

Flammhemmende Polyesterzusammensetzungen und deren Verwendung

Beschreibung

- 5 Die vorliegende Erfindung betrifft flammhemmende Polyesterzusammensetzungen sowie daraus hergestellte Formteile.

Brennbare Kunststoffe müssen in der Regel mit Flammenschutzmitteln ausgerüstet werden, um die von den Kunststoffverarbeitern und teilweise vom Gesetzgeber
10 geforderten hohen Flammchutzanforderungen erreichen zu können. Bevorzugt – auch aus ökologischen Gründen – werden nicht-halogenierte Flammschutzmittelsysteme eingesetzt, die nur geringe oder keine Rauchgase bilden.

- 15 Unter diesen Flammenschutzmitteln haben sich die Salze von Phosphinsäuren (Phosphinate) als besonders für thermoplastische Polymere wirksam erwiesen (DE 2 252 258 A und DE 2 447 727 A).

Darüber hinaus sind synergistische Kombinationen von Phosphinaten mit
20 bestimmten stickstoffhaltigen Verbindungen bekannt, die in einer ganzen Reihe von Polymeren als Flammenschutzmittel effektiver wirken, als die Phosphinate allein (WO-2002/28953 A1 sowie DE 197 34 437 A1 und DE 197 37 727 A1).

Aus der US 7,420,007 B2 ist bekannt, dass Dialkylphosphinate enthaltend eine
25 geringe Menge an ausgewählten Telomeren als Flammenschutzmittel für Polymere geeignet sind, wobei das Polymere bei der Einarbeitung des Flammenschutzmittels in die Polymermatrix nur einem recht geringen Abbau unterliegt.

Flammenschutzmittel müssen häufig in hohen Dosierungen zugesetzt werden, um
30 eine ausreichende Flammwidrigkeit des Kunststoffs nach internationalen Normen sicherzustellen. Aufgrund ihrer chemischen Reaktivität, die für die Flammschutzwirkung bei hohen Temperaturen erforderlich ist, können Flammenschutzmittel, vor allem bei höheren Dosierungen, die Verarbeitungsstabilität

von Kunststoffen beeinträchtigen. Es kann zu verstärktem Polymerabbau, zu Vernetzungsreaktionen, zu Ausgasungen oder Verfärbungen kommen.

- Aus der DE 10 2007 041 594 A1 sind flammwidrige Polyestercompounds bekannt, die thermoplastischen Polyester, Polycarbonat, Phosphinsäuresalz und gegebenenfalls Umsetzungsprodukte des Melamins mit Phosphorsäure und/oder kondensierten Phosphorsäuren bzw. andere stickstoffhaltige Flammenschutzmittel und gegebenenfalls Verstärkungsstoffe und/oder weitere Additive enthalten. Diese zeichnen sich durch eine sichere UL 94 V-0 Einstufung, erhöhte Glühdrahtfestigkeit, verbesserte Mechanik und verringerten Polymerabbau aus.

- Weitere flammwidrige Polyestercompounds mit diesem Eigenschaftsprofil werden in der DE 10 2010 049 968 A1 offenbart. Diese Compounds enthalten thermoplastischen Polyester, Phosphinsäuresalz, Phosphazen und gegebenenfalls Umsetzungsprodukte des Melamins mit Phosphorsäure und/oder kondensierten Phosphorsäuren bzw. andere stickstoffhaltige Flammenschutzmittel und gegebenenfalls Verstärkungsstoffe und/oder weitere Additive.

- Bislang fehlt es jedoch an flammgeschützten phosphinathaltigen Polyesterzusammensetzungen die alle geforderten Eigenschaften gleichzeitig erreichen, wie gute elektrische Werte sowie einen effektiven Flammenschutz, sowie gleichzeitig eine gute Entformbarkeit und eine glatte Oberfläche des Formteils.

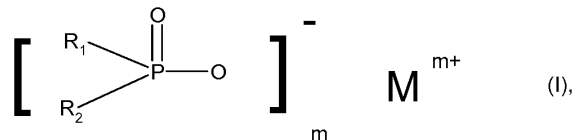
- Es war daher Aufgabe der vorliegenden Erfindung, flammgeschützte Polyesterzusammensetzungen auf Basis phosphinathaltiger Flammschutzsysteme zur Verfügung zu stellen, die alle vorgenannten Eigenschaften gleichzeitig aufweisen und die insbesondere gute elektrische Werte (GWFI, GWIT, CTI), sowie einen effektiven Flammenschutz (UL-94), sowie gleichzeitig eine gute Entformbarkeit und eine glatte Oberfläche des Formteils (Oberfläche).

30

Da Wachse üblicherweise Ausblühungen bilden können, die rauhe Oberflächen verursachen, sind die gefundenen Ergebnisse betreffend der glatten Oberfläche der Formteile besonders erfinderisch.

Gegenstand der Erfindung ist eine flammhemmende Polyesterzusammensetzung, enthaltend

- thermoplastischen Polyester als Komponente A,
- Füllstoffe und/oder Verstärkungsstoffe, vorzugsweise Glasfasern, als
- 5 Komponente B,
- Phosphinsäuresalz der Formel (I) als Komponente C

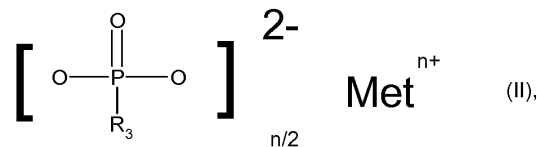


worin R₁ und R₂ Ethyl bedeuten,

M Al, Fe, TiO_p oder Zn ist,

- 10 m 2 bis 3, vorzugsweise 2 oder 3, bedeutet, und
p = (4 – m) / 2 ist,

- Verbindung ausgewählt aus der Gruppe der Al-, Fe-, TiO_p- oder Zn-Salze der Ethylbutylphosphinsäure, der Dibutylphosphinsäure, der Ethylhexylphosphinsäure, der Butylhexylphosphinsäure und/oder der
- 15 Dihexylphosphinsäure als Komponente D
- Phosphonsäuresalz der Formel (II) als Komponente E



worin R₃ Ethyl bedeutet,

- 20 Met Al, Fe, TiO_q oder Zn ist,

n 2 bis 3, vorzugsweise 2 oder 3, bedeutet, und

q = (4 – n) / 2 ist

- anorganisches Phosphonat als Komponente F, und
- Wachs ausgewählt aus der Gruppe der Polyolefinwachse, Amidwachse,
- 25 natürlichen Wachse, langkettigen aliphatischen Carbonsäuren (Fettsäuren) und/oder deren Estern oder Salzen als Komponente G.

In der erfindungsgemäßen Polyesterzusammensetzung beträgt der Anteil an Komponente A üblicherweise 25 bis 95 Gew.-%, vorzugsweise 25 bis 75 Gew.-%.

5 In der erfindungsgemäßen Polyesterzusammensetzung beträgt der Anteil an Komponente B üblicherweise 1 bis 45 Gew.-%, vorzugsweise 20 bis 40 Gew.-%.

In der erfindungsgemäßen Polyesterzusammensetzung beträgt der Anteil an Komponente C üblicherweise 1 bis 35 Gew.-%, vorzugsweise 5 bis 20 Gew.-%.

10 In der erfindungsgemäßen Polyesterzusammensetzung beträgt der Anteil an Komponente D üblicherweise 0,01 bis 3 Gew.-%, vorzugsweise 0,05 bis 1,5 Gew.-%.

15 In der erfindungsgemäßen Polyesterzusammensetzung beträgt der Anteil an Komponente E üblicherweise 0,001 bis 1 Gew.-%, vorzugsweise 0,01 bis 0,6 Gew.-%.

20 In der erfindungsgemäßen Polyesterzusammensetzung beträgt der Anteil an Komponente F üblicherweise 0,005 bis 6 Gew.-%, vorzugsweise 0,05 bis 2 Gew.-%.

In der erfindungsgemäßen Polyesterzusammensetzung beträgt der Anteil an Komponente G üblicherweise 0,05 bis 5 Gew.-%, vorzugsweise 0,1 bis 2 Gew.-%.

25 Dabei beziehen sich die Prozentangaben für die Anteile der Komponenten A bis G auf die Gesamtmenge der Polyesterzusammensetzung.

Bevorzugt werden flammhemmende Polyesterzusammensetzungen, bei denen

- 30
- der Anteil von Komponente A 25 bis 95 Gew.-%,
 - der Anteil von Komponente B 1 bis 45 Gew.-%,
 - der Anteil von Komponente C 1 bis 35 Gew.-%,
 - der Anteil von Komponente D 0,01 bis 3 Gew.-%,
 - der Anteil von Komponente E 0,001 bis 1 Gew.-%,

- der Anteil von Komponente F 0,005 bis 6 Gew.-%, und
 - der Anteil von Komponente G 0,05 bis 5 Gew.-% beträgt,
- wobei die Prozentangaben sich auf die Gesamtmenge der Polyesterzusammensetzung beziehen.

5

Besonders bevorzugt werden flammhemmende Polyesterzusammensetzung bei denen

- der Anteil von Komponente A 25 bis 75 Gew.-%,
- der Anteil von Komponente B 20 bis 40 Gew.-%,
- 10 - der Anteil von Komponente C 5 bis 20 Gew.-%,
- der Anteil von Komponente D 0,05 bis 1,5 Gew.-%,
- der Anteil von Komponente E 0,01 bis 0,6 Gew.-%,
- der Anteil von Komponente F 0,05 bis 2 Gew.-%, und
- der Anteil von Komponente G 0,1 bis 2 Gew.-%

15 beträgt.

Bevorzugt eingesetzte Salze der Komponente C sind solche, worin M^{m+} Zn^{2+} , Fe^{3+} oder insbesondere Al^{3+} bedeuten.

- 20 Bevorzugt eingesetzte Salze der Komponente D sind Zink-, Eisen- oder insbesondere Aluminiumsalze.

Bevorzugt eingesetzte Salze der Komponente E sind solche, worin Met^{n+} Zn^{2+} , Fe^{3+} oder insbesondere Al^{3+} bedeuten.

25

Ganz besonders bevorzugt werden flammhemmende Polyesterzusammensetzungen, in denen M und Met Al bedeuten, m und n 3 sind und in denen die Verbindungen der Komponenten D und F als Aluminiumsalze vorliegen.

30

In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform enthalten die oben beschriebenen flammhemmenden Polyesterzusammensetzungen Eisen in einer Menge im Bereich von 0,0001 bis 0,2 Gew.-%, vorzugsweise von 0,0002 bis 0,05 Gew.-%.

