

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.

C08K 5/3435 (2006.01)

C08K 5/13 (2006.01)



# [12] 发明专利说明书

专利号 ZL 03804689. X

[45] 授权公告日 2007 年 4 月 18 日

[11] 授权公告号 CN 1311018C

[22] 申请日 2003.2.21 [21] 申请号 03804689. X

[30] 优先权

[32] 2002. 2. 27 [33] EP [31] 02075778. 7

[86] 国际申请 PCT/NL2003/000141 2003. 2. 21

[87] 国际公布 WO2003/072648 英 2003. 9. 4

[85] 进入国家阶段日期 2004. 8. 26

[73] 专利权人 沙比克聚丙烯公司

地址 荷兰锡塔德

[72] 发明人 P·吉斯曼 J·萨姆佩斯

W·邦奇 J·M·瓦亚斯森

[56] 参考文献

US5190710A 1993. 3. 2

US4975489A 1990. 12. 4

US5158992A 1992. 10. 27

US5124456A 1992. 6. 23

审查员 秦 艳

[74] 专利代理机构 北京东方亿思知识产权代理有限公司

代理人 肖善强

权利要求书 1 页 说明书 10 页

[54] 发明名称

稳定化聚丙烯树脂组合物

[57] 摘要

本发明涉及一种对光致氧化稳定的聚丙烯树脂组合物。这种组合物含有受阻胺类光稳定剂(HALS)，其分子量等于或低于 1250；酚类抗氧剂(PAO)，其分子量等于或低于 750；以及颜料。HALS 与 PAO 的比低于 5。

1. 聚丙烯树脂组合物，含有受阻胺型光稳定剂 HALS、酚型抗氧剂 PAO 和颜料，其中：

- a) HALS 和 PAO 都是低分子量组分，HALS 的分子量等于或低于 1250，PAO 的分子量等于或低于 750；
- b) HALS 和 PAO 每个的含量都在 0.025-1.0 重量 % 之间；
- c) HALS 与 PAO 的重量比低于 5；
- d) 由这种组合物制备的板，按照 DIN 5033 在“CIE LAB, D65, 10°, 45/0”的条件下确定的 L-值低于 80。

2. 按照权利要求 1 的聚丙烯树脂组合物，其中 HALS 与 PAO 的重量比等于或低于 3。

3. 按照权利要求 2 的聚丙烯树脂组合物，其中 HALS 与 PAO 的重量比等于或低于 1。

4. 按照权利要求 1-3 的任何一项的聚丙烯树脂组合物，其中 PAO 是不含硫的。

5. 按照权利要求 1-3 的任何一项的聚丙烯树脂组合物，其中聚丙烯树脂是丙烯/ $\alpha$ -烯烃的共聚物。

6. 按照权利要求 5 的聚丙烯树脂组合物，其中共聚物中的 $\alpha$ -烯烃选自于乙烯，丁烯和辛烯。

7. 按照权利要求 6 的聚丙烯树脂组合物，其中 $\alpha$ -烯烃是乙烯。

8. 按照权利要求 1-3 的任何一项的聚丙烯树脂组合物，其中聚丙烯树脂含有其量等于或低于 90 重量 % 的聚丙烯均聚物。

9. 至少部分由按照权利要求 1-8 的任何一项的聚丙烯树脂组合物制备的制品。

10. 按照权利要求 9 的制品，其中制品的壁厚至少为 250 $\mu\text{m}$ 。

## 稳定化聚丙烯树脂组合物

本发明涉及一种对光致氧化稳定化聚丙烯树脂组合物。

N. S. Allen 等人在一篇文献：“抗氧剂与受阻哌啶化合物在聚丙烯膜的热和光化学氧化中的相互作用” (Plastics and rubber processing and applications, vol 5(3), 259-65, 1985) 中描述了这种树脂组合物。通常，使用了受阻抗氧剂。

