



(19)
Bundesrepublik Deutschland
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 60 2004 005 969 T2** 2008.01.17

(12) **Übersetzung der europäischen Patentschrift**

(97) **EP 1 599 535 B1**

(21) Deutsches Aktenzeichen: **60 2004 005 969.2**

(86) PCT-Aktenzeichen: **PCT/US2004/006481**

(96) Europäisches Aktenzeichen: **04 716 902.4**

(87) PCT-Veröffentlichungs-Nr.: **WO 2004/078838**

(86) PCT-Anmeldetag: **03.03.2004**

(87) Veröffentlichungstag
der PCT-Anmeldung: **16.09.2004**

(97) Erstveröffentlichung durch das EPA: **30.11.2005**

(97) Veröffentlichungstag
der Patenterteilung beim EPA: **18.04.2007**

(47) Veröffentlichungstag im Patentblatt: **17.01.2008**

(51) Int Cl.⁸: **C08K 5/52** (2006.01)
C08L 69/00 (2006.01)

(30) Unionspriorität:
639712 05.03.2003 US

(73) Patentinhaber:
Eastman Chemical Co., Kingsport, Tenn., US

(74) Vertreter:
**WUESTHOFF & WUESTHOFF Patent- und
Rechtsanwälte, 81541 München**

(84) Benannte Vertragsstaaten:
**AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB,
GR, HU, IE, IT, LI, LU, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI,
SK, TR**

(72) Erfinder:
**PEARSON, Jason Clay, Kingsport, TN 37663, US;
MCWILLIAMS, Douglas Stephens, Kingsport, TN
37664, US; IRICK, Gether Jr., Gray, TN 37615, US;
WEAVER, Max Allen, Kingsport, TN 37664, US**

(54) Bezeichnung: **POLYCARBONATZUSAMMENSETZUNGEN**

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 eingelegt, 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**GEBIET DER ERFINDUNG**

[0001] Diese Erfindung betrifft eine Polymerzusammensetzung, die (A) mindestens ein Polycarbonat; und (B) ein oder mehrere Salze umfasst, die aus mindestens einer geeigneten Phosphor-haltigen Säure und mindestens einem geeigneten gehinderten Amin-Lichtstabilisator zusammengesetzt sind.

HINTERGRUND DER ERFINDUNG

[0002] Hydrolytische Stabilität ist eine physikalische Eigenschaft, die üblicherweise bei Polymeren gewünscht wird. Es ist deshalb wünschenswert, Verfahren zur Bereitstellung von Polymerzusammensetzungen mit größerer hydrolytischer Stabilität zu finden, und die für die Verfahrensausrüstung weniger abträglich sind.

[0003] Das US-Patent 4,619,956 offenbart die Kombination der gehinderten Amin-Lichtstabilisatoren (HALS) 2,2,6,6-Tetraalkylpiperidin und/oder ihrer Additionssalze mit Triazin-Ultraviolettabsorptionsmitteln für die Stabilisierung von wärmehärtbaren Acryl- und Alkyd-Beschichtungsmitteln. Das US-Patent 5,714,530 offenbart die Nützlichkeit der Kombination von nichtpolymeren 2,2,6,6-Tetraalkylpiperidin-HALS-Salzen und/oder deren Säureadditionssalzen mit Triazin-Ultraviolettabsorptionsmitteln für die Stabilisierung gewisser Polymerzusammensetzungen. Das US-Patent 6,051,164 offenbart die Verwendung eines Polymerstabilisierungssystems, das etwa 50 bis etwa 5.000 ppm mindestens eines Orthohydroxytrisaryltriazin-Lichtabsorptionsmittels und etwa 500 ppm bis etwa 1,25 Prozent mindestens eines oligomeren, polymeren oder höhermolekularen HALS mit einem Molekulargewicht von mindestens etwa 500 umfasst, wobei das Gewichtsverhältnis von HALS zu Triazin-Lichtabsorptionsmittel etwa 3:1 bis etwa 20:1 beträgt.

[0004] Die abträgliche Auswirkung von Phosphor-haltigen Zusätzen auf die hydrolytische Stabilität von Polycarbonat und Polycarbonat-Polyester-Mischungen ist in den US-Patenten 4,456,717, 5,354,791, 5,744,526, 6,103,796, 4,393,158 und 6,107,375 offenbart. Eine verbesserte hydrolytische Stabilität von Polycarbonaten, die mit Phosphor-haltigen Verbindungen und Oxetangruppen enthaltenden Siloxanen stabilisiert sind, ist im US-Patent 4,456,717 offenbart. Eine verbesserte hydrolytische Stabilität von Polycarbonaten, die mit Phosphorhaltigen Verbindungen und einem Oligomer oder Polymer stabilisiert sind, das mindestens eine seitenständige cyclische Iminoether-Gruppe pro Molekül enthält, ist im US-Patent 6,107,375 offenbart. Eine verbesserte hydrolytische Stabilität von Polycarbonaten, die mit Phosphor-haltigen Verbindungen und einer Epoxy-Verbindung stabilisiert sind, ist im US-Patent 4,393,158 offenbart. Eine verbesserte hydrolytische Stabilität von Polycarbonat-Polyester-Mischungen, die mit Phosphor-haltigen Verbindungen und einem Polyester mit Epoxy-Funktionalität stabilisiert sind, ist im US-Patent 5,354,791 offenbart. Eine verbesserte hydrolytische Stabilität von Polycarbonaten, die mit Phosphor-haltigen Verbindungen und Hexamethylentetramin stabilisiert sind, ist im US-Patent 5,744,526 offenbart. Speziell lehrt das US-Patent 5,744,526 die Zugabe desamins, um das Phosphit gegen eine Hydrolyse zu stabilisieren und folglich die hydrolytische Stabilität der Polycarbonat-Zusammensetzung zu verbessern.

