



(19)
Bundesrepublik Deutschland
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 601 11 720 T2 2006.05.04**

(12)

Übersetzung der europäischen Patentschrift

(97) EP 1 252 168 B1

(21) Deutsches Aktenzeichen: **601 11 720.4**

(86) PCT-Aktenzeichen: **PCT/NL01/00024**

(96) Europäisches Aktenzeichen: **01 906 393.2**

(87) PCT-Veröffentlichungs-Nr.: **WO 01/057051**

(86) PCT-Anmeldetag: **15.01.2001**

(87) Veröffentlichungstag
der PCT-Anmeldung: **09.08.2001**

(97) Erstveröffentlichung durch das EPA: **30.10.2002**

(97) Veröffentlichungstag
der Patenterteilung beim EPA: **29.06.2005**

(47) Veröffentlichungstag im Patentblatt: **04.05.2006**

(51) Int Cl.⁸: **C07F 9/30 (2006.01)**

C07F 9/40 (2006.01)

C07F 9/09 (2006.01)

C07D 251/70 (2006.01)

C08K 5/5313 (2006.01)

C08K 5/5317 (2006.01)

C08K 5/3492 (2006.01)

C07D 251/46 (2006.01)

C07D 251/52 (2006.01)

(30) Unionspriorität:

1014232 31.01.2000 NL

(84) Benannte Vertragsstaaten:

**AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT,
LI, LU, MC, NL, PT, SE, TR**

(73) Patentinhaber:

Ciba Speciality Chemicals Holding Inc., Basel, CH

(72) Erfinder:

HEINEN, Wouter, NL-6219 BV Maastricht, NL

(74) Vertreter:

Zumstein & Klingseisen, 80331 München

(54) Bezeichnung: **SALZ EINES MELAMIN-KONDENSATIONSPRODUKTES UND EINER PHOPHORENTHALTENDEN SÄURE**

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingeleitet, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99 (1) Europäisches Patentübereinkommen).

Die Übersetzung ist gemäß Artikel II § 3 Abs. 1 IntPatÜG 1991 vom Patentinhaber eingereicht worden. Sie wurde vom Deutschen Patent- und Markenamt inhaltlich nicht geprüft.

Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft das Salz eines Melamin-Kondensationsprodukts und einer Phosphor enthaltenden Säure, ein Verfahren zur Herstellung dieses Salzes und die Verwendung davon als ein Flammverzögerungsmittel in Flammverzögerungs-Polymerzusammensetzungen.

[0002] Die Verwendung der Kombination eines Melamin-Kondensationsprodukts und einer Phosphor verbindung in flammverzögernden-Polymerzusammensetzungen ist aus WO 99/02606 bekannt. Die Literaturstelle beschreibt eine flammverzögernde Polyesterzusammensetzung, worin eine Stickstoff enthaltende Verbindung und eine Phosphor enthaltende Verbindung die flammverzögernde Kombination bilden. Der Nachteil der Polymerzusammensetzung gemäß WO 99/02606 ist, dass die Phosphor enthaltende Verbindung und die Stickstoff enthaltende Verbindung getrennt hergestellt werden müssen. Als Stickstoff enthaltende Verbindung wird unter anderem Melam eingesetzt. Jedoch ist die Herstellung von fast reinem Melam ein Mehrschritt-Verfahren, das schwierig auszuführen ist und wirtschaftlich wenig attraktiv ist. In einem ersten Schritt werden Melamin und ein Katalysator angewendet, um ein Salz von Melam und dem relevanten Katalysator zu bilden. Aus diesem Salz wird fast reines Melam in einer Vielzahl von anschließenden Schritten erhalten. Bekannte, in der Literatur erwähnte Katalysatoren, die für diesen Zweck verwendet werden, sind Zinkchlorid und Sulfonsäuren, wie Paratoluolsulfonsäure.

[0003] In EP-A-363 321 wird ein Melaminphosphonat oder Dimelaminphosphonat beschrieben und als ein Flammverzögerungsmittel in Polymerzusammensetzungen angewendet. Der Nachteil von diesen Salzen ist, dass sie Melamin enthalten, welches während des Verarbeitens in Polymerzusammensetzungen sublimieren kann. Das Verfahren zum Herstellen dieser Salze, das in EP-A-363 321 ausgewiesen ist, ist auf Kondensationsprodukte von Melamin, wie Melam, auf Grund ihrer schlechten Löslichkeit in Wasser nicht anwendbar.