所用的受阻哌啶化合物也称为受阻胺型光稳定剂 (HALS)；它们是众所周知的 UV 稳定剂。受阻抗氧剂是酚型抗氧剂 (PAO)；它们是熟知的长期热和加工稳定剂。在下文中将使用上述缩语。

在这样的组合物中，取决于 PAO 类型以及 HALS 的类型，这种组合是导致协同效应还是对抗效应，这一点在上面提到的文献中也有描述；但是，对所说的效应似乎没有科学的解释。

在聚丙烯树脂含有颜料从而形成有色组合物的情况中，关于 PAO 与 HALS 化合物组合可能的协同效应的不确定性尤为重要。

在此处和下文中，有色（或着色）聚丙烯树脂组合物，是指使用了颜料的聚丙烯组合物，使得由此组合物制备的板的 L 值小于 80（根据 DIN 5033 (CIE LAB, D65, 10°, 45/0) 来测定）。这样的组合物与上述参考文献中描述的组合物不同，后者是用于透明膜的制备。

本发明的目的是提供一种对热和光化学氧化稳定的着色聚丙烯树脂组合物。

这个目的是通过含有受阻胺型光稳定剂 (HALS)、酚型抗氧剂 (PAO) 和颜料的聚丙烯树脂组合物来实现的，其中：

- a) HALS 和 PAO 都是低分子量组分，HALS 的分子量等于或低于 1250，PAO 的分子量等于或低于 750；
- b) HALS 和 PAO 每个的含量都在 0.025 到 1.0 重量%之间；
- c) HALS 和 PAO 的重量比低于 5；
- d) 根据 DIN 5033 (CIE LAB, D65, 10°, 45/0) 测定的由组合物制备的板的 L-值低于 80。

很显然，而且根据本发明说明书中所给出的实施例和对比试验也将证实，本发明的组合物具有显著的光稳定性。这一点在将组合物用

于制备壁厚至少为 250 $\mu$ m 的成型制品的情形中尤为明显。

用于本发明中的 HALS 和 PAO 化合物是现有技术中本身已知的。它们都具有低的分子量,这一点与近几年的趋势相反,近几年 HALS 和 PAO 化合物的开发是基于不断更大的分子量,以便增加用这样的聚合物组合物制备的制品的使用寿命。

用于本发明聚丙烯树脂组合物的受阻胺型光稳定剂,分子量最大为 1250,并且是基于哌啶或哌嗪酮的。这类化合物的非限定性实例如下(附工业品例子):

2,2,6,6-四甲基-4-哌啶酮;

2,2,6,6-四甲基-4-哌啶醇(piperidinol);

双-(1,2,2,6,6,-五甲基哌啶基)-(3',5'-二叔丁基-4'-羟基苄基)-丁基丙二酸酯;

双-(2,2,6,6,-四甲基-4-哌啶基)-癸二酸酯(Tinuvin®770);

双-(2,2,6,6,-四甲基-4-哌啶基)-丁二酸酯(Tinuvin®780);

双-(1-辛氧基-2,2,6,6,-四甲基-4-哌啶基)-癸二酸酯(Tinuvin®123);

双-(1,2,2,6,6,-五甲基-4-哌啶基)-癸二酸酯(Tinuvin®765);

四-(2,2,6,6,-四甲基-4-哌啶基)-1,2,3,4-丁四羧酸酯;

N,N'-双-(2,2,6,6,-四甲基-4-哌啶基)-1,6-己二胺;

N-丁基-2,2,6,6,-四甲基-4-哌啶胺;

5-(2,2,6,6,-四甲基-4-哌啶基)-2-环十一烷基-噁唑(Hostavin®N20);

1,1'-(1,2-乙二基)-双-(3,3',5,5'-四甲基-哌嗪酮)(Goodrite®UV3034);

8-乙酰基-3-十二烷基-7,7,9,9-四甲基-1,3,8-三氮杂螺[4,5]癸-2,4-二酮(Tinuvin®440);

1,2,3,4-丁-四羧酸-1,2,3-三(1,2,2,6,6-五甲基-4-哌啶基)-4-十三烷基酯(Mark®LA62);

