



(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)



1-0038530

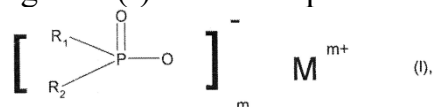
(51)⁷ C08K 5/00; C08L 77/00; C08K 7/14; (13) B
C08K 5/49; C08K 5/5313

(21) 1-2019-06902 (22) 06/07/2018
(86) PCT/EP2018/068321 06/07/2018 (87) WO 2019/011790 17/01/2019
(30) 10 2017 212 098.3 14/07/2017 DE
(45) 25/01/2024 430 (43) 25/08/2020 389
(73) Clariant International Ltd (CH)
Rothausstrasse 61, 4132 Muttensz, 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) CHẾ PHẨM POLYAMIT LÀM CHẬM CHÁY CÓ KHẢ NĂNG CAO CHỐNG
LẠI BIẾN DẠNG NHIỆT

(57) Sáng chế đề cập đến chế phẩm polyamit làm chậm cháy, bao gồm:

- polyamit làm thành phần A,
- chất độn và/hoặc chất gia cố làm thành phần B.
- muối phosphinic có công thức (I) làm thành phần C



trong đó R_1 và R_2 là etyl,

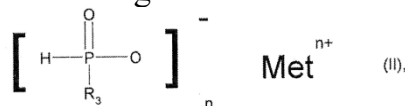
M là Al, Fe, TiO_p hoặc Zn,

m là từ 2 đến 3, và

$$p = (4 - m) / 2$$

- các muối Al, Fe, TiO_p và Zn của axit etylbutylphosphinic, của axit dibutylphosphinic, của axit etylhexylphosphinic, của axit butylhexylphosphinic và/hoặc của axit dihexylphosphinic làm thành phần D, và

- muối monoethylphosphinic có công thức II làm thành phần E



trong đó R_3 là etyl.

Met là Al, Fe, TiO_q hoặc Zn,

n là từ 2 đến 3, và

$$q = (4 - n) / 2.$$

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến chế phẩm polyamit làm chậm cháy và sản phẩm ép được tạo ra từ chế phẩm này đặc trưng bởi khả năng làm chậm cháy rất tốt và nhiệt độ biến dạng nhiệt cao (HDT : heat deflection temperature).

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Nhựa dễ cháy thường phải được trang bị các chất làm chậm cháy để có thể đạt được yêu cầu về khả năng làm chậm cháy cao từ các bộ xử lý nhựa và trong một số trường hợp là từ cơ quan lập pháp.

Tốt hơn là sử dụng các hệ chất làm chậm cháy không halogen hoá chỉ tạo ra mức độ khí thấp, nếu có, vì lý do môi trường.

Trong số các chất làm chậm cháy này, muối của các axit phosphinic (phosphinat) được phát hiện là đặc biệt hiệu quả cho polyme nhiệt dẻo (DE 2 252 258 A và DE 2 447 727 A).

Ngoài ra, các hỗn hợp hiệp đồng đã biết của các phosphinat với các hợp chất chứa nitơ cụ thể đã được phát hiện là hiệu quả hơn làm chất làm chậm cháy trong một loạt các polyme so với chỉ sử dụng riêng phosphinat (WO-2002/28953 A1, và cả DE 197 34 437 A1 và DE 197 37 727 A1).

US 7,420,007 B2 đề cập đến dialkylphosphinat chứa một lượng nhỏ của telome được chọn làm chất làm chậm cháy thích hợp cho polyme, polyme này chỉ bị phân huỷ một lượng rất nhỏ khi kết hợp chất làm chậm cháy vào nền polyme.

Các chất làm chậm cháy thường phải được thêm với các liều cao để đảm bảo khả năng làm chậm cháy đủ của nhựa theo các tiêu chuẩn quốc tế. Do tính phản ứng hoá học của chúng cần thiết cho khả năng làm chậm cháy ở nhiệt độ cao, nên các chất làm chậm cháy, đặc biệt với liều cao, có thể làm suy giảm độ bền xử lý của nhựa. Điều này có thể dẫn đến sự phân huỷ polyme tăng lên, phản ứng liên kết chéo, thải khí hoặc đổi màu.

WO 2014/135256 A1 đề cập đến hợp chất ép polyamit có độ bền nhiệt được cải thiện rõ rệt, có xu hướng dịch chuyển giảm bớt và có các đặc tính về điện và cơ học tốt.

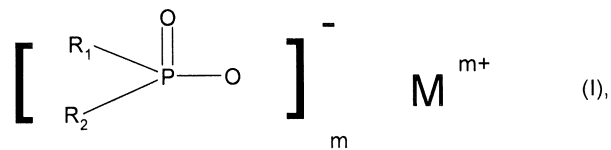
Tuy nhiên, tới nay còn thiếu các chế phẩm polyamit chứa phosphinat làm chậm cháy mà đồng thời đạt được tất cả các đặc tính yêu cầu, như các giá trị điện tốt (GWFI, CTI), khả năng chống biến dạng nhiệt (HDT-A) và khả năng làm chậm cháy hiệu quả, đặc trưng bởi thời gian cháy hoàn toàn tối thiểu (UL-94).

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Do vậy mục đích của sáng chế là đề xuất chế phẩm polyamit làm chậm cháy dựa trên các hệ làm chậm cháy chứa phosphinat mà có cùng lúc tất cả các đặc tính nêu trên và đặc biệt là có các giá trị điện tốt và khả năng cao chống biến dạng nhiệt, và khả năng làm chậm cháy cao, và cả khả năng làm chậm cháy, đặc trưng bởi thời gian cháy hoàn toàn tối thiểu.

Sáng chế đề xuất chế phẩm polyamit làm chậm cháy có nhiệt độ biến dạng nhiệt HDT-A là ít nhất 280°C, bao gồm:

- polyamit có điểm nóng chảy không nhỏ hơn 290°C, tốt hơn là không nhỏ hơn 300°C, làm thành phần A,
- chất độn và/hoặc chất gia cố, tốt hơn là sợi thủy tinh, làm thành phần B,
- muối diethylphosphinic có công thức (I) làm thành phần C



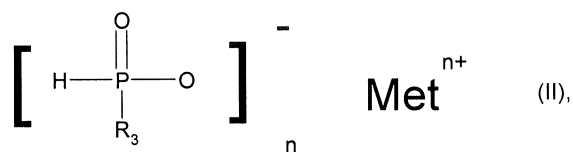
trong đó R_1 và R_2 là etyl,

M là Al, Fe, TiO_p hoặc Zn,

m là từ 2 đến 3, tốt hơn là 2 hoặc 3, và

$$p = (4 - m) / 2$$

- hợp chất được chọn từ nhóm bao gồm các muối Al, Fe, TiO_p và Zn của axit etylbutylphosphinic, của axit dibutylphosphinic, của axit etylhexylphosphinic, của axit butylhexylphosphinic và/hoặc của axit dihexylphosphinic làm thành phần D, và
- muối monoethylphosphinic có công thức II làm thành phần E



trong đó R_3 là etyl,

Met là Al, Fe, TiO_q hoặc Zn,

n là từ 2 đến 3, tốt hơn là 2 hoặc 3, và

$$q = (4 - n) / 2.$$

Trong chế phẩm polyamit theo sáng chế, tỷ lệ của thành phần A thường từ 25% đến 95% khối lượng, tốt hơn là từ 25% đến 75% khối lượng.

Trong chế phẩm polyamit theo sáng chế, tỷ lệ của thành phần B thường từ 1% đến 45% khối lượng, tốt hơn là từ 20% đến 40% khối lượng.

Trong chế phẩm polyamit theo sáng chế, tỷ lệ của thành phần C thường từ 0,75% đến 30% khối lượng, tốt hơn là từ 5% đến 20% khối lượng.