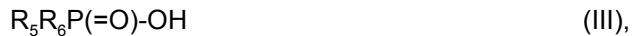
[0004] FR-A-2 620 715 offenbart ein Melamin-Kondensationsprodukt und eine Phosphor enthaltende Säure. Die generische Offenbarung von Alkylphosphonaten und Aminen und die breiten Definitionen von Substituenten lässt eine fast unbegrenzte Anzahl von verschiedenen Kombinationen vermuten.

[0005] Die Aufgabe der Erfindung ist es, ein Flammverzögerungsmittel auf der Grundlage eines Melamin-Kondensationsprodukts und einer Phosphor enthaltenden Verbindung zu erhalten, die auf eine wirtschaftliche Weise in einem einzigen Verfahrensschritt hergestellt werden können. Insbesondere ist es eine Aufgabe der Erfindung, ein Flammverzögerungsmittel auf der Grundlage von Melam und einer Phosphor enthaltenden Verbindung zu erhalten, das auf wirtschaftliche Weise in einem einzelnen Verfahrensschritt hergestellt werden kann.

[0006] Es wurde gefunden, dass diese Aufgabe durch Herstellen eines Phosphor enthaltenden Salzes eines Melamin-Kondensationsproduktes und einer Phosphor enthaltenden Säure, unter Verwendung von einer einbasigen Phosphor enthaltenden Säure als der Phosphor enthaltenden Säure erreicht werden kann. Als das Melamin-Kondensationsprodukt wird vorzugsweise Melam verwendet.

[0007] Einbasige Phosphor enthaltende Säuren, die in dem erfindungsgemäßen Verfahren anwendbar sind, sind Verbindungen, die mindestens eine Phosphorsäure-, Phosphonsäure- oder Phosphinsäuregruppe enthalten, die nur ein Säureäquivalent besitzen.

[0008] Beispiele für Phosphorsäure-, Phosphonsäure- oder Phosphinsäuregruppen, die nur ein Säureäquivalent besitzen, sind Phosphatestergruppen, die durch die allgemeine Formel (I) wiedergegeben werden können, Alkylphosphonsäureester, die durch die allgemeine Formel (II) wiedergegeben werden können und Phosphinsäuren, die durch die allgemeine Formel (III) wiedergegeben werden können:



worin R_1 bis zu und einschließlich R_6 substituierte oder nicht-substituierte Alkyl-, Aryl-, Cycloalkyl-, Aralkyl- oder Alkarylsubstituenten wiedergeben.

[0009] Vorzugsweise werden in dem Verfahren Verbindungen angewendet, die Gruppen gemäß Formel (II) und/oder Formel (III) enthalten. Beispiele für geeignete Phosphinsäuren gemäß Formel (III) sind Ethylmethylphosphinsäure, Diethylphosphinsäure, ein substituiertes oder nicht-substituiertes 1-Hydroxydihydrophospholoxid, ein substituiertes oder nicht-substituiertes 1-Hydroxyphospholoxid und Diphosphinsäuren. Diphosphinsäuren sind Verbindungen mit zwei Phosphinsäuregruppen. Beispiele für geeignete Phosphonsäureester gemäß Formel (II) sind die Methyl-, Ethyl- und Propylester von Methylphosphonsäure.

[0010] Das Phosphor enthaltende Salz der einbasigen Phosphor enthaltenden Säure und die Stickstoff enthaltende Verbindung umfassen mindestens 50–95 Mol% eines Melamin-Kondensationsprodukts, insbesondere Melam.

[0011] Es wurde gefunden, dass die Herstellung von Phosphor enthaltendem Salz eines Melamin-Kondensationsprodukts, insbesondere Melam, durch einfaches Erhitzen einer Triazinverbindung und der einbasigen Phosphor enthaltenden Säure zusammen auf eine Temperatur zwischen 250 und 400°C, vorzugsweise zwischen 280°C und 350°C, ausgeführt werden kann. Geeignete Triazinverbindungen sind Melamin, Ammelin und Ammelid oder Gemische von diesen. Vorzugsweise wird Melamin verwendet. Verunreinigungen, wie Harnstoff, Dicyandiamid, Guanidin und Ureidomelamin, können ohne Beanstandung vorliegen.

