



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(11)



1-0034683

(51)⁷ C07F 9/30; C09K 21/12

(13) B

(21) 1-2018-05977

(22) 12/07/2017

(86) PCT/EP2017/067609 12/07/2017

(87) WO 2018/015251 25/01/2018

(30) 10 2016 213 280.6 20/07/2016 DE

(45) 25/01/2023 418

(43) 25/07/2019 376A

(73) Clariant International Ltd (CH)

Rothausstrasse 61, 4132 Muttenz, Switzerland

(72) BAUER, Harald (DE); HÖROLD, Sebastian (DE); SICKEN, Martin (DE).

(74) Công ty TNHH Tầm nhìn và Liên danh (VISION & ASSOCIATES CO.LTD.)

(54) MUỐI AXIT DIORGANYLPHOSPHINIC VÀ QUY TRÌNH SẢN XUẤT MUỐI
NÀY

(57) Sáng chế đề cập đến muối axit diorganylphosphinic chứa sắt với lượng từ 0,0001% đến 99,9999% khối lượng và quy trình sản xuất muối này.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến muối axit diorganylphosphinic, chế phẩm chứa muối này và phương pháp sản xuất muối và chế phẩm này.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Theo giải pháp đã biết, muối axit dialkylphosphinic, còn được gọi là dialkylphosphinat, được sử dụng trong hỗn hợp chất làm chậm cháy như muối Mg, Ca, Al, Sb, Sn, Ge, Ti, Fe, Zr, Zn, Ce, Bi, Sr, Mn, Li, Na và/hoặc K.

Chính muối axit dialkylphosphinic và các muối hữu cơ khác của axit phosphinic còn được gọi chung là muối axit diorganylphosphinic.

Hỗn hợp chất làm chậm cháy theo giải pháp đã biết có độ bền nhiệt hạn chế. Chúng có hiệu quả trong khoảng nhiệt độ bị giới hạn trong đó vật liệu ban đầu có thể được trộn từ polyme, chất làm chậm cháy, sợi thủy tinh và các chất phụ gia khác để tạo hợp chất đúc polyme làm chậm cháy. Khoảng nhiệt độ này được gọi là cửa sổ xử lý bị chặn bởi giới hạn nhiệt độ trên và dưới.

Giới hạn nhiệt độ dưới phát sinh là do chỉ hơn và trên một nhiệt độ nhất định thì độ nhớt của polyme mới đủ thấp để có thể được vận chuyển và có thể trộn lẫn trong máy móc.

Nhiệt độ trên được biểu hiện gián tiếp ở sự phá vỡ vật liệu thô và sau đó là sự lên hoa của sản phẩm bị phá vỡ khi hợp chất đúc polyme làm chậm cháy và sản phẩm đúc polyme được bảo quản trong điều kiện ẩm. Nếu polyme bị phá hủy, giá trị độ bền cơ học của sản phẩm đúc polyme làm chậm cháy (mô đun đàn hồi, độ bền dẻo, độ giãn dài tới đứt) cũng có thể bị giảm.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Do đó mục đích của sáng chế là đề xuất hỗn hợp chất làm chậm cháy bền nhiệt hơn có cửa sổ xử lý rộng.

Mục đích này đạt được bằng muối axit diorganylphosphinic chứa sắt.

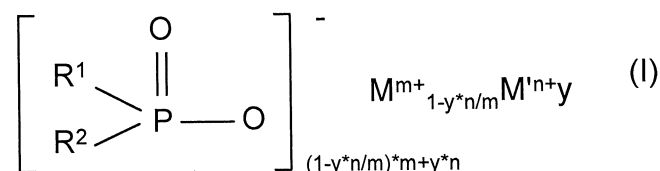
Đã bất ngờ phát hiện là, muối axit diorganylphosphinic theo sáng chế có cửa sổ xử lý rộng hơn trong quá trình trộn các hợp chất đúc polyme làm chậm cháy và trong

quá trình đúc phun ép sản phẩm đúc polyme làm chậm cháy và đồng thời thể hiện khả năng làm chậm cháy tốt.

Sáng chế do đó đề cập đến muối axit diorganylphosphinic chứa sắt với lượng từ 0,0001% đến 99,9999% theo khối lượng.

Mô tả chi tiết sáng chế

Muối axit diorganylphosphinic tốt hơn là thỏa mãn công thức (II)



trong đó

R^1 và R^2 là giống hoặc khác nhau và là C_1 - C_{18} -alkyl mạch thẳng, mạch nhánh hoặc vòng, C_6 - C_{18} -aryl, C_7 - C_{18} -arylalkyl và/hoặc C_7 - C_{18} -alkylaryl, hoặc cùng tạo thành ít nhất một vòng,

y nằm trong khoảng từ 0,00001 đến 0,091,

m nằm trong khoảng từ 1 đến 4 và

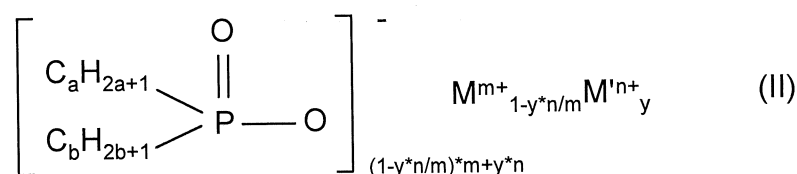
n nằm trong khoảng từ 2 đến 3,

M là Mg, Ca, Al, Sb, Sn, Ge, Ti, Zr, Zn, Ce, Bi, Sr, Mn, Li, Na và/hoặc K và

M' là Fe.

Tốt hơn là, R^1 , R^2 ở công thức (I) là giống hoặc khác nhau và độc lập là metyl, etyl, n-propyl, isopropyl, n-butyl, tert-butyl, n-pentyl, 2-pentyl, 3-pentyl, 2-metylbutyl, 3-metylbutyl (isopentyl), 3-metylbut-2-yl, 2-metylbut-2-yl, 2,2-dimetylpropyl (neopentyl), hexyl, heptyl, octyl, nonyl, dexyl, xyclopentyl, xyclopentyletyl, xyclohexyl, xyclohexyletyl, phenyl, phenyletyl, metylphenyl và/hoặc metylphenyletyl.

Muối axit diorganylphosphinic tốt hơn là thỏa mãn công thức (II)



trong đó

a và b là giống hoặc khác nhau và mỗi a và b độc lập nằm trong khoảng từ 1 đến 9 và nhóm C_aH_{2a+1} và C_bH_{2b+1} có thể là mạch thẳng hoặc mạch nhánh và

y nằm trong khoảng từ 0,00001 đến 0,091,

m nằm trong khoảng từ 1 đến 4 và

n nằm trong khoảng từ 2 đến 3,

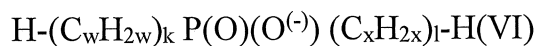
M là Mg, Ca, Al, Sb, Sn, Ge, Ti, Zr, Zn, Ce, Bi, Sr, Mn, Li, Na và/hoặc K và

M' là Fe.

Tốt hơn là, sắt ở dạng sắt(II) dialkylphosphinat và/hoặc sắt(III) dialkylphosphinat.

Tốt hơn là, M và M' ở dạng hợp chất ion đồng nhất với anion $(C_aH_{2a+1})(C_bH_{2b+1})PO_2$.

Tốt hơn là, muối diorganylphosphinic còn chứa ion telome, trong đó ion telome này có công thức thực nghiệm (VI)



trong đó, ở công thức (VI), độc lập với nhau,

k nằm trong khoảng từ 1 đến 9, l nằm trong khoảng từ 1 đến 9,

w nằm trong khoảng từ 2 đến 9, x nằm trong khoảng từ 2 đến 9.

Tốt hơn là, ở công thức (VI), mỗi w và x nằm trong khoảng từ 2 đến 4 và mỗi k và l nằm trong khoảng từ 1 đến 4.

Tốt hơn nữa là, ở công thức (VI), mỗi w và x là 2 hoặc 3 và mỗi k và l nằm trong khoảng từ 1 đến 3.

Tốt hơn là, muối diorganylphosphinic theo một hoặc nhiều điểm trong số các điểm từ 1 đến 9 chứa

a) từ 60 đến 99,8999 P% muối dialkylphosphinic có công thức (II) và

b) 0,1 đến 40 P% ion telome có công thức (VI),

trong đó tổng của a) và b) là 100 P%, với điều kiện là mỗi muối diorganylphosphinic có công thức (II) và ion telome có công thức (VI) là hợp chất khác nhau.

Tốt hơn là, muối diorganylphosphinic và ion telome ở dạng hợp chất ion đồng nhất dạng muối kim loại của chúng, có nghĩa là ion telome được kết hợp vào muối của axit diorganylphosphinic/telome ở dạng ion hóa.

Tốt hơn là, ion M , M' , $(C_aH_{2a+1})(C_bH_{2b+1})PO_2^-$, $H-(C_wH_{2w})_kPO_2^-(C_xH_{2x})_l-H$ và anion của axit etylbutylphosphinic, axit dibutylphosphinic, axit etylhexylphosphinic, axit butylhexylphosphinic, axit etyloctylphosphinic, axit sec-butyletylphosphinic, axit 1-ethylbutyl(butyl)phosphinic, axit etyl(1-methylpentyl)phosphinic, axit di-sec-butylphosphinic (axit di(1-methylpropyl)phosphinic), axit propyl(hexyl)phosphinic, axit dihexylphosphinic, axit hexyl(nonyl)phosphinic, axit propyl(nonyl)phosphinic, axit dinonylphosphinic, axit dipropylphosphinic, axit butyl(octyl)phosphinic, axit hexyl(octyl)phosphinic, axit dioctylphosphinic, axit etyl(xyclopentyletyl)phosphinic, axit butyl(xyclopentyletyl)phosphinic, axit etyl(xyclohexyletyl)phosphinic, axit butyl(xyclohexyletyl)phosphinic, axit etyl(phenyletyl)phosphinic, axit butyl(phenyletyl)phosphinic, axit etyl(4-methylphenyletyl)phosphinic,

axit butyl(4-methylphenyletyl)phosphinic, axit butylxyclopentylphosphinic,

axit butylxyclohexyletylphosphinic, axit butylphenylphosphinic, axit etyl(4-methylphenyl)phosphinic và/hoặc axit butyl(4-methylphenyl)phosphinic

cùng tạo thành hợp chất ion đồng nhất.

Tốt hơn là, ion telome ở dạng muối kim loại của chúng, là muối kim loại của axit etylbutylphosphinic, axit dibutylphosphinic, axit etylhexylphosphinic, axit butylhexylphosphinic, axit etyloctylphosphinic, axit sec-butyletylphosphinic, axit 1-ethylbutyl(butyl)phosphinic, axit etyl(1-methylpentyl)phosphinic, axit di-sec-butylphosphinic (axit di-1-methylpropylphosphinic), axit propyl(hexyl)phosphinic, axit dihexylphosphinic, axit hexyl(nonyl)phosphinic, axit propyl(nonyl)phosphinic, axit dinonylphosphinic, axit dipropylphosphinic, axit butyl(octyl)phosphinic, axit hexyl(octyl)phosphinic, axit dioctylphosphinic, axit etyl(xyclopentyletyl)phosphinic, axit butyl(xyclopentyletyl)phosphinic, axit etyl(xyclohexyletyl)phosphinic, axit butyl(xyclohexyletyl)phosphinic, axit etyl(phenyletyl)phosphinic, axit butyl(phenyletyl)phosphinic, axit etyl(4-methylphenyletyl)phosphinic, axit butyl(4-methylphenyletyl)phosphinic, axit butylxyclopentylphosphinic, axit butylxyclohexyletylphosphinic, axit butylphenylphosphinic, axit etyl(4-

methylphenyl)phosphinic và/hoặc axit butyl(4-methylphenyl)phosphinic, và kim loại của muối kim loại đến từ nhóm Mg, Ca, Al, Sb, Sn, Ge, Ti, Fe, Zr, Zn, Ce, Bi, Sr, Mn, Li, Na và/hoặc K.