Trong chế phẩm polyamit theo sáng chế, tỷ lệ của thành phần D thường từ 0,01% đến 3% khối lượng, tốt hơn là từ 0,05% đến 1,5% khối lượng.

Trong chế phẩm polyamit theo sáng chế, tỷ lệ của thành phần E thường từ 0,01% đến 2% khối lượng, tốt hơn là từ 0,01% đến 0,5% khối lượng.

Giá trị phần trăm các tỷ lệ của các thành phần từ A đến E được dựa trên tổng lượng của chế phẩm polyamit.

Ưu tiên chế phẩm polyamit làm chậm cháy trong đó

- tỷ lệ của thành phần A là từ 25% đến 95% khối lượng,
 - tỷ lệ của thành phần B là từ 1% đến 45% khối lượng,
 - tỷ lệ của thành phần C là từ 0,75% đến 30% khối lượng,
 - tỷ lệ của thành phần D là từ 0,01% đến 3% khối lượng, và
 - tỷ lệ của thành phần E là từ 0,01% đến 2% khối lượng,
- trong đó các phần trăm này được dựa trên tổng lượng của chế phẩm polyamit.

Đặc biệt ưu tiên chế phẩm polyamit làm chậm cháy trong đó

- tỷ lệ của thành phần A là từ 25% đến 75% khối lượng,
 - tỷ lệ của thành phần B là từ 20% đến 40% khối lượng,
 - tỷ lệ của thành phần C là từ 5% đến 20% khối lượng,
 - tỷ lệ của thành phần D là từ 0,05% đến 1,5% khối lượng, và
 - tỷ lệ của thành phần E là từ 0,01% đến 0,5% khối lượng,
- trong đó các phần trăm này được dựa trên tổng lượng của chế phẩm polyamit.

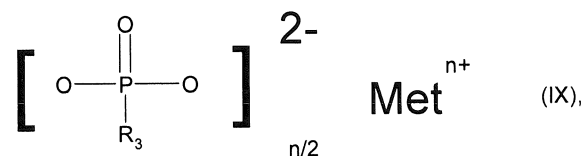
Muối của thành phần C được sử dụng ưu tiên là các muối mà trong đó M^{m+} là Zn^{2+} , Fe^{3+} hoặc đặc biệt là Al^{3+} .

Muối của thành phần D được sử dụng ưu tiên là muối kẽm, muối sắt hoặc đặc biệt là muối nhôm.

Muối của thành phần E được sử dụng ưu tiên là các muối mà trong đó Met^{n+} là Zn^{2+} , Fe^{3+} hoặc đặc biệt là Al^{3+} .

Ưu tiên chế phẩm polyamit làm chậm cháy trong đó M và Met là Al, m và n là 3, và trong đó các hợp chất của thành phần D có dạng muối nhôm.

Theo một phương án ưu tiên, chế phẩm polyamit làm chậm cháy nêu trên chứa muối phosphonic có công thức (IX) làm thành phần F



trong đó R_3 là etyl,

Met là Al, Fe, TiO_q hoặc Zn,

n là từ 2 đến 3, tốt hơn là 2 hoặc 3, và

$q = (4 - n) / 2$.

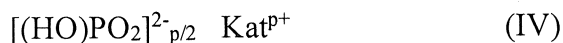
Thành phần F tốt hơn là có mặt với lượng từ 0,005% đến 1% khối lượng, đặc biệt là có mặt với lượng từ 0,01% đến 0,6% khối lượng, dựa trên tổng lượng của chế phẩm polyamit.

Theo một phương án ưu tiên hơn nữa, chế phẩm polyamit làm chậm cháy nêu trên chứa phosphonat vô cơ làm thành phần G.

Đã biết về việc sử dụng phosphonat vô cơ được sử dụng theo sáng chế làm thành phần G, hoặc không thì sử dụng muối của axit phosphorơ (phosphit) làm chất

làm chậm cháy. Ví dụ, WO 2012/045414 A1 đề cập đến các hỗn hợp làm chậm cháy chứa, muối của axit phosphor (= phosphit), cũng như muối phosphinic.

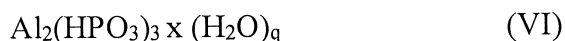
Tốt hơn là phosphonat vô cơ (thành phần G) có công thức (IV) hoặc (V)



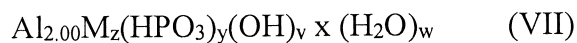
trong đó Kat là cation hoá trị p, đặc biệt là cation của kim loại kiềm hoặc kim loại kiềm thổ, cation amoni và/hoặc cation của Fe, Zn hoặc đặc biệt là của Al, bao gồm các cation $\text{Al}(\text{OH})$ hoặc $\text{Al}(\text{OH})_2$, và p là 1, 2, 3 hoặc 4.

Tốt hơn là phosphonat vô cơ (thành phần G) là nhôm phosphit $[\text{Al}(\text{H}_2\text{PO}_3)_3]$, nhôm phosphit bậc hai $[\text{Al}_2(\text{HPO}_3)_3]$, nhôm phosphit có tính bazơ $[\text{Al}(\text{OH})(\text{H}_2\text{PO}_3)_2 \cdot 2\text{aq}]$, nhôm phosphit tetrahydrat $[\text{Al}_2(\text{HPO}_3)_3 \cdot 4\text{aq}]$, nhôm phosphonat, $\text{Al}_7(\text{HPO}_3)_9(\text{OH})_6(1,6\text{-hexandiamin})_{1,5} \cdot 12\text{H}_2\text{O}$, $\text{Al}_2(\text{HPO}_3)^3_x \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ trong đó $x = 2,27 - 1$ và/hoặc $\text{Al}_4\text{H}_6\text{P}_{16}\text{O}_{18}$.

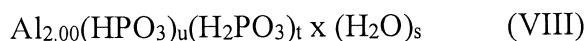
Phosphonat vô cơ (thành phần G) tốt hơn là cũng bao gồm nhôm phosphit có các công thức (VI), (VII) và/hoặc (VIII)



trong đó q là từ 0 đến 4,



trong đó M là cation của kim loại kiềm, z là từ 0,01 đến 1,5 và y là từ 2,63 đến 3,5 và v là từ 0 đến 2 và w là từ 0 đến 4;



trong đó u là từ 2 đến 2,99 và t là từ 2 đến 0,01 và s là từ 0 đến 4, và/hoặc nhôm phosphit $[Al(H_2PO_3)_3]$, nhôm phosphit bậc hai $[Al_2(HPO_3)_3]$, nhôm phosphit có tính bazơ $[Al(OH)(H_2PO_3)_2 \cdot 2aq]$, nhôm phosphit tetrahydrat $[Al_2(HPO_3)_3 \cdot 4aq]$, nhôm phosphonat, $Al_7(HPO_3)_9(OH)_6(1,6\text{-hexandiamin})_{1,5} \cdot 12H_2O$, $Al_2(HPO_3)^3 \cdot xAl_2O_3 \cdot nH_2O$ trong đó $x = 2,27 - 1$ và/hoặc $Al_4H_6P_{16}O_{18}$.

Phosphonat vô cơ được ưu tiên (thành phần G) là muối không tan hoặc tan ít trong nước.

Phosphonat vô cơ được đặc biệt ưu tiên là các muối của nhôm, canxi và kẽm.

Tốt hơn nữa là thành phần G là sản phẩm phản ứng của axit phosphorơ và hợp chất của nhôm.

Các thành phần G được đặc biệt ưu tiên là nhôm phosphit có các số CAS 15099-32-8, 119103-85-4, 220689-59-8, 56287-23-1, 156024-71-4, 71449-76-8 và 15099-32-8.