[0005] Die vorliegende Erfindung betrifft Polycarbonate und die unerwartete Verbesserung der hydrolytischen Stabilität von Polycarbonaten, die eine saure Phosphorverbindung und einen gehinderten Amin-Lichtstabilisator (HALS) enthalten.

ZUSAMMENFASSUNG DER ERFINDUNG

[0006] Wir haben entdeckt, dass die Anwesenheit gewisser Salze in Polycarbonaten Polymerzusammensetzungen zum Ergebnis hat, die eine verbesserte hydrolytische Stabilität zeigen und für Verfahrensausrüstungen weniger abträglich sind. Die in der vorliegenden Erfindung nützlichen Salze sind Reaktionsprodukte einer geeigneten anorganischen Säure, wie Phosphor(III)-säure, mit einem geeigneten gehinderten Amin-Lichtstabilisator (HALS).

[0007] So stellt die vorliegende Erfindung eine Polymerzusammensetzung bereit, welche umfasst:

(A) mindestens ein Polycarbonat; und

(B) mindestens ein Salz, das durch die Umsetzung einer oder mehrerer saurer Phosphor-haltiger Verbindungen mit einem oder mehreren gehinderten Amin-Lichtstabilisatoren hergestellt ist.

[0008] Eine weitere Ausführungsform der vorliegenden Erfindung ist ein Polymerkonzentrat, welches umfasst:

(A) mindestens ein Polycarbonat; und

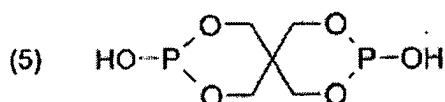
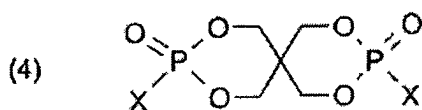
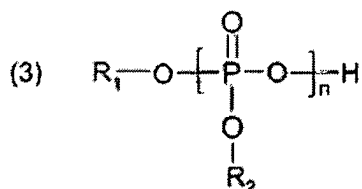
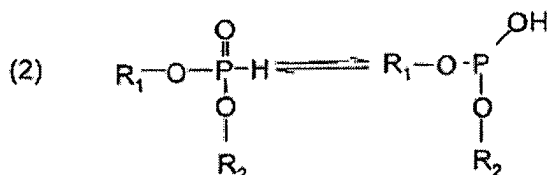
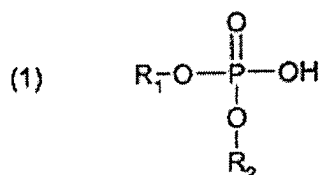
(B) bis zu 10 Gewichtsprozent, bevorzugt etwa 5 bis 10 Gewichtsprozent, bezogen auf das Gesamtgewicht des Polycarbonats, mindestens eines Salzes, das durch die Umsetzung einer oder mehrerer saurer Phosphor-haltiger Verbindungen und eines oder mehrerer gehinderter Amin-Lichtstabilisatoren hergestellt ist.

DETAILLIERTE BESCHREIBUNG DER ERFINDUNG

[0009] Die vorliegende Erfindung stellt eine Polymerzusammensetzung bereit, welche umfasst:

(A) mindestens ein Polycarbonat; und

(B) ein Salz, das durch die Umsetzung einer oder mehrerer saurer Phosphor-haltiger Verbindungen mit einem oder mehreren gehinderten Amin-Lichtstabilisatoren hergestellt ist, wobei die Phosphorhaltigen Verbindungen ausgewählt sind aus Verbindungen mit der Formel:



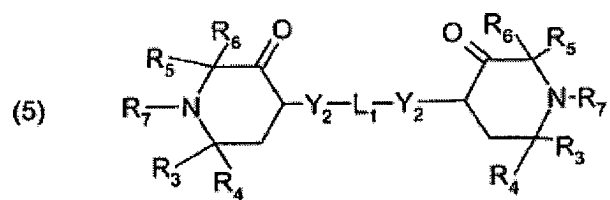
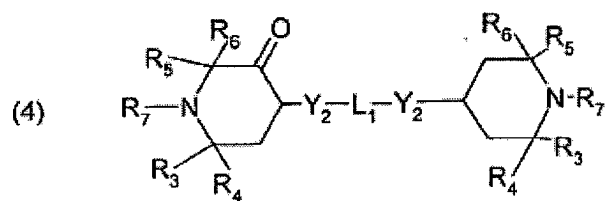
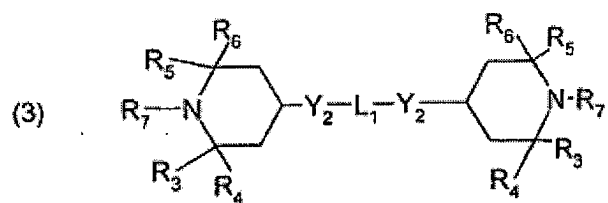
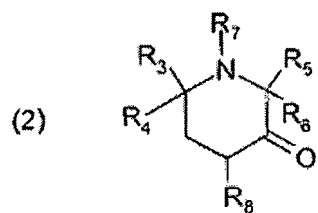
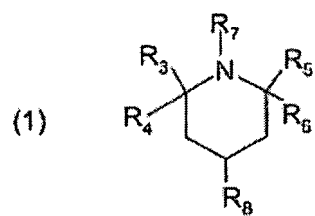
worin

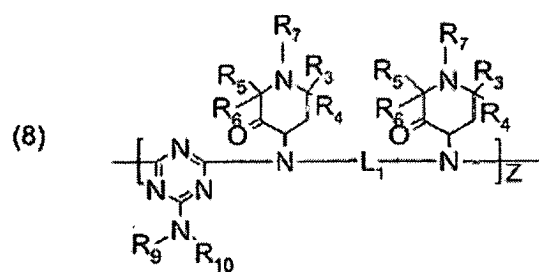
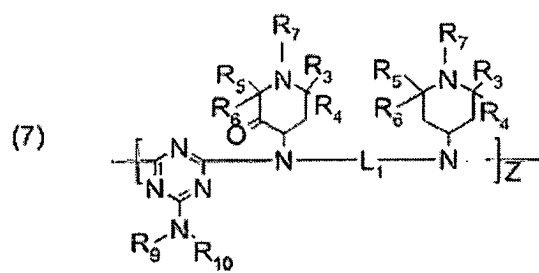
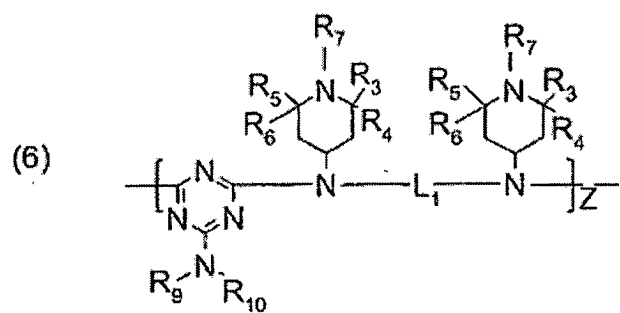
R_1 und R_2 unabhängig ausgewählt sind aus Wasserstoff, $(\text{C}_1\text{-C}_{22})$ -Alkyl, substituiertem $(\text{C}_1\text{-C}_{22})$ -Alkyl, $(\text{C}_3\text{-C}_8)$ -Cycloalkyl, substituiertem $(\text{C}_3\text{-C}_8)$ -Cycloalkyl, Heteroaryl und Aryl;

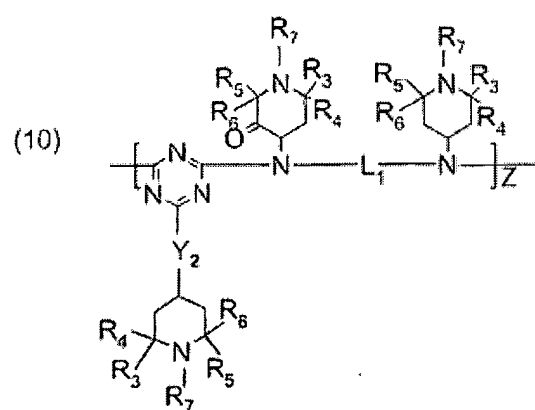
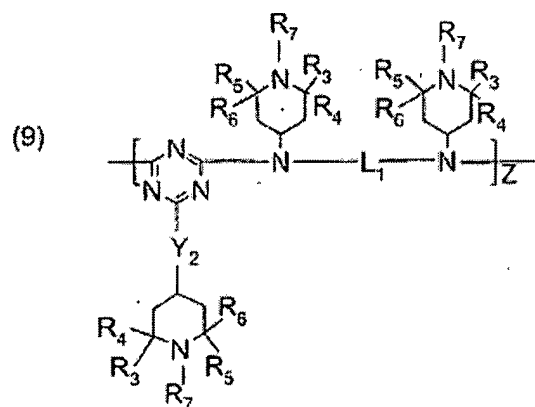
n für 2 bis 500 steht; und

