

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl⁷

C08K 5/07

C08L 57/08



[12] 发 明 专 利 说 明 书

[21] ZL 专利号 96110473.2

[45] 授权公告日 2003 年 10 月 1 日

[11] 授权公告号 CN 1122683C

[22] 申请日 1996.6.13 [21] 申请号 96110473.2
[30] 优先权
[32] 1995. 6.14 [33] FR [31] 9507089
[71] 专利权人 罗纳·布朗克化学公司
地址 法国库伯瓦
[72] 发明人 F·亨里尔 M·盖伊 G·穆
审查员 郭 俭

[74] 专利代理机构 中国国际贸易促进委员会专利
商标事务所
代理人 孙 爱

权利要求书 3 页 说明书 17 页

[54] 发明名称 稳定聚氯乙烯用 β -二酮乙酰丙酮
化合物基组合物

[57] 摘要

本发明涉及用于含氯聚合物如 PVC 的组合物，包括稳定剂组分。根据本发明，该稳定剂组分包括：a) 由酯与酮在强碱剂存在下缩合反应中获得的未纯化粗产物，该粗产物含 10 至 95%，优选 20 至 80% 重量之间的 β -二酮，和 b) 一种金属乙酰丙酮化物的配合物，组分 a/b 之比在 50/50 至 1/99 之间。本发明也涉及从这些组合物中达到的规定的目的。

I S S N 1 0 0 8 - 4 2 7 4

1. 一种以 β - 二酮和乙酰丙酮化物为基的用于稳定聚氯乙烯的组合物,其特征在于它包含:

a) 由一种酯与一种酮在一种强碱剂存在下的缩合反应中获得的未纯化的粗产物,该粗产物含有 10 至 95% 重量之间的 β - 二酮和

b) 一种金属乙酰丙酮化物的配合物,

组分 a/b 之重量比在 50/50 至 1/99 之间.

2. 根据权利要求 1 的组合物,其特征在于,未纯化的粗产物 a) 是固体残渣,来源于上述未纯化的粗产物的再结晶过程中.

3. 根据权利要求 2 的组合物,其特征在于,源于再结晶过程中的固体残渣含有 20 至 40 重量%之间的 β - 二酮类.

4. 根据前述权利要求的任一项的组合物,其特征在于,缩合反应如下:



其中:

ACat 选自一种阳离子酰胺或阳离子氢化物;

R_1 和 R_3 是相同的或不同的且每个表示一个烃基;

R_2 是氢或烃基;

R_1 和 R_2 可以相联结从而形成一个环;

R_4 表示一种烃基;

5. 根据权利要求 4 的组合物, 其特征在于, R_1 和 R_3 是相同的或不同且表示:

含至多 24 个碳原子的直链或支链的芳烷基或链烯基;

含 7 至 10 个碳原子的芳烷基;

含少于 14 个碳原子的芳基或环脂基;

和 R_4 表示含 1 至 4 个碳原子的烷基

6. 根据权利要求 1 组合物, 其特征在于, 上述酯是硬脂酸甲酯, 酮是苯乙酮而强碱剂是氨基钠。

7. 根据权利要求 1 组合物, 其特征在于, 组分 a) 是固态的。

8. 根据权利要求 7 组合物, 其特征在于, 组分 a) 是粉状的, 其粒径小于 $500\ \mu\text{m}$ 。

9. 根据权利要求 8 组合物, 其特征在于, 组分 a) 是通过至少一种下列的技术, 从在 20°C 是固体并且是未纯化的粗产物获取的:

在溶剂中的沉淀法,

低温磨碎法,

反向或同向的冷流喷雾干燥法。

10. 根据权利要求 1 组合物, 其特征在于, 组分 b) 是一种钙或锌的配合物。

11. 根据权利要求 1 组合物, 其特征在于, 组分 a/b 之重量比在 20/80 至 1/99 之间。

12. 根据权利要求 1 组合物, 其特征在于, 它还包括 0.5 至 10 份重量的金红石二氧化钛。

13. 根据权利要求 12 组合物, 其特征在于, 金红石二氧化钛的粒径在 0.1 至 0.5 μm 之间。

14. 根据权利要求 1 组合物, 其特征在于, 它还另外包括一种其它的促稳定添加剂, 该添加剂选自碳酸铝、碳酸镁、硫酸铝、硫酸镁或它们混合物; 碱金属硅铝酸盐和硬脂酸钙、硬脂酸钡或它们的混合物。

稳定聚氯乙烯用 β -二酮乙酰丙酮化合物 基组合物

本发明涉及包括稳定组分的用于含氯聚合物的组合物,并涉及从上述组合物达到的规定目的(Standard objects)。

现今 β -二酮类构成了含氯聚合物类,例如 PVC 的最好的有机稳定剂的一部分。这就是为什么从商业观点看这些化合物已经变得越发重要起来。

因此,这些 β -二酮类的制造成本是特别限制它们发展的一个重要因素。事实上,从经济上来说完全不可能在含氯聚合物工业中,特别是 PVC 工业中使用太贵的稳定剂。

此外,为稳定这类聚合物,亦知使用二羧基化合物的金属配合物。它们主要是能够有酮-烯醇互变现象的,诸如 β -酮酯类或 β -二酮类化合物的钙或锌螯合物。

在这些化合物中可以指出的是乙酰乙酸酯或乙酰丙酮。

这些螯合物一般构成了更复杂的组合物的一部分,该组合物还包括其它成分,诸如钙或锌盐类,可任选地与另外的 HCl-受体相缔合,以及过碱性化合物(酚盐,磺酸盐)、水滑石类、亚磷酸盐、原酸酯类、多元醇类等等。

最近,专利申请 DE-A-4134325(Henkel)描述的稳定剂组合物特别包括一种 β -二酮的钙配合物,例如乙酰丙酮化钙,一种铟盐, β -二酮,一种无机共稳定剂和一种多元醇。

本发明的目的是提供一种组合物,其在热稳定和紫外稳定作用方面表现出改进的性能,并且获取容易、价格不贵。

为此目的,本发明的主题是用于含氯聚合物,例如特别是 PVC 的一种组合物,其特征在于,它包括作为稳定的组分;

a)一种酯与一种酮在一种强碱剂存在的条件下缩合反应生成的未纯化的粗产物,这种粗产物含有 10 至 95%,优选 20 至 80%重量之间的 β -二酮,和

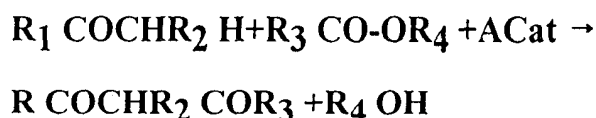
b)一种金属乙酰丙酮化物配合物,组分 a/b 之比在 50/50 至 1/99 之间。

本发明也涉及从这种组合物达到的一般目的。

经过长时间的高花费的研究,本申请公司已经出人意料之外地发现一种用于含氯聚合物(PVC)的稳定剂组合物,它包括一种酯与一种酮在强碱剂存在下缩合反应生成的未纯化的粗产物(a),与乙酰丙酮化物相缔合,在相同重量下,与含有再结晶的纯化的 β -二酮的相同的稳定成分相比,在其它各项条件相同的条件下,至少具有相同的稳定作用。

上述粗产物包括 10%至 95%,优选 20 至 80%重量之间的 β -二酮,并能够以固态使用。

酯与酮的缩合反应能够写成:



其中:

-ACat 从一种阳离子酰胺或一种阳离子氢化物中选出;

-每种 R_1 和 R_3 —它们可以相同或不同—表示一种烃基,以含 1 至 30 个碳原子为好,优选含 1 至 18 个碳原子;

- R_2 是氢或烃基—通常为烷基—,最好是不超过 4 个碳原子的基;

- R_1 和 R_2 可以相连接从而使 β -二酮形成一个环;