Das Eisen kann dabei in elementarer Form oder in Form einer Eisen enthaltenden Legierung vorliegen. Bevorzugt liegt das Eisen jedoch in Form einer Eisen enthaltenden Substanz vor, also in Form einer ionischen oder nichtionischen Eisenverbindung. Beispielsweise kann Eisen als kationische Komponente in den
5 Komponenten C, D, E und/oder F vorliegen oder es können andere Eisensalze oder auch Eisenkomplexe eingesetzt werden.

Überraschenderweise wurde gefunden, dass die erfindungsgemäßen Polyesterzusammensetzungen in der Gegenwart von Eisen ein verbreitertes
10 Verarbeitungsfenster bei der Compoundierung bzw. beim Spritzgießen sowie eine verbesserte thermische Beständigkeit aufweisen, bei gleichzeitig guter FlammSchutzwirkung.

Besonders bevorzugt liegen die FlammSchutzmittelkomponenten C) bis F) als
15 physikalische Mischung mit Eisen enthaltenden Verbindungen vor.

Ebenfalls besonders bevorzugt enthält mindestens eine der FlammSchutzmittelkomponenten C), D), E) oder F) Eisen.

20 Bevorzugt handelt es sich bei den Eisenverbindungen zur Herstellung der erfindungsgemäßen Polyesterzusammensetzungen um Eisen (II)- und/oder Eisen(III)salze.

In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform enthält die erfindungsgemäße
25 Polyesterzusammensetzung als Komponente H ein Melaminpolyphosphat mit einem mittleren Kondensationsgrad von 2 bis 200.

Die Verwendung der erfindungsgemäß als Komponente H eingesetzten Polyphosphatderivate von Melamin mit einem Kondensationsgrad von größer
30 gleich 20 als FlammSchutzmittel ist bekannt. So offenbart die DE 10 2005 016 195 A1 ein stabilisiertes FlammSchutzmittel enthaltend 99 bis 1 Gew.-% Melaminpolyphosphat und 1 bis 99 Gew.-% Additiv mit Reservealkalität. In diesem

Dokument wird auch offenbart, dass dieses Flammenschutzmittel mit einer Phosphinsäure und/oder einem Phosphinsäuresalz kombiniert werden kann.

- Bevorzugte erfindungsgemäße Polyesterzusammensetzungen enthalten als
- 5 Komponente H ein Melaminpolyphosphat, dessen durchschnittlicher Kondensationsgrad 20 bis 200, insbesondere von 40 bis 150, beträgt.

- In einem anderen bevorzugten Bereich beträgt der durchschnittliche Kondensationsgrad bei 2 bis 100.

10

Weitere bevorzugte erfindungsgemäße Polyesterzusammensetzungen enthalten als Komponente H ein Melaminpolyphosphat, das eine Zersetzungstemperatur von größer gleich 320 °C, insbesondere von größer gleich 360 °C und ganz besonders bevorzugt von größer gleich 400 °C aufweist.

15

Bevorzugt werden als Komponente H Melaminpolyphosphate eingesetzt, die aus WO 2006/027340 A1 (entsprechend EP 1 789 475 B1) und WO 2000/002869 A1 (entsprechend EP 1 095 030 B1) bekannt sind.

- 20 Bevorzugt werden Melaminpolyphosphate eingesetzt, deren durchschnittlicher Kondensationsgrad zwischen 20 und 200, insbesondere zwischen 40 und 150 liegt, und deren Melamingehalt 1,1 bis 2,0 mol, insbesondere 1,2 bis 1,8 mol pro Mol Phosphoratom beträgt.

- 25 Ebenfalls bevorzugt werden Melaminpolyphosphate eingesetzt, deren mittlerer Kondensationsgrad (Zahlenmittel) >20 ist, deren Zersetzungstemperatur größer als 320 °C ist, deren Molverhältnis von 1,3,5-Triazinverbindung zu Phosphor kleiner als 1,1, insbesondere 0,8 bis 1,0 beträgt und deren pH-Wert einer 10 %-igen Aufschlämmung in Wasser bei 25 °C 5 oder höher ist, vorzugsweise 5,1 bis 6,9.

30

In der erfindungsgemäßen Polyesterzusammensetzung beträgt der Anteil an Komponente H üblicherweise 0 und 25 Gew.-%, vorzugsweise 1 bis 25 Gew.-%,

insbesondere 2 bis 10 Gew.-%, bezogen auf die Gesamtmenge der Polyesterzusammensetzung.

- 5 In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform enthält die erfindungsgemäße Polyesterzusammensetzung als Komponente I Melamincyanurat.

Das erfindungsgemäß als Komponente I eingesetzte Melamincyanurat ist als Synergist in Verbindung mit Diethylphosphinaten in Flammenschutzmitteln für polymere Formmassen bekannt, beispielsweise aus WO 97/39053 A1).

10

In der erfindungsgemäßen Polyesterzusammensetzung beträgt der Anteil an Komponente I üblicherweise 0 und 25 Gew.-%, vorzugsweise 1 bis 25 Gew.-%, insbesondere 4 bis 10 Gew.-%, bezogen auf die Gesamtmenge der Polyesterzusammensetzung.

15

Bevorzugt sind erfindungsgemäße flammhemmende Polyesterzusammensetzungen, die einen Comparative Tracking Index, gemessen nach dem International Electrotechnical Commission Standard IEC-60112/3, von größer gleich 500 Volt aufweisen.

20

Ebenfalls bevorzugte erfindungsgemäße flammhemmende Polyesterzusammensetzungen erreichen eine Bewertung von V0 nach UL-94, insbesondere gemessen an Formteilen von 3,2 mm bis 0,4 mm Dicke.

25

Weitere bevorzugte erfindungsgemäße flammhemmende Polyesterzusammensetzungen weisen einen Glow Wire Flammability Index nach IEC-60695-2-12 von mindestens 960 °C auf, insbesondere gemessen an Formteilen von 0,75 - 3 mm Dicke.

30

Weitere bevorzugte erfindungsgemäße flammhemmende Polyesterzusammensetzungen weisen eine Glühdrahtbeständigkeit, ausgedrückt durch die Glühdrahtentzündungstemperatur (Glow-Wire-Ignition-Temperature;

GWIT) nach IEC-60695-2-13 von mindestens 775 °C auf, insbesondere gemessen an Formteilen von 0,75 - 3 mm Dicke.

- Die erfindungsgemäß eingesetzten Flammenschutzmittelkombinationen stabilisieren den Polyester (Komponente A) sehr gut gegen thermischen Abbau. Dieses zeigt sich an der Veränderung der spezifischen Viskosität des Polyesters bei Compoundierung und Formgebung der erfindungsgemäßen Polyesterzusammensetzungen. Die dort erfolgende thermische Belastung hat einen teilweisen Abbau der Polyesterketten zur Folge, was in einer Verringerung des mittleren Molekulargewichts und damit verbunden in einer Verringerung der Viskosität einer Polyesterlösung ausdrückt. Typische Werte für die spezifische Viskosität von Polybutylenterephthalat, gemessen als 0,5 %-ige-Lösung in Phenol/Dichlorbenzol (1:1) bei 25 °C gemäß ISO 1628 mit einem Kapillarviskosimeter betragen 130 cm³/g. Nach dem Compoundieren und der Formgebung einer erfindungsgemäßen Polybutylenterephthalatzusammensetzung bewegen sich typische Werte für die spezifische Viskosität des verarbeiteten Polybutylenterephthalats (ermittelt wie oben angegeben) im Bereich zwischen 65 und 150 cm³/g, vorzugsweise zwischen 100 und 129 cm³/g.
- Die erfindungsgemäßen Polyesterzusammensetzungen enthalten als Komponente A ein oder mehrere thermoplastische Polyester.

- Bei den Polyestern der Komponente A handelt es sich in der Regel um (cyclo)aliphatische oder um aromatisch-aliphatische Polyester, die sich von (cyclo)aliphatischen und/oder aromatischen Dicarbonsäuren oder deren polyesterbildenden Derivaten, wie deren Dialkylestern oder Anhydriden, und von (cyclo)aliphatischen und/oder aromatischen Diolen oder von (cyclo)aliphatischen und/oder aromatischen Hydroxycarbonsäuren oder deren polyesterbildenden Derivaten, wie deren Alkylestern oder Anhydriden, ableiten. Der Begriff „(cyclo)aliphatisch“ umfasst cycloaliphatische und aliphatische Verbindungen.

Die thermoplastischen Polyester der Komponente A werden vorzugsweise ausgewählt aus der Gruppe der Polyalkylenester von aromatischen und/oder aliphatischen Dicarbonsäuren oder deren Dialkylestern.

- 5 Die als Komponente A eingesetzten thermoplastischen Polyester lassen sich nach bekannten Methoden herstellen (Kunststoff-Handbuch, Bd. VIII, Seiten 695 - 710, Karl-Hanser-Verlag, München 1973).

- Bevorzugt eingesetzte Komponenten A sind aromatisch-aliphatische
10 thermoplastische Polyester und davon bevorzugt thermoplastische Polyester abgeleitet durch Umsetzung von aromatischen Dicarbonsäuren oder deren polyesterbildenden Derivaten mit aliphatischen C₂-C₁₀-Diolen, insbesondere mit C₂-C₄-Diolen.

- 15 Erfindungsgemäß bevorzugt eingesetzte Komponenten A sind Polyalkylenterephthalate, und davon besonders bevorzugt Polyethylenterephthalate oder Polybutylenterephthalate.

- Polyalkylenterephthalate enthalten vorzugsweise mindestens 80 mol-%,
20 insbesondere 90 mol-%, bezogen auf die Dicarbonsäure, von Terephthalsäure abgeleitete Einheiten.

- Die erfindungsgemäß als Komponente A bevorzugt eingesetzten Polyalkylenterephthalate können neben Terephthalsäureresten bis zu 20 mol-%
25 Reste anderer aromatischer Dicarbonsäuren mit 8 bis 14 C-Atomen oder Reste aliphatischer Dicarbonsäuren mit 4 bis 12 C-Atomen enthalten, wie Reste von Phthalsäure, Isophthalsäure, Naphthalin-2,6-dicarbonsäure, 4,4'-Diphenyldicarbonsäure, Bernstein-, Adipin-, Sebacin- oder Azelainsäure, Cyclohexandiessigsäure oder Cyclohexandicarbonsäure.

30

Die erfindungsgemäß als Komponente A bevorzugt eingesetzten Polyalkylenterephthalate können durch Einbau relativ kleiner Mengen 3- oder 4-wertiger Alkohole oder 3- oder 4-basischer Carbonsäuren, wie sie z. B. in der

DE-A-19 00 270 beschrieben sind, verzweigt werden. Beispiele für bevorzugte Verzweigungsmittel sind Trimesinsäure, Trimellitsäure, Trimethylolethan und -propan und Pentaerythrit.