N-2,2,6,6-四甲基-4-哌啶基-N-氨基-乙二酰二胺(Luchem®HAR100);

4-丙烯酰氧基-1,2,2,6,6-五甲基-4-哌啶;

由 2,2,6,6-四甲基-4-哌啶醇和脂肪酸形成的酯的混合物

(Cyasorb®UV3853);

丙二酸, [(4-甲氧基苯基)亚甲基]-双(1,2,2,6,6-五甲基-4-哌啶基)酯(Sanduvor®PR31);

N,N'-1,6-己二基-双[N-(2,2,6,6-四甲基-4-哌啶基)]甲酰胺(Uvinul®4050H);

1,5-二氧杂螺[5,5]十一烷3,3-二羧酸,双(2,2,6,6-四甲基-4-哌啶基)酯(Cyasorb®UV-500);

1,5-二氧杂螺[5,5]十一烷3,3-二羧酸,双(1,2,2,6,6-五甲基-4-哌啶基)酯(Cyasorb®UV516);

3-十二烷基-1-(2,2,6,6-四甲基-4-哌啶基)-吡咯烷-2,5-二酮(Cyasorb®UV3581);

3-十二烷基-1-(1,2,2,6,6-五甲基-4-哌啶基)-吡咯烷-2,5-二酮。

本发明的聚丙烯树脂组合物中使用的酚型抗氧化剂的分子量最大为750。它们可以是单酚、双酚、甚至可以是多酚。这类化合物的非限定性实例如下(附商业品实例):

2,6-二叔丁基-4-甲基苯酚;

2,6-二叔丁基-4-乙基苯酚;

3,5-二叔丁基-4-羟基苯基丙酸十八酯(Irganox®1076);

苯丙酸3,5-双(1,1-二甲基乙基)-4-羟基甲基酯(Ralox35);

苯丙酸3,5-双(1,1-二甲基乙基)-4-羟基-异辛基酯(Irganox®1135);

苯丙酸3,5-双(1,1-二甲基乙基)-4-羟基-C<sub>13-15</sub>支链和直链烷基酯(Anox®BF);

苯丙酸3,5-双(1,1-二甲基乙基)-4-羟基;

2,2'-亚甲基双(6-叔丁基-4-甲基苯酚)(Cyanox®2246);

2,2'-亚甲基双6-(1-甲基环己基)-对-甲基苯酚(Lowinox®WSP);

4,4'-亚丁基双(6-叔丁基-3-甲基苯酚)(Santhowhite®powder);

1,1,3-三(2-甲基-4-羟基-5-叔丁基苯基)丁烷(Topanol®CA);

N,N'-六亚甲基双(3,5-二叔丁基-4-羟基苯丙酰胺)(Irganox®1098);

2,2'-亚乙基双(4,6-二叔丁基苯酚)(Isonox®129);

4,4'-亚甲基双(2,6-二叔丁基苯酚)(Ethanox 702);

三甘醇-双-(3-叔丁基-4-羟基-5-甲基苯基)丙酸酯(Irganox®245);

1,6-己二醇-双-3-(3,5-二叔丁基-4-羟基苯基)丙酸酯(Irganox®259);

丁基化羟基苯甲醚(Teenox®BHA);

2,6-二叔丁基-4-仲丁基苯酚(Isonox®132);

2,6-二叔丁基-4-正丁基苯酚;

2,6-二叔丁基-4-壬基苯酚(Isonox®232);

2,6-二甲基-6-(1-甲基-环己基)-苯酚(Lowinox®WSL);

2,4-二甲基-6-(1-甲基-6-(1-甲基十五烷基)-2-丙烯酸, 2-异戊烷-6-[(3-异戊烷-2-羟基-5-异戊烷-苯基)-乙基]-4-甲基-苯基酯(Sumilizer®GS);

2-丙烯酸, 2-叔丁基-6-[(3-叔丁基-2-羟基-5-甲基-苯基)-甲基]-4-甲基-苯基酯(Sumilizer®GM);

3,5-二叔丁基-4-羟基-苯甲基-磷酸二乙酯(Irganox®1222);

2,5,7,8-四甲基-2-(4',8',12'-三甲基-十三烷基)-6-Chromanol(Ronotec®201);

N,N'-1,3-丙二基双(3,5-二叔丁基-4-羟基苯丙酰胺);

双[单乙基(3,5-二叔丁基-4-羟基苯甲基)]磷酸酯钙(Irganox®1425).