- R_4 表示一个烃基。

就 R_1 、 R_2 和 R_3 而言可以使用宽范围的基团。

因此, R_1 和 R_2 —它们是相同的或不同的—可以指的是:

-含至多 24 个碳原子的直链或支链芳烷基或链烯基;

-含 7 至 10 个碳原子的芳烷基;

-含少于 14 个碳原子的芳基或环脂基,对于环脂基可以任选地含有碳-碳双键。

这些基团可以是取代的或未被取代的,例如,被卤原子取代,对于芳基或环脂基的情况,则被甲基或乙基取代。

上面所列出的各基团也可以在一个或几个下式基团的脂族链存在下改性:



R_1 和 R_3 也可以一起表示单个的含 2 至 5 个碳原子的二价基团并且也可以含氧或氮杂原子;

R_2 可以是:

-一个氢原子(优选的情形);

-一个烷基,被取代的或未取代的含有 1 至 4 个碳原子并且可以被-O-、-CO-O、和-CO-基中断。

R_4 表示含 1 至 4 个碳原子的烷基,优选为甲基。

阳离子 Cat 一般为一碱金属,优选钠。

上述缩合反应对本领域的技术人员来说是熟知的,并且被具体地描述过,特别是在下述的出版物中:

-R.Hauser 等人,"生成二酮类的酮类的酰化作用",OrganicReactions-Vol.VII,Chapter 3,P.59-196,John Wiley,Publ.NewYork(1954)

-Wiedman 等人,C.r238(1954),p699

-Morgan 等人,Bar.58 (1925),p.333,

-Livingstone 等人,Am.Soc.46(1924),P881-888,

-Robert Levine 等人,"Am,Soc.67(1945),p.1510-1517,

它们在本发明中作为参考被引用。

根据本发明的一个优选实施方案,起始反应剂的选择是基于这些产物的可获得性以及得到的反应产物的活性;因此,使用酯作为优选的起始反应剂:

-对于酯的情况,为硬脂酸甲酯,特别是工业级的,此时它可以含有其它脂肪酸的酯类,特别是包括棕榈酸甲酯,

-对于丙酮的情况,为苯乙酮,以及

-对于强碱剂的情况,为氨基钠。

加入的每摩尔酯或酮推荐使用 2 摩尔酰胺,并推荐相对于酯使

用稍微过量摩尔(在 5 和 30%之间)的酮。

由于氨基钠的存在,优选使反应在惰气氛中进行,优选在氮吹扫中进行。

反应进行的温度优选在 30 至 60 °C 之间。在室温下(20 °C)动力学太慢。此外,如果温度太高,例如 60 °C 和再高时,在这样一种温度下,一方面一般说会促使酮的自动缩合作用,特别是促使苯乙酮的自动缩合作用,另一方面生成酰胺类。

能够使用的溶剂是醚型的情性溶剂,特别是异丙基的醚、脂族烃类(例如环己烷),要么是芳族烃类(甲苯)。

虽然使反应在高于大气压下进行从技术上看是可行的,但为了经济的缘故,优选在大气压下,要不然在减压下进行反应,从而把温度降至如上所示并使它们在 35 和 55 °C 的范围内。低于 10^4 Pa 的压力很少使用。

在反应最后,混合物被酸化。为此,把反应溶液加到一种酸的水溶液中,优选的酸为乙酸、盐酸和硫酸。含水层的 pH 值调整至某一值,优选该值在 1 和 3 之间。

具体地说,可使用下列 3 种方法加入反应物:

a) 首先把苯乙酮加入到酰胺/溶剂混合物中形成苯乙酮的烯醇阴离子,然后加入酯,

b) 把溶剂、酰胺和全部的酯加入,然后再缓慢地加入苯乙酮,

c) 把苯乙酮和酯同时加入酰胺/溶剂混合物中。

推荐使用方法 b),然后用摩尔过量(1.2 至 2 倍摩尔)的用水稀释至 5-20%的硫酸把反应混合物酸化,从而使 pH 大约为 1.5。

在用水至少冲洗一次之后,用任何合适的方法—例如蒸发法—

除去溶剂,即获得在室温为固态的一种粗产物,它一般含 β -二酮在40%和90%重量之间。

根据本发明的另一种形式,这种粗产物一旦磨碎或处理成粉之后,可以作为含氯聚合物用的稳定剂组合物中的一种添加剂直接使用。

这种粉剂的粒径一般小于500 μm ,优选小于200 μm 。

本领域技术人员所知的任何获取粉料的技术都可以使用只要达到所要求的粒径,特别是:

- a)在溶剂中的沉淀法,
- b)低温磨碎法,
- c)反向或同向的冷流喷雾干燥法。

根据技术 a),固态的粗反应产物溶解在一种合适的溶剂中,例如乙醇或甲醇,在室温下,在 10^3 Pa的减压条件下蒸发该溶剂,然后注入氮气。

根据技术 b),液态氮和粗反应产物被供入一磨粉机中,该粗产物是从几毫米至几厘米的片状物,通过粗磨或通过"成片"反应溶液技术获得。"成片"是让要从这种反应溶液中去掉的溶剂在一冷转鼓上连续通过。在该鼓的表面固化的产物被刮刀恰当地刨成"片状"。可以使用另一种液态气体,例如液态 CO_2 代替液氮。

根据技术 c),以熔融态的粗反应产物喷射通过反向的或同向的一种气流中,该气体对于该产物是惰性的,例如除去氧的空气。该产物成为微珠粒状,其粒径能容易地小于100 μm ,并可以降至10 μm 的范围。

根据一种熟知的技术,可以把该粗产物从合适的溶剂——一般为

乙醇—中再结晶。再结晶的产物,用简单的过滤法从母液中分离之后,是呈粉状并且主要由 β -二酮类组成。对于某些应用,必须使用纯化的 β -二酮类。在接枝聚合物的稳定剂组合物中使用纯度超过95%重量的 β -二酮类不是本发明的组成部分。

根据本发明的另一方面,已经发现,当使用合适的方法(例如用蒸发法或上述的成片技术)除去结晶的溶剂之后,母液产生一种固态再结晶渣,一般它含有至少10%、最多的情况含有20至40%之间的 β -二酮类,并且这种再结晶渣—它可以转变成粉状—与乙酰丙酮化物相结合时,表现出对聚合物稳定作用,该稳定作用与相同重量的基于再结晶的纯化的 β -二酮稳定剂组合物所具有的稳定作用相同。

这些由再结晶获得的固体重残渣可以按粗反应产物相同的方式使用,并可以用相同的方法处理成粉。

根据本发明,组分(a),即未提纯的 β -二酮或者由再结晶获得的重残渣,如上所述,作为与乙酰丙酮化物(b)的混合物被使用。

乙酰丙酮化物最好是钙或锌配合物的形式

具体地说,它可以是由1摩尔的氢氧化钙 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 和2摩尔的乙酰丙酮构成的配合物。

根据本发明的稳定剂组合物最好包括的乙酰丙酮化物(b)多于未纯化的 β -二酮(a)。组分a/b之比在50/50至1/99之间,优选在20/80至1/99之间。

在大多数情形中,含氯聚合物,特别是PVC满意的稳定作用要求结合使用几种有互补作用,有时候是协合作用的稳定剂。

因此,按照本发明的组合物为了其光学性能优选含有白颜料。

根据本发明的一个优选改型,加入 TiO_2 能够令人惊异地和根本上改善白度/抗光性的协调性,特别是改善众所周知的变粉红现象。根据本发明,推荐使用金红石 TiO_2 ,其粒径一般在 0.1 和 0.5 μm 之间。每 100 份无添加剂的 PVC 预计加入 0.5 至 10 份重量的金红石 TiO_2 为宜,优选 3 至 8 份。