[0012] Die Menge an verwendeter einbasiger Phosphor enthaltender Säure beläuft sich auf 0,05–0,5 Mol pro Mol Triazinverbindung. Vorzugsweise werden 0,1–0,5 Mol angewendet. Die einbasige Phosphor enthaltende Säure kann auch in Form von ihrem Ammonium- oder Melaminsalz verwendet werden. Wenn ihr Melaminsalz verwendet wird, sollte man die mögliche Teilnahme des Melamins an einer Kondensationsreaktion, beispielsweise zu Melam, erlauben. Die Menge an für den Reaktor abgemessener Triazinverbindung kann folglich vermindert werden.

[0013] Die Reaktion wird durch Erhitzen eines Gemisches, umfassend eine Triazinverbindung und eine einbasige Phosphor enthaltende Säure, oder das Melamin oder Ammoniumsalz davon, auf rund 250–350°C ausgeführt. Vorzugsweise wird die Reaktion zwischen 280 und 320°C ausgeführt. Vorzugsweise wird die Reaktion in einem fast horizontal gerührten Reaktor ausgeführt. Während der Reaktion wird Ammoniak gebildet, das durch Spülen des Reaktors mit einem Inertgas, wie beispielsweise Stickstoff, entfernt werden kann. Neben Melam, ob oder nicht in Form eines Phosphor enthaltenden Salzes, können auch kleine Mengen anderer Triazin-Kondensationsprodukte, wie beispielsweise Melem, Melon und Methon, ob in Form eines Phosphor enthaltenden Salzes oder nicht, während der Reaktion gebildet werden. Es ist auch möglich, dass ein kleiner Teil der einbasigen Phosphor enthaltenden Säure zu einer Anhydridverbindung umgewandelt wird.

[0014] Falls erwünscht, kann das Phosphor enthaltende Salz des Melamin-Kondensationsprodukts, insbesondere Melam, weiter behandelt werden. Diese Weiterbehandlung ist vorzugsweise Waschen mit Wasser, sodass sich ein Teil des Melamins und/oder anderer in Wasser löslicher Komponenten lösen und aus dem Phosphor enthaltenden Salz von dem Melamin-Kondensationsprodukt entfernt werden.

[0015] Eine weitere Ausführungsform der Erfindung betrifft das Salz eines Melamin-Kondensationsprodukts und eine Phosphor enthaltende Säure, die dadurch gekennzeichnet ist, dass eine Phosphinsäure die Phosphor enthaltende Säure ist.

[0016] Es wurde auch gefunden, dass dieses Salz eines Melamin-Kondensationsprodukts und einer Phosphor enthaltenden Säure Flammverzögerung von Polymerzusammensetzungen hervorbringt.

[0017] Die Polymerzusammensetzung umfasst dann, neben dem Phosphor enthaltenden Salz des Melamin-Kondensationsprodukts, insbesondere Melam, mindestens ein Polymer. Zusätzlich kann sie verstärkende Mittel und/oder Füllstoffe und/oder Verbindungen mit einem synergistischen Effekt für das Salz eines Melamin-Kondensationsprodukts und einer Phosphor enthaltenden Säure umfassen und kann Verbindungen und/oder flammverzögernde Komponenten, die von den erfindungsgemäß verschiedenen sind, enthalten. Auch die üblichen Zusätze können weiterhin vorliegen, wie beispielsweise Wärme- und UV-Stabilisatoren, Trennmittel, das Fließen fördernde Mittel, Weichmacher, Gleitmittel, Dispergiermittel, Farbstoffe und/oder Pigmente, in Mengen, die im Allgemeinen für diese Zusätze anwendbar sind, insofern die Eigenschaften nicht nachteilig beeinflusst werden.

[0018] Polymerzusammensetzungen, die mit dem Phosphor enthaltenden Salz von Melam flammverzögernd gestaltet werden können, enthalten Polymere, die wärmebeständige Flammverzögerungsmittel erfordern, wie beispielsweise Polyamide, Polyimide, Polyester, Polyurethane und Gemische und Blends von diesen Materialien.