- 5 Besonders bevorzugte Komponenten A sind Polyalkylenterephthalate, die allein aus Terephthalsäure und deren reaktionsfähigen Derivaten (z. B. deren Dialkylestern) und Ethylenglykol und/oder Propandiol-1,3 und/oder Butandiol-1,4 hergestellt werden (Polyethylen- und Polytrimethylen- und Polybutylenterephthalat) und Mischungen dieser Polyalkylenterephthalate.

10

Bevorzugte Polybutylenterephthalate enthalten mindestens 80 mol-%, vorzugsweise 90 mol-%, bezogen auf die Dicarbonsäure, Terephthalsäurereste und mindestens 80 mol-%, vorzugsweise mindestens 90 mol-%, bezogen auf die Diolkomponente Butandiol-1,4-reste.

15

Die bevorzugten Polybutylenterephthalate können des Weiteren neben Butandiol-1,4-resten bis zu 20 mol-% anderer aliphatischer Diole mit 2 bis 12 C-Atomen oder cycloaliphatischer Diole mit 6 bis 21 C-Atomen enthalten, z. B. Reste von Ethylenglykol; Propandiol-1,3; 2-Ethylpropandiol-1,3; Neopentylglykol; Pentandiol-20 1,5; Hexandiol-1,6; Cyclohexandimethanol-1,4; 3-Methylpentandiol-2,4; 2-Methylpentandiol-2,4; 2,2,4-Trimethylpentandiol-1,3; 2-Ethylhexandiol-1,3; 2,2-Diethylpropandiol-1,3; Hexandiol-2,5; 1,4-Di-([beta]-hydroxyethoxy)-benzol; 2,2-Bis-(4-hydroxycyclohexyl)-propan; 2,4-Dihydroxy-1,1,3,3-tetramethyl-cyclobutan; 2,2-Bis-(3-[beta]-hydroxyethoxyphenyl)-propan und 2,2-Bis-(4-hydroxypropoxyphenyl)-25 propan.

25

Erfindungsgemäß bevorzugt als Komponente A eingesetzte

Polyalkylenterephthalate sind auch Copolyester, die aus mindestens zwei der oben genannten Säurekomponenten und/oder aus mindestens zwei der oben
30 genannten Alkoholkomponenten und/oder Butandiol-1,4 hergestellt werden.

30

Die als Komponente A erfindungsgemäß eingesetzten thermoplastischen Polyester können auch im Gemisch mit anderen Polyestern und/oder weiteren Polymeren eingesetzt werden.

- 5 Als Komponente B werden Füllstoffe und/oder vorzugsweise Verstärkungsstoffe eingesetzt, bevorzugt Glasfasern. Es können auch Mischungen aus zwei oder mehreren unterschiedlichen Füllstoffen und/oder Verstärkungsstoffen, eingesetzt werden.
- 10 Bevorzugte Füllstoffe sind mineralische teilchenförmige Füllstoffe auf der Basis von Talk, Glimmer, Silikat, Quarz, Titandioxid, Wollastonit, Kaolin, amorphe Kieselsäuren, nanoskaligen Mineralien, besonders bevorzugt Montmorilloniten oder Nano-Böhmten, Magnesiumcarbonat, Kreide, Feldspat, Glaskugeln und/oder Bariumsulfat. Besonders bevorzugt werden mineralische teilchenförmige Füllstoffe
- 15 auf der Basis von Talk, Wollastonit und/oder Kaolin.

- Besonders bevorzugt werden ferner auch nadelförmige mineralische Füllstoffe eingesetzt. Unter nadelförmigen mineralischen Füllstoffen wird erfindungsgemäß ein mineralischer Füllstoff mit stark ausgeprägtem nadelförmigen Charakter
- 20 verstanden. Bevorzugt sind nadelförmige Wollastonite. Bevorzugt weist das Mineral ein Länge zu Durchmesser - Verhältnis von 2:1 bis 35:1, besonders bevorzugt von 3:1 bis 19:1, insbesondere bevorzugt von 4:1 bis 12:1 auf. Die mittlere Teilchengröße der erfindungsgemäß als Komponente B eingesetzten nadelförmigen mineralischen Füllstoffe liegt bevorzugt bei kleiner 20 µm,
- 25 besonders bevorzugt bei kleiner 15 µm, insbesondere bevorzugt bei kleiner 10 µm, bestimmt mit einem CILAS Granulometer.

- Bei den erfindungsgemäß vorzugsweise eingesetzten Komponenten B handelt es sich um Verstärkungsstoffe. Dabei kann es sich beispielsweise um
- 30 Verstärkungsstoffe auf der Basis von Kohlenstofffasern und/oder von Glasfasern handeln.

Der Füllstoff und/oder Verstärkungstoff kann in einer bevorzugten Ausführungsform oberflächenmodifiziert sein, vorzugsweise mit einem Haftvermittler bzw. einem Haftvermittlersystem, besonders bevorzugt auf Silanbasis. Insbesondere bei Verwendung von Glasfasern können zusätzlich zu

5 Silanen auch Polymerdispersionen, Filmbildner, Verzweiger und/oder Glasfaserverarbeitungshilfsmittel verwendet werden.

Bei den erfindungsgemäß als Komponente B bevorzugt eingesetzten Glasfasern kann es sich um Kurzglasfasern und/oder um Langglasfasern handeln. Als Kurz-

10 oder Langglasfasern können Schnittfasern eingesetzt werden. Kurzglasfasern können auch in Form von gemahlenen Glasfasern zum Einsatz kommen. Daneben können Glasfasern außerdem in der Form von Endlosfasern eingesetzt werden, beispielsweise in der Form von Rovings, Monofilamenten, Filamentgarnen oder Zwirnen, oder Glasfasern können in der Form von textilen

15 Flächegebilden eingesetzt werden, beispielsweise als Glasgewebe, als Glasgeflecht oder als Glasmatte.

Typische Faserlängen für Kurzglasfasern vor dem Einarbeiten in die Polyestermatrix bewegen sich im Bereich von 0,05 bis 10 mm, vorzugsweise von

20 0,1 bis 5 mm. Nach dem Einarbeiten in die Polyestermatrix hat sich die Länge der Glasfasern verringert. Typische Faserlängen für Kurzglasfasern nach dem Einarbeiten in die Polyestermatrix bewegen sich im Bereich von 0,01 bis 2 mm, vorzugsweise von 0,02 bis 1 mm.

25 Die Durchmesser der einzelnen Fasern kann in weiten Bereichen schwanken. Typische Durchmesser der einzelnen Fasern bewegen sich im Bereich von 5 bis 20 μm .

Die Glasfasern können beliebige Querschnittsformen aufweisen, beispielsweise

30 runde, elliptische, n-eckige oder irreguläre Querschnitte. Es können Glasfasern mit mono- oder multilobalen Querschnitten verwendet werden.

Glasfasern können als Endlosfasern oder als geschnittene oder gemahlene Glasfasern eingesetzt werden.

Die Glasfasern selbst, unabhängig von deren Querschnittfläche und deren Länge,
5 können dabei beispielsweise ausgewählt sein aus der Gruppe der E-Glasfasern, A-Glasfasern, C-Glasfasern, D-Glasfasern, M-Glasfasern, S-Glasfasern, R-Glasfasern und/oder ECR-Glasfasern, wobei die E-Glasfasern, R-Glasfasern, S-Glasfasern und ECR-Glasfasern besonders bevorzugt sind. Die Glasfasern sind vorzugsweise mit einer Schlichte versehen, welche vorzugsweise Polyurethan als
10 Filmbildner und Aminosilan als Haftvermittler enthält.

Besonders bevorzugt eingesetzte E-Glasfasern weisen folgende chemische Zusammensetzung auf: 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 %.
15

Besonders bevorzugt eingesetzte R-Glasfasern weisen folgende chemische Zusammensetzung auf: 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 %.

20 Besonders bevorzugt eingesetzte ECR-Glasfasern weisen folgende chemische Zusammensetzung auf: SiO_2 57,5-58,5 %; Al_2O_3 17,5-19,0 %; CaO 11,5-13,0 %; MgO 9,5-11,5.

Die erfindungsgemäß als Komponente C eingesetzten Salze von
25 Diethylphosphinsäure sind bekannte Flammenschutzmittel für polymere Formmassen.

Auch Salze von Diethylphosphinsäure mit Anteilen der erfindungsgemäß als Komponenten D und E eingesetzten Phosphinsäure- und Phosphonsäuresalze
30 sind bekannte Flammenschutzmittel. Die Herstellung dieser Stoffkombinationen wird z. B. in US 7,420,007 B2 beschrieben.

Die erfindungsgemäß eingesetzten Salze von Diethylphosphinsäure der Komponente C können geringe Mengen an Salzen der Komponente D und an Salzen der Komponente E enthalten, beispielsweise bis zu 10 Gew.-% an Komponente D, vorzugsweise 0,01 bis 6 Gew. %, und insbesondere 0,2 bis 2,5 Gew.-% davon, und bis zu 10 Gew.-% an Komponente E, vorzugsweise 0,01 bis 6 Gew. %, und insbesondere 0,2 bis 2,5 Gew.-% davon bezogen auf die Menge an Komponenten C, D und E.

Die erfindungsgemäß als Komponente E eingesetzten Salze der Ethylphosphonsäure sind als Zusätze zu Diethylphosphinaten in Flammenschutzmitteln für polymere Formmassen ebenfalls bekannt, beispielsweise aus DE 102007041594 A1.

Die Verwendung der erfindungsgemäß als Komponente F eingesetzten anorganischen Phosphonate oder auch Salze der phosphorigen Säure (Phosphite) sind als Flammenschutzmittel ist bekannt. So offenbart WO 2012/045414 A1 Flammenschutzmittelkombinationen, die neben Phosphinsäuresalzen auch Salze der phosphorigen Säure (= Phosphite) enthalten.

Bevorzugt entspricht das anorganische Phosphonat (Komponente F) den allgemeinen Formeln (IV) oder (V)



worin Kat ein p-wertiges Kation, insbesondere ein Kation eines Alkalimetalls, Erdalkalimetalls, ein Ammoniumkation und/oder ein Kation von Fe, Zn oder insbesondere von Al einschließlich der Kationen $\text{Al}(\text{OH})$ oder $\text{Al}(\text{OH})_2$ ist, und p 1, 2, 3 oder 4 bedeutet.