Nhôm phosphit được ưu tiên sử dụng được điều chế bằng phản ứng của nguồn nhôm với nguồn phospho và tùy ý khuôn mẫu trong dung môi ở 20-200°C qua khoảng thời gian lên đến 4 ngày. Cho mục đích này, nguồn nhôm và nguồn phospho được trộn trong 1-4 giờ, được gia nhiệt trong điều kiện thủy nhiệt hoặc trong điều kiện hồi lưu, được lọc ra, được rửa và làm khô, ví dụ ở 110°C.

Các nguồn nhôm được ưu tiên là nhôm isopropoxit, nhôm nitrat, nhôm clorua, nhôm hydroxit (ví dụ pseudoboehmit).

Các nguồn phospho được ưu tiên là axit phosphorơ, amoni phosphit (có tính axit), phosphit của kim loại kiềm hoặc photphit của kim loại kiềm thổ.

Phosphit được ưu tiên của kim loại kiềm là dinatri phosphit, dinatri phosphit hydrat, trinatri phosphit, kali hydrophosphit.

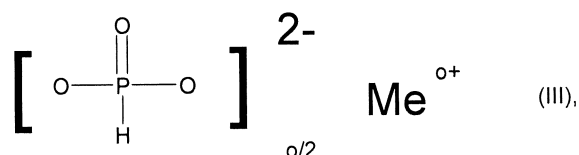
Dinatri phosphit hydrat được ưu tiên là Brüggolen® H10 từ Brüggemann. Các khuôn mẫu được ưu tiên là 1,6-hexandiamin, guanidin cacbonat hoặc amoniac.

Phosphit của kim loại kiềm thổ được ưu tiên là canxi phosphit.

Tỷ lệ được ưu tiên của nhôm so với phospho so với dung môi ở đây là từ 1:1:3,7 đến 1:2,2:100 mol. Tỷ lệ của nhôm so với khuôn mẫu là từ 1:0 đến 1:17 mol. Độ pH được ưu tiên của dung dịch phản ứng là từ 3 đến 9. Dung môi được ưu tiên là nước.

Theo sáng chế, đặc biệt ưu tiên sử dụng cùng một muối của axit phosphinic như của axit phosphorơ, tức là, ví dụ, nhôm diethylphosphinat cùng với nhôm phosphit hoặc kẽm diethylphosphinat cùng với kẽm phosphit.

Theo một phương án ưu tiên, chế phẩm polyeste làm chậm cháy nêu trên chứa hợp chất có công thức (III) làm thành phần G



trong đó Me là Fe, TiO_r, Zn hoặc đặc biệt là Al,

o là từ 2 đến 3, tốt hơn là 2 hoặc 3, và

$$r = (4 - o) / 2.$$

Các hợp chất có công thức III mà được ưu tiên sử dụng là các hợp chất mà trong đó Me^{o+} là Zn²⁺, Fe³⁺ hoặc đặc biệt là Al³⁺.

Thành phần G tốt hơn là có mặt với lượng từ 0,005% đến 10% khối lượng, đặc biệt là có mặt với lượng từ 0,02% đến 5% khối lượng, dựa trên tổng lượng của chế phẩm polyamit.

Chế phẩm polyamit làm chậm cháy theo sáng chế có nhiệt độ biến dạng nhiệt cao (HDT-A) theo DIN EN ISO 75-3 là ít nhất 280°C, tốt hơn là ít nhất 290°C và tốt hơn nữa là ít nhất 300°C.

Mô tả chi tiết sáng chế

Ưu tiên chế phẩm polyamit làm chậm cháy theo sáng chế mà có chỉ số phóng điện tương đối được đo theo Tiêu chuẩn của Ủy ban kỹ thuật điện quốc tế IEC-60112/3 là không nhỏ hơn 500 vôn.

Tương tự, chế phẩm polyamit làm chậm cháy được ưu tiên theo sáng chế đạt được đánh giá V-0 theo tiêu chuẩn UL-94, đặc biệt là được đo trên sản phẩm ép có độ dày từ 3,2 mm đến 0,4 mm.

Chế phẩm polyamit theo sáng chế chứa một hoặc nhiều polyamit nhiệt dẻo có điểm nóng chảy là không nhỏ hơn 290°C, làm thành phần A. Điểm nóng chảy được xác định bằng nhiệt lượng kế quét vi sai (DSC: differential scanning calorimetry) ở tốc độ gia nhiệt 10 K/giây.

Theo Hans Domininghaus trong “Die Kunststoffe und ihre Eigenschaften” [The Polymers and their Properties], 5th edition (1998), trang 14, polyamit nhiệt dẻo là polyamit trong đó các mạch phân tử không có nhánh hoặc số lượng biến đổi của nhánh bên có độ dài lớn hơn hoặc nhỏ hơn, và hoá mềm khi được gia nhiệt và thực sự có thể tạo hình trực quan vô hạn.

Polyamit được ưu tiên theo sáng chế có thể được điều chế bằng các phương pháp khác nhau và được tổng hợp từ các nguyên liệu ban đầu rất khác nhau và, trong trường hợp ứng dụng cụ thể, có thể được biến đổi một mình hoặc trong sự kết hợp

với chất phụ trợ xử lý, chất ổn định hoặc không thì là các chất hợp kim polyme, tốt hơn là chất đàn hồi, để tạo ra vật liệu có tổng hợp các đặc tính được thiết lập cụ thể. Cũng thích hợp là các hỗn hợp với các phần polyme khác, tốt hơn là polyetylen, polypropylen, ABS, trong trường hợp là có khả năng tùy ý sử dụng một hoặc nhiều chất tương thích. Đặc tính của polyamit có thể được cải thiện bằng cách bổ sung chất đàn hồi, ví dụ như về khả năng chịu va đập, đặc biệt là khi polyamit là polyamit được gia cố. Nhiều sự kết hợp khả thi cho phép một lượng lớn các sản phẩm có nhiều đặc tính đa dạng khác nhau.

Nhiều quy trình đã được biết rõ để điều chế polyamit, sử dụng các đơn vị monome khác nhau, các chất chuyển mạch khác nhau để thiết lập khối lượng phân tử mong muốn hoặc không thì là monome có nhóm phản ứng dùng cho sau xử lý dự kiến sau đó theo sản phẩm cuối mong muốn.

Các quy trình xử lý tương đương trong công nghiệp để điều chế polyamit thường tiến hành bằng cách đa trùng ngưng trong điều kiện nóng chảy. Điều này cũng hiểu được là bao gồm quá trình trùng hợp thủy phân lactam như đa trùng ngưng.

Polyamit để ưu tiên sử dụng làm thành phần A là polyamit thơm và bán thơm tinh thể mà có thể được điều chế từ diamine và axit dicarboxylic và/hoặc lactam có ít nhất 5 cạnh trong vòng hoặc axit amin tương ứng.

Các chất phản ứng hữu dụng bao gồm phần lớn axit dicarboxylic thơm, tốt hơn là axit isophthalic và axit terephthalic hoặc các dẫn xuất tạo thành polyamit của nó, như muối, được sử dụng một mình hoặc trong sự kết hợp với axit dicarboxylic béo hoặc các dẫn xuất tạo thành polyamit của nó, tốt hơn là axit adipic, 2,2,4- và axit 2,4,4-trimetyladipic, axit azelaic và/hoặc axit sebacic, cùng với diamine béo và/hoặc thơm, tốt hơn là tetrametylendiamin, hexametylendiamin, nonan-1,9-diamin, 2,2,4- và 2,4,4-trimetylhexametylendiamin, diaminodicyclohexylmetan đồng phân, diaminodicyclohexylpropan, bis(aminometyl)xyclohexan, phenylenediamin và hoặc xylylenediamin, và/hoặc với axit aminocarboxylic, tốt hơn là axit aminocaproic, hoặc

lactam tương ứng. Copolyamit được tạo thành từ hai hoặc nhiều monome đã đề cập được bao gồm.