Tốt hơn là, muối diorganylphosphinic theo sáng chế có:

cỡ hạt nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1000 μm ,

mật độ khối nằm trong khoảng từ 80 đến 800 g/L,

mật độ đã lên/khối lượng riêng từng hạt nằm trong khoảng từ 100 g/L đến 1100 g/L,

góc nghỉ nằm trong khoảng từ 5 đến 45 độ,

diện tích bề mặt BET nằm trong khoảng từ 1 đến 40 m^2/g ,

giá trị màu L nằm trong khoảng từ 85 đến 99,9,

giá trị màu a nằm trong khoảng từ -4 đến +9 và

giá trị màu b nằm trong khoảng từ -2 đến +6.

Tốt hơn nữa là, muối diorganylphosphinic theo sáng chế có:

cỡ hạt nằm trong khoảng từ 0,5 đến 800 μm ,

mật độ khối/khối lượng riêng từng hạt nằm trong khoảng từ 80 g/L đến 600 g/L,

mật độ đã lên nằm trong khoảng từ 600 g/L đến 800 g/L và

góc nghỉ nằm trong khoảng từ 10 đến 40 độ.

Sáng chế còn đề cập đến quy trình sản xuất muối diorganylphosphinic theo một hoặc nhiều điểm trong số các điểm từ 1 đến 14, bao gồm:

- a) ở giai đoạn xử lý 1 bổ sung từ 0,9 đến 1,1 phân tử của olefin với mỗi P vào muối tan trong nước của axit hypophosphorơ hoặc chính axit này,
- b) ở giai đoạn xử lý 2 bổ sung từ 0,9 đến 1,1 phân tử bổ sung của olefin với mỗi P vào hợp chất trung gian từ a) để tạo axit dialkylphosphinic hoặc muối của nó,
- c) ở giai đoạn xử lý 3 bổ sung một đến 9 phân tử olefin khác vào từ 0% đến 20% phân tử dialkylphosphinat từ giai đoạn xử lý 1, để tạo thành telome,
- d) ở giai đoạn xử lý 4 tiến hành kết tinh hợp chất trung gian từ b) hoặc c) với muối kim loại và muối sắt.

Sáng chế đề cập đến quy trình sản xuất muối diorganylphosphinic khác như được bảo hộ ở một hoặc nhiều điểm trong số các điểm từ 1 đến 14, bao gồm:

- a) ở giai đoạn xử lý 1 bổ sung từ 0,9 đến 1,1 phân tử của olefin với mỗi P vào muối tan trong nước của axit hypophosphorơ hoặc chính axit này,
- b) ở giai đoạn xử lý 2 bổ sung từ 0,9 đến 1,1 phân tử bổ sung của olefin với mỗi P vào hợp chất trung gian từ a) để tạo axit dialkylphosphinic hoặc muối của nó,
- c) ở giai đoạn xử lý 3 bổ sung từ một đến 9 phân tử olefin khác vào từ 0% đến 20% phân tử dialkylphosphinat từ giai đoạn xử lý 1, để tạo thành telome,
- d) ở giai đoạn xử lý 4 tiến hành kết tinh với muối kim loại và/hoặc muối sắt và
- e) ở giai đoạn xử lý 5 tiến hành đồng kết tủa hợp chất trung gian từ d) với muối kim loại hoặc muối sắt.

Tốt hơn là, dạng muối telome đồng kết tủa với muối diorganylphosphinic mà đã kết hợp sắt ion.

Quy trình khác để sản xuất muối diorganylphosphinic theo một hoặc nhiều điểm trong số các điểm từ 1 đến 14 bao gồm:

- a) ở giai đoạn xử lý 1 bổ sung từ 0,9 đến 1,1 phân tử của olefin với mỗi P vào muối tan trong nước của axit hypophosphorơ hoặc chính axit này,
- b) ở giai đoạn xử lý 2 bổ sung từ 0,9 đến 1,1 phân tử bổ sung của olefin với mỗi P vào hợp chất trung gian từ a) để tạo axit dialkylphosphinic hoặc muối của nó,
- c) ở giai đoạn xử lý 3 tiến hành kết tinh với muối kim loại và/hoặc muối sắt và
- d) sau đó ở giai đoạn xử lý 4 trộn các telome bằng phương pháp vật lý.

Tốt hơn là, các telome được trộn bằng phương pháp vật lý dưới dạng vật chất với muối diorganylphosphinic nhưng đã kết hợp sắt ion.

Muối sắt tốt hơn là florua, clorua, bromua, iodua, iodat, perclorat, oxit, hydroxit, peroxit, superoxit, sulfat, hydrosulfat, sulfat hydrat, sulfit, peroxosulfat, nitrua, phosphua, nitrat, nitrat hydrat, nitrit, phosphat, peroxophosphat, phosphit,

hypophosphit, pyrophosphat, cacbonat, hydrocacbonat, hydroxit cacbonat, cacbonat hydrat, silicat, hexaflosilicat, hexaflosilicat hydrat, stannat, borat, polyborat, peroxoborat, thioxyanat, xyanat, xyanua, cromat, cromit, molybdat, permanganat, format, axetat, axetat hydrat, trifloaxetat hydrat, propionat, butyrat, valerat, caprylat, oleat, stearat, oxalat, tartrat, xitrat, xitrat cơ bản, xitrat hydrat, benzoat, salixylat, lactat, lactat hydrat, acrylat, maleat, muối của axit succinic, muối của glyxin, phenoxit, para-phenolsulfonat, para-phenolsulfonat hydrat, axetylaxetonat hydrat, tannat, dimetyldithiocarbamat, triflometansulfonat, alkylsulfonat và/hoặc aralkylsulfonat.

Được ưu tiên là sử dụng muối diorganylphosphinic theo sáng chế làm hợp chất trung gian cho các quá trình tổng hợp thêm, làm chất gắn kết, làm chất liên kết ngang hoặc chất làm tăng tốc độ trong quá trình hóa rắn nhựa epoxy, polyuretan và nhựa polyeste chưa bão hòa, làm chất làm ổn định polyme, làm chế phẩm bảo vệ cây trồng, làm tác nhân càn hóa, làm phụ gia dầu khoáng, làm chất chống ăn mòn, trong ứng dụng chế phẩm rửa và làm sạch và trong ứng dụng điện tử.

Cụ thể hơn là, muối diorganylphosphinic theo sáng chế được sử dụng làm chất làm chậm cháy, làm chất làm chậm cháy cho lớp sơn bóng và lớp trang phòng, làm chất làm chậm cháy cho gỗ và các sản phẩm xenluloza khác, làm chất làm chậm cháy có hoạt tính phản ứng và/hoặc không có hoạt tính phản ứng cho polyme, để sản xuất hợp chất đúc polyme làm chậm cháy, để sản xuất sản phẩm đúc polyme làm chậm cháy và/hoặc để tạo ra polyeste và chất làm chậm cháy sợi xenluloza nguyên chất và pha bằng cách tẩm.

Được ưu tiên là việc sử dụng nêu trên trong đó muối diorganylphosphinic theo một hoặc nhiều điểm trong số các điểm từ 1 đến 14 được sử dụng cùng với chất có tác dụng hiệp đồng, chất có tác dụng hiệp đồng này là melamin phosphat, dimelamin phosphat, pentamelamin triphosphat, trimelamin diphosphat, tetrakismelamin triphosphat, hexakismelamin pentaphosphat, melamin diphosphat, melamin tetraphosphat, melamin pyrophosphat, melamin polyphosphat, melam polyphosphat, melem polyphosphat và/hoặc melon polyphosphat; hoặc sản phẩm trùng ngưng melamin như melam, melem và/hoặc melon; hoặc oligomeric este của tris(hydroxyetyl) isoxyanurat với axit polycarboxylic thơm, benzoguanamin, tris(hydroxyetyl) isoxyanurat, allantoin, glycoluril, melamin, melamin xyanurat, ure xyanurat, dixyandiamit và/hoặc guanidin; hoặc phosphat chứa nitơ có công thức $(\text{NH}_4)_y\text{H}_{3-y}\text{PO}_4$

hoặc $(\text{NH}_4\text{PO}_3)_z$ với $y = 1$ đến 3 và $z = 1$ đến 10 000; hoặc nhôm phosphit, nhôm pyrophosphit, nhôm phosphonat, nhôm pyrophosphonat; hoặc silicat, zeolit, silic oxit, gốm bột, hợp chất kẽm, ví dụ kẽm borat, kẽm cacbonat, kẽm stanat, kẽm hydroxystanat, kẽm phosphat, kẽm sulfua, kẽm oxit, kẽm hydroxit, thiếc oxit hydrat, kẽm silicat cơ bản, kẽm molybdat, magie hydroxit, hydrotalxit, magie cacbonat, canxi magie cacbonat; hoặc muối của axit etylphosphonic, của axit propylphosphonic, của axit butylphosphonic, của axit n-butylphosphonic, của axit sec-butylphosphonic, của axit hexylphosphonic và/hoặc của axit octylphosphonic.

Được ưu tiên là việc sử dụng trong đó các chất phụ gia khác được sử dụng, các chất phụ gia này là chất chống oxy hóa, chất làm ổn định với tia UV, chất làm ổn định với tia gamma, chất làm ổn định thủy phân, chất chống tĩnh điện, chất nhũ hóa, chất tạo độ trong, chất dẻo hóa, chất phụ gia xử lý, chất chống va đập, thuốc nhuộm, chất tạo màu và các chất khác.

Cụ thể hơn là, trong các ứng dụng nêu trên,

từ 0,0001% đến 99,7999% khối lượng là muối diorganylphosphinic theo một hoặc nhiều điểm trong số các điểm từ 1 đến 14,

từ 0,1% đến 40% khối lượng là chất có tác dụng hiệp đồng và

từ 0,1% đến 40% khối lượng là các chất phụ gia được sử dụng, trong đó tổng của các thành phần là 100% khối lượng.

Cuối cùng sáng chế còn đề cập đến hợp chất đúc polyme nhiệt rắn hoặc nhiệt dẻo hoặc sản phẩm đúc polyme làm chậm cháy, màng, sợi tơ và/hoặc sợi chứa từ 0,5% đến 45% khối lượng là muối diorganylphosphinic theo ít nhất một trong số các điểm từ 1 đến 14, từ 0,5% đến 95% khối lượng là polyme nhiệt dẻo hoặc nhiệt rắn hoặc hỗn hợp của chúng, từ 0% đến 55% khối lượng là các chất phụ gia và từ 0% đến 55% khối lượng là chất độn hoặc vật liệu gia cố, tổng của các thành phần là 100% khối lượng.

Tốt hơn là, polyme cho ứng dụng nêu trên chứa polyme nhiệt dẻo thuộc loại polystyren HI (chịu va đập), polyphenylen ete, polyamit, polyeste hoặc polycarbonat, và hỗn hợp hoặc hỗn hợp polyme thuộc loại polyme ABS (acrylonitril-butadien-styren) hoặc PC/ABS (polycarbonat/acrylonitril-butadien-styren) hoặc PPE/HIPS (polyphenylen ete/polystyren HI), và/hoặc polyme nhiệt rắn thuộc loại nhựa polyeste hoặc epoxy chưa bão hòa.

Như đã đặt ra ngay từ đầu, muối axit diorganylphosphinic theo sáng chế thường xuyên nhất ở dạng muối axit dialkylphosphinic.

Theo sáng chế, tốt hơn nếu, sắt có thể được kết hợp ở dạng ion vào muối axit dialkylphosphinic hoặc muối telome của axit dialkylphosphinic. Vì nhôm dialkylphosphinat và sắt(III) dialkylphosphinat là đẳng cấu về mặt tinh thể học, ion sắt(III) được kết hợp vào mạng tinh thể nhôm dialkylphosphinat. Điều này được thể hiện bằng cách thay đổi đồng bộ trục c của ô đơn vị tinh thể học. Trong trường hợp đó, không có hỗn hợp vật lý.

Điều này đặc biệt đúng với nhôm diethylphosphinat và sắt(III) diethylphosphinat tương ứng.