[0019] Beispiele für Polyamide sind Polyamide und Co-Polyamide, die von Diamin- und Dicarbonsäuren und/oder von Aminocarbonsäuren oder den entsprechenden Lactamen abgeleitet sind, wie Polyamid 4, Polyamid 6, Polyamid 6/6, 4/6, teilweise aromatische (Co)Polyamide, beispielsweise Polyamide auf der Grundlage eines aromatischen Diamins und Adipinsäure; Polyamide, hergestellt aus einem Alkylendiamin und einer Iso- und/oder Terephthalsäure und Copolyamiden davon, usw..

[0020] Beispiele für Polyester sind Polyester, die von Dicarbonsäuren und Dialkoholen und/oder von Hydroxycarbonsäuren oder den entsprechenden Lactonen abgeleitet sind, wie Polyethylenterephthalat, Polybutylenterephthalat, Poly-1,4-dimethylolcyclohexanterephthalat, Polycaprolacton und Copolyester davon, usw..

[0021] Vorzugsweise wird das Salz eines Melamin-Kondensationsprodukts und einer Phosphor enthaltenden Säure in Polymerzusammensetzungen mit Polyethylenterephthalat und/oder Polybutylenterephthalat angewendet, wobei Polybutylenterephthalat besonders bevorzugt ist, oder mit Polyamiden, wie Nylon-6, Nylon-6,6 oder Nylon-4,6.

[0022] Wenn Verstärkungsmittel und/oder Füllstoffe

in der Polymerzusammensetzung verwendet werden, kann der Gehalt von diesen zwischen breiten Grenzen variieren, und dieser Gehalt wird zum Teil durch den Anteil von mechanischen Eigenschaften bestimmt, die man zu erreichen wünscht. Im Allgemeinen wird der Gehalt der Verstärkungsmittel die Menge von nicht mehr als 50 Gewichtsprozent der Gesamtpolymerzusammensetzung sein. Vorzugsweise wird eine verstärkte Polymerzusammensetzung 5–50 Gewichtsprozent Verstärkungsmittel, bevorzugter 15–45 Gewichtsprozent, enthalten. Beispiele von Verstärkungsmitteln sind Glimmer, Ton, Talkum, Glasfasern, Aramidfasern und Kohlenstofffasern. Verschiedene Verstärkungsmittel können kombiniert werden. Jedoch sind Glasfasern bevorzugt.

[0023] Die flammverzögernde Eigenschaft der Polymerzusammensetzung kann durch das Vorliegen einer Verbindung, die synergistische Effekte für das Phosphor enthaltende Salz von Melam aufweist, verstärkt werden. Infolgedessen kann der Gehalt des Phosphor enthaltenden Salzes von Melam gemäß der Erfindung im Allgemeinen niedriger gewählt werden. Ein Beispiel einer Verbindung mit einem synergistischen Effekt ist eine Kohlenstoff bildende Verbindung, gegebenenfalls in Kombination mit einem Katalysator, der die Bildung von Kohlenstoff fördert. Als Kohlenstoff bildende Verbindungen sind im Prinzip alle bekannten Substanzen geeignet, die die flammverzögernden Eigenschaften der flammverzögern den Polymerzusammensetzungen mit Hilfe der Bildung von durch das Feuer verursachtem Kohlenstoff verstärken können. Beispiele von diesen sind Phenolharze, Epoxidharze, Melaminharze, Alkydharze, Silikonharze, Urethanharze, Polyphenylenether, Polyvinylalkohol, Poly(ethylen-co-vinyl) und Verbindungen mit mindestens zwei Hydroxylgruppen. Beispiele für Verbindungen mit mindestens zwei Hydroxylgruppen sind Alkohole mit mindestens zwei Hydroxylgruppen, beispielsweise Pentaerythrit, Dipentaerythrit, Tripentaerythrit und Gemische von diesen. Die Konzentration der Kohlenstoff bildenden Verbindung mit einem synergistischen Effekt für das Phosphor enthaltende Salz von Melam macht im Allgemeinen zwischen 0 und 30 Gewichtsprozent der Gesamtpolymerzusammensetzung aus.