Cũng đặc biệt thích hợp là polyamit thơm và bán thơm, tức là các hợp chất trong đó ít nhất một số đơn vị lặp lại được tạo thành từ các đơn vị cấu trúc thơm. Các polyme này có thể tùy ý được sử dụng kết hợp với các lượng nhỏ hơn, như đến 20% khối lượng, dựa trên lượng polyamit, của polyamit béo, đặc biệt là PA 6 và/hoặc PA 6,6, nếu điều này đạt được nhiệt độ biến dạng nhiệt ít nhất 290°C cho hợp chất ép hoặc của thể được tạo hình tạo ra từ hợp chất ép đó.

Các polyamit thơm thích hợp được ưu tiên là các polyamit dựa trên xylylendiamin và axit adipic; hoặc các polyamit được điều chế từ hexametylendiamin và iso- và/hoặc axit terephthalic và tùy ý chất đàn hồi làm chất biến đổi, ví dụ poly-2,4,4-trimethylhexametylenterephthalamit hoặc poly-m-phenyleneisophthalamit, copolyme khối của các polyamit đã được đề cập với polyolefin, olefin copolyme, ionome hoặc chất đàn hồi ghép hoặc được liên kết hóa học, hoặc với polyete, ví dụ với polyethylen glycol, polypropylen glycol hoặc polytetrametylen glycol. Ngoài ra, các polyamit được biến đổi EPDM- or ABS- hoặc các copolyamit; và các polyamit được trùng ngưng trong quá trình xử lý ("các hệ polyamit RIM").

Theo một phương án được ưu tiên, thành phần A là polyamit thơm hoặc bán thơm hoặc hỗn hợp của hai hoặc nhiều polyamit thơm hoặc bán thơm hoặc hỗn hợp của nylon-6,6 và một hoặc nhiều polyamit thơm hoặc bán thơm.

Các chất phụ gia tiêu chuẩn, đặc biệt là các chất nhả khuôn, các chất ổn định và/hoặc các chất phụ trợ chảy, có thể được trộn vào thể nóng chảy hoặc được đưa vào mặt của các polyme để được sử dụng ngoài polyamit nhiệt dẻo theo phương án được ưu tiên. Vật liệu khởi đầu cho polyamit nhiệt dẻo của thành phần A có thể có nguồn gốc tổng hợp, ví dụ từ vật liệu thô hóa dầu, và/hoặc có thể có nguồn gốc từ các vật liệu thô tái tạo thông qua các quá trình hóa sinh hoặc hóa học

Chất độn và/hoặc tốt hơn là chất gia cố được sử dụng làm thành phần B, tốt hơn là sợi thủy tinh. Cũng có thể sử dụng hỗn hợp của hai hoặc nhiều chất độn và/hoặc chất gia cố khác nhau.

Chất độn được ưu tiên là chất độn hạt khoáng dựa trên đá talc, mica, silicat, thạch anh, titan dioxit, wollastonite, cao lanh, silica vô định hình, khoáng chất cỡ nano, tốt hơn nữa là montmorillonit hoặc nanoboehmit, magie cacbonat, phân, fenspat, hạt thủy tinh và/hoặc bari sulfat. Đặc biệt ưu tiên chất độn hạt khoáng dựa trên đá talc, wollastonite và/hoặc cao lanh.

Còn đặc biệt ưu tiên sử dụng chất độn khoáng hình kim. Chất độn khoáng hình kim được hiểu theo sáng chế có nghĩa là chất độn khoáng có đặc điểm hình kim rất rõ rệt. Ưu tiên wollastonite hình kim. Tốt hơn là khoáng chất tỷ lệ độ dài so với đường kính là từ 2:1 đến 35:1, tốt hơn nữa là từ 3:1 đến 19:1, đặc biệt là tốt hơn là từ 4:1 đến 12:1. Kích thước hạt trung bình của chất độn khoáng hình kim được sử dụng theo sáng chế làm thành phần B tốt hơn là nhỏ hơn 20 μm , tốt hơn nữa là nhỏ hơn 15 μm , đặc biệt là tốt hơn là nhỏ hơn 10 μm , được xác định bằng máy đo hạt CILAS.

Thành phần B được ưu tiên sử dụng theo sáng chế là chất gia cố. Các chất này có thể, ví dụ, là chất gia cố dựa trên sợi cacbon và/hoặc sợi thủy tinh.

Theo một phương án được ưu tiên, chất độn và/hoặc chất gia cố có thể đã được biến đổi bề mặt, tốt hơn là có chất tăng cường kết dính hoặc hệ chất tăng cường kết dính, tốt hơn nữa nếu có hệ chất tăng cường kết dính dựa trên silan. Đặc biệt trong trường hợp sử dụng sợi thủy tinh, ngoài silan, cũng có thể sử dụng chất phân tán polyme, chất tạo màng, chất tạo nhánh và/hoặc chất phụ trợ xử lý sợi thủy tinh.

Sợi thủy tinh được ưu tiên sử dụng theo sáng chế làm thành phần B có thể là sợi thủy tinh ngắn và/hoặc sợi thủy tinh dài. Sợi thủy tinh ngắn hoặc dài được sử dụng có thể là các sợi đã được cắt đoạn. Sợi thủy tinh ngắn cũng có thể được sử dụng ở dạng sợi thủy tinh đã được nghiền. Ngoài ra, sợi thủy tinh cũng có thể được sử dụng

ở dạng sợi liên tục, ví dụ ở dạng sợi thô, sợi đơn, cuộn sợi hoặc sợi chỉ, hoặc sợi thuỷ tinh có thể được sử dụng ở dạng vải dệt, ví dụ như từ sợi dệt thuỷ tinh, sợi tết thuỷ tinh hoặc sợi lót thuỷ tinh.

Độ dài sợi điển hình của sợi thuỷ tinh ngắn trước khi được cho vào nền polyamit nằm trong khoảng từ 0,05 đến 10 mm, tốt hơn là từ 0,1 đến 5 mm. Sau khi cho vào nền polyamit, độ dài của sợi thuỷ tinh bị giảm xuống. Độ dài sợi điển hình của sợi thuỷ tinh ngắn sau khi cho vào nền polyamit nằm trong khoảng từ 0,01 đến 2 mm, tốt hơn là từ 0,02 đến 1 mm.

Đường kính của các sợi riêng lẻ có thể biến đổi trong phạm vi rộng. Đường kính điển hình của các sợi riêng lẻ biến đổi trong khoảng từ 5 đến 20 μm .

Sợi thuỷ tinh có thể có các dạng mặt cắt mong muốn, ví dụ mặt cắt tròn, elip, n-gonal hoặc không đều. Có thể sử dụng sợi thuỷ tinh có mặt cắt dạng bầu sóng đơn hoặc nhiều bầu sóng.

Sợi thuỷ tinh có thể được sử dụng ở dạng sợi liên tục hoặc ở dạng sợi thuỷ tinh đã được cắt đoạn hoặc sợi thuỷ tinh đã được nghiền.

Bản thân các sợi thuỷ tinh này, bất kể diện tích mặt cắt hoặc độ dài, có thể được chọn, ví dụ, từ nhóm bao gồm sợi thuỷ tinh E, sợi thuỷ tinh A, sợi thuỷ tinh C, sợi thuỷ tinh D, sợi thuỷ tinh M, sợi thuỷ tinh S, sợi thuỷ tinh R và/hoặc sợi thuỷ tinh ECR, đặc biệt ưu tiên sợi thuỷ tinh E, sợi thuỷ tinh R, sợi thuỷ tinh S và sợi thuỷ tinh ECR. Sợi thuỷ tinh tốt hơn nếu được cung cấp với kích cỡ, tốt hơn là chứa polyuretan làm chất tạo màng và aminosilan làm chất tăng cường kết dính.

Sợi thuỷ tinh E được đặc biệt ưu tiên sử dụng có thành phần hoá học sau đây: SiO_2 50-56%; Al_2O_3 12-16%; CaO 16-25%; $\text{MgO} \leq 6\%$; B_2O_3 6-13%; $\text{F} \leq 0,7\%$; Na_2O 0,3-2%; K_2O 0,2-0,5%; Fe_2O_3 0,3%.