Bảng 1: Kết quả tinh thể học của việc kết hợp sắt vào nhôm tri(diethylphosphinat)

Hàm lượng sắt diethylphosphinat [mol/(mol của sắt diethylphosphinat + mol của nhôm diethylphosphinat)]	Chiều dài của trục c của ô đơn vị tinh thể học [angström]
0,00	9,068
0,16	9,092
0,31	9,125

Đối với độ bền của muối dialkylphosphinic hoặc muối telome dialkylphosphinic chống lại sự tách khi khuấy, việc kết hợp sắt vào mạng tinh thể của kim loại khác, trong bản mô tả này là nhôm, là có lợi.

Khẳng định trên đây cũng áp dụng tương tự cho muối diorganylphosphinic chứa nhóm khác với nhóm alkyl hoặc nhóm khác với nhóm alkyl và nhóm alkyl.

Muối sắt để kết hợp ion tốt hơn là hợp chất hòa tan.

Muối sắt để kết hợp ion tốt hơn là muối sắt(II) và/hoặc sắt(III).

Tốt hơn là, muối sắt để kết hợp ion và đồng kết tủa là muối sắt(II) và/hoặc sắt(III) với anion vô cơ của nhóm chính thứ bảy (halogenua), ví dụ florua, clorua, bromua, iodua; với anion của axit oxo của nhóm chính thứ bảy (hypohalit, halit, halogenat, ví dụ iodat, perhalogenat, ví dụ perchlorat); với anion của nhóm chính thứ sáu (chalcogenit), ví dụ oxit, hydroxit, peroxit, superoxit; với anion của axit oxo của nhóm chính thứ sáu (sulfat, hydrosulfat, sulfat hydrat, sulfit, peroxosulfat); với anion của nhóm chính thứ năm (pnícogenit), ví dụ nitrua, phosphua; với anion của axit oxo của

nhóm chính thứ năm (nitrat, nitrat hydrat, nitrit, phosphat, peroxophosphat, phosphit, hypophosphit, pyrophosphat); với anion của axit oxo của nhóm chính thứ tư (cacbonat, hydrocacbonat, hydroxit cacbonat, cacbonat hydrat, silicat, hexaflosilicat, hexaflosilicat hydrat, stannat); với anion của axit oxo của nhóm chính thứ ba (borat, polyborat, peroxoborat); với anion của pseudohalit (thioxyanat, xyanat, xyanua); với anion của axit oxo của kim loại chuyển tiếp (cromat, cromit, molybdat, permanganat).

Tốt hơn là, muối sắt để kết hợp ion và đồng kết tủa là muối sắt(II) và/hoặc sắt(III) với anion hữu cơ từ nhóm axit mono-, di-, oligo- và polycarboxylic (muối của axit formic (format)), của axit axetic (axetat, axetat hydrat), của axit trifloaxetic (trifloaxetat hydrat), propionat, butyrat, valerat, caprylat, oleat, stearat, của axit oxalic (oxalat), của axit tartaric (tartrat), axit xitric (xitrat, xitrat cơ bản, xitrat hydrat), axit benzoic (benzoat), salixylat, axit lactic (lactat, lactat hydrat), axit acrylic, axit maleic, axit succinic, của axit amin (glyxin), của nhóm chức hydroxo axit hóa (phenoxit, v.v.), para-phenolsulfonat, para-phenolsulfonat hydrat, axetylaxetonat hydrat, tannat, dimetyldithiocarbamat, triflometansulfonat, alkylsulfonat, aralkylsulfonat.

Muối sắt được ưu tiên để kết hợp ion là sắt(II) và/hoặc sắt(III) borat, sulfat, sulfat hydrat, hydroxosulfat hydrat, hydroxosulfat hydrat được trộn, oxysulfat, axetat, nitrat, florua, florua hydrat, clorua, clorua hydrat, oxycolorua, bromua, iodua, iodua hydrat và/hoặc dẫn xuất axit carboxylic.

Muối sắt được ưu tiên cho hỗn hợp vật lý là sắt(II) dialkylphosphinat.

Sắt(II) dialkylphosphinat được ưu tiên là sắt(II) bis(diethylphosphinat), sắt(II) bis(dipropylphosphinat), sắt(II) bis(butyletylphosphinat), sắt(II) bis(n-butyletylphosphinat), sắt(II) bis(sec-butyletylphosphinat), sắt(II) bis(hexyletylphosphinat), sắt(II) bis(dibutylphosphinat), sắt(II) bis(hexylbutylphosphinat) và/hoặc sắt(II) bis(octyletylphosphinat).

Muối sắt được ưu tiên cho hỗn hợp vật lý là sắt(III) dialkylphosphinat.

Sắt(III) dialkylphosphinat được ưu tiên là sắt(III) tris(diethylphosphinat), sắt(III) tris(dipropylphosphinat), sắt(III) tris(butyletylphosphinat), sắt(III) tris(n-butyletylphosphinat), sắt(III) tris(sec-butyletylphosphinat), sắt(III) tris(hexyletylphosphinat), sắt(III) tris(dibutylphosphinat), sắt(III) tris(hexylbutylphosphinat) và/hoặc sắt(III) tris(octyletylphosphinat).

Telome được tạo thành nhờ bổ sung olefin vào ion hypophosphit. Không chỉ hai phân tử olefin được bổ sung vào ion dialkylphosphinat, mà là một vài. Một hoặc cả hai chuỗi alkyl vì vậy được kéo dài bằng một hoặc nhiều đơn vị olefin khác.

Telome được ưu tiên là telome có công thức (V)



trong đó, ở công thức (V), độc lập với nhau,

k nằm trong khoảng từ 1 đến 9, l nằm trong khoảng từ 1 đến 9, w nằm trong khoảng từ 2 đến 9 và x nằm trong khoảng từ 2 đến 9 và Me là Mg, Ca, Al, Sb, Sn, Ge, Ti, Fe, Zr, Zn, Ce, Bi, Sr, Mn, Li, Na và/hoặc K.

Tốt hơn là, các telome ở dạng muối Al, Ti, Fe và/hoặc Zn.

Trong trường hợp sử dụng etylen làm olefin để điều chế muối dialkylphosphinic theo sáng chế, tốt hơn là được tạo thành là telome của loại axit etylbutylphosphinic, axit dibutylphosphinic, axit etylhexylphosphinic, axit butylhexylphosphinic, etyloctylphosphinat, v.v, và/hoặc muối của chúng.

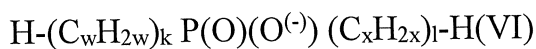
Trong trường hợp propen, trình tự là tương tự.

Olefin được ưu tiên là eten, propen, 1-buten, 2-buten, 1-penten, 1-hexen và 1-octen.

Hóa học lập thể cũng cho phép tạo thành chuỗi alkyl mạch nhánh, ví dụ sec-butyletylphosphinat, 1-etylbutyl(butyl)phosphinat, etyl(1-metylpenyl)phosphinat, di-sec-butylphosphinat (di(1-metylpropyl)phosphinat) v.v.

Telome chính là hợp chất phospho. Hàm lượng của chúng được báo cáo theo phần trăm của tất cả thành phần chứa phospho (P%). Nó được xác định bằng ^{31}P NMR.

Anion telome có công thức (VI) được mô tả theo điểm 7



tốt hơn là có thể được kết hợp vào mạng tinh thể của muối dialkylphosphinic. Trong trường hợp đó, muối telome của axit dialkylphosphinic vì vậy có mặt.

Với độ bền của muối dialkylphosphinic và muối telome của axit dialkylphosphinic với sự tách trong quá trình khuấy, kích cỡ hạt nhỏ được ưu tiên.

Được ưu tiên cụ thể là kích cỡ hạt trung bình d_{50} của muối dialkylphosphinic: 0,01-1000 μm ,

muối telome của axit dialkylphosphinic: 0,01-1000 μm ,

dạng đồng kết tủa axit dialkylphosphinic/muối telome: 0,01-1000 μm ,

hỗn hợp vật lý axit dialkylphosphinic/muối telome: 0,01-1000 μm ,

Được ưu tiên cụ thể là kích cỡ hạt trung bình d_{50} của

muối dialkylphosphinic: 0,1-90 μm ,

muối telome của axit dialkylphosphinic: 0,1-90 μm ,

dạng đồng kết tủa axit dialkylphosphinic/muối telome: 0,1-90 μm ,

hỗn hợp vật lý axit dialkylphosphinic/muối telome: 0,1-90 μm ,

Polyme tốt hơn là bắt nguồn từ nhóm polyme nhiệt dẻo như polyeste, polystyren hoặc polyamit, và/hoặc polyme nhiệt rắn.

Polyme tốt hơn là polyme của mono- và diolefin, ví dụ polypropylen, polyisobutylen, polybuten-1, poly-4-metylpenten-1, polyisopren hoặc polybutadien, và polyme bổ sung của xycloolefin, ví dụ xyclopenten hoặc norbornen; và cũng là polyetylen (có thể tùy ý được liên kết ngang), ví dụ polyetylen mật độ cao (HDPE), polyetylen khối lượng mol cao mật độ cao (HDPE-HMW), polyetylen khối lượng mol siêu cao mật độ cao (HDPE-UHMW), polyetylen mật độ trung bình (MDPE), polyetylen mật độ thấp (LDPE), polyetylen mật độ thấp mạch thẳng (LLDPE), polyetylen mật độ thấp mạch nhánh (BLDPE), và hỗn hợp của chúng.

Polyme tốt hơn là copolyme của mono- và diolefin với nhau hoặc với các vinyl monome khác, ví dụ etylen-propylen copolyme, polyetylen mật độ thấp mạch thẳng (LLDPE) và hỗn hợp của chúng với polyetylen mật độ thấp (LDPE), propylen-buten-1 copolyme, propylen-isobutylen copolyme, etylen-buten-1 copolyme, etylen-hexen copolyme, etylen-metylpenten copolyme, etylen-hepten copolyme, etylen-octen copolyme, propylen-butadien copolyme, isobutylen-isopren copolyme, etylen-alkyl acrylat copolyme, etylen-alkyl metacrylat copolyme, etylen-vinyl axetat copolyme và copolyme của chúng với cacbon monoxit, hoặc etylen-axit acrylic copolyme và muối của chúng (ionome), và cũng là terpolyme của etylen với propylen và dien như hexadien, dixyclopentadien hoặc etylidenenorbornen; và cũng là hỗn hợp của các copolyme này với nhau, ví dụ polypropylen/etylen-propylen copolyme, LDPE/etylen-vinyl axetat copolyme, LDPE/etylen-axit acrylic copolyme, LLDPE/etylen-vinyl axetat copolyme, LLDPE/etylen-axit acrylic copolyme và xen kẽ hoặc ngẫu nhiên

polyalkylen/cacbon monoxit copolyme và hỗn hợp của chúng với các polyme khác, ví dụ polyamit.

Polyme tốt hơn là nhựa hydrocacbon (ví dụ C₅-C₉), bao gồm cả biến được hydro hóa của chúng (ví dụ nhựa dính) và hỗn hợp của polyalkylen và tinh bột.

Polyme tốt hơn là polystyren (Polystyrol 143E (BASF), poly(p-metylstyren), poly(alpha-metylstyren).

Polyme tốt hơn là copolyme của styren hoặc alpha-metylstyren với dien hoặc dẫn xuất acrylic, ví dụ styren-butadien, styren-acrylonitril, styren-alkyl metacrylat, styren-butadien-alkyl acrylat và metacrylat, styren-maleic anhydrit, styren-acrylonitril-metyl acrylat; hỗn hợp có độ bền va chạm cao của styren copolyme và polyme khác, ví dụ polyacrylat, dien polyme hoặc etylen-propylen-dien terpolyme; và copolyme khối của styren, ví dụ styren-butadien-styren, styren-isopren-styren, styren-etylen/butylen-styren hoặc styren-etylen/propylen-styren.