- Bevorzugt handelt es sich bei dem anorganischen Phosphonat (Komponente F) um Aluminiumphosphit $[\text{Al}(\text{H}_2\text{PO}_3)_3]$, sekundäres Aluminiumphosphit $[\text{Al}_2(\text{HPO}_3)_3]$, basisches Aluminiumphosphit $[\text{Al}(\text{OH})(\text{H}_2\text{PO}_3)_2 \cdot 2\text{aq}]$, Aluminiumphosphittetrahydrat $[\text{Al}_2(\text{HPO}_3)_3 \cdot 4\text{aq}]$, Aluminiumphosphonat, 5 $\text{Al}_7(\text{HPO}_3)_9(\text{OH})_6(1,6\text{-Hexandiamin})_{1,5} \cdot 12\text{H}_2\text{O}$, $\text{Al}_2(\text{HPO}_3)_3 \cdot x\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ mit $x = 2,27 - 1$ und/oder $\text{Al}_4\text{H}_6\text{P}_{16}\text{O}_{18}$.

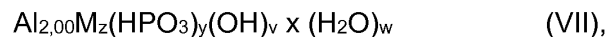
Bei dem anorganischen Phosphonat (Komponente F) handelt es sich bevorzugt auch um Aluminiumphosphite der Formeln (VI), (VII) und/oder (VIII)

10



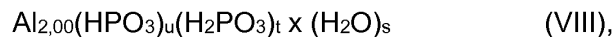
wobei q 0 bis 4 bedeutet,

15



wobei M Alkalimetallkationen, z 0,01 bis 1,5 und y 2,63 bis 3,5 und v 0 bis 2 und w 0 bis 4 bedeutet;

20



wobei u 2 bis 2,99 und t 2 bis 0,01 und s 0 bis 4 bedeutet, und/oder

25

um Aluminiumphosphit $[\text{Al}(\text{H}_2\text{PO}_3)_3]$, um sekundäres Aluminiumphosphit $[\text{Al}_2(\text{HPO}_3)_3]$, um basisches Aluminiumphosphit $[\text{Al}(\text{OH})(\text{H}_2\text{PO}_3)_2 \cdot 2\text{aq}]$, um Aluminiumphosphittetrahydrat $[\text{Al}_2(\text{HPO}_3)_3 \cdot 4\text{aq}]$, um Aluminiumphosphonat, um $\text{Al}_7(\text{HPO}_3)_9(\text{OH})_6(1,6\text{-Hexandiamin})_{1,5} \cdot 12\text{H}_2\text{O}$, um $\text{Al}_2(\text{HPO}_3)_3 \cdot x\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ mit $x = 2,27 - 1$ und/oder $\text{Al}_4\text{H}_6\text{P}_{16}\text{O}_{18}$.

30

Bevorzugte anorganische Phosphonate (Komponente F) sind in Wasser unlösliche bzw. schwerlösliche Salze.

Besonders bevorzugte anorganische Phosphonate sind Aluminium-, Calcium- und Zinksalze.

- Besonders bevorzugt handelt es sich bei Komponente F um ein
5 Umsetzungsprodukt aus phosphoriger Säure und einer Aluminiumverbindung.

Besonders bevorzugte Komponenten F sind Aluminiumphosphite mit den CAS-Nummern 15099-32-8, 119103-85-4, 220689-59-8, 56287-23-1, 156024-71-4, 71449-76-8 und 15099-32-8.

10

- Die Herstellung der bevorzugt eingesetzten Aluminiumphosphite erfolgt durch Umsetzung einer Aluminiumquelle mit einer Phosphorquelle und wahlweise einem Templat in einem Lösungsmittel bei 20 - 200 °C während einer Zeitspanne bis zu 4 Tagen. Aluminiumquelle und Phosphorquelle werden dazu 1 - 4 h vermischt,
15 unter hydrothermalen Bedingungen oder am Rückfluss erhitzt, abfiltriert, gewaschen und z. B. bei 110 °C getrocknet.

Bevorzugte Aluminiumquellen sind Aluminiumisopropoxid, Aluminiumnitrat, Aluminiumchlorid, Aluminiumhydroxid (z. B. Pseudoböhmit).

20

Bevorzugte Phosphorquellen sind Phosphorige Säure, (saures) Ammoniumphosphit, Alkaliphosphite oder Erdalkaliphosphite.

- Bevorzugte Alkaliphosphite sind Dinatriumphosphit, Dinatriumphosphithydrat,
25 Trinatriumphosphit, Kaliumhydrogenphosphit

Bevorzugtes Dinatriumphosphithydrat ist Brüggolen® H10 der Fa. Brüggemann.

Bevorzugte Template sind 1,6-Hexandiamin, Guanidincarbonat oder Ammoniak.

30

Bevorzugtes Erdalkaliphosphit ist Calciumphosphit.

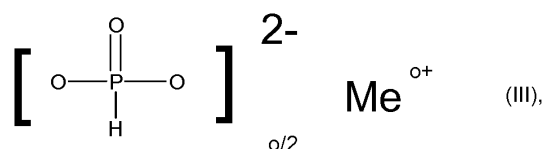
Das bevorzugte Verhältnis von Aluminium zu Phosphor zu Lösungsmittel ist dabei 1 : 1 : 3,7 bis 1 : 2,2 : 100 mol. Das Verhältnis von Aluminium zu Templat ist 1 : 0 bis 1 : 17 mol. Der bevorzugte pH-Wert der Reaktionslösung ist 3 bis 9. Bevorzugtes Lösungsmittel ist Wasser.

5

Besonders bevorzugt wird in der Anwendung das gleiche Salz der Phosphinsäure wie der phosphorigen Säure verwendet, also z. B. Aluminiumdiethylphosphinat zusammen mit Aluminiumphosphit oder Zinkdiethylphosphinat zusammen mit Zinkphosphit.

10

In einer bevorzugten Ausführungsform enthalten die oben beschriebenen flammhemmenden Polyesterzusammensetzungen als Komponente F eine Verbindung der Formel (III)



15

worin Me Fe, TiO_r, Zn oder insbesondere Al ist, o 2 bis 3, vorzugsweise 2 oder 3, bedeutet, und $r = (4 - o) / 2$ ist.

20 Bevorzugt eingesetzte Verbindungen der Formel III sind solche, worin Me^{o+} Zn²⁺, Fe³⁺ oder insbesondere Al³⁺ bedeuten.

In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform liegen Komponenten C, D, E, F, H und I in Teilchenform vor, wobei die mittlere Teilchengröße (d₅₀) 1 bis 100 µm beträgt.

25

Bei den erfindungsgemäß als Komponente G zugesetzten Wachsen handelt es sich um an sich bekannte Verbindungen; diese werden ausgewählt aus der Gruppe der Polyolefinwachse, Amidwachse, natürlichen Wachse, langkettigen aliphatischen Carbonsäuren (Fettsäuren) und/oder deren Estern oder Salzen.

30

Die erfindungsgemäß als Komponente G eingesetzten Wachse können sowohl als solche oder in polar modifizierter Form eingesetzt werden. Eine polare Modifizierung lässt sich beispielsweise durch Oxidation mit Luft oder mit
5 sauerstoff-haltigen Gasen oder durch Aufpfropfung von z. B. ungesättigten Carbonsäuren wie etwa Maleinsäure erreichen. Beispiele für die oxidative Modifizierung finden sich in EP 0 890 583 A1. Beispiele für die Modifizierung mit ungesättigten Carbonsäuren finden sich in EP 0 941 257 B1.

10 Es können auch Gemische unterschiedlicher Wachse eingesetzt werden.

Beispiele für erfindungsgemäß als Komponente G eingesetzte Polyolefinwachse sind solche, die durch die Polymerisation von ein oder mehreren α -Olefinen, insbesondere mit Metallocen-Katalysatoren, erhalten werden können. Beispiele für
15 Metallocene sowie deren Verwendung zur Herstellung von Polyolefinwachsen sind beispielsweise in EP 0 571 882 A2 zu finden.

Bevorzugt als Komponente G eingesetzte Polyolefinwachse sind PE-Wachse, PTFE-Wachse, PP-Wachse, FT-Paraffine, makro-und mikrokristalline Paraffine
20 und polare Polyolefinwachse.

Beispiele für PE-Wachse sind Polyethylen-Homo- und Copolymerwachse, die insbesondere mittels Metallocenkatalyse hergestellt wurden, und die ein zahlenmittleres Molekulargewicht von 700 bis 10.000 g/mol bei einem Tropfpunkt
25 zwischen 80 und 140 °C aufweisen.

Beispiele für PTFE-Wachse sind Polytetrafluoroethylene mit einem Molekulargewicht zwischen 30.000 und 2.000. 000 g/mol, insbesondere zwischen 100.000 und 1.000.000 g/mol.

30

Beispiele für PP-Wachse sind Polypropylen-Homo-und Copolymerwachse, die insbesondere mittels Metallocenkatalyse hergestellt wurden, und die ein

zahlenmittleres Molekulargewicht von 700 bis 10.000 g/mol bei einem Tropfpunkt zwischen 80 und 160 °C aufweisen.

5 Beispiele für FT-Wachse sind Fischer-Tropsch-Paraffine (FT-Paraffine) mit einem zahlenmittleren Molekulargewicht von 400 bis 800 g/mol bei einem Tropfpunkt von 80 bis 125 °C.

10 Beispiele für makro- und mikrokristalline Paraffine sind Paraffine und mikrokristalline Wachse, welche bei der Erdölraffination anfallen. Die Tropfpunkte solcher Paraffine liegen vorzugsweise zwischen 45 und 65 °C, die solcher mikrokristallinen Wachse vorzugsweise zwischen 73 und 100 °C.

15 Beispiele für polare Polyolefinwachse sind Verbindungen, die durch Oxidation von Ethylen- oder Propylen-Homopolymer- und Copolymerwachsen oder durch deren Pffropfung mit Maleinsäureanhydrid herstellbar sind. Besonders bevorzugt werden hierfür Polyolefinwachse mit einem Tropfpunkt zwischen 90 und 165 °C, insbesondere zwischen 100 und 160 °C, einer Schmelzviskosität bei 140 °C (Polyethylenwachse) oder bei 170 °C (Polypropylenwachse) zwischen 10 und 10000 mPas, insbesondere zwischen 50 und 5000 mPas, und einer Dichte bei 20 °C zwischen 0,85 und 0,96 g/cm³.

25 Besonders bevorzugt als Komponente G eingesetzte Wachse sind Amidwachse. Dabei handelt es sich um Wachse, die herstellbar sind durch Umsetzung von Ammoniak oder Alkylendiamin, wie Ethylendiamin oder Hexamethyldiamin, mit gesättigten und/oder ungesättigten Fettsäuren. Bei den Fettsäuren handelt es sich um langkettige Carbonsäuren mit vorzugsweise 14 bis 40 Kohlenstoffatomen, beispielsweise um Stearinsäure, Talgfettsäure, Palmitinsäure oder Erucasäure.