Sợi thủy tinh R được đặc biệt ưu tiên sử dụng có thành phần hoá học sau đây: SiO_2 50-65%; Al_2O_3 20-30%; CaO 6-16%; MgO 5-20%; Na_2O 0,3-0,5%; K_2O 0,05-0,2%; Fe_2O_3 0,2-0,4%, TiO_2 0,1-0,3%.

Sợi thủy tinh ECR được đặc biệt ưu tiên sử dụng có thành phần hoá học sau đây: SiO_2 57,5-58,5%; Al_2O_3 17,5-19,0%; CaO 11,5-13,0%; MgO 9,5-11,5.

Muối của axit diethylphosphinic được sử dụng làm thành phần C theo sáng chế là các chất làm chậm cháy đã biết cho hợp chất ép polyme.

Muối của axit diethylphosphinic có các phần muối monoethylphosphinic được sử dụng theo sáng chế làm thành phần E là các chất làm chậm cháy đã biết. Các hỗn hợp của các chất đã được mô tả, ví dụ, trong DE 102010018682 A1.

Muối của axit diethylphosphinic của thành phần C mà được sử dụng theo sáng chế chứa một lượng nhỏ muối của thành phần D và tùy ý muối của axit monoethylphosphonic làm thành phần F, ví dụ lên đến 10% khối lượng làm thành phần D, tốt hơn nếu là từ 0,01% đến 6% khối lượng, và đặc biệt là từ 0,2% đến 2,5% khối lượng của nó, và lên đến 25% khối lượng của thành phần F, tốt hơn nếu là từ 1% đến 20% khối lượng, và đặc biệt là từ 2% đến 15% khối lượng của nó, dựa trên lượng các thành phần C, D và E.

Tương tự, muối của dẫn xuất axit phosphinic được sử dụng theo sáng chế làm thành phần D thường được biết đến là các chất bổ sung cho diethylphosphinat trong các chất làm chậm cháy của hợp chất ép polyme, ví dụ trong US 7,420,007 B2.

Tương tự, muối của axit etylphosphonic được sử dụng theo sáng chế làm thành phần F thường được biết đến là các chất bổ sung cho diethylphosphinat trong các chất làm chậm cháy của hợp chất ép polyme, ví dụ trong WO 2016/065971 A1.

Theo phương án được ưu tiên hơn nữa, các thành phần C, D, và E có dạng hạt, trong đó kích thước hạt trung bình (d_{50}) là từ 1 đến 100 μm .

Các chế phẩm polyamit theo sáng chế có thể còn chứa thêm các chất phụ gia làm thành phần H. Các thành phần G được ưu tiên theo sáng chế là chất chống oxy hoá, chất ổn định UV, chất ổn định tia gamma, chất ổn định thủy phân, chất đồng ổn định cho chất chống oxy hoá, chất chống từ, các chất nhũ hoá, chất tạo hạt nhân, chất hoá dẻo, chất phụ trợ xử lý, chất biến đổi va đập, thuốc nhuộm, sắc tố và/hoặc các chất làm chậm cháy khác không phải các thành phần C, D, E, F và G.

Bản thân các chất phụ gia khác đã được biết rõ là các chất bổ sung cho các chế phẩm polyamit và có thể được sử dụng một mình hoặc trong hỗn hợp hoặc trong dạng các hạt màu.

Các thành phần A, B, C, D, E và tùy ý F và/hoặc G và/hoặc H đã được đề cập có thể được xử lý trong một loại các kết hợp khác nhau để tạo ra chế phẩm polyamit làm chậm cháy theo sáng chế. Ví dụ, có thể trộn các thành phần này thành thể nóng chảy polyamit, lúc bắt đầu hoặc kết thúc việc đa trùng ngưng hoặc hoạt động pha trộn sau đó. Ngoài ra, các hoạt động xử lý trong đó từng thành phần không được thêm vào cho đến giai đoạn sau. Điều này được đặc biệt thực hiện trong trường hợp sử dụng sắc tố hoặc các hạt màu phụ gia. Còn có khả năng sử dụng các thành phần, đặc biệt các thành phần trong dạng bụi, vào các viên kết polyme, mà có thể được làm ẩm nhờ hoạt động làm khô, bằng áp dụng thùng hình ống.

Cũng có thể kết hợp hai hoặc nhiều thành phần của các chế phẩm polyamit theo sáng chế bằng cách trộn trước khi chúng được đưa vào chất nền polyamit. Ở đây có thể sử dụng các đơn vị trộn thông thường trong đó các thành phần được trộn trong bộ trộn thích hợp, ví dụ ở từ 0 đến 300°C trong từ 0,01 đến 10 giờ.

Có thể sử dụng hai hoặc nhiều thành phần của các chế phẩm polyamit theo sáng chế để tạo ra các viên kết mà sau đó có thể được đưa vào chất nền polyamit.

Cho mục đích này, hai hoặc nhiều thành phần của chế phẩm polyamit theo sáng chế có thể được xử lý với các sự hỗ trợ và/hoặc các chất liên kết tạo viên kết trong bộ trộn thích hợp hoặc bộ tạo viên kết đĩa để tạo ra các viên kết.

Sản phẩm thô tạo ra đầu tiên có thể được làm khô trong bộ làm khô thích hợp hoặc được xử lý nhiệt để làm tăng thêm kích thước hạt.

Chế phẩm polyamit theo sáng chế hoặc hai hoặc nhiều thành phần của chế phẩm này có thể được tạo ra bằng cách ép cán theo một phương án.

Chế phẩm polyamit theo sáng chế hoặc hai hoặc nhiều thành phần của chế phẩm này có thể, theo một phương án, được tạo ra bằng cách đưa các thành phần để trộn, đùn, cắt đoạn (và tùy ý nghiền và phân loại) và làm khô (và tùy ý phủ).

Chế phẩm polyamit theo sáng chế hoặc hai hoặc nhiều thành phần của chế phẩm này có thể được tạo ra bằng cách tạo hạt phun theo một phương án.

Chế phẩm ép polyme làm chậm cháy theo sáng chế tốt hơn là trong dạng viên kết, ví dụ trong dạng chất ép ra hoặc hợp chất. Nguyên liệu đã được tạo viên kết tốt hơn là trong dạng hình trụ với khối hình tròn, hình elip hoặc không đều, trong dạng hạt, trong dạng đệm, trong dạng lập phương, trong dạng hình hộp phẳng hoặc trong dạng hình lăng trụ.

Các tỷ lệ chiều dài trên đường kính thông thường của nguyên liệu đã được tạo viên kết là từ 1:50 đến 50:1, tốt hơn là từ 1:5 đến 5:1.

Nguyên liệu đã được tạo viên kết tốt hơn là có đường kính từ 0,5 đến 15 mm, tốt hơn nữa là từ 2 đến 3 mm, và chiều dài tốt hơn là từ 0,5 đến 15 mm, tốt hơn nữa là từ 2 đến 5 mm.

Sáng chế còn đề xuất các sản phẩm ép được tạo ra từ chế phẩm polyamit làm chậm cháy được mô tả trên đây chứa các thành phần A, B, C, D, E và tùy ý thành phần F và/hoặc thành phần G và/hoặc thành phần H.

Các sản phẩm ép theo sáng chế có thể trong hình dạng và dạng mong muốn bất kỳ. Các ví dụ của các sản phẩm này là sợi, màng hoặc các thể được tạo hình thu được từ các hợp chất ép polyamit làm chậm cháy theo sáng chế bằng các quy trình tạo hình mong muốn bất kỳ, đặc biệt là bằng ép phun hoặc đùn.