[0024] Als ein die Bildung von Kohlenstoff födernder Katalysator können beispielsweise unter anderem Metallsalze von Wolframsäure, Komplexsäureoxid von Wolfram mit einem Metalloid, Salze von Zinnoxid, Ammoniumsulfamat und/oder das Dimer davon eingesetzt werden. Metallsalze von Wolframsäure sind vorzugsweise Alkalimetallsalze von Wolframsäure und insbesondere Natriumwolframat. Ein Komplexsäureoxid von Wolfram mit einem Metalloid wird als Komplexsäureoxide aufgefasst, die aus einem Metalloid, wie Silizium oder Phosphor und Wolfram, gebildet werden, wie Silicowolframsäure oder Phosphowolframsäure. Die Menge an die Bildung von

Kohlenstoff förderndem Katalysator, die in der Polymerzusammensetzung verwendet wird, beläuft sich auf Mengen von 0,1–5 Gewichtsprozent, vorzugsweise 0,1–2,5 Gewichtsprozent.

[0025] Die flammverzögernden Eigenschaften des Salzes eines Melamin-Kondensationsprodukts und einer Phosphor enthaltenden Säure gemäß der Erfindung können weiter verstärkt werden, wenn die Polymerzusammensetzung eine oder mehrere weitere flammverzögernde Komponenten umfasst. Als flammverzögernde Komponente sind im Prinzip alle bekannten Flammverzögerungsmittel geeignet. Beispiele für diese sind Antimonoxide, beispielsweise Antimontrioxid, in Kombination mit Halogenverbindungen; Erdalkalimetalloxide, beispielsweise Zinkoxid, Magnesiumoxid; andere Metalloxide, beispielsweise Aluminiumoxid, Siliziumdioxid, Eisenoxid und Manganoxid; Metallhydroxide, beispielsweise Magnesiumhydroxid und Aluminiumhydroxid; Nanoverbundstoffe; Ton, wie beispielsweise Montmorillonitton und Kaolinton; behandelter Ton, wie Ton, behandelt mit primären Ammoniumverbindungen oder mit quaternären Ammoniumverbindungen oder mit Melamin oder mit Phosphor enthaltenden Verbindungen; Silizium enthaltende Verbindungen, wie beispielsweise Silikate, Organosiliziumverbindungen, aromatische Organosiliziumverbindungen und Silane; Metallborate, beispielsweise hydratisiertes oder nicht-hydratisiertes Zinkborat; Schwefel enthaltende Verbindungen, wie beispielsweise Zinksulfid, Ammoniumsulfat, Ammoniumsulfamat und Melaminsulfat; Phosphor enthaltende Verbindungen, wie beispielsweise Phosphate, Phosphonate, Phosphinate, Phosphine, Phosphinoxide und Phosphite. Beispiele für Phosphate sind aromatische Orthophosphatester, wie beispielsweise Tris(p-cresyl)phosphat und Tris(p-tert-butylphenyl)phosphat, Fyrolflex RDP® (AKZO-Nobel) cyclische Phosphatester, Tetraphenylbisphenol-A-diphosphat, sowie Gemische der vorstehend erwähnten Phosphate. Beispiele für Phosphonate sind Phosphonatester und gemischte Phosphonatester. Weitere Beispiele für Phosphonate sind 1,3,2-Dioxaphosphorinan-5,5-dimethyl-2-phenoxy-2-oxid, polymere Pentaerythritylphosphonate, wie beispielsweise Poly-[3-(9)-alkylen-2,4,8,10-tetraoxa-3,9-diphosphaspiro[5.5]-undecan-3,9-dioxid], cyclische Phosphonatester, bicyclische Phosphonatester, wie beispielsweise Pentaerythritylphosphonate, die linearen oder cyclischen Ester von Trimethylolpropan und Methylphosphonsäure, wie beispielsweise Antiblaze® 1045 LV (Albright & Wilson), cyclisches Neopentylen-pentaerythritalkoholphosphat. Beispiele für Phosphinate sind Phosphinatsalze, wie beispielsweise alicyclische Phosphinatsalze und Phosphinatester. Weitere Beispiele für Phosphinate sind Diphosphinsäuren, Dimethylphosphinsäure, Ethylmethylphosphinsäure, Diethylphosphinsäure, und die Salze von diesen Säuren, wie beispielsweise die Aluminiumsalze und die Zinksalze. Beispiele für Phosphinoxide sind Iso-

