 富士 良宏

(56)参考文献 特開昭53-052555 (JP, A)
特開平05-214246 (JP, A)
特開平06-239990 (JP, A)
特開平06-306254 (JP, A)
特開平06-25477 (JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl.⁷, DB名)
C08G 73/00 - 26
C07D251/70
C08K 3/00 - 13/08
C08L 79/00 - 08
C09K 21/00 - 14