Các thể polyamit được tạo hình làm chậm cháy theo sáng chế có thể được tạo ra bằng các phương pháp tạo hình mong muốn bất kỳ. Các ví dụ của các phương pháp này là ép phun, ép, ép phun bột, ép phun áp suất khí bên trong, ép thổi, đúc màng, cán láng, cán mỏng hoặc phủ ở nhiệt độ tương đối cao với hợp chất ép polyamit làm chậm cháy.

Các sản phẩm ép tốt hơn là các sản phẩm ép phun hoặc đùn.

Các chế phẩm polyamit làm chậm cháy theo sáng chế là thích hợp để sản xuất sợi, màng và các thể được tạo hình, đặc biệt là ứng dụng trong ngành điện và điện tử.

Sáng chế tốt hơn là có liên quan đến việc sử dụng của các chế phẩm polyamit làm chậm cháy theo sáng chế trong hoặc cho kết nối phích cắm, các thành phần mang dòng điện trong bộ phân phối điện (bảo vệ dòng điện dư), bảng mạch in, hợp chất gắn, kết nối phích cắm, bộ ngắt mạch, các đèn, các LED, các tụ điện, các thành phần cuộn cảm và bộ thông gió, bộ tiếp xúc đất, phích cắm, trong/trên bảng mạch in, các đèn cho phích cắm, cáp, bảng mạch dễ uốn, cáp sạc cho điện thoại di động, vỏ động cơ hoặc lớp phủ dệt.

Sáng chế cũng tốt hơn là có liên quan đến việc sử dụng của các chế phẩm polyamit làm chậm cháy theo sáng chế để sản xuất các thể được tạo hình trong dạng thành phần cho ngành điện/điện tử, đặc biệt là cho các phần trong bảng mạch in,

cácte, màng, dây, công tắc, bộ phân phối, role, điện trở, tụ điện, cuộn cảm, đèn, diot, LED, tranzito, bộ kết nối, bộ điều tiết, bộ phận nhớ và cảm biến, trong dạng thành phần khu vực rộng, đặc biệt là các thành phần cácte cho tủ công tắc và trong dạng thành phần cấu hình phức tạp với hình dạng yêu cầu.

Độ dày tường của các thể được tạo hình theo sáng chế thường có thể đến 10 mm. Các thể được tạo hình đặc biệt thích hợp là các thể có độ dày tường nhỏ hơn 1,5 mm, tốt hơn nữa là độ dày tường nhỏ hơn 1 mm và đặc biệt là tốt hơn là độ dày tường nhỏ hơn 0,5 mm.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Các ví dụ làm rõ sáng chế mà không làm giới hạn sáng chế.

1. Các thành phần được sử dụng

Các polyamit thương mại (thành phần A hoặc tương đương):

Nilon-6T/6,6 (khoảng nóng chảy 310-320°C): Vestamid® HAT plus 1000 (Evonik)

Nilon-6T/6I (vô định hình): Grivory® G21, (EMS)

Nilon-6,6 (PA 6,6-GV; khoảng nóng chảy 255-260°C): Ultramid® A27 (BASF)

Sợi thủy tinh (thành phần B):

sợi thủy tinh PPG HP 3610, đường kính 10 µm, độ dài 4,5 mm (từ PPG, NL)

Chất làm chậm cháy FM 1 (thành phần C):

muối nhôm của axit diethylphosphinic được điều chế tương tự như ví dụ 1 của DE 196 07 635 A1

Chất hãm cháy FM 2 (các thành phần C và D):

muối nhôm của axit diethylphosphinic chứa 0,9 mol% nhôm etylbutylphosphinat được chế tương tự như ví dụ 1 của DE 10 2014 001 222 A1

Chất làm chậm cháy FM 3 (các thành phần C, D và F): muối nhôm của axit diethylphosphinic chứa 0,9 mol% nhôm etylbutylphosphinat và 0,5 mol% nhôm etylphosphonat được điều chế theo ví dụ 3 của US 7,420,007 B2

Chất làm chậm cháy FM 4 (các thành phần C, D và F): muối nhôm của axit diethylphosphinic chứa 2,7 mol% nhôm etylbutylphosphinat và 0,8 mol% nhôm etylphosphonat được điều chế theo ví dụ 4 của US 7,420,007 B2

Chất làm chậm cháy FM 5 (các thành phần C, D và F): muối nhôm của axit diethylphosphinic chứa 0,5 mol% nhôm etylbutylphosphinat và 0,05 mol% nhôm etylphosphonat được điều chế bằng quy trình theo US 7,420,007 B2

Chất làm chậm cháy FM 6 (các thành phần C, D và F): muối nhôm của axit diethylphosphinic chứa 10 mol% nhôm etylbutylphosphinat và 5 mol% nhôm etylphosphonat được điều chế bằng quy trình theo US 7,420,007 B2

Chất làm chậm cháy FM 7 (thành phần E): muối nhôm của axit monoethylphosphinic được điều chế theo ví dụ 18 của DE 10 2010 018 682 A1

Chất hãm cháy FM 8 (thành phần G): muối nhôm của axit phosphonic được điều chế theo ví dụ 1 của DE-102011120218A1

2. Sản xuất, xử lý và thử nghiệm các hợp chất ép polyamit làm chậm cháy

Các thành phần làm chậm cháy được trộn với nhau theo các tỷ lệ được chỉ ra trong các bảng và được hợp nhất thông qua cửa nạp bên của bộ đùn trục vít đôi (Leistritz ZSE 27/44D) ở nhiệt độ từ 310 đến 330°C. Sợi thủy tinh được thêm vào thông qua cửa nạp bên thứ hai. Sợi polyme đồng nhất được rút ra, được làm mát trong bể nước và sau đó được tạo viên kết.

Sau khi làm khô đủ, các chế phẩm ép được xử lý thành các mẫu thử nghiệm trên máy ép phun (Arburg 320 C Allrounder) ở nhiệt độ nóng chảy từ 300 đến 320°C, và được thử nghiệm và phân loại về khả năng làm chậm cháy bằng thử nghiệm UL 94 (Underwriter Laboratories). Thời gian cháy hoàn toàn cũng như việc phân loại, cũng được báo cáo.

Chỉ số phóng điện tương đối của các sản phẩm ép được xác định theo Tiêu chuẩn của Ủy ban kỹ thuật điện quốc tế IEC-60112/3.

Chỉ số khả năng cháy dây rực sáng (chỉ số GWIT : glow wire flammability index) được xác định theo tiêu chuẩn IEC-60695-2-12.

Nhiệt độ biến dạng nhiệt (HDT-A) được xác định theo DIN EN ISO 75-3.

Trong xác định HDT, mẫu tiêu chuẩn với mặt cắt hình hộp chữ nhật được đưa vào uống ba điểm trong điều kiện tải ổn định Theo chiều cao của mẫu, cái được gọi là áp lực sợi cạnh σ_f của 1,80 (phương pháp A), 0,45 (phương pháp B) hoặc 8,00 N/mm² (phương pháp C) đạt được bằng cách áp dụng trọng lượng và / hoặc uốn cong của lực $F = \frac{2\sigma_f b h^2}{3L}$. Sau đó, mẫu được ép được gia nhiệt ở tốc độ gia nhiệt không đổi 120 K/h (hoặc 50 K/h). Nếu uốn mẫu đạt đến độ dài sợi cạnh 0,2%, thì nhiệt độ tương ứng ở đó là giá trị HDT.

Khả năng lưu chuyển của chế phẩm ép được xác định bằng cách tìm tốc độ chảy thể tích nóng chảy (MVR : melt volume flow rate) ở 275°C/2,16 kg. Sự tăng mạnh của giá trị MVR thể hiện cho sự phân hủy của polyme.

Để xác định chỗ nứt, chuỗi polyme được giữ ở 70°C và độ ẩm 100% trong 14 ngày và sau đó được đánh giá trực quan. Trong đánh giá này: 1 = không có nứt, 2 = nứt thấp, 3 = nứt rõ ràng, 4 = nứt đáng kể.