在聚丙烯树脂组合物中无论是 HALS 还是 PAO 化合物, 其含量都在 0.025 和 1.0 重量%之间; HALS 和 PAO 化合物之间的重量比低于 5, 优选是低于 3, 更优选是低于 1。

对于 HALS 化合物, 优选的化合物的化学名称为:

双-(2,2,6,6,-四甲基-4-哌啶基)-癸二酸酯, 商业上已知的, 例如 Tinuvin®770 和 Sumisorb®577。

作为 PAO 化合物, 优选的化合物的化学名称为:

3,5-二叔丁基-4-羟基苯基丙酸十八酯; 商业上已知的, 例如 Irganox®1076 和 Ultrinox®276。

为了得到有色的产品, 本发明的聚丙烯树脂组合物也含有一种或多种颜料。这意味着, 根据 DIN5033(CIE LAB, D65, 10°, 45/0), 这种产

品的 L-值低于 80。更优选的，L-值低于 50，特别优选的，L-值等于或低于 30。对用于特定组合物中的颜料，本领域技术人员知道根据上述有关 L-值的限制来做出可能的选择。通常，颜料的含量等于或高于 0.05 重量%；为了获得期望的着色效果，通常不高于 5 重量%是必需的。

已经发现，在提及的聚丙烯树脂组合物中，含硫(S)的 PAO 显示某种对抗效应；因此，不含硫的 PAO 是优选的。

树脂组合物中的聚丙烯聚合物包含以丙烯作为单一或主要存在单体的聚合物，换句话说：这种聚合物要么是均聚物，共聚物，要么是无规聚合物。本发明的组合物中的聚丙烯树脂优选是丙烯/ $\alpha$ -烯烃共聚物。一般来讲，每一种具有 2-12 个碳原子的 $\alpha$ -烯烃单体都是合适的；优选的 $\alpha$ -烯烃单体从乙烯，丁烯和辛烯中选择。在这种共聚物中聚丙烯均聚物部分的含量优选等于或小于 90 重量%，更优选为等于或小于 85 重量%，最优选为等于或小于 80 重量%。

这种共聚-或无规聚合物中的 $\alpha$ -烯烃含量通常大于 4 重量%，更优选为大于 8 重量%，最优选为大于 12 重量%。

聚丙烯聚合物可以通过任何已知的聚合方法采用任何已知的聚合催化剂体系来制备。关于聚合方法，可参照淤浆，溶液或气相聚合；关于催化剂体系可参照齐格勒-纳塔，金属茂，或（其它）单点催化剂体系。所有这些本身都是本领域已知的。

优选地，聚丙烯聚合物的熔体流动指数(MFI)介于 0.1-100 之间，更优选地介于 1-50 之间，MFI 通过 ISO 1133 在 230℃和 2.16kg 的条件下测定。

本发明中的聚丙烯树脂组合物也可以含有已知的其它聚合物或无机添加剂和填料。关于这点的例子有：纤维类（天然的或聚合的）；填料（如粘土或滑石），润滑剂，紫外光吸收剂，阻燃剂，其它橡胶等。本领域技术人员知道这些成分（的混合物）。

本发明的聚丙烯树脂组合物可以通过各种加工技术转变为成型（半）成品。合适的加工技术实例包括注射模塑法、注射压缩模塑法、通过注射模塑法的模内装潢法、挤出和挤出压缩模塑法。注射模塑法广泛用于生产这样的制品，例如像保险杠这样的机动车外用部件，像仪表盘这样的机动车内用部件，或者发动机罩下的机动车部件。挤出法广泛用于生产像棒材，板材和管材这样的制品。