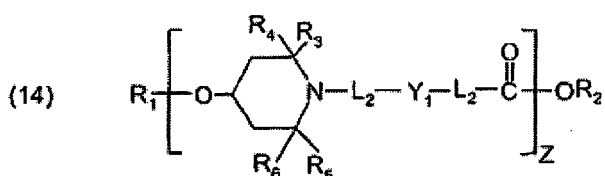
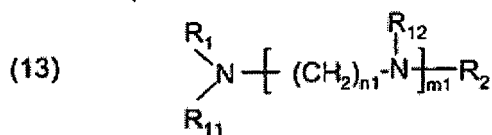
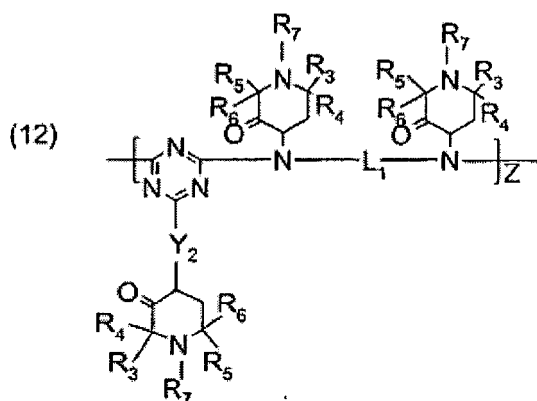
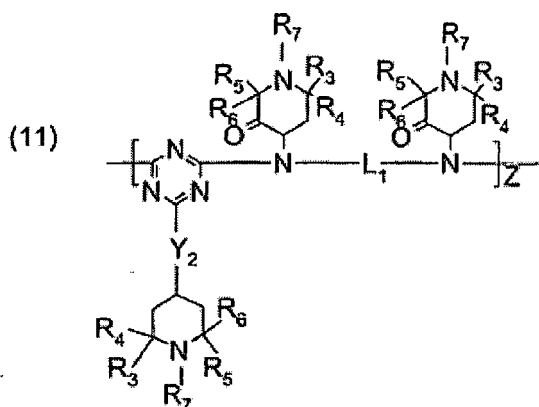
X aus Wasserstoff und Hydroxy ausgewählt ist;

und wobei die gehinderten Amin-Lichtstabilisatoren (HALS) ausgewählt sind aus Verbindungen mit den Formel:







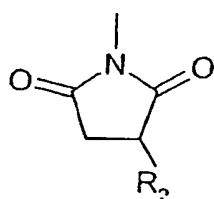


worin

R_3 , R_4 , R_5 und R_6 unabhängig aus Wasserstoff, (C_1-C_{22}) -Alkyl, substituiertem (C_1-C_{22}) -Alkyl, (C_3-C_8) -Cycloalkyl, substituiertem (C_3-C_8) -Cycloalkyl, Heteroaryl, Aryl ausgewählt sind;

R_7 aus Wasserstoff, $-OR_6$, (C_1-C_{22}) -Alkyl, substituiertem (C_1-C_{22}) -Alkyl, (C_3-C_8) -Cycloalkyl, substituiertem (C_3-C_8) -Cycloalkyl ausgewählt ist;

R_8 ausgewählt ist aus Wasserstoff, (C_1-C_{22}) -Alkyl, substituiertem (C_1-C_{22}) -Alkyl, (C_3-C_8) -Cycloalkyl, substituiertem (C_3-C_8) -Cycloalkyl, Heteroaryl, Aryl, $-Y_1-R_1$ und einer Succinimido-Gruppe mit der Formel



R_9 und R_{10} unabhängig aus Wasserstoff, (C_1-C_{22}) -Alkyl, substituiertem (C_1-C_{22}) -Alkyl, (C_3-C_8) -Cycloalkyl und substituiertem (C_3-C_8) -Cycloalkyl ausgewählt sind; R_9 und R_{10} zusammen eine zweiwertige Gruppe unter Bildung eines Rings mit dem Stickstoffatom, an dem sie angebracht sind, darstellen können, z.B. Morpholino, Pi-

peridino und dergleichen;

L_1 eine zweiwertige Verknüpfungsgruppe ist, die aus (C_2-C_{22}) -Alkylen; $-(CH_2CH_2-Y_1)_{1-3}-CH_2CH_2-$; (C_3-C_8) -Cycloalkylen; Arylen oder $-CO-L_2-OC-$ ausgewählt ist;

L_2 aus (C_1-C_{22}) -Alkylen, Arylen, $-(CH_2CH_2-Y_1)_{1-3}-CH_2CH_2-$ und (C_3-C_8) -Cycloalkylen ausgewählt ist;

Y_1 aus $-OC(O)-$, $-NHC(O)-$, $-O-$, $-S-$, $-N(R_1)-$ ausgewählt ist;