Trừ khi có quy định khác, các thử nghiệm trong các loạt tương ứng được tiến hành trong các điều kiện giống nhau (như chương trình nhiệt độ, hình học trục vít và các thông số ép phun) để so sánh.

Các ví dụ 1-6 và các ví dụ so sánh C1-C8 với PA 6T/6,6

Kết quả của các thử nghiệm với các hợp chất ép PA 6T/6,6 được liệt kê trong các ví dụ được viện dẫn trong bảng dưới đây. Tất cả các lượng được báo cáo dưới dạng % khối lượng và được dựa trên hợp chất ép polyamit chứa các chất làm chậm cháy, các chất phụ gia và các chất gia cố.

Bảng 1: Kết quả thử nghiệm PA 6T/6,6 GF 30 (1-6 theo sáng chế; so sánh C1-C8)

Ví dụ số	1	2	3	4	5	6	C1	C2	C3	C4	C5	C6	C7	C8
A: PA 6T/6,6	54,5	54,5	54,5	54,1	54,5	54,5	55	55	55	54,5	55	55	55	55
B: sợi thủy tinh HP3610	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30
C: FM 1	-	-	-	-	-	-	15	15	-	15	-	-	-	-
C+D: FM 2	15	-	-	-	-	12	-	-	15	-	-	-	-	-
C+D+F: FM 3	-	15	-	-	-	-	-	-	-	-	15	-	-	-
C+D+F: FM 4	-	-	15	-	-	-	-	-	-	-	-	15	-	-
C+D+F: FM 5	-	-	-	15	-	-	-	-	-	-	-	-	15	-
C+D+F: FM 6	-	-	-	-	15	-	-	-	-	-	-	-	-	15
E: FM 7	0,5	0,5	0,5	0,9	0,5	0,5	0,5	-	-	0,5	-	-	-	-
G: FM 8	-	-	-	-	-	3	-	-	-	-	-	-	-	-
HDT-A [°C]	307	305	307	299	304	306	299	297	300	301	303	298	299	300
UL 94 0,4 mm / thời gian [giây]	V-0/19	V-0/10	V-0/12	V-0/17	V-0/23	V-0/08	V-1/58	V-1/69	V-0/48	V-1/77	V-1/67	V-0/43	V-1/67	V-1/87
GWFI [°C]	960	960	960	960	960	960	960	960	960	960	960	960	900	960
CTI [vôn]	600	600	600	600	600	600	550	500	550	550	500	550	550	550
MVR [cm ³ /10 phút]	12	11	12	14	11	9	11	17	19	18	18	19	18	19
Nút	1	1	1	1	1	1	2	2	2	2	2	2	2	2

Chỉ các hỗn hợp theo sáng chế đạt được HDT-A, UL 94 V-0, GFWI 960 cao, nứt thấp và sự phân hủy polyme thấp, được thể hiện rõ ràng bởi MVR.

Các ví dụ 7-12 và các ví dụ so sánh C9-C16 với PA 6T/6I

Kết quả của các thử nghiệm với các hợp chất ép PA 6T/6I được liệt kê trong các ví dụ được viện dẫn trong bảng dưới đây. Tất cả các lượng được báo cáo dưới dạng % khối lượng và được dựa trên hợp chất ép polyamit chứa các chất làm chậm cháy, các chất phụ gia và các chất gia cố.

Bảng 2: Kết quả thử nghiệm PA 6T/6I GF 30 (7-12 theo sáng chế; so sánh C9-C16)

Ví dụ số	7	8	9	10	11	12	C9	C10	C11	C12	C13	C14	C15	C16
A: PA 6T/6,6	54,5	54,5	54,5	54,5	54,5	54,5	54,5	55	55	54,5	55	55	55	55
B: sợi thủy tinh HP3610	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30
C: FM 1	-	-	-	-	-	-	15	15	-	15	-	-	-	-
C+D: FM 2	15	-	-	-	-	13	-	-	15	-	-	-	-	-
C+D+F: FM 3	-	15	-	-	-	-	-	-	-	-	15	-	-	-
C+D+F: FM 4	-	-	15	-	-	-	-	-	-	-	-	15	-	-
C+D+F: FM 5	-	-	-	15	-	-	-	-	-	-	-	-	15	-
C+D+F: FM 6	-	-	-	-	15	-	-	-	-	-	-	-	-	15
E: FM 7	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	-	-	0,5	-	-	-	-
G: FM 8	-	-	-	-	-	2	-	-	-	-	-	-	-	-
HDT-A [°C]	307	306	308	306	301	303	298	289	296	287	300	289	299	299
UL 94 0,4 mm / thời gian [giây]	V-0/30	V-0/22	V-0/28	V-0/31	V-0/15	V-0/19	V-1/76	V-1/53	V-0/48	V-1/98	V-1/78	V-1/84	V-0/49	V-1/56
GWFI [°C]	960	960	960	960	960	960	960	900	960	960	900	850	960	960
CTI [vôn]	600	600	600	600	600	600	600	550	550	500	575	550	500	550
MVR [cm ³ /10 phút]	7	8	6	9	7	8	12	18	15	17	23	14	13	18
Nút	1	1	1	1	1	1	1	1	2	2	2	2	2	2

Chỉ các hỗn hợp theo sáng chế đạt được HDT-A, UL 94 V-0, GFWI 960 cao, nứt thấp và sự phân hủy polyme thấp, được thể hiện rõ ràng bởi MVR.

Các ví dụ so sánh C17-C23 với PA 6,6

Kết quả của các thử nghiệm với các hợp chất ép PA 6,6 được liệt kê trong các ví dụ được viện dẫn trong bảng dưới đây. Tất cả các lượng được báo cáo dưới dạng % khối lượng và được dựa trên hợp chất ép polyamit chứa các chất làm chậm cháy, các chất phụ gia và các chất gia cố.

Trong sản xuất các hợp chất ép, bộ đèn trục vít đôi Leistritz ZSE 27/44D cũng được sử dụng. Tuy nhiên, các chất phụ gia được vào PA 6,6 ở nhiệt độ từ 260 đến 310°C. Sợi thủy tinh được thêm vào qua cửa nạp bên thứ hai. Sợi polyme đồng nhất được rút ra, được làm mát trong bể nước và sau đó được tạo viên kết.

Sau khi làm khô đủ, các chế phẩm ép được xử lý thành các mẫu thử nghiệm trên máy ép phun (Arburg 320 C Allrounder) ở nhiệt độ nóng chảy từ 250 đến 320°C, và sau đó được thử nghiệm và phân loại.

Bảng 3: Kết quả thử nghiệm PA 6,6 GF 30 (so sánh C17-C23)

Ví dụ số	C17	C18	C19	C20	C21	C22	C23
A: PA 6T/6,6	49,5	49,5	49,5	49,5	49,5	49,5	49,5
B: sợi thủy tinh HP3610	30	30	30	30	30	30	30
C: FM 1	20	-	-	-	-	-	-
C+D: FM 2	-	20	-	-	-	-	20
C+D+F: FM 3	-	-	20	-	-	-	-
C+D+F: FM 4	-	-	-	20	-	-	-
C+D+F: FM 5	-	-	-	-	20	-	-
C+D+F: FM 6	-	-	-	-	-	20	-

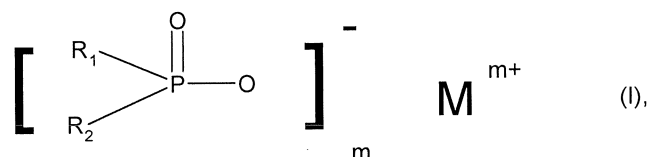
E: FM 7	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	-
HDT-A [°C]	220	221	215	220	222	230	220
UL 94 0,4 mm / thời gian [giây]	V-0/45	V-1/63	V-1/72	V-0/49	V-1/87	V-1/92	V1/99
GWFI [°C]	960	960	960	960	960	960	960
CTI [vôn]	600	600	600	600	550	600	500
MVR [cm ³ /10 phút]	14	13	15	14	13	17	23
Nứt	2	2	1	1	1	1	1