Polyme tốt hơn là copolyme ghép của styren hoặc alpha-metylstyren, ví dụ styren trên polybutadien, styren trên polybutadien-styren hoặc polybutadien-acrylonitril copolyme, styren và acrylonitril (hoặc methacrylonitril) trên polybutadien; styren, acrylonitril và metyl metacrylat trên polybutadien; styren và maleic anhydrit trên polybutadien; styren, acrylonitril và maleic anhydrit hoặc maleimit trên polybutadien; styren và maleimit trên polybutadien, styren và alkyl acrylat/alkyl metacrylat trên polybutadien, styren và acrylonitril trên etylen-propylen-dien terpolyme, styren và acrylonitril trên polyalkyl acrylat hoặc polyalkyl metacrylat, styren và acrylonitril trên acrylat-butadien copolyme, và hỗn hợp của chúng, như được biết, ví dụ, là polyme ABS, MBS, ASA hoặc AES.

Polyme tốt hơn là polyme được halogen hóa, ví dụ polyclopren, cao su clo, copolyme được clo hóa và brom hóa của isobutylen-isopren (cao su halobutyl), polyetylen được clo hóa hoặc closulfon hóa, copolyme của etylen và etylen được clo hóa, epiclohydrin homo- và copolyme, polyme đặc biệt của hợp chất vinyl được halogen hóa, ví dụ polyvinyl clorua, polyvinyliden clorua, polyvinyl florua, polyvinyliden florua; và copolyme của chúng, như vinyl clorua-vinyliden clorua, vinyl clorua-vinyl axetat hoặc vinyliden clorua-vinyl axetat.

Polyme tốt hơn là polyme thu được từ axit alpha,beta-chưa bão hòa và dẫn xuất của chúng, như polyacrylat và polymetacrylat, polymetyl metacrylat được làm tăng sức bền và butyl acrylat, polyacrylamit và polyacrylonitril và copolyme của monome được viện dẫn với nhau hoặc với các monome chưa bão hòa khác, ví dụ acrylonitril-butadien copolyme, acrylonitril-alkyl acrylat copolyme, acrylonitril-alkoxyalkyl acrylat copolyme, acrylonitril-vinyl halogenua copolyme hoặc acrylonitril-alkyl metacrylat-butadien terpolyme.

Polyme tốt hơn là polyme thu được từ rượu chưa bão hòa và amin hoặc từ dẫn xuất acyl hoặc axetal của chúng, như rượu polyvinyl, polyvinyl axetat, stearat, benzoat hoặc maleat, polyvinyl butyral, polyallyl phtalat, polyallylmelamin; và copolyme của chúng với olefin.

Polyme tốt hơn là homo- và copolyme của ete vòng, như polyalkylen glycol, polyetylen oxit, polypropylen oxit hoặc copolyme của chúng với bisglyxidyl ete.

Polyme tốt hơn là polyaxetal, như polyoxymetylen, và polyoxymetylen đó chứa comonome, ví dụ etylen oxit; polyaxetal được biến đổi với polyuretan nhiệt dẻo, acrylat hoặc MBS.

Polyme tốt hơn là polyphenylen oxit và sulfua và hỗn hợp của chúng với styren polyme hoặc polyamit.

Polyme tốt hơn là polyuretan thu được từ polyete, polyeste và polybutadien có cả nhóm hydroxyl đầu tận cùng và polyisoxyanat béo hoặc thơm, và tiền chất của chúng.

Polyme tốt hơn là polyamit và copolyamit mà thu được từ diamin và axit dicarboxylic và/hoặc từ axit aminocarboxylic hoặc lactam tương ứng, như nylon 2/12, nylon 4 (axit poly-4-aminobutyric, Nylon® 4, từ DuPont), nylon 4/6 (poly(tetrametylenadipamit)), Nylon® 4/6, từ DuPont), nylon 6 (polycaprolactam, poly-6-axit aminohexanoic, Nylon® 6, từ DuPont, Akulon® K122, từ DSM; Zytel® 7301, từ DuPont; Durethan® B 29, từ Bayer), nylon 6/6 ((poly(N,N'-hexametylenadipamit), Nylon® 6/6, từ DuPont, Zytel® 101, từ DuPont; Durethan® A30, Durethan® AKV, Durethan® AM, từ Bayer; Ultramid® A3, từ BASF), nylon 6/9 (poly(hexametylennonanamit), Nylon® 6/9, từ DuPont), nylon 6/10 (poly(hexametylenebacamit), Nylon® 6/10, từ DuPont), nylon 6/12 (poly(hexametylendodecanediamit), Nylon® 6/12, từ DuPont), nylon 6/66

(poly(hexametylenadipamit-co-caprolactam), Nylon[®] 6/66, từ DuPont), nylon 7 (axit poly-7-aminoheptanoic, Nylon[®] 7, từ DuPont), nylon 7,7 (polyheptametylenpimelamit, Nylon[®] 7,7, từ DuPont), nylon 8 (axit poly-8-aminooctanoic, Nylon[®] 8, từ DuPont), nylon 8,8 (polyoctametylenadipamit, Nylon[®] 8,8, từ DuPont), nylon 9 (axit poly-9-aminononanoic, Nylon[®] 9, từ DuPont), nylon 9,9 (polynonametylenazelaamit, Nylon[®] 9,9, từ DuPont), nylon 10 (axit poly-10-aminodecanoic, Nylon[®] 10, từ DuPont), nylon 10,9 (poly(decametylenazelaamit), Nylon[®] 10,9, từ DuPont), nylon 10,10 (polydecametylenadipamit, Nylon[®] 10,10, từ DuPont), nylon 11 (axit poly-11-aminoundecanoic, Nylon[®] 11, từ DuPont), nylon 12 (polylauryllactam, Nylon[®] 12, từ DuPont, Grillamid[®] L20, từ Ems Chemie), polyamit thơm tiến hành từ m-xylene, diamin và axit adipic; polyamit được điều chế từ hexametylendiamin và axit iso- và/hoặc terephthalic (polyhexametylenisophthalamit, polyhexametyleneterephthalamit) và tùy ý chất đàn hồi làm chất cải biến, ví dụ poly-2,4,4-trimethylhexametyleneterephthalamit hoặc poly-m-phenylenisophthalamit. Copolyme khối của polyamit nêu trên với polyolefin, olefin copolyme, ionome hoặc chất đàn hồi được gắn kết hoặc ghép về mặt hóa học; hoặc với polyete, ví dụ polyetylen glycol, polypropylen glycol hoặc polytetrametylen glycol. Ngoài ra, polyamit hoặc copolyamit được biến đổi EPDM hoặc ABS; và polyamit được trùng ngưng trong khi xử lý ("hệ polyamit RIM").

Cũng có thể sử dụng polyamit thơm như PA4T, PA6T, PA9T, PA10T, PA11T và/hoặc MXD6, polyamit vô định hình như 6I/X và TPE-A “cứng” và “mềm”.

Polyme tốt hơn là polyure, polyimide, polyamidimide, polyeteimide, polyesteimide, polyhydantoin và polybenzimidazol.

Polyme tốt hơn là polyeste mà thu được từ axit dicarboxylic và dialcohol và/hoặc từ axit hydroxycarboxylic hoặc lacton tương ứng, như polyetylen terephthalat, polybutylen terephthalat (Celanex[®] 2500, Celanex[®] 2002, từ Celanese; Ultradur[®], từ BASF), poly-1,4-dimethylolxyclohexan terephthalat, polyhydroxybenzoat, và polyete este khối mà thu được từ polyete với nhóm đầu hydroxyl; và cũng là polyeste được biến đổi với polycacbonat hoặc MBS.

Polyme tốt hơn là polycacbonat, polyeste cacbonat, polysulfon, polyete sulfon và polyete keton.

Polyme nhiệt rắn tốt hơn là formaldehyt polyme, epoxit polyme, nhựa melamin-phenolic polyme và/hoặc polyuretan.

Polyme nhiệt rắn tốt hơn là nhựa epoxy.

Polyme nhiệt rắn tốt hơn là nhựa epoxy mà được hóa rắn bằng resol, phenol, dẫn xuất phenol và/hoặc dixyandiamit, rượu và amin.

Nhựa epoxy tốt hơn là hợp chất polyepoxit.

Nhựa epoxy tốt hơn là bắt nguồn từ nhóm của novolac và nhựa bisphenol A.

Polyme nhiệt rắn tốt hơn là chứa nhựa polyeste chưa bão hòa, polyeste chưa bão hòa được biến đổi dixyclopentadien, polyphenylen ete hoặc butadien polyme; copolyme khối với polybutadien hoặc polyisopren khối và khối của styren hoặc alpha-methylstyren; copolyme khối với khối polybutadien thứ nhất và khối polyetylen thứ hai hoặc khối etylen-propylen, copolyme khối với khối polyisopren thứ nhất và khối polyetylen hoặc etylen-propylen thứ hai.

Polyme nhiệt rắn tốt hơn là polyme trên cơ sở dầu thực vật epoxy hóa (dầu đậu nành/hạt lanh epoxy hóa), dẫn xuất axit acrylic (axit acrylic, axit crotonic, axit isocrotonic, axit metacrylic, axit xinamic, axit maleic, axit fumaric, axit methylmetacrylic) và hydroxyalkyl acrylat và/hoặc hydroxyalkyl alkacrylat (hydroxyetyl metacrylat, hydroxypropyl metacrylat, hydroxybutyl metacrylat, polyetylen glycol metacrylat).

Polyme nhiệt rắn tốt hơn là được sử dụng trong các thành phần công tắc điện, các thành phần trong kết cấu xe ô tô, kỹ thuật điện, điện tử, bảng mạch in, chất tẩy trước, hợp chất kết bao cho các thành phần điện, trong tàu và kết cấu cánh quạt, trong ứng dụng bên ngoài GFRP, ứng dụng trong nhà và hệ thống vệ sinh, vật liệu kỹ thuật và các sản phẩm khác.

Tốt hơn là, polyme nhiệt rắn chứa nhựa polyeste chưa bão hòa (nhựa UP) thu được từ copolyeste của vật liệu ban đầu đa bazơ bão hòa và chưa bão hòa, đặc biệt là axit dicarboxylic hoặc anhydrit của chúng, với rượu polyhydric, và hợp chất vinyl làm chất liên kết ngang.

Nhựa UP được hóa rắn bằng cách polyme hóa gốc tự do với chất khởi đầu (ví dụ peroxit) và chất làm tăng tốc độ.

Polyeste chưa bão hòa có thể chứa nhóm este làm yếu tố nối trong chuỗi polyme.

Axit dicarboxylic và dẫn xuất chưa bão hòa được ưu tiên để điều chế polyeste là axit maleic, maleic anhydrit và axit fumaric, axit itaconic, axit citraconic, axit mesaconic. Các axit này có thể được pha lên đến 200% mol, trên cơ sở các thành phần axit chưa bão hòa, của ít nhất một axit dicarboxylic bão hòa béo hoặc xycloaliphatic.

Axit dicarboxylic bão hòa được ưu tiên là axit phtalic, axit isophtalic, axit terephtalic, axit dihydrophthalic, axit tetrahydrophthalic, axit hexahydrophthalic, axit endometylentetrahydrophthalic, axit adipic, axit succinic, axit sebacic, axit glutaric, axit methylglutaric, axit pimelic.

Polyhydric được ưu tiên, đặc biệt là dihydric, tùy ý rượu chưa bão hòa là alkandiol và oxaalkandiol thông thường có nhóm không có vòng hoặc vòng.