30 Weitere bevorzugt als Komponente G eingesetzte Wachse sind natürliche Wachse. Dabei handelt es sich beispielsweise um Carnaubawachs oder Candelillawachs.

Weitere bevorzugt als Komponente G eingesetzte Wachse sind langkettige aliphatische Carbonsäuren (Fettsäuren) und/oder deren Ester oder Salze, insbesondere von aliphatischen Carbonsäuren, die Kettenlängen von C₁₄ bis C₄₀ aufweisen.

5

Beispiele für Säure- und Esterwachse sind Montanwachse. Diese enthalten Fettsäuren und deren Ester mit einer Kohlenstoffkettenlänge der Carbonsäure von C₂₂ bis C₃₆.

- 10 Bevorzugte Esterwachse sind Umsetzungsprodukte von Montanwachssäuren mit ein- oder mehrwertigen Alkoholen mit 2 bis 6 C-Atomen, wie zum Beispiel Ethandiol, Butan-1, 3-diol, Propan-1,2, 3-triol oder Pentaerythrit.

Weitere Beispiele für bevorzugt eingesetzte Esterwachse sind Sorbitanester.

- 15 Dabei handelt es sich um Umsetzungsprodukte von Sorbit (Sorbitol) mit gesättigten und/oder ungesättigten Fettsäuren und/oder Montansäuren, beispielsweise mit Stearinsäure, Talgfettsäure, Palmitinsäure oder Erucasäure.

Besonders bevorzugt als Komponente G eingesetzte Wachse sind Ester oder

- 20 Salze von langkettigen aliphatischen Carbonsäuren (Fettsäuren), die typischerweise Kettenlängen von C₁₄ bis C₄₀ aufweisen. Bei den Estern handelt es sich um Umsetzungsprodukte der genannten Carbonsäuren mit gebräuchlichen mehrwertigen Alkoholen, wie z. B. Ethylenglykol, Glycerin, Trimethylolpropan oder Pentaerythrit. Als Salze der genannten Carbonsäuren kommen vor allem Alkali-,
25 Erdalkali-, Aluminium- oder Zinksalze in Betracht.

Ganz besonders bevorzugt handelt es sich bei der Komponente G um Ester oder Salze der Stearinsäure, wie z. B. um Glycerinmonostearat oder Pentaerythrit-tetrastearat oder um Calcium-, Aluminium- oder Zinkstearat.

30

Ganz besonders bevorzugt handelt es sich bei der Komponente G um Umsetzungsprodukte von Montanwachssäuren mit Alkylenglykol, insbesondere mit Ethylenglykol.

Davon sind insbesondere bevorzugt Mischungen aus Ethylenglykol-Mono-Montanwachssäureester, Ethylenglykol-Di-Montanwachssäureester, Montanwachssäuren und Ethylenglykol.

5

Ebenfalls besonders bevorzugt handelt es sich bei der Komponente G um Umsetzungsprodukte von Montanwachssäuren mit einem Calcium-, Aluminium- oder Zinksalz.

- 10 Besonders bevorzugt handelt es sich bei den Umsetzungsprodukten um eine Mischung aus 1,3-Budandiol-Mono-Montanwachssäureester, 1,3-Budandiol-Di-Montanwachssäureester, Montanwachssäuren, 1,3-Butandiol, Calciummontanat und dem Calciumsalz.

- 15 In einer weiteren besonders bevorzugten Ausführungsform handelt es sich bei Komponente G um Alkali-, Erdalkali-, Aluminium- und/oder Zinksalze von langkettigen Fettsäuren mit 14 bis 40 C-Atomen und/oder um Umsetzungsprodukte von langkettigen Fettsäuren mit 14 bis 40 C-Atomen mit mehrwertigen Alkoholen, wie Ethylenglykol, Glycerin, Trimethylolpropan und/oder
- 20 Pentaerythrit.

Die erfindungsgemäßen Polyesterzusammensetzungen können als Komponente J noch weitere Additive enthalten. Bevorzugte Komponenten J im Sinne der vorliegenden Erfindung sind Antioxidantien, UV-Stabilisatoren,

- 25 Gammastrahlenstabilisatoren, Hydrolysestabilisatoren, Co-Stabilisatoren für Antioxidantien, Antistatika, Emulgatoren, Nukleierungsmittel, Weichmacher, Verarbeitungshilfsmittel, Schlagzähmodifikatoren, Farbstoffe, Pigmente und/oder weitere Flammenschutzmittel, die sich von Komponenten C, D, E, F, H und I unterscheiden.

30

Hierzu gehören insbesondere Phosphate, wie etwa Melamin-Poly(Metallphosphate). Bevorzugte Metalle hierfür sind die Elemente der 2.

Hauptgruppe, der 3. Hauptgruppe, der 2. Nebengruppe, der 4. Nebengruppe und der Nebengruppe VIIIa des Periodensystems sowie Cer und/oder Lanthan.

- Melamin-Poly(Metallphosphate) sind bevorzugt Melamin-Poly(Zinkphosphate),
5 Melamin-Poly(Magnesiumphosphate) und/oder Melamin-Poly(Calciumphosphate).

Bevorzugt sind $(\text{Melamin})_2\text{Mg}(\text{HPO}_4)_2$, $(\text{Melamin})_2\text{Ca}(\text{HPO}_4)_2$,
 $(\text{Melamin})_2\text{Zn}(\text{HPO}_4)_2$, $(\text{Melamin})_3\text{Al}(\text{HPO}_4)_3$, $(\text{Melamin})_2\text{Mg}(\text{P}_2\text{O}_7)$,
10 $(\text{Melamin})_2\text{Ca}(\text{P}_2\text{O}_7)$, $(\text{Melamin})_2\text{Zn}(\text{P}_2\text{O}_7)$, $(\text{Melamin})_3\text{Al}(\text{P}_2\text{O}_7)_{3/2}$.

Bevorzugt sind Melamin-Poly(Metallphosphate), die bekannt sind als
Hydrogenphosphato- oder Pyrophosphato-Metallate mit Komplex-Anionen, die ein
vier- oder sechsbindiges Metallatom als Koordinationszentrum mit zweizähligen
Hydrogenphosphat- oder Pyrophosphat-Liganden aufweisen.

- 15 Bevorzugt sind auch Melamin-interkalierte Aluminium-, Zink- oder Magnesium-
Salze von kondensierten Phosphaten, ganz besonders bevorzugt sind
Bis-Melamin-zinko-diphosphat und/oder Bis-Melamin-alumotriphosphat.

- 20 Bevorzugt sind weiterhin Salze der Elemente der 2. Hauptgruppe, der
3. Hauptgruppe, der 2. Nebengruppe, der 4. Nebengruppe und der Nebengruppe
VIIIa des Periodensystems sowie von Cer und/oder Lanthan mit Anionen der
Oxosäuren der fünften Hauptgruppe (Phosphate, Pyrophosphate und
Polyphosphate).

- 25 Bevorzugt sind Aluminiumphosphate, Aluminum monophosphate; Aluminum-
orthophosphate (AlPO_4), Aluminumhydrogenphosphat ($\text{Al}_2(\text{HPO}_4)_3$) und/oder
Aluminiumdihydrogenphosphat

- 30 Bevorzugt sind auch Calciumphosphat, Zinkphosphat, Titanphosphat und/oder
Eisenphosphat

Bevorzugt sind Calciumhydrogenphosphat, Calciumhydrogenphosphatdihydrat, Magnesiumhydrogenphosphat, Titaniumhydrogenphosphat (TIHC) und/oder Zinkhydrogenphosphat

- 5 Bevorzugt sind Aluminiumdihydrogenphosphat, Magnesiumdihydrogenphosphat, Calciumdihydrogenphosphat, Zinkdihydrogenphosphat, Zinkdihydrogenphosphat dihydrat und/oder Aluminiumdihydrogenphosphat.

Besonders bevorzugt sind Calciumpyrophosphat,

- 10 Calciumdihydrogenpyrophosphat, Magnesiumpyrophosphat Zinkpyrophosphat und/oder Aluminiumpyrophosphat.

Die vorgenannten sowie andere und ähnliche Phosphate werden beispielsweise durch die Firma J.M. Huber Corporation, USA, unter Safire® Products angeboten, 15 hierzu gehören etwa die Typen APP Type II, AMPP, MPP, MPyP, PiPyP, PPaz, Safire® 400, Safire® 600, EDAP und andere.

- Weitere Phosphate sind beispielsweise in der JP-A-2004204194, der DE-A-102007036465 und der EP-A-3133112 genannt und gehören ausdrücklich 20 zu den vorgenannten einsetzbaren Komponenten.

Die weiteren Additive sind als Zusätze zu Polyesterzusammensetzungen an sich bekannt und können alleine oder in Mischung oder in Form von Masterbatches eingesetzt werden.

25

- Die vorgenannten Komponenten A, B, C, D, E, F, G und gegebenenfalls H, I und J können in den verschiedensten Kombinationen zur erfindungsgemäßen flammgeschützten Polyesterzusammensetzung verarbeitet werden. So ist es möglich, bereits zu Beginn oder am Ende der Polykondensation oder in einem 30 folgenden Compoundierprozess die Komponenten in die Polyesterschmelze einzumischen. Weiterhin gibt es Verarbeitungsprozesse bei denen einzelne Komponenten erst später zugefügt werden. Dies wird insbesondere beim Einsatz von Pigment- oder Additivmasterbatches praktiziert. Außerdem besteht die

Möglichkeit, insbesondere pulverförmige Komponenten auf das durch den Trocknungsprozess eventuell warme Polymergranulat aufzutrommeln.

5 Auch können zwei oder mehrere der Komponenten der erfindungsgemäßen Polyesterzusammensetzungen vor dem Einbringen in die Polyestermatrix durch Vermischen kombiniert werden. Dabei können herkömmliche Mischaggregate eingesetzt werden, in denen die Komponenten in einem geeigneten Mischer, z. B. 0,01 bis 10 Stunden bei 0 bis 300 °C gemischt werden.

10 Aus zwei oder mehreren der Komponenten der erfindungsgemäßen Polyesterzusammensetzungen können auch Granulate hergestellt werden, die anschließend in die Polyestermatrix eingebracht werden können.

15 Dazu können zwei oder mehr Komponenten der erfindungsgemäßen Polyesterzusammensetzung mit Granulierhilfsmittel und/oder Bindemittel in einem geeigneten Mischer oder einem Granulierteller zu Granulaten verarbeitet werden.

20 Das zunächst entstehende Rohprodukt kann in einem geeigneten Trockner getrocknet beziehungsweise zum weiteren Kornaufbau getempert werden.

Die erfindungsgemäße Polyesterzusammensetzung oder zwei oder mehrere Komponenten davon kann in einer Ausführungsform durch Rollkompaktierung hergestellt werden.