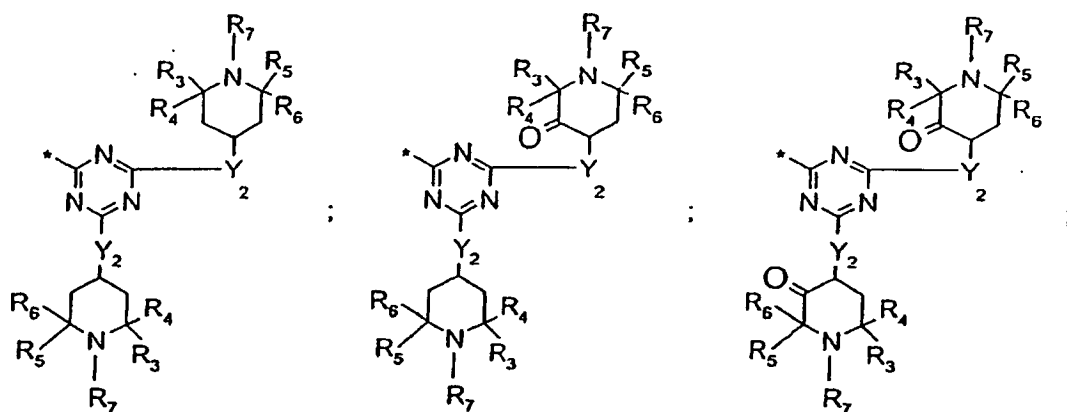
Y_2 aus $-O-$ oder $-N(R_1)-$ ausgewählt ist;

Z eine positive ganze Zahl von bis zu 20, bevorzugt bis zu 6 ist;

m_1 aus 0 bis etwa 10 ausgewählt ist;

n_1 eine positive ganze Zahl ist, die aus 2 bis etwa 12 ausgewählt ist;

R_{11} und R_{12} unabhängig aus Wasserstoff, (C_1-C_{22}) -Alkyl, substituiertem (C_1-C_{22}) -Alkyl, (C_3-C_8) -Cycloalkyl, substituiertem (C_3-C_8) -Cycloalkyl, Heteroaryl, Aryl und einem Rest A ausgewählt sind, wobei der Rest A aus den folgenden Strukturen ausgewählt ist:



Rest A-Strukturen, worin * die Stelle der Verknüpfung bezeichnet.

worin mindestens eines von R_{11} und R_{12} ein Rest A ist; und wobei das Verhältnis der Zahl der Phosphoratome in der sauren Phosphor-haltigen Verbindung zur Zahl der basischen Stickstoffatome in dem HALS etwa 0,25 bis etwa 2, bevorzugt etwa 0,5 bis etwa 1,1 beträgt.

[0010] Der Ausdruck " (C_1-C_{22}) -Alkyl" bezeichnet einen gesättigten Kohlenwasserstoffrest, der einen bis zweiundzwanzig Kohlenstoffatome enthält und der gerade oder verzweigt sein kann. Derartige (C_1-C_{22}) -Alkylgruppen können Methyl, Ethyl, Propyl, Butyl, Pentyl, Hexyl, Heptyl, Octyl, Isopropyl, Isobutyl, tert-Butyl, Neopentyl, 2-Ethylheptyl, 2-Ethylhexyl und dergleichen sein. Der Ausdruck "substituiertes (C_1-C_{22}) -Alkyl" bezieht sich auf (C_1-C_{22}) -Alkylreste, wie oben beschrieben, die mit einem oder mehreren Substituenten substituiert sein können, welche aus Hydroxy, Halogen, Cyano, Aryl, Heteroaryl, (C_3-C_8) -Cycloalkyl, substituiertem (C_3-C_8) -Cycloalkyl, (C_1-C_6) -Alkoxy, (C_2-C_6) -Alkanoyloxy und dergleichen ausgewählt sind.

[0011] Der Ausdruck " (C_3-C_8) -Cycloalkyl" wird verwendet, um einen cycloaliphatischen Kohlenwasserstoffrest zu bezeichnen, der drei bis acht Kohlenstoffatome enthält. Der Ausdruck "substituiertes (C_3-C_8) -Cycloalkyl" wird verwendet, um einen (C_3-C_8) -Cycloalkylrest, wie oben angegeben, zu beschreiben, der mindestens eine Gruppe enthält, die aus (C_1-C_6) -Alkyl, (C_1-C_6) -Alkoxy, Hydroxy, Halogen und dergleichen ausgewählt ist.

[0012] Der Ausdruck "Aryl" wird verwendet, um einen aromatischen Rest, der 6, 10 oder 14 Kohlenstoffatome in der konjugierten aromatischen Ringstruktur enthält, und diese Reste, die mit einer oder mehreren Gruppen substituiert sind, die aus (C_1-C_6) -Alkyl; (C_1-C_6) -Alkoxy; Phenyl und Phenyl, das mit (C_1-C_6) -Alkyl substituiert ist; (C_1-C_6) -Alkoxy; Halogen und dergleichen; (C_3-C_8) -Cycloalkyl; Halogen; Hydroxy, Cyano, Trifluormethyl und dergleichen ausgewählt sind, zu bezeichnen. Typische Arylgruppen umfassen Phenyl, Naphthyl, Phenyl-naphthyl, Anthryl (Anthracenyl) und dergleichen. Der Ausdruck "Heteroaryl" wird verwendet, um konjugierte cyclische Reste, die mindestens ein Heteroatom, das ausgewählt ist aus Schwefel, Sauerstoff, Stickstoff oder einer Kombination derselben, in Kombination mit zwei bis etwa 10 Kohlenstoffatomen enthalten, und diese Heteroaryl-Reste, die mit den oben als mögliche Substituenten am Arylrest erwähnten Gruppen substituiert sind, zu beschreiben. Typische Heteroaryl-Reste umfassen: 2- und 3-Furyl, 2- und 3-Thienyl, 2- und 3-Pyrrolyl, 2-, 3- und 4-Pyridyl, Benzothiophen-2-yl, Benzothiazol-2-yl, Benzoxazol-2-yl, Benzimidazol-2-yl, 1,3,4-Oxadiazol-2-yl, 1,3,4-Thiadiazol-2-yl, 1,2,4-Thiadiazol-5-yl, Isothiazol-5-yl, Imidazol-2-yl, Chinolyl und dergleichen.