Monome chưa bão hòa được ưu tiên có thể polyme hóa đồng thời với polyeste chưa bão hòa tốt hơn là nhóm vinyl mang, vinyliden hoặc allyl, ví dụ tốt hơn là styren, mà còn, ví dụ, styren alkyl hóa hoặc alkenyl hóa vòng, trong đó nhóm alkyl có thể chứa 1-4 nguyên tử cacbon, ví dụ vinyltoluen, divinylbenzen, alpha-methylstyren, tert-butylstyren; vinyl este của axit carboxylic có 2-6 nguyên tử cacbon, tốt hơn là vinyl axetat, vinyl propionat, vinyl benzoat; vinylpyridin, vinylnaphtalen, vinylxyclohexan, axit acrylic và axit metacrylic và/hoặc este của chúng (tốt hơn là vinyl, allyl và methallyl este) có 1-4 nguyên tử cacbon trong thành phần rượu, amit và nitril của chúng, maleic anhydrit, maleic monoeste và dieste có 1-4 nguyên tử cacbon trong thành phần rượu, maleic mono- và -diamit hoặc imit vòng, như butyl acrylat, methyl metacrylat, acrylonitril, N-methylmaleimit hoặc N-xyclohexylmaleimit; hợp chất allyl như allylbenzen và allyl este như allyl axetat, diallyl phtalat, diallyl isophtalat, diallyl fumarat, allyl cacbonat, diallyl phtalat, diallyl cacbonat, triallyl phosphat và triallyl xyanurat.

Hợp chất vinyl để liên kết ngang được ưu tiên là styren.

Polyeste chưa bão hòa được ưu tiên cũng có thể mang nhóm este trong chuỗi nhánh, ví dụ polyacrylic este và polymetacrylic este.

Hệ chất làm đông cứng được ưu tiên là peroxit và chất làm tăng tốc độ.

Chất làm tăng tốc độ được ưu tiên là chất khởi đầu đồng thời kim loại và amin thơm và/hoặc ánh sáng UV và chất cảm quang, ví dụ benzoin ete và chất xúc tác azo

như azoisobutyronitril, mercaptan như lauryl mercaptan, bis(2-ethylhexyl) sulfua và bis(2-mercaptoethyl) sulfua.

Trong một quy trình sản xuất copolyme làm chậm cháy, ít nhất một dicarboxylic anhydrit chưa bão hòa etylen thu được từ ít nhất một axit C₄-C₈-dicarboxylic, ít nhất một hợp chất vinylthơm và ít nhất một polyol được đồng polyme hóa và sau đó được cho phản ứng với hỗn hợp chất làm chậm cháy theo sáng chế.

Có thể sử dụng với được ưu tiên là polyeste chưa bão hòa được biến đổi dicyclopentadien mà thu được bằng phản ứng của dicyclopentadien, maleic anhydrit, nước, rượu bão hòa và tùy ý axit đa bazơ khác. Polyeste được liên kết ngang với monome có thể polyme hóa gốc tự do như styren để tạo nhựa.

Polyme tốt hơn là polyme liên kết ngang mà thu được từ aldehyt và từ phenol, ure hoặc melamin, như nhựa phenol-formaldehyt, urea-formaldehyt và melamin-formaldehyt.

Polyme tốt hơn là chứa nhựa acrylic có thể liên kết ngang mà thu được từ acrylic este được thế, ví dụ từ epoxy acrylat, uretan acrylat hoặc polyeste acrylat.

Polyme tốt hơn là nhựa alkyd, nhựa polyeste và nhựa acrylat mà được liên kết ngang với nhựa melamin, nhựa ure, isoxyanat, isoxyanurat, polyisoxyanat hoặc nhựa epoxy.

Polyme tốt hơn là nhựa epoxy liên kết ngang mà thu được từ hợp chất béo, xycloaliphatic, dị vòng hoặc glycidyl thơm, ví dụ sản phẩm của bisphenol A diglycidyl ete, bisphenol F diglycidyl ete, được liên kết ngang bằng chất làm đông cứng thông thường, ví dụ anhydrit hoặc amin, có hoặc không có chất làm tăng tốc độ.

Chất nhiệt rắn được ưu tiên là polyme từ nhóm của xyanat este, hỗn hợp xyanat este/bismaleimit copolyme, bismaleimit/triazin epoxy và butadien polyme.

Butadien polyme được ưu tiên là copolyme khối chứa 70%-95% khối lượng của một hoặc nhiều hợp chất hydrocacbon thơm được thế monovinyl có 8-18 nguyên tử cacbon và 30%-5% khối lượng của một hoặc nhiều dien liên hợp có 4-12 nguyên tử cacbon và tùy ý chất liên kết ngang.

Tốt hơn là, hỗn hợp chất làm chậm cháy theo sáng chế cũng được sử dụng trong hệ nhựa bao gồm nhựa polybutadien hoặc nhựa polyisopren hoặc hỗn hợp của chúng

với polyme chứa butadien hoặc isopren chưa bão hòa mà có thể tham gia liên kết ngang.

Tốt hơn là, polyme là nhựa epoxy liên kết ngang mà thu được từ hợp chất béo, xycloaliphatic, dị vòng hoặc glycidyl thơm, ví dụ từ bisphenol A diglycidyl ete, bisphenol F diglycidyl ete, được liên kết ngang bằng chất làm đông cứng và/hoặc chất làm tăng tốc độ thông thường.

Hợp chất glycidyl thích hợp là bisphenol A diglycidyl este, bisphenol F diglycidyl este, polyglycidyl este của nhựa phenol formaldehyt và nhựa cresol-formaldehyt, polyglycidyl este của axit phtalic, axit isophtalic và axit terephtalic, và của axit trimellitic, hợp chất N-glycidyl của amin thơm và bazơ nitơ dị vòng, và hợp chất di- và polyglycidyl của rượu polyhydric béo.

Chất làm đông cứng thích hợp là amin béo, xycloaliphatic, thơm và dị vòng hoặc polyamin, như nhựa etylendiamin, diethylentriamin, triethylentetramin, propan-1,3-diamin, hexametylendiamin, aminoethylpiperazin, isophorondiamin, polyamidoamin, diaminodiphenylmetan, diaminodiphenyl ete, diaminodiphenyl sulfon, anilin-formaldehyt, 2,2,4-trimetylhexan-1,6-diamin, m-xylylendiamin, bis(4-aminocyclohexyl)metan, 2,2-bis(4-aminocyclohexyl)propan, 3-aminometyl-3,5,5-trimetylcyclohexylamin (isophorondiamin), polyamidoamin, xyanoguanidin và dixyandiamit, và cũng là axit đa bazơ hoặc anhydrit của chúng, ví dụ phtalic anhydrit, maleic anhydrit, tetrahydrophthalic anhydrit, metyltetrahydrophthalic anhydrit, hexahydrophthalic anhydrit và metylhexahydrophthalic anhydrit, và cũng là phenol, ví dụ nhựa phenol-novolac, nhựa cresol-novolac, nhựa phức dixyclopentadien-phenol, nhựa phenol aralkyl, nhựa cresolaralkyl, nhựa naphtholaralkyl, nhựa phenolaralkyl được biến đổi biphenol, nhựa phenol-trimetylolmetan, nhựa tetraphenylolatan, nhựa naphthol-novolac, nhựa đồng trùng ngưng naphthol-phenol, nhựa đồng trùng ngưng naphthol-cresol, nhựa phenol được biến đổi biphenol và nhựa phenol được biến đổi aminotriazin. Tất cả các chất làm đông cứng có thể được sử dụng một mình hoặc kết hợp với nhau.

Chất xúc tác hoặc chất làm tăng tốc độ thích hợp để liên kết ngang trong polyme hóa là amin bậc ba, benzyldimetylamin, N-alkylpyridin, imidazol, 1-metylimidazol, 2-metylimidazol, 2-etyl-4-metylimidazol, 2-etyl-4-metylimidazol, 2-phenylimidazol, 2-heptadexylimidazol, muối kim loại của axit hữu cơ, axit Lewis và muối phức amin.

Polyme tốt hơn là polyme liên kết ngang mà một mặt thu được từ aldehyt, và mặt khác phenol, ure hoặc melamin, như nhựa phenol-formaldehyt, ure-formaldehyt và melamin-formaldehyt. Polyme tốt hơn là chứa nhựa acrylic có thể liên kết ngang mà thu được từ acrylic este được thể, ví dụ từ epoxy acrylat, uretan acrylat hoặc polyeste acrylat.

Polyeste polyol được ưu tiên thu được bằng cách đa trùng ngưng rượu đa chức như etylen glycol, dietylen glycol, propylen glycol, 1,4-butandiol, 1,5-pentandiol, metylpentandiol, 1,6-hexandiol, trimetylpropan, glyxerol, pentaerythritol, diglyxerol, glucoza và/hoặc sorbitol, với axit dibazo như axit oxalic, axit malonic, axit suxinic, axit tartaric, axit adipic, axit sebacic, axit maleic, axit fumaric, axit phtalic và/hoặc axit terephthalic. Các polyeste polyol này có thể được sử dụng một mình hoặc kết hợp.

Polyisoxyanat thích hợp là polyisoxyanat thơm, vòng béo và/hoặc béo có không ít hơn hai nhóm isoxyanat và hỗn hợp của chúng. Được ưu tiên là polyisoxyanat thơm như tolyl diisoxyanat, metylen diphenyl diisoxyanat, naphthylen diisoxyanat, xylylen diisoxyanat, tris(4-isocyanatophenyl)metan và polymetylenpolyphenylen diisoxyanat; polyisoxyanat vòng béo như metylendiphenyl diisoxyanat, tolyl diisoxyanat; polyisoxyanat béo và hexametylen diisoxyanat, isophoron diisoxyanat, dimeryl diisoxyanat, hỗn hợp isome 1,1-metylenbis(4-isocyanatocyclohexan-4,4'-diisocyanatodicyclohexylmetan, 1,4-cyclohexyl diisoxyanat, sản phẩm Desmodur® (Bayer) và lysin diisoxyanat và hỗn hợp của chúng.

Polyisoxyanat thích hợp là sản phẩm được biến đổi mà thu được bằng phản ứng của polyisoxyanat với polyol, ure, carbodiimide và/hoặc biuret.

Polyme tốt hơn là nhựa polyeste chưa bão hòa mà thu được từ copolyeste của axit dicarboxylic bão hòa và chưa bão hòa với rượu polyhydric, và hợp chất vinyl làm chất liên kết ngang, và cũng là cải biến làm chậm cháy, được halogen hóa của chúng.

Polyme tốt hơn là nhựa acrylic có thể liên kết ngang mà thu được từ acrylic este được thể, ví dụ từ epoxy acrylat, uretan acrylat hoặc polyeste acrylat.

Polyme tốt hơn là hỗn hợp (hỗn hợp các polyme) của polyme nêu trên, ví dụ PP/EPDM (cao su polypropylen/etylen-propylen-dien), polyamid/EPDM hoặc ABS (cao su polyamid/etylen-propylen-dien hoặc acrylonitril-butadien-styren), PVC/EVA (polyvinyl clorua/etylen-vinyl axetat), PVC/ABS (polyvinyl clorua/acrylonitril-

butadien-styren), PVC/MBS (polyvinyl clorua/metacrylat-butadien-styren), PC/ABS (polycacbonat/acrylonitril-butadien-styren), PBTP/ABS (polybutylen terephtalat/acrylonitril-butadien-styren), PC/ASA (polycacbonat/acrylic este-styren-acrylonitril), PC/PBT (polycacbonat/polybutylen terephtalat), PVC/CPE (polyvinyl clorua/polyetylen được clo hóa), PVC/acrylat (polyvinyl clorua/acrylat, POM/PUR nhiệt dẻo (polyoxymetylen/polyuretan nhiệt dẻo), PC/PUR nhiệt dẻo (polycacbonat/polyuretan nhiệt dẻo), POM/acrylat (polyoxymetylen/acrylat), POM/MBS (polyoxymetylen/metacrylat-butadien-styren), PPO/HIPS (polyphenylen oxit/polystyren chịu va đập), PPO/PA 6,6 (polyphenylen oxit/nylon 6,6) và copolyme, PA/HDPE (polyamit/ polyetylen mật độ cao), PA/PP (polyamit/polyetylen), PA/PPO (polyamit/polyphenylen oxit), PBT/PC/ABS (polybutylen terephtalat/polycacbonat/acrylonitril-butadien-styren) và/hoặc PBT/PET/PC (polybutylen terephtalat/polyetylen terephtalat/polycacbonat).

Sản phẩm đúc được sản xuất tốt hơn là hình chữ nhật với đế đều hoặc không đều, hoặc hình khối, hình hộp thẳng, dạng miếng đệm hoặc hình lục lăng.