25 Die erfindungsgemäße Polyesterzusammensetzung oder zwei oder mehrere Komponenten davon kann in einer Ausführungsform dadurch hergestellt werden, dass die Inhaltsstoffe gemischt, stranggepresst, abgeschlagen (bzw. gegebenenfalls gebrochen und klassiert) und getrocknet (und gegebenenfalls ge-coated) werden.

30 Die erfindungsgemäße Polyesterzusammensetzung oder zwei oder mehrere Komponenten davon kann in einer Ausführungsform durch Sprühgranulierung hergestellt werden.

- Die erfindungsgemäße flammgeschützte Polymerformmasse liegt bevorzugt in Granulatform, z. B. als Extrudat oder als Compound, vor. Das Granulat hat bevorzugt Zylinderform mit kreisförmiger, elliptischer oder unregelmäßiger
- 5 Grundfläche, Kugelform, Kissenform, Würfelform, Quaderform, Prismenform.

Typische Längen-zu-Durchmesser-Verhältnis des Granulates betragen 1 zu 50 bis 50 zu 1, bevorzugt 1 zu 5 bis 5 zu 1.

- 10 Das Granulat hat bevorzugt einen Durchmesser von 0,5 bis 15 mm, besonders bevorzugt von 2 bis 3 mm und bevorzugt eine Länge von 0,5 bis 15mm, besonders bevorzugt von 2 bis 5 mm.

- Gegenstand der Erfindung sind auch Formteile hergestellt aus der oben
- 15 beschriebenen flammhemmenden Polyesterzusammensetzung enthaltend die Komponenten A, B, C, D, E, F und G und gegebenenfalls die Komponente(n) H, I und J.

- Bei den erfindungsgemäßen Formteilen kann es sich um beliebige Ausformungen
- 20 handeln. Beispiele dafür sind Fasern, Folien oder Formkörper, erhältlich aus den erfindungsgemäßen flammgeschützten Polyesterformmassen durch beliebige Formverfahren, insbesondere durch Spritzguss oder Extrusion.

- Die Herstellung der erfindungsgemäßen flammgeschützten Polyester-Formkörper
- 25 kann durch beliebige Formverfahren erfolgen. Beispiele dafür sind Spritzgießen, Pressen, Schaumspritzgießen, Gasinnendruck-Spritzgießen, Blasformen, Foliengießen, Kalandern, Laminieren oder Beschichten bei höheren Temperaturen mit der flammgeschützten Polyester-Formmasse.

- 30 Bei den Formteilen handelt es sich vorzugsweise sich um Spritzgussteile oder um Extrusionsteile.

Die erfindungsgemäßen flammgeschützten Polyesterzusammensetzungen eignen sich zur Herstellung von Fasern, Folien und Formkörpern, insbesondere für Anwendungen im Elektro- und Elektronikbereich.

- 5 Die Erfindung betrifft bevorzugt die Verwendung der erfindungsgemäßen flammgeschützten Polyesterzusammensetzungen in oder für Steckverbinder, stromberührten Teilen in Stromverteilern (FI-Schutz), Platinen, Vergussmassen, Stromsteckern, Schutzschaltern, Lampengehäusen, LED Gehäusen, Kondensatorgehäusen, Spulenkörpern und Ventilatoren, Schutzkontakten,
- 10 Steckern, in/auf Platinen, Gehäusen für Stecker, Kabeln, flexiblen Leiterplatten, Ladekabeln für Handys, Motorabdeckungen oder Textilbeschichtungen.

- Die Erfindung betrifft ebenfalls bevorzugt die Verwendung der erfindungsgemäßen flammgeschützten Polyesterzusammensetzungen zur Herstellung von
- 15 Formkörpern in Form von Bauteilen für den Elektro/Elektronikbereich, insbesondere für Teile von Leiterplatten, Gehäusen, Folien, Leitungen, Schaltern, Verteilern, Relais, Widerständen, Kondensatoren, Spulen, Lampen, Dioden, LED, Transistoren, Konnektoren, Reglern, Speichern und Sensoren, in Form von großflächigen Bauteilen, insbesondere von Gehäuseteilen für Schaltschränke und
- 20 in Form aufwendig gestalteter Bauteile mit anspruchsvoller Geometrie.

- Die Wandstärke der erfindungsgemäßen Formkörper kann typischerweise bis zu 10 mm betragen. Besonders geeignet sind Formkörper mit weniger als 1,5 mm Wandstärke, mehr bevorzugt von weniger als 1 mm Wandstärke und besonders
- 25 bevorzugt von weniger als 0,5 mm Wandstärke.

Die nachfolgenden Beispiele erläutern die Erfindung ohne diese zu begrenzen.

1. Eingesetzte Komponenten
- 30

Handelsübliche Polyester (Komponente A):

Polybutylenterephthalat (PBT): Ultradur® 4500 (BASF)

Polyethylenterephthalat (PET): Polyclear® 1100 (Invista)

Glasfasern (Komponente B):

Glasfasern Vectrotex® EC 10 P 952 (Fa. Vectrotex, FR)

- 5 Flammenschutzmittel FM 1 (Komponenten C, D und E):
Aluminiumsalz der Diethylphosphinsäure enthaltend 0,9 mol-% an Aluminium-Ethylbutylphosphinat und 0,5 mol-% an Aluminium-Ethylphosphonat hergestellt nach Beispiel 3 der US 7,420,007 B2
- 10 Flammenschutzmittel FM 2 (Komponenten C, D und E):
Aluminiumsalz der Diethylphosphinsäure enthaltend 2,7 mol-% an Aluminium-Ethylbutylphosphinat und 0,8 mol-% an Aluminium-Ethylphosphonat hergestellt nach Beispiel 4 der US 7,420,007 B2
- 15 Flammenschutzmittel FM 3 (Komponenten C, D und E):
Aluminiumsalz der Diethylphosphinsäure enthaltend 0,5 mol-% an Aluminium-Ethylbutylphosphinat und 0,05 mol-% an Aluminium-Ethylphosphonat hergestellt nach dem Verfahren gemäß US 7,420,007 B2
- 20 Flammenschutzmittel FM 4 (Komponenten C, D und E):
Aluminiumsalz der Diethylphosphinsäure enthaltend 10 mol-% an Aluminium-Ethylbutylphosphinat und 5 mol-% an Aluminium-Ethylphosphonat hergestellt nach dem Verfahren gemäß US 7,420,007 B2
- 25 Flammenschutzmittel FM 5 (Komponente C):
Aluminiumsalz der Diethylphosphinsäure hergestellt in Analogie zu Beispiel 1 der DE 196 07 635 A1
- Flammenschutzmittel FM 6 (Komponenten C und E):
- 30 Aluminiumsalz der Diethylphosphinsäure enthaltend 8,8 mol-% an Aluminium-Ethylphosphonat

Flammschutzmittel FM 7 (Komponente F):

Aluminiumsalz der Phosphonsäure hergestellt nach Beispiel 1 der
DE 102011120218 A1

5 Flammschutzmittel FM 8 (Komponente F):

Aluminiumsalz der Phosphorigen Säure

Flammschutzmittel FM 9 (Komponente H):

Melamin-Polyphosphat hergestellt nach dem Beispiel der WO2000/002869 A1

10

Flammschutzmittel FM 10 (Komponente I):

Melamincyanurat, Melapur[®] MC (BASF)

Wachs 1 (Komponente G):

15 Licomont[®] CaV 102 (Ca-Salz der Montanwachssäure), Fa. Clariant Produkte
(Deutschland) GmbH

Wachs 2 (Komponente G):

20 Licowax[®] E (Ester der Montanwachssäure), Fa. Clariant Produkte (Deutschland)
GmbH

2. Herstellung, Verarbeitung und Prüfung von flammhemmenden Polyester-
Formmassen

25

Die Flammschutzmittelkomponenten wurden in dem in den Tabellen angegebenen
Verhältnissen mit dem Polymergranulat und dem Wachs vermischt und auf einem
Doppelschnecken-Extruder (Typ Leistritz ZSE 27 HP-44D) bei Temperaturen von
240 bis 280 °C eingearbeitet. Die Glasfasern wurden über einen Seiteneinzug
30 zugegeben. Der homogenisierte Polymerstrang wurde abgezogen, im Wasserbad
geköhlt und anschließend granuliert.

- Nach ausreichender Trocknung wurden die Formmassen auf einer Spritzgießmaschine (Typ Arburg 320 C/KT) bei Massetemperaturen von 260 bis 280 °C zu Prüfkörpern verarbeitet und anhand des UL 94-Tests (Underwriter Laboratories) auf Flammwidrigkeit geprüft und klassifiziert. Neben der
- 5 Klassifikation wurde auch die Nachbrennzeit angegeben.

Der Comparative Tracking Index der Formteile wurde gemäß dem International Electrotechnical Commission Standard IEC-60112/3 ermittelt.

- 10 Der Glow Wire Flammability Index (GWFI-Index) wurde nach der Norm IEC-60695-2-12 ermittelt.

Die Glühdrahtentzündungstemperatur (Glow Wire Ignition Temperature; GWIT-Index) wurde nach der Norm IEC-60695-2-13 ermittelt.

15

- Bei der GWFI-Prüfung wird an 3 Prüfkörpern (beispielsweise an Platten der Geometrie 60 x 60 x 1,5 mm) mit Hilfe eines glühenden Drahtes bei Temperaturen zwischen 550 und 960 °C die maximale Temperatur ermittelt, bei der eine Nachbrennzeit von 30 Sekunden nicht überschritten wird und die Probe nicht
- 20 brennend abtropft. Bei der GWIT-Prüfung wird bei einer vergleichbaren Messprozedur die Glühdrahtentzündungstemperatur angegeben, die 25 K (30K zwischen 900 °C und 960 °C) höher ist als die maximale Glühdrahttemperatur, die in 3 aufeinander folgenden Tests auch während der Einwirkzeit des Glühdrahtes nicht zur Entzündung führt. Als Entzündung gilt dabei eine Flamme mit Brennzeit
- 25 ≥ 5 sec.

Die Beschaffenheit der Oberfläche des Formteils wurde visuell beurteilt.

- Sämtliche Versuche der jeweiligen Serie wurden, falls keine anderen Angaben
- 30 gemacht wurden, aufgrund der Vergleichbarkeit unter identischen Bedingungen (wie Temperaturprogramme, Schneckengeometrien und Spritzgießparameter) durchgeführt.

Beispiele 1 - 6 und Vergleichsbeispiele V1-V10 mit PBT

- Die Ergebnisse der Versuche mit PBT-Formmassen sind in den in der nachfolgenden Tabelle aufgeführten Beispielen aufgelistet. Alle Mengen sind als
- 5 Gew.-% angegeben und beziehen sich auf die PBT-Formmasse einschließlich der Flammschutzmittel, Additive und Verstärkungsstoffe.