除了粗反应产物和/或重结晶渣以及乙酰丙酮化物之外,根据本发明的稳定剂组合物还包括有效量的特别从下列物质中选出的至少一种添加剂:

a)硫酸和/或碳酸铝和/或镁,特别是水滑石型的。这类产品在例如专利文献 US-A-4299759、US-A-4427816、EP-A-453379 和 EP-A-509864 中有描述;

b)一种合成的晶体硅铝酸碱金属盐,含水量在 13 和 25%重量之间,组成为 $0.7\text{-}1.1 \text{ M}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 1.3\text{-}2.4\text{SiO}_2$,其中,M 表示一种碱金属,特别是钠(DE-A-4134325 和 US-A-4540233),具体地说,如 NaA 型沸石类,在例 US-A-4590233 中描述过;

c)根据专利文献 FR-A-2356674 和 FR-A-2356695 讲述的一种醇或有机多元醇和/或一种异氰酸盐(DE-A-4134325);

d)一种从钙、钡、镁和镉(EP-A-391311)中选出的金属盐;

e)一种有机锌化合物(EP-A-391811);

f)一种有机亚磷酸酯,特别是亚磷酸的三烷基酯或烷基苯基酯(EP-A-391811)或如 DE-A-4134325 定义的铝-钙-羟基-亚磷酸盐配合物或如 US-A-5084499 中所描述的亚磷酸钙;

g)环氧化物类,它们一般是配位化合物,通常为环氧化的聚甘油酯类、环氧化的亚麻子油和环氧化的鱼油;

h)常用的助剂,例如酚抗氧剂类和抗紫外线剂类,诸如二苯酮、苯并三唑类或空间位阻胺类(通常称为Hals)。

根据本发明一特别优选的改型,粗产物(a)按照在稳定剂组合物中出现的最细的其它稳定添加剂的颗粒磨成同样大小的颗粒。这种添加剂可以是诸如碳酸和/或硫酸铝和/或镁,例如水滑石型的,而其粒径可以小于100 μm ,一般在1和50 μm 之间,要不然可以是硬脂酸钙和/或钡,此时其粒径小于100 μm ,一般在10和100 μm 之间。

一般来说,任何类型的PVC都合用,不论其制备的方法如何:本体、悬浮、乳液或任何其它类型的聚合反应,也不论其特性粘度如何。

氯乙烯均聚物也可以通过,例如氯化作用进行化学改性。许多氯乙烯共聚物也可以被稳定处理以抵抗热的作用,也就是说发黄和降解。具体地说,这些是氯乙烯与其它含可聚合的乙烯键的单体共聚所获得共聚物,例如乙酸乙烯酯或1,1-二氯乙烯,马来酸或富马酸或它们的酯类,烯烃类例如乙烯、丙烯和己烯,丙烯酸或甲基丙烯酸酯类,苯乙烯和乙烯醚类,例如乙烯基十二烷基醚。

这些共聚物通常含至少50%重量的氯乙烯单元,优选为至少80%重量的氯乙烯单元。

根据本发明的组合物也可以含有以含氯聚合物为基含少量其它聚合物的混合物,象卤化的聚烯烃类或丙烯腈-丁二烯-苯乙烯共聚物。

单独使用的PVC或与其它聚合物混合使用的PVC是根据本发明,最广泛使用的含氯聚合物。

本发明的组合物更特别适合于硬质配方的制备,也就是说不用增塑剂,或半硬质 PVC 的制备,也就是说增塑剂含量低,例如建筑应用、各种型材的制造和瓶子的制造。

在大多数情况下,这些配方含有冲击-改进剂,例如丙烯酸月桂酯/甲基丙烯酸甲酯或丙烯酸丁酯/甲基丙烯酸甲酯共聚物。

它们也可以是有增塑剂的配方,例如农业用膜的制造。

所用的增塑剂是已知的化合物,例如邻苯二甲酸烷基酯类。最通用的是邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯(一般称为邻苯二甲酸二辛酯)。