Hỗn hợp chất làm chậm cháy theo sáng chế cũng có thể được sử dụng trong chất đàn hồi, ví dụ cao su nitril, cao su nitril với nhóm carboxyl và butadien-acrylonitril tận cùng carboxy, cao su clopren, cao su butadien, cao su acrylonitril-butadien, cao su styren-butadien, cao su butadien với nhựa acrylic và polyimit nhiệt dẻo, copolyeste polyme được biến đổi uretan và các chất đàn hồi khác.

Các chất phụ gia khác được ưu tiên trong hỗn hợp chất làm chậm cháy theo sáng chế là từ nhóm của carbodiimit và/hoặc (poly)isoxyanat.

Các chất phụ gia khác được ưu tiên đến từ nhóm của phenol trở ngại về mặt không gian (ví dụ Hostanox[®] OSP 1), amin trở ngại về mặt không gian và chất làm ổn định ánh sáng (ví dụ sản phẩm Chimasorb[®] 944, Hostavin[®]), phosphonit và chất chống oxy hóa (ví dụ Sandostab[®] P-EPQ từ Clariant) và chất tách (sản phẩm Licomont[®] từ Clariant).

Chất độn được ưu tiên trong hỗn hợp chất làm chậm cháy theo sáng chế là hợp chất oxy của hợp chất silic, magie, ví dụ cacbonat kim loại của kim loại của nhóm chính thứ hai của bảng tuần hoàn, magie oxit, magie hydroxit, hydrotalxit, dihydrotalxit, magie cacbonat hoặc magie canxi cacbonat, hợp chất canxi, ví dụ canxi

hydroxit, canxi oxit, hydrocalumit, hợp chất nhôm, ví dụ nhôm oxit, nhôm hydroxit, boehmit, gipsit hoặc nhôm phosphat, phospho đỏ, hợp chất kẽm và/hoặc hợp chất nhôm.

Chất độn khác được ưu tiên là hạt thủy tinh.

Sợi thủy tinh tốt hơn là được sử dụng làm vật liệu gia cố.

Bộ phận trộn có thể sử dụng theo sáng chế là máy ép đùn vít nhiều vùng có vít ba vùng và/hoặc vít áp lực ngắn.

Bộ phận trộn có thể sử dụng theo sáng chế cũng là máy ngào trộn đồng thời, ví dụ từ hệ hỗn hợp Coperion Buss, Pratteln, Switzerland, ví dụ MDK/E46-11D, và/hoặc máy ngào trộn thí nghiệm (MDK 46 từ Buss, Switzerland với L = 11D).

Bộ phận trộn có thể sử dụng theo sáng chế là máy ép đùn vít kép, ví dụ từ Coperion Werner & Pfleiderer GmbH & Co. KG, Stuttgart (ZSK 25, ZSK 30, ZSK 40, ZSK 58, ZSK MEGAcoupler 40, 50, 58, 70, 92, 119, 177, 250, 320, 350, 380) và/hoặc từ Berstorff GmbH, Hanover, Leistritz Extrusionstechnik GmbH, Nuremberg.

Bộ phận trộn có thể sử dụng theo sáng chế là máy ép đùn vòng, ví dụ từ 3+Thiết bị ép đùn GmbH, Laufen, với vòng của ba đến mười hai vít nhỏ mà quay quanh lõi tĩnh, và/hoặc máy ép đùn bánh răng ở lớp ngoài cùng, ví dụ từ Entex, Bochum, và/hoặc máy ép đùn có lỗ thông hơi và/hoặc máy ép đùn phân cấp và/hoặc vít Maillefer.

Bộ phận trộn có thể sử dụng theo sáng chế là hợp chất với vít kép quay tròn theo chiều ngược lại, ví dụ mẫu Compex 37 và 70 từ Krauss-Maffei Berstorff.

Chiều dài vít có hiệu quả theo sáng chế (L) trong trường hợp máy ép đùn một trục hoặc máy ép đùn một vít nằm trong khoảng từ 20 đến 40D, trong trường hợp máy ép đùn trục kép nằm trong khoảng từ 8 đến 48D, và trong trường hợp máy ép đùn vít nhiều vùng, ví dụ, 25D với vùng hấp thụ (L=10D), vùng chuyển tiếp (L=6D) và vùng phun (L=9D).

Sáng chế ngoài ra đề cập đến việc sử dụng hỗn hợp chất làm chậm cháy theo sáng chế theo một hoặc nhiều điểm trong số các điểm từ 1 đến 19 trong hoặc cho hợp phích cắm, các thành phần mang dòng điện trong bộ phân phối điện (ngăn ngừa dòng điện dư), bảng mạch, hợp chất kết bao, hợp phích cắm, máy nghiền mạch, vỏ đèn, vỏ LED, vỏ tụ điện, pin cuộn và bộ thông gió, tiếp điểm nối đất, phích cắm, trong/trên

bảng mạch in, vỏ cho phích cắm, dây cáp, bảng mạch dẻo, cáp sạc cho điện thoại di động, vỏ động cơ, lớp phủ dẹt và các sản phẩm khác.

Sản phẩm này bao gồm sản phẩm đúc ở dạng các thành phần cho bộ phận điện/điện tử, đặc biệt cho các bộ phận của bảng mạch in, vỏ, màng, dây, công tắc, bộ phân phối, role, điện trở, tụ điện, cuộn dây, đèn, điốt, đèn LED, bóng bán dẫn, hộp phích cắm, bộ điều chỉnh, thành phần bộ nhớ và cảm biến, ở dạng các thành phần điện tích lớn, đặc biệt là các thành phần vỏ cho hộp chuyển mạch và ở dạng các thành phần cấu hình phức tạp với hình học đòi hỏi.

Tốt hơn là, trong trường hợp sản phẩm đúc này, độ dày của thành nhỏ hơn 0,5 mm, nhưng cũng có thể lớn hơn 1,5 mm (lên đến 10 mm). Độ dày cụ thể thích hợp nhỏ hơn 1,5 mm, tốt hơn nữa là nhỏ hơn 1 mm và đặc biệt tốt hơn là nhỏ hơn 0,5 mm.

Hỗn hợp chất làm chậm cháy theo sáng chế tốt hơn là được sử dụng với sợi thủy tinh có chiều dài trung bình số học nằm trong khoảng từ 100 đến 220 μm để sản xuất hợp chất đúc polyamit và/hoặc sản phẩm đúc làm chậm cháy, trong đó quy trình sản xuất hợp chất đúc polyamit hoặc sản phẩm đúc được điều chỉnh sao cho sợi thủy tinh trong hợp chất đúc polyamit hoặc sản phẩm đúc thu được có chiều dài trung bình số học nằm trong khoảng từ 100 đến 220 μm , và trong đó hợp chất đúc polyamit hoặc sản phẩm đúc tốt hơn là có IEC 60695-11-10 (UL94) phân loại V-0.

Sản xuất, xử lý và thử nghiệm hợp chất đúc polyme và sản phẩm đúc polyme làm chậm cháy

Muối dialkylphosphinic (bao gồm muối telome của axit dialkylphosphinic) được trộn với viên polyme và các chất phụ gia bất kỳ và được kết hợp vào polyme qua nhánh nạp của thiết bị ép đùn vít kép (Leistritz ZSE 27/44D) ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 230 đến 260°C (PBT được gia cố sợi thủy tinh), ở 260 đến 310°C (PA 6,6) và ở 250-275°C (PA 6). Sợi thủy tinh được bổ sung qua nhánh nạp thứ hai. Sợi polyme đồng nhất đã được rút ra, làm mát trong bể nước và sau đó tạo viên để cung cấp hợp chất đúc polyme làm chậm cháy.

Sau khi làm khô đủ, chế phẩm đúc được xử lý trên máy phun đúc (mẫu: Arburg 320 C Allrounder) ở nhiệt độ nóng chảy nằm trong khoảng từ 240 đến 300°C để tạo sản phẩm đúc polyme làm chậm cháy. Chúng có thể được sử dụng làm mẫu thử nghiệm và

được thử nghiệm khả năng làm chậm cháy và được phân loại bằng thử nghiệm UL 94 (Underwriter Laboratories).

Xác định cửa sổ xử lý của hợp chất PA-GF30 trong thử nghiệm DSC đẳng nhiệt

Theo phương pháp chung trên, hợp chất polyme đúc làm chậm cháy và sản phẩm đúc polyme làm chậm cháy được sản xuất. Chế phẩm gồm 49,7% khối lượng polyamit (Ultrad® A 27 E 01 từ BASF SE), 30% khối lượng sợi thủy tinh (PPG HP 3610 EC10 sợi thủy tinh từ PPG), 12,6% khối lượng muối dialkylphosphinic theo sáng chế (bao gồm muối telome của axit dialkylphosphinic) tương ứng với ví dụ, 6,6% khối lượng melamin polyphosphat (Melapur® 200/70 từ BASF), 0,8% khối lượng kẽm borat (Firebrake® 500 từ Rio Tinto Minerals), 0,3% khối lượng sáp (Licowax® E Gran từ Clariant).

Vì giới hạn dưới của cửa sổ xử lý không bị ảnh hưởng, biện pháp được sử dụng để xác định cửa sổ xử lý là phá vỡ hợp chất đúc polyme làm chậm cháy ở giới hạn trên. Việc này được thực hiện sử dụng khối lượng giảm ở nhiệt độ xác định.

DSC (phân tích nhiệt vi sai) trong không khí sau thời gian trì hoãn 60 min được sử dụng để xác định khối lượng giảm ở 330°C theo % khối lượng.

Dòng tự do của hỗn hợp chất làm chậm cháy theo sáng chế được xác định theo Pfrengle (DIN ISO 4324 Surface active agents; powders và granules; measurement of the angle of repose, Dec. 1983, Beuth Verlag Berlin).

Dòng tự do nêu trên được xác định bằng cách xác định chiều cao của hình nón của vật liệu bột hoặc dạng hạt hoặc tỷ lệ bán kính nón với chiều cao nón. Nón được sản xuất bằng cách đổ lượng đặc hiệu của chất cần kiểm tra qua phễu đặc hiệu trong thiết bị xác định. Bán kính nón xác định được sản xuất bằng cách đổ nón cho đến khi sản phẩm chảy qua tấm tròn được nâng lên từ đế. Bán kính của tấm được cố định. Phễu có đường kính trong là 10 mm. Tấm có bán kính 50 mm. 5 quá trình xác định được thực hiện và lấy trung bình. Chiều cao được đo bằng milimét với tỷ lệ tiến hành từ tấm lên đến đỉnh của nón. Tỷ lệ bán kính nón (50 mm) với chiều cao nón được tính từ giá trị trung bình.

Sử dụng hỗn hợp chất làm chậm cháy theo giải pháp đã biết, nón của chiều cao nghỉ nằm trong khoảng từ 29,9 đến 49,9 mm, tương ứng với khoảng 20 mm, được xác định, và tỷ lệ bán kính với chiều cao ($= \cot \alpha$) nằm trong khoảng từ 1,67 đến 1,00, tương ứng với khoảng 0,67.

Góc nghỉ là góc giữa đường thẳng được tạo thành bởi đáy nón và đường thẳng được tạo thành bởi gò nón, tức là được xác định bằng đầu nón và bán kính nón.

Mẫu thử nghiệm của mỗi hỗn hợp được sử dụng để xác định nhóm cháy UL 94 (Underwriter Laboratories) trên mẫu có độ dày 1,5 mm.