butylbis(hydroxyalkyl)phosphinoxid und 1,4-Diisobutylen-2,3,5,6-tetrahydroxy-1,4-diphosphinoxid oder 1,4-Diisobutylen-1,4-diphosphoryl-2,3,5,6-tetrahydroxycyclohexan. Weitere Beispiele für Phosphor enthaltende Verbindungen sind NH1197® (Great Lakes), NH1511® (Great Lakes), NcendX P-30® (Albemarle), Hostaflam OP550® (Clariant), Hostaflam OP910® (Clariant) und Cyagard RF 1204®, Cyagard RF 1241® und Cyagard RF 1243® (Cyagard sind Produkte von Cytec Industries). Vorzugsweise werden Phosphate, Phosphinate und/oder Phosphonate als die Phosphor enthaltende Verbindung verwendet. Der Gehalt von Phosphor enthaltender Verbindung kann zwischen 0 Gewichtsprozent und 25 Gewichtsprozent der Gesamtheit des flammverzögernden Gemisches variieren.

[0026] Andere bekannte Verbindungen, die in flammverzögernden Zusammensetzungen vorliegen, wie das Antitropfmittel Polytetrafluorethylen, können auch vorliegen.

[0027] Der Gehalt an anderen flammverzögernden Komponenten, die in der Polymerzusammensetzung verwendet werden, kann zwischen breiten Grenzen variieren, jedoch im Allgemeinen ist es nicht mehr als der Gehalt an Phosphor enthaltendem Salz von Melam.

[0028] Die erfindungsgemäße Polymerzusammensetzung kann unter Verwendung der herkömmlichen Techniken, die an sich bekannt sind, beispielsweise durch Trockenvermischen von allen oder einer Anzahl von Komponenten in einem Trommelmischer, hergestellt werden, gefolgt von Schmelzen in einem Schmelzmischer, beispielsweise einem Brabendermischer oder einem Ein- oder Doppelschneckenextruder oder einem Kneter. Vorzugsweise wird ein Doppelschneckenextruder verwendet.

[0029] Die verschiedenen Komponenten der Polymerzusammensetzung können zusammen in den Hals des Extruders dosiert werden. Sie können auch zu dem Extruder an verschiedenen Orten dosiert werden. Eine Vielzahl der Komponenten, die vorliegen kann, wie beispielsweise Farbstoffe, Stabilisatoren, die flammverzögernde Zusammensetzung, Verbindungen mit einem synergistischen Effekt für die Triazinflammverzögerung und/oder andere flammverzögernde Komponenten, können zu dem Polymer beispielsweise in Form eines Masterbatches gegeben werden.

[0030] Die erfindungsgemäße flammverzögernde Polymerzusammensetzung kann mit den dem Fachmann bekannten Techniken verarbeitet werden, beispielsweise Spritzformen, unter Bildung von halb fertigen Produkten oder Endprodukten.

[0031] Die Erfindung wird weiterhin auf der Grundla-

ge der nachstehenden Beispiele erläutert:

Beispiel 1

[0032] In einen 4-Liter-Reaktor wird ein Gemisch von 400 g Melamin und 170 g Ethylmethylphosphinsäure ($\text{CH}_3\text{-}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{P}(\text{O})\text{OH})$) eingeführt. Der Reaktor wird innerhalb zwei Stunden auf 290°C erhitzt. Das gebildete Ammoniak wird mit Hilfe eines Stickstoffgasstroms entfernt. Das Reaktionsgemisch wird für eine weitere Stunde erhitzt, wonach das Produkt abgekühlt wird. Gemäß HPLC-Analyse enthält das Produkt 67 Gewichtsprozent Melam und 1 Gewichtsprozent Melamin. Gemäß Elementaranalyse ist der Phosphorgehalt des Produkts 9 Gewichtsprozent, was einem Ethylmethylphosphinsäuregehalt von 0,5.10² Mol% entspricht.

Beispiel 2

[0033] Ein 4-Liter-Reaktor wird mit einem Gemisch von 400 g Melamin und 175 g Methylmethylphosphonsäure ($\text{CH}_3\text{-}(\text{CH}_3\text{O})\text{P}(\text{O})\text{OH}$) beschickt. Der Reaktor wird innerhalb zwei Stunden auf 290°C erhitzt. Das gebildete Ammoniak wird mit Hilfe eines Stickstoffgasstroms entfernt. Das Reaktionsgemisch wird für eine weitere Stunde erhitzt, wonach das Produkt abgekühlt wird. Gemäß HPLC-Analyse enthält das Produkt 66 Gewichtsprozent Melam und 2 Gewichtsprozent Melamin. Gemäß der Elementaranalyse ist der Phosphorgehalt des Produkts 9 Gewichtsprozent, was einem Methylmethylphosphonsäuregehalt von 0,5.10² Mol% entspricht.