Tabelle 1: PA 6.6 GF 30 Versuchsergebnisse (1-6 erfindungsgemäß; V1-V10 Vergleiche)

Beispiel Nr.	1	1a	1b	V1	2	V2	3	V3	4	V4	5	V5	6	V6	V7	V8	V9	V10
A: PBT	51,3	51,8	51,8	51,5	51,3	51,5	51,3	51,5	51,3	51,5	53,78	53,98	51,3	51,5	51,3	51,8	47,8	51,3
B: Glasfasern EC10	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30
C+D+E: FM 1	18	12	12	18	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
C+D+E: FM 2	-	-	-	-	18	18	-	-	-	-	16	16	18	18	-	18	22	-
C+D+E: FM 3	-	-	-	-	-	-	18	18	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
C+D+E: FM 4	-	-	-	-	-	-	-	-	18	18	-	-	-	-	-	-	-	-
C: FM 5	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	18
C+E: FM 6	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	18	-	-	-
F: FM 7	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,02	0,02	-	-	-	-	-	-
F: FM 8	0,5	-	-	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	-	-	0,5	0,5	0,5	-	-	0,5
H: FM 9	-	6	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
I: FM 10	-	-	6	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
G: Wachs 1	0,2	0,2	0,2	-	0,2	-	0,2	-	0,2	-	0,2	-	-	-	0,2	0,2	0,2	0,2
G: Wachs 2	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,2	-	-	-	-	-
UL 94 0,4mm/[sek.]	V-0/20	V-0/21	V-0/24	V-0/20	V-0/15	V-0/15	V-0/35	V-0/35	V-0/20	V-0/20	V-0/05	V-0/05	V-0/10	V-0/10	V-0/40	V-2/90	V-1/75	V-0/45
GWFI [°C]	960	960	960	960	960	960	960	960	960	960	960	960	960	960	960	850	900	960
GWIT [°C]	750	750	750	750	750	750	750	750	750	750	750	725	750	700	750	700	725	750
CTI [Volt]	600	600	600	500	600	500	600	500	600	500	600	500	550	500	500	600	600	500
Oberfläche	glatt	glatt	glatt	rauh ^{*)}	glatt	rauh ^{*)}	glatt	rauh ^{*)}	glatt	rauh ^{*)}	glatt	rauh ^{*)}	glatt	rauh ^{*)}	Glatt	glatt	glatt	glatt

*) massive Probleme beim Entformen des Formteils aus der Form

Die erfindungsgemäßen Polyesterzusammensetzungen der Beispiele 1 bis 6 sind Formmassen, welche die Brandklasse UL 94 V-0 bei 0,4 mm erreichen, gleichzeitig CTI 600 Volt bzw. 550 Volt, GWFI 960 °C sowie GWIT 750 °C aufweisen, und glatte Oberflächen besitzen. Der Austausch von Wachs 2 durch

5 Wachs 1 bewirkte eine Vergrößerung des CTI-Wertes. Die hergestellten Formteile konnten problemlos entformt werden. Der Zusatz einer weiteren Komponente F in Beispiel 5 führt zu einer nochmaligen Verbesserung des Flammenschutzes ausgedrückt durch eine verringerte Nachbrennzeit.

10 Das Weglassen von Komponente G in Vergleichsbeispielen V1 bis V6 führte zu Formteilen mit rauen Oberflächen, die sich darüber hinaus nur unter Schwierigkeiten entformen ließen. Flammfestigkeit und GWFI-Werte entsprachen den Werten für die Formteile, welche Komponente G enthielten. Die CTI-Werte verringerten sich im Vergleich zu den Formteilen, welche Komponente G

15 enthielten.

Das Weglassen von Komponente D in Vergleichsbeispiel V7 hatte neben einer verlängerten Nachbrennzeit einen im Vergleich zu den Beispielen 1-4 verringerten CTI-Wert zur Folge.

20

Das Weglassen von Komponente F in Vergleichsbeispiel V8 hatte neben einer im Vergleich zu Beispiel 2 Verschlechterung der Brandschutzklasse verringerte GWFI- und GWIT-Werte zur Folge.

25 In Vergleichsbeispiel V9 wurde durch Erhöhung der Konzentration an Komponenten C, D und E im Vergleich zu Beispiel V8 zwar eine Verbesserung der Brandschutzklasse erreicht. Allerdings zeigte diese Polyesterzusammensetzung immer noch eine im Vergleich zu Beispiel 2 geringere Brandschutzklasse sowie verringerte GWFI- und GWIT-Werte.

30

Das Weglassen von Komponenten D und E in Vergleichsbeispiel V10 hatte neben einer verlängerten Nachbrennzeit einen im Vergleich zu den Beispielen 1-4 verringerten CTI-Wert zur Folge.

Beispiele 7-12 und Vergleichsbeispiele V11-V20 mit PET

- 5 Die Ergebnisse der Versuche mit PET-Formmassen sind in den in der nachfolgenden Tabelle aufgeführten Beispielen aufgelistet. Alle Mengen sind als Gew.-% angegeben und beziehen sich auf die Polyester-Formmasse einschließlich der Flammschutzmittel, Additive und Verstärkungsstoffe.

Tabelle 2: PET GF 30 Versuchsergebnisse (7-12 erfindungsgemäß; V11-V20 Vergleiche)

Beispiel Nr.	7	V11	8	V12	9	V13	10	V14	11	V15	12	V16	V17	V18	V19	V20
A: PET	57,3	57,5	57,3	57,5	57,3	57,5	57,3	57,5	57,3	57,5	57,3	57,5	57,3	57,8	52,8	57,3
B: Glasfasern EC10	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30
C+D+E: FM 1	12	12	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
C+D+E: FM 2	-	-	12	12	-	-	-	-	10	10	12	12	-	12	17	-
C+D+E: FM 3	-	-	-	-	12	12	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
C+D+E: FM 4	-	-	-	-	-	-	12	12	-	-	-	-	-	-	-	-
C: FM 5	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	12
C+E: FM 6	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	12	-	-	-
F: FM 7	-	-	-	-	-	-	-	-	2	2	-	-	-	-	-	-
F: FM 8	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	-	-	0,5
G: Wachs 1	0,2	-	0,2	-	0,2	-	0,2	-	0,2	-	-	-	0,2	0,2	0,2	0,2
G: Wachs 2	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,2	-	-	-	-	-
UL 94 0,4mm / [sek.]	V-0/18	V-0/18	V-0/12	V-0/12	V-0/32	V-0/32	V-0/16	V-0/16	V-0/03	V-0/03	V-0/08	V-0/08	V-0/35	V-2/85	V-1/70	V-0/39
GWFI [°C]	960	960	960	960	960	960	960	960	960	960	960	960	960	850	900	960
GWIT [°C]	775	750	775	750	800	750	750	675	750	750	775	750	750	725	750	750
CTI [Volt]	600	500	600	500	600	500	600	500	600	500	550	500	500	600	600	500
Oberfläche	glatt	rauh ^{*)}	glatt	rauh ^{*)}	glatt	rauh ^{*)}	glatt	rauh ^{*)}	glatt	rauh ^{*)}	glatt	rauh ^{*)}	glatt	glatt	glatt	Glatt

^{*)} massive Probleme beim Entformen des Formteils aus der Form

Die erfindungsgemäßen Polyesterzusammensetzungen der Beispiele 7 bis 12 sind Formmassen, welche die Brandklasse UL 94 V-0 bei 0,4 mm erreichen, gleichzeitig CTI 600 Volt bzw. 550 Volt, GWFI 960 °C bzw. GWIT 750-775 °C aufweisen und glatte Oberflächen besitzen. Der Austausch von Wachs 2 durch

5 Wachs 1 bewirkte eine Vergrößerung des CTI-Wertes. Die hergestellten Formteile konnten problemlos entformt werden. Der Zusatz einer weiteren Komponente F in Beispiel 11 führt zu einer nochmaligen Verbesserung des Flammsschutzes ausgedrückt durch eine verringerte Nachbrennzeit.

10 Das Weglassen von Komponente G in Vergleichsbeispielen V11 bis V16 führte zu Formteilen mit rauen Oberflächen, die sich darüber hinaus nur unter Schwierigkeiten entformen ließen. Flammfestigkeit, GWFI- und GWIT-Werte entsprachen den Werten für die Formteile, welche Komponente G enthielten. Die CTI-Werte verringerten sich im Vergleich zu den Formteilen, welche Komponente

15 G enthielten.

Das Weglassen von Komponente D in Vergleichsbeispiel V17 hatte neben einer verlängerten Nachbrennzeit einen im Vergleich zu den Beispielen 7-10 verringerten CTI-Wert zur Folge.

20

Das Weglassen von Komponente F in Vergleichsbeispiel V18 hatte neben einer im Vergleich zu Beispiel 8 Verschlechterung der Brandschutzklasse verringerte GWFI- und GWIT-Werte zur Folge.

25 In Vergleichsbeispiel V19 wurde durch Erhöhung der Konzentration an Komponenten C, D und E im Vergleich zu Beispiel V18 zwar eine Verbesserung der Brandschutzklasse erreicht. Allerdings zeigte diese Polyesterzusammensetzung immer noch eine im Vergleich zu Beispiel 8 geringere Brandschutzklasse sowie verringerte GWFI- und GWIT-Werte.

30

Das Weglassen von Komponenten D und E in Vergleichsbeispiel V20 hatte neben einer verlängerten Nachbrennzeit einen im Vergleich zu den Beispielen 7-10 verringerten CTI-Wert zur Folge.

Beispiele 13-15

- 5 Herstellung, Verarbeitung und Prüfung von flammgeschützten Polyester-Formmassen und Polyester-Formkörpern erfolgte wie bei den Beispielen 1-12 und V1-V20 beschrieben. Entsprechend der vorgenannten allgemeinen Vorschrift wurden flammgeschützte Polyesterformmassen und flammgeschützte Polyesterformkörper hergestellt.

10

Deren Zusammensetzung betrug 51,3 Gew.-% Polybutylenterephthalat (Ultradur[®] 4500), 30 Gew.-% Glasfasern (Vectrotex[®] EC 10 P 952), 18 Gew.-% erfindungsgemäß eingesetzte Flammenschutzmittel der Komponenten C, D und E entsprechend den nachfolgenden Angaben, 0,5 Gew.-% Aluminiumsalz der

15 Phosphorigen Säure, und 0,2 Gew.-% Wachs (Licowax[®] E).

Die thermische Beständigkeit der untersuchten Polyesterzusammensetzungen wurde mit Hilfe der Thermogravimetrie (TGA) ermittelt. Die angegebene Temperatur ist die, bei der 2 Gew.-% Gewichtsverlust vorliegen.