Với polyamit có điểm nóng chảy dưới 290°C (PA 6,6: 260°C), không thể thu được chế phẩm polyamit có HDTA ít nhất 280°C. Ngoài ra, không đạt được UL 94 V-0.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Chế phẩm polyamit làm chậm cháy có nhiệt độ biến dạng nhiệt HDT-A là ít nhất 280°C, bao gồm:

- polyamit có điểm nóng chảy không nhỏ hơn 290°C làm thành phần A,
- chất độn và/hoặc chất gia cố làm thành phần B,
- muối phosphinic có công thức (I) làm thành phần C



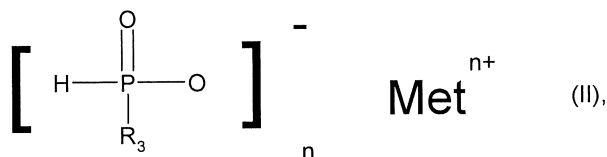
trong đó R₁ và R₂ là etyl,

M là Al, Fe, TiO_p hoặc Zn,

m là từ 2 đến 3, và

$$p = (4 - m) / 2$$

- hợp chất được chọn từ nhóm bao gồm các muối Al, Fe, TiO_p và Zn của axit etylbutylphosphinic, của axit dibutylphosphinic, của axit etylhexylphosphinic, của axit butylhexylphosphinic và/hoặc của axit dihexylphosphinic làm thành phần D, và
- muối monoethylphosphinic có công thức II làm thành phần E



trong đó R₃ là etyl,

Met là Al, Fe, TiO_q hoặc Zn,

n là từ 2 đến 3, và

$$q = (4 - n) / 2.$$

2. Chế phẩm polyamit làm chậm cháy theo điểm 1, trong đó M và Met là Al, m và n là 3, và thành phần D là muối nhôm.

3. Chế phẩm polyamit làm chậm cháy theo ít nhất một trong các điểm từ 1 và 2, trong đó

- tỷ lệ của thành phần A là từ 25% đến 95% khối lượng,
- tỷ lệ của thành phần B là từ 1% đến 45% khối lượng,
- tỷ lệ của thành phần C là từ 0,75% đến 30% khối lượng,
- tỷ lệ của thành phần D là từ 0,01% đến 3% khối lượng, và
- tỷ lệ của thành phần E là từ 0,01% đến 2% khối lượng,

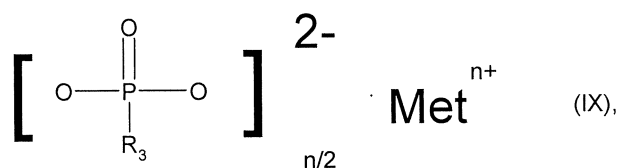
trong đó các phần trăm này được dựa trên tổng lượng của chế phẩm polyamit.

4. Chế phẩm polyamit làm chậm cháy theo điểm 3, trong đó

- tỷ lệ của thành phần A là từ 25% đến 75% khối lượng,
- tỷ lệ của thành phần B là từ 20% đến 40% khối lượng,
- tỷ lệ của thành phần C là từ 5% đến 20% khối lượng,
- tỷ lệ của thành phần D là từ 0,05% đến 1,5% khối lượng, và
- tỷ lệ của thành phần E là từ 0,01% đến 0,5% khối lượng,

trong đó các phần trăm này được dựa trên tổng lượng của chế phẩm polyamit.

5. Chế phẩm polyamit làm chậm cháy theo ít nhất một trong các điểm từ 1 đến 4, chứa muối phosphonic có công thức (IX) làm thành phần F



trong đó R_3 là etyl,

Met là Al, Fe, TiO_q hoặc Zn,

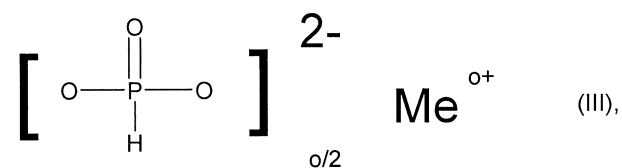
n là từ 2 đến < 4 , và

$q = (4 - n) / 2$,

trong đó thành phần F có mặt với lượng từ 0,005% đến 1% khối lượng, đặc biệt là có mặt với lượng từ 0,01% đến 0,5% khối lượng, dựa trên tổng lượng của chế phẩm polyamit.

6. Chế phẩm polyamit làm chậm cháy theo ít nhất một trong các điểm từ 1 đến 5, chứa phosphonat vô cơ làm thành phần G.

7. Chế phẩm polyamit làm chậm cháy theo điểm 6, trong đó phosphonat vô cơ là hợp chất có công thức (III)



trong đó Me là Fe, TiO_r , Zn hoặc đặc biệt là Al,

o là từ 2 đến 3, và

$$r = (4 - o) / 2,$$

trong đó hợp chất có công thức (III) có mặt với lượng từ 0,005% đến 10% khối lượng, đặc biệt là với lượng từ 0,02% đến 5% khối lượng, dựa trên tổng lượng của chế phẩm polyamit.

8. Chế phẩm polyamit làm chậm cháy theo ít nhất một trong các điểm từ 1 đến 7, có chỉ số phóng điện tương đối được đo theo Tiêu chuẩn của Ủy ban kỹ thuật điện quốc tế IEC-60112/3 là không nhỏ hơn 500 vôn.

9. Chế phẩm polyamit làm chậm cháy theo ít nhất một trong các điểm từ 1 đến 8, đạt được đánh giá V-0 theo UL94 ở độ dày từ 3,2 mm đến 0,4 mm.

10. Chế phẩm polyamit làm chậm cháy theo ít nhất một trong các điểm từ 1 đến 9, có HDT-A theo DIN EN ISO 75-3 là ít nhất 300°C.

11. Chế phẩm polyamit làm chậm cháy theo ít nhất một trong các điểm từ 1 đến 10, trong đó thành phần A là polyamit thơm hoặc bán thơm hoặc hỗn hợp của hai hoặc nhiều polyamit thơm hoặc bán thơm hoặc hỗn hợp của nylon-6,6 và một hoặc nhiều polyamit thơm hoặc bán thơm.

12. Chế phẩm polyamit làm chậm cháy theo điểm 11, trong đó thành phần A là polyamit thơm hoặc bán thơm hoặc hỗn hợp của hai hoặc nhiều polyamit thơm hoặc bán thơm.
13. Chế phẩm polyamit làm chậm cháy theo ít nhất một trong các điểm từ 1 đến 12, trong đó sợi thủy tinh được sử dụng làm thành phần B.
14. Chế phẩm polyamit hãm cháy theo ít nhất một trong các điểm từ 1 đến 13, trong đó các thành phần C, D, và E có dạng hạt, trong đó kích thước hạt trung bình d_{50} của các thành phần này là từ 1 đến 100 μm .
15. Chế phẩm polyamit làm chậm cháy theo ít nhất một trong các điểm từ 1 đến 14, còn chứa các chất phụ gia khác làm thành phần H, trong đó các chất phụ gia khác này là được chọn từ nhóm bao gồm chất chống oxy hoá, chất ổn định UV, chất ổn định tia gama, chất ổn định thủy phân, chất đồng ổn định cho chất chống oxy hoá, chất chống từ, chất nhũ hoá, chất tạo hạt nhân, chất hoá dẻo, chất phụ trợ xử lý, chất biến đổi va đập, thuốc nhuộm, sắc tố và/hoặc các chất làm chậm cháy khác không phải các thành phần C, D, E, F và G.