Beispiel 3

[0034] Ein gleichsinnig drehender Doppelschneckenextruder (Werner & Pfleiderer, Typ ZSK 30/33) wurde beschickt mit: 45 Teilen Polybutylenterephthalat, 30 Teilen Glasfaser, 25 Teilen Produkt von Beispiel 1. Die Zylindertemperatur wurde auf 250°C und die Schneckengeschwindigkeit auf 200 Umdrehungen pro Minute eingestellt. Aus den Verbindungen erhaltenen Teststäbe mit 1,6 mm Dicke wurden hergestellt. Eine Reihe von Testriegeln wurde hergestellt, die dem UL94-Brandtest unterzogen wurden. Die Feuerverhaltensklassifizierung war VO. Der E-Modul der Testriegel war 10,0 mPa und die Dehnung beim Bruch war in jedem Fall 2,0% (ISO 527/1).

Beispiel 4

[0035] Ein gleichsinnig drehender Doppelschneckenextruder (Werner & Pfleiderer, Typ ZSK 30/33) wurde beschickt mit: 45 Teilen Polybutylenterephthalat, 30 Teilen Glasfaser, 8 Teilen Antiblaze® 1045 (Albright & Wilson) und 17 Teilen des Produkts von Beispiel 1. Die Zylindertemperatur wurde auf 250°C und die Schneckengeschwindigkeit auf 200 Umdrehungen pro Minute eingestellt. Aus den Verbindungen er-

haltene Testriegel mit 1,6 mm Dicke wurden hergestellt. Eine Reihe von Testriegeln wurde hergestellt, die dem UL94-Brandtest unterzogen wurden. Die Feuerverhaltensklassifizierung ist VO. Der E-Modul der Testriegel war 10,3 mPa und die Dehnung beim Bruch war in jedem Fall 2,1% (ISO 527/1).

phinsäure als einbasige, Posphor enthaltende Säure verwendet wird.

Es folgt kein Blatt Zeichnungen

Beispiel 5

[0036] Ein gleichsinnig drehender Doppelschneckenextruder (Werner & Pfleiderer, Typ ZSK 30/33) wurde beschickt mit: 45 Teilen Polybutylenterephthalat, 30 Teilen Glasfaser, 8 Teilen Aluminiummethylmethylenphosphinat, 17 Teilen des Produkts von Beispiel 1. Die Zylindertemperatur wurde auf 250°C und die Schneckengeschwindigkeit auf 200 Umdrehungen pro Minute eingestellt. Aus den Verbindungen erhaltene Testriegel mit 1,6 mm Dicke wurden hergestellt. Eine Reihe von Testriegeln wurde hergestellt, die dem UL94-Brandtest unterzogen wurden. Die Feuerverhaltensklassifizierung ist VO. Der E-Modul der Testriegel war 10,3 mPa und die Dehnung beim Bruch war in jedem Fall 2,1% (ISO 527/1).

Patentansprüche

1. Salz eines Melamin-Kondensationsprodukts und einer Phosphor enthaltenden Säure, **dadurch gekennzeichnet**, dass eine Phosphinsäure die Phosphor enthaltende Säure ist.
2. Salz nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass Melam das Melamin-Kondensationsprodukt ist.
3. Polymerzusammensetzung, umfassend ein Salz eines Melamin-Kondensationsprodukts und einer Phosphinsäure.
4. Verfahren zur Herstellung eines Phosphor enthaltenden Salzes von einem Melamin-Kondensationsprodukt, dadurch gekennzeichnet, dass ein Triazin und eine einbasige, Phosphor enthaltende Säure zusammen auf eine Temperatur zwischen 250°C und 400°C erhitzt werden.
5. Verfahren nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, dass die Temperatur zwischen 280°C und 350°C liegt.
6. Verfahren nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, dass Melamin, Ammeling und/oder Ammelid als Triazinverbindungen verwendet werden.
7. Verfahren nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, dass Melamin als Triazinverbindung verwendet wird.
8. Verfahren nach Ansprüchen 4–7, dadurch gekennzeichnet, dass Phosphonsäureester oder Phos-