本发明的聚丙烯树脂组合物的制备方法可以是现有技术已知的将液体或固体成分混入到聚合物中的任何方法。例如：挤出混合，在密炼设备中混合，溶液混合等。

正如上面表明的，本发明的聚丙烯树脂组合物特别适宜壁厚至少 250μm 的成型制品（的制备）。这种成型制品的壁厚优选为至少 500μm，更优选为至少 800μm，最优选为至少 1200μm。壁厚的上限是由已知的用来生产这种制品的实际可能的技术来决定的。

本发明将通过下面非限制性的实施例和比较试验进一步加以说明。

实施例 I. 比较试验 A, B

含有 14 重量%的乙烯和 24 重量%橡胶含量的高抗冲丙烯/乙烯共聚物，与 0.1 重量%的硬脂酸钙，0.1 重量%的 Ultrinox®626，0.45 重量%的 Tinuvin®770 以及 0.1 重量%的酚型抗氧剂（见表 1）一起，用单螺杆挤出机于 240℃混合和造粒。得到的颗粒与 2 重量%的暗灰色母炼胶混合，于 260℃注射模塑成为 3.2 × 65 × 65mm 的板（这些板的颜色：a=0.2，b=-1，L=13）。

将这些板按照 ASTM-G26 和如下设置在老化试验机上进行加速老化试验：

|                                   |        |
|-----------------------------------|--------|
| 黑板温度（℃）                           | 63     |
| 340nm 时的强度 (W/m <sup>2</sup> /nm) | 0.35   |
| 雨淋循环（干/湿）（min/min）                | 102/18 |
| 干燥期间的相对湿度 (%)                     | 55     |

老化是通过应用按照 DIN54001 的灰度色标评价、通过监视板的变色程度来测定的。老化试验在灰度色标为 4 时停止。

表 1

| 实施例/试验 | 酚型抗氧剂        | 达到灰度色标 4 的时间<br>(小时) |
|--------|--------------|----------------------|
| I      | Irganox®1076 | 3000                 |
| A      | Irganox®3114 | 1500                 |
| B      | Irganox®1010 | 700                  |

实施例 II, 比较试验 C

含有 14 重量%的乙烯和 24 重量%橡胶含量的高抗冲丙烯/乙烯共聚物,与 0.1 重量%的硬脂酸钙, 0.04 重量%的 Irganox®1010, 0.4 重量%的 Goodrite®3034 以及酚型抗氧化剂 (见表 2) 一起,用单螺杆挤出机于 240℃混合和造粒。得到的颗粒与 1.6 重量%的灰色母炼胶混合,于 260℃注射模塑成为  $3.2 \times 65 \times 65\text{mm}$  的板 (这些板的颜色:  $a = 0.2$ ,  $b = -1$ ,  $L = 13$ )。

将这些板按照 ASTM-G26 和如下设置在老化试验机上进行加速老化试验:

|                                         |        |
|-----------------------------------------|--------|
| 黑板温度 (°C)                               | 50     |
| 340nm 时的强度 ( $\text{W/m}^2/\text{nm}$ ) | 0.28   |
| 雨淋循环 (干/湿) (min/min)                    | 102/18 |
| 干燥期间的相对湿度 (%)                           | 50     |

老化是通过应用按照 DIN54001 的灰度色标评价、通过监视板的变色度来测定的。老化试验在灰度色标为 3 时停止。

表 2

| 实施例/试验 | 酚型抗氧化剂               | 达到灰度色标 3 时的时间 (小时) |
|--------|----------------------|--------------------|
| II     | 0.1 重量%BHT           | 7500               |
| C      | 0.1 重量% Irganox®B215 | 3500               |