Các phân loại cháy UL 94 như sau:

V-0 thời gian sau khi cháy không bao giờ lâu hơn 10 sec, tổng thời gian sau khi cháy với 10 lần áp dụng cháy không hơn 50 sec, không có giọt lửa, không tiêu thụ hoàn toàn mẫu, thời gian sau khi phát sáng với mẫu không bao giờ lâu hơn 30 sec sau khi kết thúc áp dụng cháy

V-1 thời gian sau khi cháy không bao giờ lâu hơn 30 sec sau khi kết thúc áp dụng cháy, tổng thời gian sau khi cháy với 10 lần áp dụng cháy không hơn 250 sec, thời gian sau khi phát sáng với mẫu không bao giờ lâu hơn 60 sec sau khi kết thúc áp dụng cháy, các tiêu chí khác như với V-0

V-2 chất chỉ thị bùng bốc cháy bởi giọt lửa, các tiêu chí khác như với V-1

Không thể phân loại (ncl): không tuân thủ phân loại cháy V-2.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Ví dụ 1

Theo DE-A-10359815, dung dịch natri diethylphosphinat có hàm lượng phospho 7,71% khối lượng được điều chế. 2652 g dung dịch này được đo tại 80°C vào nước khử ion đồng thời với 1364 g dung dịch nhôm sulfat mà bổ sung 70 mg 22% khối lượng dung dịch sắt(III) sulfat. Huyền phù tinh thể được lọc nóng qua bộ lọc hút và rửa với 15 lần lượng nước nóng. Sản phẩm đã lọc ẩm được sấy khô tại 120°C trong không khí nitơ ở tủ sấy trong khoảng 18 h và chứa 0,2% khối lượng độ ẩm dư (RM) và 18 ppm sắt.

Sắt được kết hợp vào mạng tinh thể của muối diethylphosphinic.

Độ bền nhiệt và cửa sổ xử lý (xem bảng cho cả hai) cao hơn so với nhôm diethylphosphinat nguyên chất (ví dụ so sánh 7). Độ bền nhiệt được xác định sử dụng muối dialkylphosphinic theo sáng chế, và cửa sổ xử lý sử dụng hợp chất đúc polymeric làm chậm cháy.

Ví dụ 2

Theo DE-A-10359815, dung dịch natri diethylphosphinat chứa sec-butyl etylphosphinat (1-metylpropyl etylphosphinat) và có hàm lượng phospho 7,71% khối lượng được điều chế. Theo ví dụ 1, nó được xử lý sử dụng 0,2 g 22% khối lượng dung dịch sắt(III) sulfat để tạo sản phẩm chứa từ 0,1% khối lượng RM, 0,9 P% sec-butyl etylphosphinat và 52 ppm sắt.

Sắt được kết hợp vào mạng tinh thể của muối telome axit diethylphosphinic.

Độ bền nhiệt và cửa sổ xử lý (xem bảng cho cả hai) cao hơn so với nhôm diethylphosphinat nguyên chất (ví dụ so sánh 7). Độ bền nhiệt được xác định sử dụng muối telome axit diethylphosphinic theo sáng chế, và cửa sổ xử lý sử dụng hợp chất đúc polymeric làm chậm cháy.

Ví dụ 3

Theo DE-A-10359815, dung dịch natri diethylphosphinat chứa n-butyl etylphosphinat và có hàm lượng phospho 7,71% khối lượng được điều chế. Theo ví dụ 1, nó được xử lý sử dụng 0,2 g 22% khối lượng dung dịch sắt(III) sulfat để tạo sản phẩm chứa từ 0,1% khối lượng RM, 1,8 P% n-butyl etylphosphinat và 52 ppm sắt.

Sắt được kết hợp vào mạng tinh thể của muối telome axit diethylphosphinic.

Độ bền nhiệt và cửa sổ xử lý (xem bảng cho cả hai) cao hơn so với nhôm diethylphosphinat nguyên chất (ví dụ so sánh 7). Độ bền nhiệt được xác định sử dụng muối telome axit diethylphosphinic theo sáng chế, và cửa sổ xử lý sử dụng hợp chất đúc polymeric làm chậm cháy.

Ví dụ 4

Theo DE-A-10359815, dung dịch natri diethylphosphinat chứa n-butyl etylphosphinat và có hàm lượng phospho 7,71% khối lượng được điều chế. Theo ví dụ 1, nó được xử lý sử dụng 0,2 g 22% khối lượng dung dịch sắt(III) sulfat để tạo sản phẩm chứa từ 0,2% khối lượng RM, 0,9 P% n-butyl etylphosphinat và 52 ppm sắt.

Sắt được kết hợp vào mạng tinh thể của muối telome axit diethylphosphinic.

Độ bền nhiệt và cửa sổ xử lý (xem bảng cho cả hai) cao hơn so với nhôm diethylphosphinat nguyên chất (ví dụ so sánh 7). Độ bền nhiệt được xác định sử dụng muối telome axit diethylphosphinic theo sáng chế,

và cửa sổ xử lý sử dụng hợp chất đúc polymeric làm chậm cháy.

Ví dụ 5

Theo DE-A-10359815, dung dịch natri diethylphosphinat chứa n-butyl etylphosphinat và có hàm lượng phospho 7,71% khối lượng được điều chế. Theo ví dụ 1, nó được xử lý sử dụng 3,9 g 22% khối lượng dung dịch sắt(III) sulfat để tạo sản phẩm chứa từ 0,2% khối lượng RM, 4 P% n-butyl etylphosphinat và 1019 ppm sắt.

Sắt được kết hợp vào mạng tinh thể của muối telome axit diethylphosphinic.

Độ bền nhiệt và cửa sổ xử lý (xem bảng cho cả hai) cao hơn so với nhôm diethylphosphinat nguyên chất (ví dụ so sánh 7). Độ bền nhiệt được xác định sử dụng muối telome axit diethylphosphinic theo sáng chế, và cửa sổ xử lý sử dụng hợp chất đúc polymeric làm chậm cháy.

Ví dụ 6

Theo DE-A-10359815, dung dịch natri diethylphosphinat chứa sec-butyl etylphosphinat và n-butyl etylphosphinat và có hàm lượng phospho 7,71% khối lượng được điều chế. Theo ví dụ 1, nó được xử lý sử dụng 52 g 22% khối lượng dung dịch sắt(III) sulfat để tạo sản phẩm chứa từ 0,3% khối lượng RM, 0,9 P% sec-butyl etylphosphinat, 10 P% n-butyl etylphosphinat và 13 783 ppm sắt.

Sắt được kết hợp vào mạng tinh thể của muối telome axit diethylphosphinic.

Độ bền nhiệt và cửa sổ xử lý (xem bảng cho cả hai) cao hơn so với nhôm diethylphosphinat nguyên chất (ví dụ so sánh 7). Độ bền nhiệt được xác định sử dụng muối telome axit diethylphosphinic theo sáng chế, và cửa sổ xử lý sử dụng hợp chất đúc polymeric làm chậm cháy.

Ví dụ 7 (so sánh)

Nhôm diethylphosphinat không có hàm lượng telome và/hoặc sắt thể hiện độ bền nhiệt và cửa sổ xử lý được liệt kê trong bảng 2.

Bảng 2: Lượng được sử dụng trong quá trình kết tinh [g]

Ví dụ	Lượng được sử dụng					Sản lượng	Phân tích sản phẩm				Độ bền nhiệt	Cửa sổ xử lý	Diện tích bề mặt BET	Mật độ riêng từng hạt/ đã lên
	H ₂ O	Axit diethyl-phosphinic, muối natri, dung dịch có nước	Dung dịch Al sulfat	Dung dịch Fe sulfat	Axit diethyl-phosphinic, muối nhôm		Hàm lượng độ ẩm dư	Hàm lượng Fe	sec-Butyl-phosphinat	n-Butyl-phosphinat				
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[%]	[ppm Fe]	[P%]	[P%]	[°C]	[%]	[m ² /g]	[g/L]
1	3800	2652	1364	0,07	-	835	0,2	18	-	-	334	5,0	1,8	560
2	3800	2652	1364	0,20	-	845	0,1	52	0,1	-	348	4,0	2,4	570
3	3800	2652	1364	0,20	-	840	0,1	52	-	1,8	374	3,8	1,8	560
4	3800	2652	1364	0,20	-	840	0,2	52	-	0,9	349	4,0	3,6	610
5	3800	2652	1355	3,90	-	842	0,2	1019	-	4	366	4,8	2,0	560
6	3800	2652	1238	52,0	-	830	0,3	13783	0,9	10	360	4,5	3,6	580
so sánh 7	-	-	-	-	1000	-	0,2	0	-	-	325	8	1,8	610

Muối dialkylphosphinic và muối telome dialkylphosphinic theo sáng chế có hàm lượng sắt xác định có cửa sổ xử lý lớn hơn (rộng hơn) rõ rệt so với muối diethylphosphinic không chứa sắt.

Tất cả đều thể hiện khả năng làm chậm cháy tốt trong PA6.

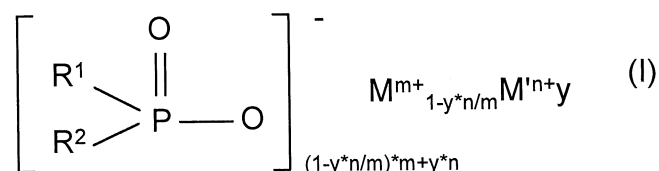
Trong bảng trên, độ bền nhiệt được đo với sự trợ giúp của phân tích nhiệt trọng (TGA). Nhiệt độ được báo cáo là nhiệt độ mà giảm khối lượng 2% khối lượng.

Cửa sổ xử lý của hợp chất đúc polyme cũng được xác định bằng TGA. Khối lượng giảm được đo theo phần trăm khối lượng ở 330°C sau 1 h. TGA được thực hiện trong không khí.

Trong trường hợp hợp chất đúc polyme, phạm vi tối đa của chế phẩm chất làm chậm cháy theo sáng chế là polyamit, MPP (melamin polyphosphat), sợi thủy tinh, kẽm borat và sáp.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Muối axit diorganylphosphinic chứa sắt với lượng từ 0,0001% đến 99,9999% khối lượng.
2. Muối axit diorganylphosphinic theo điểm 1, trong đó muối này thỏa mãn công thức (I)



trong đó:

R^1 và R^2 là giống hoặc khác nhau và là C_1 - C_{18} -alkyl ở dạng mạch thẳng, mạch nhánh hoặc vòng, C_6 - C_{18} -aryl, C_7 - C_{18} -arylalkyl và/hoặc C_7 - C_{18} -alkylaryl, hoặc cùng tạo thành ít nhất một vòng,

y nằm trong khoảng từ 0,00001 đến 0,091,

m nằm trong khoảng từ 1 đến 4, và

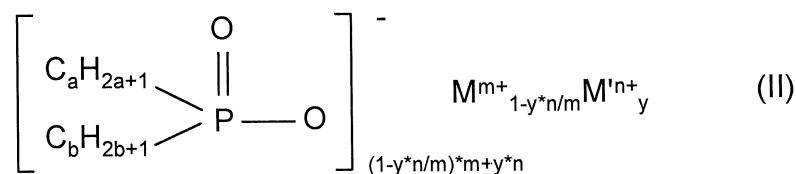
n nằm trong khoảng từ 2 đến 3,

M là Mg, Ca, Al, Sb, Sn, Ge, Ti, Zr, Zn, Ce, Bi, Sr, Mn, Li, Na và/hoặc K, và

M' là Fe.

3. Muối axit diorganylphosphinic theo điểm 2, trong đó R^1 , R^2 ở công thức (I) là giống hoặc khác nhau và độc lập là methyl, ethyl, n-propyl, isopropyl, n-butyl, tert-butyl, n-pentyl, 2-pentyl, 3-pentyl, 2-methylbutyl, 3-methylbutyl (isopentyl), 3-methylbut-2-yl, 2-methylbut-2-yl, 2,2-dimethylpropyl (neopentyl), hexyl, heptyl, octyl, nonyl, dextyl, xyclopentyl, xyclopentyletyl, xyclohexyl, xyclohexyletyl, phenyl, phenyletyl, methylphenyl và/hoặc methylphenyletyl.