当组合物含有增塑剂时,后者的含量相对含氯聚合物的重量一般为 5%至 120%重量。

把各种稳定剂或助剂加入到聚合物中的任何常用的方法都可以使用。例如,聚合物的组分的均化可以在辊磨机或混合机上进行,温度为组分变成流态的温度,对于 PVC 的情况通常在 150 °C 和 200 °C 之间,进行的时间要足够,为几分钟至几十分钟之间。

各种稳定剂或助剂加入的比例相对含氯聚合物一般是较低。

因此,本发明的组合物的二种或多种组分的化合物在它们加入到含氯聚合物中之前制成预混合物是有利的。

含氯聚合物,更具体地说是 PVC 的组合物可以按照常用的所有的技术进行加工,例如,挤出、注射、挤出吹塑、压延或旋转模塑。

下面的实施例具体说明本发明。

除另外明确地指出之外,在下文和前文中,份数和百分比都按重量计。

实施例 1:粗反应产物 P₁ 的制备

把 260ml 的甲苯加入到 2000cm³ 的反应器内,反应器装设有冷凝器,充分地搅拌,并且能与或者是真空或者是氮气源连接,然后在氮气保护下加入 78g 的 NaNH₂。

然后把混合物的温度升至 40 ℃,并在反应全过程和结束都保持这一温度。

整个装置的压力置于 7×10^4 Pa。

把 310g 的工业级硬脂酸甲酯(含棕榈酸甲酯 10%)加入。

在 3 小时期间加入 120g 的苯乙酮。

当苯乙酮加入完成后,把反应混合物搅拌 45 分钟(温度为 40 ℃,在 7×10^4 Pa 压力下)。

然后把甲苯溶液加温加入到 10%稀释的硫酸溶液中使分离后的含水层的 pH 为 1.5。

冲洗两遍之后,下一步用水蒸馏法在大气压下蒸发甲苯溶液。然后使残渣通过连续冷却的转鼓,产生"刨片"状的粗产物 P₁,这是在 20 ℃呈固态的一种制品,测试含 78%的 β-二酮类(气相色谱分析,产率 82%)。

实施例 2:P₁ 粉的制备

用一螺旋输送机把实施例 1 的产物 P₁ 以 1 份/小时和把液氮以 0.3 份/小时送入装设了 1mm 栏格的锤式破碎机中。经粉碎的产物用气流输送装置送至带过滤器的分离装置中,得到粒径 50 μm 的一种白色粉末。

当用液态 CO₂ 代替液氮时获得类似的粉末。

实施例 3:热稳定性

以下列的 PVC 组合物(硬料配方)为出发点:

- 用悬浮聚合法制备的 PVC 粉,
商品名为 SHOP(Atochem): 100 份
- 硬脂酸钙,Atochem 出售的
稳定剂,商品名 Stavinor PSME: 0.3 份
- 硬脂酸锌,Atochem 出售的
稳定剂,商品名 ZN70.: 1 份
- 苯基亚磷酸二癸酯,
Ciba-Geigy 出售的稳定剂,
商品牌号 Irgastab CH300: 0.5 份
- 聚乙烯醇,由 RP Chimie
出售的稳定剂,商品
牌号 Rhodiastab PVAL: 0.2 份
- 水滑石(碳酸氢铝镁)
Mitsui 出售的稳定剂,
商品牌号 Alcamizer 4 0.6 份
- 磨细的碳酸钙,由 Omya
出售的填料,商品
牌号为 Omyalite 95T 5 份
- 金红石二氧化钛颜料,
粒径在 0.1 和 0.5 μ m 之间 6 份
- 冲击改性剂(丙烯酸
聚合物),Rohm 和 Hass
出售,商品牌号

Paraloid KM 355:	6.5 份
-润滑剂, Henkel 出售, 商品牌号:	
-Loxiol G60(一种芳族 二酸和一种脂肪族醇 的酯)	0.4 份
-Loxiol G22(石蜡):	0.2 份
-一种加工助剂, 由 Rohm 和 Hass 出售, 商品名	
Paraloid:	1 份

用该组合物通过分别加入下列组分制成三种试样:

S_1 /0.30 份实施例 2 的产物 P_1

S_2 /0.30 份的产物 P_2 (P_2 = 乙酰丙酮化钙)

S_3 /0.1 份的 P_1 产物和 0.2 份的产物 P_2 (根据本发明的配方)

每种试样在 Papenmeier 型高速混合机中以 1800 转/分均化至最高 115 °C。

从这些粉剂出发, 用 Brabender ^R 塑性变形记录仪进行动态热稳定性的评价。这个装置包括:

-一个电动机装置, 与一个连续或非连续速度控制器配合(0-200 转/分);

-一个恒温浴槽, 带有使用硅油的电子比例温度控制器;

-一个混合器, 带有夹套, 允许用循环的硅油加热, 以及用卡口锁紧装置固定的两个转子;

-一个停表。

每次测试,借助料斗和 5kg 的推力柱塞把按比例 53g 试剂在 150 ℃ 下加入到这种混合器中。然后为了获得九粒,每隔 5 分钟取样一次,直到 PVC 混合物变黑或烧焦。

借助于 Minolta CR 200[®] 比色计对每个颗粒的颜色做变黄指数, (L、a、b)体系的参数 b 测量。

这样,获得了每种配方试样 S₁、S₂ 或 S₃ 的热降解对时间的函数。

所得的结果一起列在下面的表 1 中:

表 1

时间	S ₁	S ₂	S ₃
5 分钟	3.3	2.9	2.9
10 分钟	4.6	4.1	3.9
15 分钟	5.1	5.2	5.1
20 分钟	5.8	15.8	12.9

检查表 1 可看出试样 S₁ 比试样 S₂ 热稳定性好。

S₃ 的组成使它既有配方试样 S₂ 的起始的好颜色(在 5 分钟)也有配方试样 S₁ 好的色稳定性。

实施例 4:颜色和光泽

与在实施例 3 中一样地制备三个试样 S_1 、 S_2 和 S_3 。

从这些粉剂出发,换用挤出机以便获得片形试样。

这种单螺杆挤出机的规格为:

-制造厂商:Andouart,

-锥形螺杆:压缩比=2.8

长/径比=20

直径 $D=40\text{mm}$

挤出条件为:

-螺杆转速=23 r.p.m.

-温度分布:

区	1	2	3	模具
	175 °C	180 °C	185 °C	190 °C

根据上文中实施例 3 描述的 CIE(L、a、b)比色体系测量比色特性,而光泽以入射角 60° 测定。

所得的结果一起列于下面的表 2 中:

表 2

	S_1	S_2	S_3
L	94.1	94.9	94.8
a	1.53	0.76	0.70
b	8.78	4.50	4.60
光泽	45	45	57

从这个表 2 可以推断,就颜色而言 S_2 和 S_3 相近,而比 S_1 好。

另一方面,就光泽而言, S_3 比 S_1 和 S_2 好得多。

实施例 5:变粉红试验

步骤与实施例 4 相同。

挤出的片形试样按下列的条件做变粉红测试:

试样在 UVCON 条件下进行 200 小时 UV 辐照循环:

-Atlas UVCON 装置

-照射光谱:

UVA 的最大值在 $\lambda = 340\text{nm}$ 及滤光器

$< 290\text{nm}$

-黑体温度= 55°C

然后把它们放置在一个 70°C 的通风炉中 24 小时,不要 UV 照射。

这样获得了每种配方变粉红的敏感性对时间的函数。这种敏感性用增量 Δa 测量, a 是上述 CIE(L、 a 、 b)体系的参数。

所获得的结果一起列在下面的表 3 中:

	S_1	S_2	S_3
Δa	3.00	0.70	0.90

从这个表 3 中可以看出,与 S_1 相比,配方试样 S_2 和 S_3 对变粉红现象有较低的敏感性。

鉴于上述例证的种种标准数值可以看出,根据本发明的 S₃ 组成提供了在热稳定性、颜色和变粉红色(耐光性)之间最好的折衷方案。