[0013] Die Ausdrücke " (C_1-C_6) -Alkoxy" und " (C_2-C_6) -Alkanoyloxy" werden verwendet, um die Gruppen $-O-(C_1-C_6)$ -Alkyl bzw. $-OCO-(C_1-C_6)$ -Alkyl darzustellen, worin " (C_1-C_6) -Alkyl" einen gesättigten Kohlenwasserstoff bezeichnet, der 1–6 Kohlenstoffatome enthält, die gerade oder verzweigt sein können, und der wei-

ter mit einer oder mehreren Gruppen substituiert sein kann, die aus Halogen, Methoxy, Ethoxy, Phenyl, Hydroxy, Acetyloxy und Propionyloxy ausgewählt sind. Der Ausdruck "Halogen" wird verwendet, um Fluor, Chlor, Brom und Iod darzustellen; jedoch sind Chlor und Brom bevorzugt.

[0014] Der Ausdruck "(C₂-C₂₂)-Alkylen" wird verwendet, um einen zweiwertigen Kohlenwasserstoffrest zu bezeichnen, der zwei bis zweiundzwanzig Kohlenstoffe enthält und der gerade oder verzweigt-kettig sein kann und der mit einem oder mehreren Substituenten substituiert sein kann, die aus Hydroxy, Halogen, (C₁-C₆)-Alkoxo, (C₂-C₆)-Alkanoyloxy und Aryl ausgewählt sind.

[0015] Das Salz der Komponente (B) der neuen Zusammensetzungen, die durch die vorliegende Erfindung bereitgestellt werden, kann hergestellt werden, indem man die saure Phosphorhaltige Verbindung und den gehinderten Amin-Lichtstabilisator auf geeignete Weise zusammenbringt. Eine geeignete Weise ist jedes Verfahren, welches das In-Kontakt-Bringen der sauren Phosphor-haltigen Säure mit dem gehinderten Amin-Lichtstabilisator beinhaltet. Zum Beispiel können die saure Phosphorhaltige Verbindung und der gehinderte Lichtstabilisator in einem geeigneten Lösungsmittel gelöst und die Lösungen gemischt werden, gefolgt von der Fällung des Reaktionsprodukts; Mischen der Phosphor-haltigen Säure und des gehinderten Lichtstabilisators ohne Lösungsmittel; und dergleichen.

[0016] Das Verhältnis der Zahl der Phosphoratome in der sauren Phosphorhaltigen Verbindung zur Zahl der basischen Stickstoffatome in dem gehinderten Amin-Lichtstabilisator kann im Bereich von etwa 0,05 bis etwa 2, bevorzugt von etwa 0,25 bis etwa 1,1 liegen. Zusammensetzungen, die einen großen Überschuss an unumgesetzten Phosphor-haltigen sauren Verbindungen enthalten, können eine Korrosion der Verfahrensausrüstung während der Konzentrat-Herstellung zur Folge haben und eine negative Auswirkung auf die hydrolytische Stabilität des Polymers aufweisen.

[0017] Das Salz oder die Salze, welche die Komponente (B) unserer neuen Zusammensetzungen ausmachen, liegen typisch in Konzentrationen im Bereich von etwa 0,01 bis etwa 0,25 Gewichtsprozent vor, bezogen auf das Gesamtgewicht der Zusammensetzung, das heißt auf das Gesamtgewicht des Polycarbonats, der Komponente (A), des Salzes und jeglicher zusätzlicher vorliegender Komponenten, wie Stabilisatoren und Pigmente und Färbemittel. Konzentrationen des Salzes (B) innerhalb dieses Bereichs sind typisch wirksam, um die hydrolytische Stabilität von Polycarbonaten zu verbessern. Die Konzentration des Salzes oder der Salze beträgt bevorzugt etwa 0,05 bis 0,15 Gewichtsprozent (auf derselben Basis).