4. Muối axit diorganylphosphinic theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, trong đó muối này thỏa mãn công thức (II)



trong đó:

a và b là giống hoặc khác nhau và mỗi a và b độc lập nằm trong khoảng từ 1 đến 9 và nhóm $\text{C}_a\text{H}_{2a+1}$ và $\text{C}_b\text{H}_{2b+1}$ có thể là mạch thẳng hoặc mạch nhánh và

y nằm trong khoảng từ 0,00001 đến 0,091,

m nằm trong khoảng từ 1 đến 4, và

n nằm trong khoảng từ 2 đến 3,

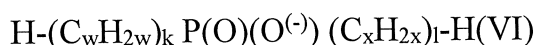
M là Mg, Ca, Al, Sb, Sn, Ge, Ti, Zr, Zn, Ce, Bi, Sr, Mn, Li, Na và/hoặc K, và

M' là Fe.

5. Muối axit diorganylphosphinic theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4, trong đó sắt ở dạng sắt(II) dialkylphosphinat và/hoặc sắt(III) dialkylphosphinat.

6. Muối axit diorganylphosphinic theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4, trong đó M và M' ở dạng hợp chất ion đồng nhất với các anion $(\text{C}_a\text{H}_{2a+1})(\text{C}_b\text{H}_{2b+1})\text{PO}_2$.

7. Muối axit diorganylphosphinic theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 6, trong đó muối này còn chứa ion telome, trong đó ion telome này là ion có công thức thực nghiệm (VI)



trong đó ở công thức (VI), độc lập với nhau,

k nằm trong khoảng từ 1 đến 9, l nằm trong khoảng từ 1 đến 9, w nằm trong khoảng từ 2 đến 9 và x nằm trong khoảng từ 2 đến 9.

8. Muối axit diorganylphosphinic theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 7, trong đó ở công thức (VI), mỗi w và x nằm trong khoảng từ 2 đến 4 và mỗi k và l nằm trong khoảng từ 1 đến 4.

9. Muối axit diorganylphosphinic theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 7, trong đó ở công thức (VI), mỗi w và x là 2 hoặc 3 và mỗi k và l nằm trong khoảng từ 1 đến 3.

10. Muối axit diorganylphosphinic theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 9, trong đó muối này chứa:

- a) từ 60 đến 99,9999 P% muối dialkylphosphinic có công thức (I) và
- b) từ 0,1 đến 40 P% ion telome có công thức (VI),

trong đó tổng của a) và b) là 100 P%, với điều kiện là mỗi muối diorganylphosphinic có công thức (I) và ion telome có công thức (VI) là hợp chất khác nhau.

11. Muối axit diorganylphosphinic theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 10, trong đó ion M , M' , $(C_aH_{2a+1})(C_bH_{2b+1})PO_2^-$, $H-(C_wH_{2w})_kPO_2^-(C_xH_{2x})_l-H$ và anion của axit etylbutylphosphinic, axit dibutylphosphinic, axit etylhexylphosphinic, axit butylhexylphosphinic, axit etyloctylphosphinic, axit sec-butyletylphosphinic, axit 1-ethylbutyl(butyl)phosphinic, axit etyl(1-methylpentyl)phosphinic, axit di-sec-butylphosphinic (axit di(1-methylpropyl)phosphinic), axit propyl(hexyl)phosphinic, axit dihexylphosphinic, axit hexyl(nonyl)phosphinic, axit propyl(nonyl)phosphinic, axit dinonylphosphinic, axit dipropylphosphinic, axit butyl(octyl)phosphinic, axit hexyl(octyl)phosphinic, axit dioctylphosphinic, axit etyl(xyclopentyletyl)phosphinic, axit butyl(xyclopentyletyl)phosphinic, axit etyl(xyclohexyletyl)phosphinic, axit butyl(xyclohexyletyl)phosphinic, axit etyl(phenyletyl)phosphinic, axit butyl(phenyletyl)phosphinic, axit etyl(4-methylphenyletyl)phosphinic, axit butyl(4-methylphenyletyl)phosphinic, axit butylxyclopentylphosphinic, axit butylxyclohexyletylphosphinic, axit butylphenylphosphinic, axit etyl(4-methylphenyl)phosphinic và/hoặc axit butyl(4-methylphenyl)phosphinic cùng tạo thành hợp chất ion đồng nhất.

12. Muối axit diorganylphosphinic theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 11, trong đó ion telome ở dạng muối kim loại của chúng, là muối kim loại của axit etylbutylphosphinic, axit dibutylphosphinic, axit etylhexylphosphinic, axit butylhexylphosphinic, axit etyloctylphosphinic, axit sec-butyletylphosphinic, axit 1-ethylbutyl(butyl)phosphinic, axit etyl(1-methylpentyl)phosphinic, axit di-sec-butylphosphinic (axit di-1-methylpropylphosphinic), axit propyl(hexyl)phosphinic, axit dihexylphosphinic, axit hexyl(nonyl)phosphinic, axit propyl(nonyl)phosphinic, axit dinonylphosphinic, axit dipropylphosphinic, axit butyl(octyl)phosphinic, axit hexyl(octyl)phosphinic, axit dioctylphosphinic, axit etyl(xyclopentyletyl)phosphinic,

axit butyl(xyclopentyletyl)phosphinic, axit etyl(xyclohexyletyl)phosphinic, axit butyl(xyclohexyletyl)phosphinic, axit etyl(phenyletyl)phosphinic, axit butyl(phenyletyl)phosphinic, axit etyl(4-metylphenyletyl)phosphinic, axit butyl(4-metylphenyletyl)phosphinic, axit butylxyclopentylphosphinic, axit butylxyclohexyletylphosphinic, axit butylphenylphosphinic, axit etyl(4-metylphenyl)phosphinic và/hoặc axit butyl(4-metylphenyl)phosphinic, và kim loại của muối kim loại thuộc nhóm Mg, Ca, Al, Sb, Sn, Ge, Ti, Fe, Zr, Zn, Ce, Bi, Sr, Mn, Li, Na và/hoặc K.

13. Muối axit diorganylphosphinic theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 12, trong đó muối này có:

- cỡ hạt nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1000 μm ,
- mật độ khối nằm trong khoảng từ 80 đến 800 g/L,
- mật độ đã lên nằm trong khoảng từ 100 g/L đến 1100 g/L,
- góc nghỉ nằm trong khoảng từ 5 đến 45 độ,
- diện tích bề mặt BET nằm trong khoảng từ 1 đến 40 m^2/g ,
- giá trị màu L nằm trong khoảng từ 85 đến 99,9,
- giá trị màu a nằm trong khoảng từ -4 đến +9, và
- giá trị màu b nằm trong khoảng từ -2 đến +6.

14. Muối axit diorganylphosphinic theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 13, trong đó muối này có:

- cỡ hạt nằm trong khoảng từ 0,5 đến 800 μm ,
- mật độ khối nằm trong khoảng từ 80 đến 600 g/L,
- mật độ đã lên nằm trong khoảng từ 600 g/L đến 800 g/L, và
- góc nghỉ nằm trong khoảng từ 10 đến 40 độ.

15. Quy trình sản xuất muối axit diorganylphosphinic theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 14, quy trình này bao gồm:

- a) ở giai đoạn xử lý 1, từ 0,9 đến 1,1 phân tử của olefin với mỗi P được bổ sung vào muối tan trong nước của axit hypophosphorơ hoặc chính axit này,

- b) ở giai đoạn xử lý 2, từ 0,9 đến 1,1 phân tử olefin bổ sung với mỗi P được bổ sung vào hợp chất trung gian từ a) để tạo axit dialkylphosphinic hoặc muối của chúng,
- c) ở giai đoạn xử lý 3, từ 1 đến 9 phân tử olefin khác được bổ sung vào từ 0% đến 20% phân tử dialkylphosphinat từ giai đoạn xử lý 1, để tạo thành telome,
- d) ở giai đoạn xử lý 4, kết tinh hợp chất trung gian từ b) hoặc c) với muối kim loại và muối sắt được tiến hành.

16. Quy trình sản xuất muối axit diorganylphosphinic theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 14, quy trình này bao gồm:

- a) ở giai đoạn xử lý 1, từ 0,9 đến 1,1 phân tử olefin với mỗi P được bổ sung vào muối tan trong nước của axit hypophosphorơ hoặc chính axit này,
- b) ở giai đoạn xử lý 2, từ 0,9 đến 1,1 phân tử olefin bổ sung với mỗi P được bổ sung vào hợp chất trung gian từ a) để tạo axit dialkylphosphinic hoặc muối của chúng,
- c) ở giai đoạn xử lý 3, từ 1 đến 9 phân tử olefin khác được bổ sung vào từ 0% đến 20% phân tử dialkylphosphinat từ giai đoạn xử lý 1, để tạo thành telome,
- d) ở giai đoạn xử lý 4, kết tinh với muối kim loại và/hoặc muối sắt được tiến hành, và
- e) ở giai đoạn xử lý 5, đồng kết tủa hợp chất trung gian từ d) với muối kim loại hoặc muối sắt được tiến hành.

17. Quy trình sản xuất muối axit diorganylphosphinic theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 14, quy trình này bao gồm:

- a) ở giai đoạn xử lý 1, từ 0,9 đến 1,1 phân tử olefin với mỗi P được bổ sung vào muối tan trong nước của axit hypophosphorơ hoặc chính axit này,
- b) ở giai đoạn xử lý 2, từ 0,9 đến 1,1 phân tử olefin bổ sung với mỗi P được bổ sung vào hợp chất trung gian từ a) để tạo axit dialkylphosphinic hoặc muối của chúng,

- c) ở giai đoạn xử lý 3, kết tinh với muối kim loại và/hoặc muối sắt được tiến hành, và
- d) sau đó ở giai đoạn xử lý 4, các telome được trộn bằng phương pháp vật lý.

18. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 15 đến 17, trong đó muối sắt là florua, clorua, bromua, iodua, iodat, perclorat, oxit, hydroxit, peroxit, superoxit, sulfat, hydrosulfat, sulfat hydrat, sulfit, peroxosulfat, nitrua, phosphua, nitrat, nitrat hydrat, nitrit, phosphat, peroxophosphat, phosphit, hypophosphit, pyrophosphat, cacbonat, hydrocacbonat, hydroxit cacbonat, cacbonat hydrat, silicat, hexaflosilicat, hexaflosilicat hydrat, stannat, borat, polyborat, peroxoborat, thioxyanat, xyanat, xyanua, cromat, cromit, molybdat, permanganat, format, axetat, axetat hydrat, trifloaxetat hydrat, propionat, butyrat, valerat, caprylat, oleat, stearat, oxalat, tartrat, xitrat, xitrat cơ bản, xitrat hydrat, benzoat, salixylat, lactat, lactat hydrat, acrylat, maleat, muối của axit succinic, muối của glyxin, phenoxit, para-phenolsulfonat, para-phenolsulfonat hydrat, axetylaxetonat hydrat, tannat, dimetyldithiocarbamat, triflometansulfonat, alkylsulfonat và/hoặc aralkylsulfonat.

19. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 15 đến 18, trong đó kim loại của muối kim loại thuộc nhóm Al, Ti, Fe và/hoặc Zn.

20. Hợp chất đúc polyme hoặc sản phẩm đúc polyme nhiệt dẻo hoặc nhiệt rắn làm chậm cháy, màng, sợi tơ và/hoặc sợi chứa từ 0,5% đến 45% khối lượng là muối axit diorganylphosphinic theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 14, từ 0,5% đến 95% khối lượng là polyme nhiệt dẻo hoặc nhiệt rắn hoặc hỗn hợp của chúng, từ 0% đến 55% khối lượng là các chất phụ gia và từ 0% đến 55% khối lượng là chất độn hoặc vật liệu gia cố, trong đó tổng của các thành phần này là 100% khối lượng, trong đó polyme này chứa polyme nhiệt dẻo thuộc loại polystyren HI (high-impact: chịu va đập), polyphenylen ete, polyamit, polyeste hoặc polycarbonat, và hỗn hợp hoặc hỗn hợp polyme thuộc loại polyme ABS (acrylonitril-butadien-styren) hoặc PC/ABS (polycarbonat/acrylonitril-butadien-styren) hoặc PPE/HIPS (polyphenylen ete/polystyren HI), và/hoặc polyme nhiệt rắn thuộc loại nhựa epoxy hoặc polyeste chưa bão hòa.