#### 实施例 III-IX, 比较试验 D

含有 14 重量%的乙烯和 24 重量%橡胶含量的高抗冲丙烯/乙烯共聚物,与 0.05 重量%的硬脂酸钙, 0.15 重量%的 Irganox®B215, Tinuvin®770 以及 Irganox®1076 (其量见表 3) 一起,用 ZSK-30 双螺杆挤出机于 240℃混合和造粒。得到的颗粒与 2 重量%的灰色母炼胶混合,于 260℃注射模塑成为  $3.2 \times 65 \times 65\text{mm}$  的纹饰板 (这些板的颜色:  $a = 0.1$ ,  $b = -1.5$ ,  $L = 13$ )。

将这些板按照 ASTM-G26 和如下设置在老化试验机上进行加速老化试验:

|                                         |        |
|-----------------------------------------|--------|
| 黑板温度 (°C)                               | 63     |
| 340nm 时的强度 ( $\text{W/m}^2/\text{nm}$ ) | 0.35   |
| 雨淋循环 (干/湿) (min/min)                    | 102/18 |

干燥期间的相对湿度 (%)

55

老化是通过应用按照 DIN54001 的灰度色标评定、通过监视板的变色度来测定的。老化试验在灰度色标为 4 时停止。

表 3

| 实施例/试验 | Irganox®1076<br>(重量%) | Tinuvin®770<br>(重量%) | 达到灰度色标 4 的<br>时间 (小时) |
|--------|-----------------------|----------------------|-----------------------|
| III    | 0.08                  | 0.1                  | 4600                  |
| IV     | 0.24                  | 0.1                  | 6600                  |
| V      | 0.24                  | 0.25                 | 6600                  |
| VI     | 0.24                  | 0.4                  | 6600                  |
| VII    | 0.4                   | 0.1                  | 6600                  |
| VIII   | 0.4                   | 0.25                 | 6200                  |
| IX     | 0.4                   | 0.4                  | 6600                  |
| D      | 0.08                  | 0.4                  | 4000                  |

#### 实施例 X-XII, 比较试验 E-I

含有 14 重量%的乙烯和 24 重量%橡胶含量的高抗冲丙烯/乙烯共聚物, 与 0.1 重量%的硬脂酸钙, 0.15 重量%的 Irganox®B215, HALS (Tinuvin®770 或 Chimassorb®944) 以及 Irganox®1076 (类型和数量见表 4) 一起, 用单螺杆挤出机于 240℃ 混合和造粒。得到的颗粒与 2 重量%的灰色母炼胶混合, 于 260℃ 注射模塑成为  $3.2 \times 65 \times 65\text{mm}$  的板 (这些板的颜色:  $a = 0.1, b = -1, L = 15$ )。

将这些板按照 ASTM-G26 和如下设置在老化试验机上进行加速老化试验:

|                                         |        |
|-----------------------------------------|--------|
| 黑板温度 (°C)                               | 63     |
| 340nm 时的强度 ( $\text{W/m}^2/\text{nm}$ ) | 0.35   |
| 雨淋循环 (干/湿) (min/min)                    | 102/18 |
| 干燥期间的相对湿度 (%)                           | 50     |

老化是通过应用按照 DIN54001 的灰度色标评定、通过监视板的变色度来测定的。老化试验在灰度色标为 4 时停止。

表 4

| 实施例/<br>试验 | Irganox®1076<br>(重量%) | HALS (重量%)          | 达到灰度色标 4<br>的时间 (小时) |
|------------|-----------------------|---------------------|----------------------|
| X          | 0.05                  | 0.20 Tinuvin®770    | 2500                 |
| XI         | 0.075                 | 0.05 Tinuvin®770    | 2750                 |
| XII        | 0.075                 | 0.20 Tinuvin®770    | 4250                 |
| E          |                       | 0.20 Tinuvin®770    | 1300                 |
| F          | 0.05                  |                     | 2000                 |
| G          |                       | 0.20 Chimassorb®944 | 1300                 |
| H          | 0.05                  | 0.20 Chimassorb®944 | 2000                 |
| I          | 0.025                 | 0.20 Tinuvin®770    | 1750                 |