[0018] Obwohl Polycarbonate gewöhnlich nicht unter Verwendung von Metallkatalysatoren hergestellt werden, ist dies möglich. Das Polycarbonat kann Metallkatalysator-Reste zu 10 bis 200 ppmw enthalten. Metallkatalysator-Reste in Konzentrationen von etwa 20 bis 100 ppmw sind typischer. Eine zusätzliche Quelle von Metallkatalysator-Resten kann durch ein Polymer beigebracht werden, das mit dem Polycarbonat gemischt ist. Zum Beispiel können Polyester 10 bis 200 ppmw Metallkatalysator-Reste enthalten. Die Korrosion von Metall-Verfahrensausrüstung ist eine zusätzliche Quelle von Metallverunreinigungen in der Polycarbonat-Komponente (A). Zum Beispiel enthalten die Edelstähle 304 und 316 Mangan, Chrom und Nickel. Die Salze der Komponente (B) der Erfindung können so in den Polycarbonatzusammensetzungen verwendet werden, wobei die Polycarbonate entweder unter Verwendung von Metallkatalysatoren hergestellt sind oder Metall-Verunreinigungen enthalten oder mit Polymeren gemischt sind, welche Metallkatalysator-Reste umfassen, dass eine verbesserte hydrolytische Stabilität sowie eine verbesserte Farbe für derartige Polycarbonate bereitgestellt wird.

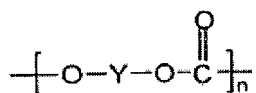
[0019] Die sauren Phosphor-haltigen Verbindungen sind bevorzugt Phosphor(III)-säure, Phosphorsäure und Polyphosphorsäure, am bevorzugtesten Phosphor(III)-säure.

[0020] Beispiele für gehinderte Amin-Lichtstabilisatoren (HALS) umfassen, ohne jedoch darauf beschränkt zu sein: Cyasorb UV-3346 (Cytec Industries, CAS-Nr. 90751-07-8), Cyasorb UV-3529 (Cytec Industries, CAS-Nr. 193098-40-7), Cyasorb UV-3641 (Cytec Industries, CAS-Nr. 106917-30-0), Cyasorb UV-3581 (Cytec Industries, CAS-Nr. 79720-19-7), Cyasorb UV-3853 (Cytec Industries, CAS-Nr. 167078-06-0), Cyasorb UV-3853S (Cytec Industries, CAS-Nr. 24860-22-8), Tinuvin 622 (Ciba Specialty Chemicals, CAS-Nr. 65447-77-0), Tinuvin 770 (Ciba Specialty Chemicals, CAS-Nr. 52829-07-9), Tinuvin 144 (Ciba Specialty Chemicals, CAS-Nr. 63843-89-0), Tinuvin 123 (Ciba Specialty Chemicals, CAS-Nr. 129757-67-1), Chimassorb 944 (Ciba Specialty Chemicals, CAS-Nr. 71878-19-8), Chimassorb 119 (Ciba Specialty Chemicals, CAS-Nr. 106990-43-6), Chimassorb 2020 (Ciba Specialty Chemicals, CAS-Nr. 192268-64-7), Lowilite 76 (Great Lakes Chemical Corp., CAS-Nr. 41556-26-7), Lowilite 62 (Great Lakes Chemical Corp., CAS-Nr. 65447-77-0), Lowilite 94 (Great Lakes Chemical Corp., CAS-Nr. 71878-19-8), Uvasil 299LM (Great Lakes Chemical Corp., CAS-Nr. 182635-99-0) und Uvasil 299HM (Great Lakes Chemical Corp., CAS-Nr. 182635-99-0), Dastib 1082 (Vocht a.s., CAS-Nr.

131290-28-3), Uvinul 4049H (BASF Corp., CAS-Nr. 109423-00-9), Uvinul 4050H (BASF Corp., CAS-Nr. 124172-53-8), Uvinul 5050H (BASF Corp., CAS-Nr. 199237-39-3), Mark LA 57 (Asahi Denka Co., Ltd., CAS-Nr. 64022-61-3), Mark LA 52 (Asahi Denka Co., Ltd., CAS-Nr. 91788-83-9), Mark LA 62 (Asahi Denka Co., Ltd., CAS-Nr. 107119-91-5), Mark LA 67 (Asahi Denka Co., Ltd., CAS-Nr. 100631-43-4), Mark LA 63 (Asahi Denka Co., Ltd., CAS-Nr. 115055-30-6), Mark LA 68 (Asahi Denka Co., Ltd., CAS-Nr. 100631-44-5), Hostavin N 20 (Clariant Corp., CAS-Nr. 95078-42-5), Hostavin N 24 (Clariant Corp., CAS-Nr. 85099-51-1, CAS-Nr. 85099-50-9), Hostavin N 30 (Clariant Corp., CAS-Nr. 78276-66-1), Diacetam-5 (GTPZAB Gigiena Truda, USSR, CAS-Nr. 76505-58-3), Uvasorb-HA 88 (3V Sigma, CAS-Nr. 136504-96-6), Goodrite UV-3034 (BF Goodrich Chemical Co., CAS-Nr. 71029-16-8), Goodrite UV-3150 (BF Goodrich Chemical Co., CAS-Nr. 96204-36-3), Goodrite UV-3159 (BF Goodrich Chemical Co., CAS-Nr. 130277-45-1), Sanduvor 3050 (Clariant Corp., CAS-Nr. 85099-51-0), Sanduvor PR-31 (Clariant Corp., CAS-Nr. 147783-69-5), UV Check AM806 (Ferro Corp., CAS-Nr. 154636-12-1), Sumisorb TM-061 (Sumitomo Chemical Company, CAS-Nr. 84214-94-8), Sumisorb LS-060 (Sumitomo Chemical Company, CAS-Nr. 99473-08-2), Uvasil 299 LM (Great Lakes Chemical Corp., CAS-Nr. 164648-93-5), Uvasil 299 HM (Great Lakes Chemical Corp., CAS-Nr. 164648-93-5), Nylostab S-EED (Clariant Corp., CAS-Nr. 42774-15-2). Zusätzliche bevorzugte gehinderte Amin-Lichtstabilisatoren können im Plastic Additives Handbook 5th Edition (Hanser Gardner Publications, Inc., Cincinnati, OH, USA, 2001) aufgeführt sein.