20

Das Verarbeitungsfenster der untersuchten Polyesterzusammensetzungen wurde ebenfalls mit der TGA bestimmt. Gemessen wird dabei der Gewichtsverlust in Gew.-% bei 330 °C nach 1 h. Die TGA wird unter Luft-Atmosphäre durchgeführt.

- 25 Da die untere Grenze des Verarbeitungsfensters nicht beeinflusst wird, wird als Maß für das Verarbeitungsfenster die Zersetzung der flammgeschützten Polyesterformmasse an der oberen Grenze bestimmt. Dazu dient der Gewichtsverlust bei einer definierten Temperatur.

- 30 Beispiel 13

Als Flammschutzmittel wurde das oben beschriebene FM 2 eingesetzt, welches aus Komponenten C), D) und E) in der Form von Al-Salzen bestand. Es wurde

eine thermische Beständigkeit von 325°C ermittelt und ein Verarbeitungsfenster von 8 %.

Beispiel 14

- 5 Als Flammenschutzmittel wurde ein modifiziertes FM 2 eingesetzt, in dem ein Teil der Al-Kationen durch Fe-Kationen ersetzt worden war. Der Gesamtgehalt an Eisen betrug 20 ppm. Es wurde eine thermische Beständigkeit von 335 °C ermittelt und ein Verarbeitungsfenster von 5 %.

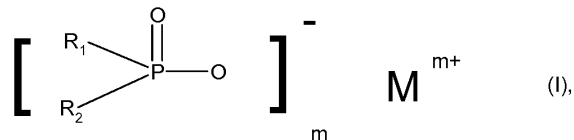
10 Beispiel 15

Als Flammenschutzmittel wurde ein modifiziertes FM 2 eingesetzt, in dem ein Teil der Al-Kationen durch Fe-Kationen ersetzt worden war. Der Gesamtgehalt an Eisen betrug 1000 ppm. Es wurde eine thermische Beständigkeit von 375 °C ermittelt und ein Verarbeitungsfenster von 4,5 %.

15

Patentansprüche

1. Flammhemmende Polyesterzusammensetzungen enthaltend
- thermoplastischen Polyester als Komponente A,
 - 5 - Füllstoffe und/oder Verstärkungsstoffe als Komponente B,
 - Phosphinsäuresalz der Formel (I) als Komponente C



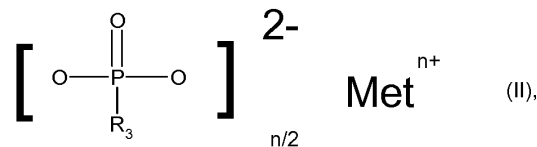
worin R₁ und R₂ Ethyl bedeuten,

M Al, Fe, TiO_p oder Zn ist,

10 m 2 bis 3 bedeutet, und

p = (4 – m) / 2 ist

- Verbindung ausgewählt aus der Gruppe der Al-, Fe-, TiO_p- oder Zn-Salze der Ethylbutylphosphinsäure, der Dibutylphosphinsäure, der Ethylhexylphosphinsäure, der Butylhexylphosphinsäure und/oder der
- 15 Dihexylphosphinsäure als Komponente D
- Phosphonsäuresalz der Formel II als Komponente E



worin R₃ Ethyl bedeutet,

20 Met Al, Fe, TiO_q oder Zn ist,

n 2 bis 3 bedeutet, und

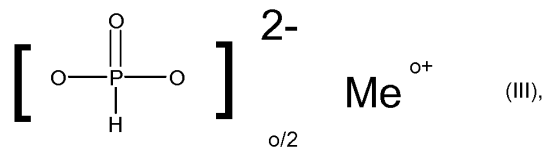
q = (4 – n) / 2 ist

- anorganisches Phosphonat als Komponente F, und
- Wachs ausgewählt aus der Gruppe der Polyolefinwachse, Amidwachse,
- 25 natürlichen Wachse, langkettigen aliphatischen Carbonsäuren und/oder deren Estern oder Salzen als Komponente G.

2. Flammhemmende Polyesterzusammensetzungen nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass M und Met Al bedeuten, m und n 3 sind und dass Komponenten D und F Aluminiumsalze sind.
- 5 3. Flammhemmende Polyesterzusammensetzungen nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 2, dadurch gekennzeichnet, dass
- der Anteil von Komponente A 25 bis 95 Gew.-%,
 - der Anteil von Komponente B 1 bis 45 Gew.-%,
 - der Anteil von Komponente C 1 bis 35 Gew.-%,
 - 10 - der Anteil von Komponente D 0,01 bis 3 Gew.-%,
 - der Anteil von Komponente E 0,001 bis 1 Gew.-%,
 - der Anteil von Komponente F 0,005 bis 6 Gew.-%, und
 - der Anteil von Komponente G 0,05 bis 5 Gew.-% beträgt,
- wobei die Prozentangaben sich auf die Gesamtmenge der
- 15 Polyesterzusammensetzung beziehen.
4. Flammhemmende Polyesterzusammensetzungen nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, dass
- der Anteil von Komponente A 25 bis 75 Gew.-%,
 - 20 - der Anteil von Komponente B 20 bis 40 Gew.-%,
 - der Anteil von Komponente C 5 bis 20 Gew.-%,
 - der Anteil von Komponente D 0,05 bis 1,5 Gew.-%,
 - der Anteil von Komponente E 0,01 bis 0,6 Gew.-%,
 - der Anteil von Komponente F 0,05 bis 2 Gew.-%, und
 - 25 - der Anteil von Komponente G 0,1 bis 2 Gew.-%, beträgt.
5. Flammhemmende Polyesterzusammensetzungen nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass die Polyesterzusammensetzungen Eisen in einer Menge im Bereich von 0,0001 bis
- 30 0,2 Gew. %, vorzugsweise von 0,0002 bis 0,05 Gew. %, enthalten.

6. Flammhemmende Polyesterzusammensetzungen nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, dass mindestens eine der Flammenschutzmittelkomponenten C), D), E) oder F) Eisen enthält.
- 5 7. Flammhemmende Polyesterzusammensetzungen nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass diese als Komponente H ein Melaminpolyphosphat mit einem mittleren Kondensationsgrad von 2 bis 200, vorzugsweise ein Melaminpolyphosphat, dessen durchschnittlicher Kondensationsgrad 20 bis 200 beträgt, enthalten.
- 10 8. Flammhemmende Polyesterzusammensetzungen nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass diese als Komponente I Melamincyanurat enthalten.
- 15 9. Flammhemmende Polyesterzusammensetzungen nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, dass sie einen Comparative Tracking Index aufweist gemessen nach der International Electrotechnical Commission Standard IEC-60112/3 von größer gleich 500 Volt aufweist.
- 20 10. Flammhemmende Polyesterzusammensetzungen nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, dass sie eine Bewertung von V0 nach UL-94 von 3.2 mm bis 0,4 mm Dicke erreicht.
- 25 11. Flammhemmende Polyesterzusammensetzungen nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, dass sie einen Glow Wire Flammability Index nach IEC-60695-2-12 von mindestens 960°C bei 0,75 - 3 mm Dicke aufweist.
- 30 12. Flammhemmende Polyesterzusammensetzungen nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 11, dadurch gekennzeichnet, dass sie eine Glow Wire Ignition Temperature nach IEC-60695-2-13 von mindestens 750 °C bei 0,75 - 3 mm Dicke aufweist.

13. Flammhemmende Polyesterzusammensetzungen nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 12, dadurch gekennzeichnet, dass es sich bei Komponente A um ein oder mehrere Polyalkylenterephthalate handelt.
- 5 14. Flammhemmende Polyesterzusammensetzungen nach Anspruch 13, dadurch gekennzeichnet, dass es sich bei Komponente A um ein Polyethylenterephthalat handelt.
- 10 15. Flammhemmende Polyesterzusammensetzungen nach Anspruch 13, dadurch gekennzeichnet, dass es sich bei Komponente A um ein Polybutylenterephthalat handelt.
- 15 16. Flammhemmende Polyesterzusammensetzungen nach Anspruch 15, dadurch gekennzeichnet, dass die spezifische Viskosität des Polybutylenterephthalats sich im Bereich zwischen 65 und 150 cm³/g, vorzugsweise zwischen 100 und 129 cm³/g, bewegt.
- 20 17. Flammhemmende Polyesterzusammensetzungen nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 16, dadurch gekennzeichnet, dass als Komponente B Glasfasern eingesetzt werden.
- 25 18. Flammhemmende Polyesterzusammensetzungen nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 17, dadurch gekennzeichnet, dass Komponenten C, D, E, F, H und I in Teilchenform vorliegen, wobei die mittlere Teilchengröße d₅₀ dieser Komponenten 1 bis 100 µm beträgt.
- 30 19. Flammhemmende Polyesterzusammensetzungen nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 18, dadurch gekennzeichnet, dass die Polyesterzusammensetzungen ein anorganisches Phosphonat der Formel (III) als Komponente F enthalten



worin Me Fe, TiOr, Zn oder insbesondere Al ist,

2 bis 3 bedeutet, und

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

5

20. Flammhemmende Polyesterzusammensetzungen nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 19, dadurch gekennzeichnet, dass Komponente G ein Ester oder ein Salz von langkettigen aliphatischen Carbonsäuren mit einer Kettenlänge von C₁₄ bis C₄₀ ist.

10

21. Flammhemmende Polyesterzusammensetzungen nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 19, dadurch gekennzeichnet, dass Komponente G ein Polyamidwachs ist, das durch Umsetzung von Ammoniak oder Alkyldiamin mit gesättigten und/oder ungesättigten Fettsäuren mit 14 bis 40 Kohlenstoffatomen hergestellt worden ist.

15

22. Flammhemmende Polyesterzusammensetzungen nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 21, dadurch gekennzeichnet, dass diese weitere Additive als Komponente J enthält, wobei die weiteren Additive ausgewählt sind aus der Gruppe bestehend aus Antioxidantien, UV-Stabilisatoren, Gammastrahlenstabilisatoren, Hydrolysestabilisatoren, Co-Stabilisatoren für Antioxidantien, Antistatika, Emulgatoren, Nukleierungsmitteln, Weichmachern, Verarbeitungshilfsmitteln, Schlagzähmodifikatoren, Farbstoffen, Pigmenten und/oder weiteren Flammenschutzmitteln, die sich von Komponenten C, D, E, F, H und I unterscheiden.

25

23. Verwendung der Polyesterzusammensetzungen nach einem der Ansprüche 1 bis 22 zur Herstellung von Fasern, Folien und Formkörpern, insbesondere für Anwendungen im Elektro- und Elektronikbereich.

30