

# **Neue intrinsisch flammfeste, halogenfreie ungesättigte Polyesterharze**

Von der Fakultät für Mathematik, Naturwissenschaften und Informatik  
der Brandenburgischen Technischen Universität Cottbus - Senftenberg

zur Erlangung des akademischen Grades

Doktor der Naturwissenschaften

(Dr. rer. nat.)

genehmigte Dissertation

vorgelegt von

**Sebastian Steffen, M. Sc.**

geboren am 07.11.1983 in Georgsmarienhütte

Gutachter: Prof. Dr. Monika Bauer

Gutachter: Prof. Dr. Brigitte Voit

Gutachter: apl. Prof. Dr. Siegfried Vieth

Tag der mündlichen Prüfung: 31.03.2015

# Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung.....	1
2	Theoretische Grundlagen.....	5
2.1	Chemie der ungesättigten Polyester.....	5
2.2	Industriell bedeutsame Synthesebausteine.....	7
2.2.1	Dicarbonsäuren und Säureanhydride.....	8
2.2.2	Standarddiol.....	9
2.2.3	Spezialdiol .....	10
2.2.4	Formulierung von ungesättigten Polyestern.....	11
2.2.5	Herstellung und Synthese von ungesättigten Polyesterharzen .....	12
2.2.6	Vernetzung von ungesättigten Polyesterharzen.....	18
2.3	Flammschutz für ungesättigte Polyesterharze .....	19
2.3.1	Halogenhaltige Flammschutzmittel.....	20
2.3.2	Halogenfreie Flammschutzmittel .....	22
3	Ansätze zur Entwicklung hochflammfester ungesättigter Polyesterharze.....	26
3.1	Technischer Ausgangspunkt.....	26
3.2	Betrachtete Flammschutzansätze.....	28
3.2.1	Erster Flammschutzansatz: Flammschutz durch phosphorhaltige Kettenbausteine .....	29
3.2.2	Zweiter Flammschutzansatz: Flammschutz durch ungesättigte Polyester-Polysilazan-Hybridharze.....	34
4	Ergebnisse und Diskussion.....	38
4.1	Auswertung des ersten Flammschutzansatzes: Flammschutz durch phosphorhaltige Kettenbausteine .....	39
4.1.1	Konzept: Vinylphosphonsäure-haltige ungesättigte Polyesterharze .....	39
4.1.2	Konzept: DOPO-Itaconsäure-Addukt-Ester-haltige ungesättigte Polyesterharze .....	62
4.1.3	Konzept: Isobutylbis-(3-hydroxypropyl) phosphinoxid-haltige ungesättigte Polyesterharze .....	74
4.1.4	Konzept: Ungesättigte Polyesterharze auf Basis einer Kombinationen von DOPO-Itaconsäure-Addukt-Estern und Isobutylbis-(3-hydroxypropyl) phosphinoxid.....	77

4.2	Auswertung des zweiten Flammschutzansatzes: Flammschutz durch ungesättigte Polyester-Polysilazan-Hybridharze.....	97
5	Zusammenfassung und abschließende Bewertung der Konzepte.....	112
6	Experimenteller Teil .....	117
6.1	Allgemeine Arbeitsvorschriften.....	117
6.1.1	Kondensation von ungesättigten Polyestern im Labormaßstab.....	117
6.1.2	Herstellung von Reinharz- und gefüllten Probekörpern.....	121
6.1.3	Herstellung von Handlaminaten .....	123
6.1.4	Herstellung von RTM-Prüfplatten.....	124
6.2	Beschreibung der Charakterisierungsmethoden .....	125
6.2.1	Cone-Kalorimeter .....	125
6.2.2	Kegel-Platte-Viskosimeter .....	127
6.2.3	Säurezahlbestimmung.....	129
6.2.4	Gelpermeationschromatographie.....	131
6.2.5	Dynamisch-Mechanische Analyse (DMA) .....	132
6.2.6	<sup>31</sup> P-Kernresonanzspektroskopie (NMR-Spektroskopie).....	134
7	Literaturverzeichnis .....	136
8	Abbildungsverzeichnis .....	140
9	Tabellenverzeichnis .....	145
10	Formelverzeichnis.....	152
11	Anhang.....	153
11.1	Syntheseparameter der ungesättigten Polyester.....	153
11.2	Darstellung der <sup>31</sup> P-NMR-Referenzspektren .....	192