实施例 XIII-XIV, 比较试验 J-K

含有 17 重量%的乙烯和 32 重量%橡胶含量的高抗冲丙烯/乙烯共聚物，与 0.05 重量%的硬脂酸钙，0.15 重量%的 Irganox®B225, Tinuvin®770 以及 Irganox®1076（其量见表 5）一起，用单螺杆挤出机于 240℃混合和造粒。得到的颗粒与 2 重量%的两种不同的暗灰色母炼胶混合（板的色编码和色坐标：见表 5），于 260℃注射模塑成为 3.2 × 65 × 65mm 的纹饰板。

将这些板按照 D27.1389 和如下设置在老化试验机上进行加速老化试验：

|                                   |        |
|-----------------------------------|--------|
| 黑板温度 (℃)                          | 70     |
| 340nm 时的强度 (W/m <sup>2</sup> /nm) | 0.55   |
| 雨淋循环 (干/湿) (min/min)              | 102/18 |
| 干燥期间的相对湿度 (%)                     | 50     |

老化是通过应用按照 DIN54001 的灰度色标评定、通过监视板的变色度来测定的。老化试验在灰度色标为 4 时停止。

表 5

| 实施例<br>/试验 | Irganox®<br>1076<br>(重量%) | Tinuvin®<br>770<br>(重量%) | 色编码 | a   | b    | L  | 达到灰度色<br>标 4 的时间<br>(小时) |
|------------|---------------------------|--------------------------|-----|-----|------|----|--------------------------|
| J          | 0.075                     | 0.45                     | FZL | 0.3 | -1.4 | 19 | 4500                     |
| XIII       | 0.15                      | 0.15                     | FZL | 0.3 | -1.4 | 19 | 5500                     |
| K          | 0.075                     | 0.45                     | FXX | 0.2 | -0.6 | 16 | 4500                     |
| XIV        | 0.15                      | 0.15                     | FXX | 0.2 | -0.6 | 16 | 6000                     |

实施例 XV, 比较试验 L-N

含有 15 重量%的乙烯和 24 重量%橡胶含量的高抗冲丙烯/乙烯共聚物, 与 0.1 重量%的硬脂酸钙, 0.075 重量%的 Irgafos®168 I, 0.2 重量%的 Tinuvin®770 以及 0.15 重量%的 Irganox®1076 或 Irganox®1010 一起, 用单螺杆挤出机于 240℃混合和造粒。得到的颗粒与和不与 2 重量%的灰色母炼胶一起于 260℃注射模塑成为  $3.2 \times 65 \times 65\text{mm}$  的板。着色板的颜色为:  $a = 0.2$ ;  $b = 1$ ;  $L = 13$ 。未着色板的颜色为:  $a = -2$ ;  $b = -6$ ;  $L = 60$ 。

将这些板按照 ASTM-G26 和如下设置在老化试验机上进行加速老化试验:

|                                                |        |
|------------------------------------------------|--------|
| 黑板温度 (°C)                                      | 63     |
| 340nm 时的强度 ( $\text{W}/\text{m}^2/\text{nm}$ ) | 0.35   |
| 雨淋循环 (干/湿) (min/min)                           | 102/18 |
| 干燥期间的相对湿度 (%)                                  | 50     |

老化是通过应用按照 DIN54001 的灰度色标评定、通过监视板的变色度来测定的。老化试验在灰度色标为 3 时停止。

表 6

| 实施例/试验 | 酚型抗氧剂<br>(重量%)    | 灰色 MB<br>(重量%) | 达到灰度色标 3 时<br>的时间 (小时) |
|--------|-------------------|----------------|------------------------|
| XV     | 0.15 Irganox®1076 | 2              | 6000                   |
| L      | 0.15 Irganox®1076 | —              | 4500                   |
| M      | 0.15 Irganox®1010 | 2              | 4500                   |
| N      | 0.15 Irganox®1010 | —              | 4500                   |