[0021] Chimassorb 944 (Ciba Specialty Chemicals, CAS-Nr. 71878-19-8), Cyasorb UV-3529 (Cytec Industries, CAS-Nr. 193098-40-7), Chimassorb 119 (Ciba Specialty Chemicals, CAS-Nr. 106990-43-6) und Tinuvin 770 (Ciba Specialty Chemicals, CAS-Nr. 52829-07-9), wie weiter hierin in den Beispielen beschrieben, und jegliche Äquivalente derselben sind spezielle Beispiele für die bevorzugten gehinderten Amin-Lichtstabilisatoren. Eine Gruppe von bevorzugten gehinderten Amin-Lichtstabilisatoren umfasst solche mit den obigen Formeln (1), (2), (3), (4), (5), (6), (7), (8), (9), (10), (11) und (12), worin der Rest R_7 Wasserstoff oder Alkyl ist. Die bevorzugtesten sind HALS mit hohem Molekulargewicht, worin das Molekulargewicht mehr als etwa 1000 beträgt, wie Cyasorb UV-3529 (Cytec Industries, CAS-Nr. 193098-40-7). Der bevorzugteste HALS entspricht der oben angegebenen Formel (6), worin $R_3 = R_4 = R_5 = R_6 = R_7 = \text{Methyl}$, $(R_9)(R_{10})N$ -zusammen Morpholino darstellen, L_1 für C_1 - bis C_6 -Alkylen steht und Z für 1 bis 6 steht.

[0022] Der Ausdruck "Polycarbonat", wie hierin verwendet, umfasst jene Polycarbonate, die Struktureinheiten oder Reste der Formel



umfassen, in der Y ein zweiwertiger aromatischer oder aliphatischer Rest ist, der von einer Dihydroxy-aromatischen Verbindung oder einer Dihydroxy-aliphatischen Verbindung der Formel $\text{HO}-\text{Y}-\text{OH}$ abstammt. Typische Dihydroxy-aromatische Verbindungen sind 2,2-Bis(4-hydroxyphenyl)propan, auch als Bisphenol A bekannt, Bis(4-hydroxyphenyl)methan; 2,2-Bis(4-hydroxy-3-methylphenyl)propan; 4,4-Bis(4-hydroxyphenyl)heptan; 2,2-(3,5,3',5'-Tetrachlor-4,4'-dihydroxyphenyl)propan; 2,2-(3,5,3',5'-Tetrabrom-4,4'-dihydroxyphenyl)propan; 3,3'-Dichlor-3,3'-dichlor-4,4'-dihydroxydiphenyl)methan; 2,2'-Dihydroxyphenylsulfon und 2,2'-Dihydroxyphenylsulfid. Am bevorzugtesten ist $\text{HO}-\text{Y}-\text{OH}$ 2,2-Bis(4-hydroxyphenyl)propyl, wobei in diesem Fall das Polycarbonat ein "Bisphenol A-polycarbonat" ist. Beispiele für Dihydroxy-aliphatische Verbindungen umfassen 1,4-Cyclohexandimethanol, 1,2-Propandiol, 1,3-Propandiol, 1,4-Butandiol, 2,2-Dimethyl-1,3-propandiol, 1,6-Hexandiol, 2,6-Decahydronaphthalindimethanol, 1,2-Cyclohexandiol, 1,4-Cyclohexandiol, 1,2-Cyclohexandimethanol, 1,3-Cyclohexandimethanol, Isosorbid, 4,4'-Isopropylidencyclohexanol, 2,2,4,4-Tetramethylcyclobutan-1,2-diol, Z,8-Bis(hydroxymethyl)tricyclo-[5.2.1.0]-decan, worin Z 3, 4 oder 5 darstellt; und Diole, die ein oder mehrere Sauerstoffatome in der Kette enthalten, zum Beispiel Diethylenglycol, Triethylenglycol, Dipropylenglycol, Tripropylenglycol und der gleichen. Im Allgemeinen enthalten diese Diole 2 bis 18, bevorzugt 2 bis 8 Kohlenstoffatome. Cycloaliphatische Diole können in ihrer cis- oder trans-Konfiguration oder als Mischungen von beiden Formen eingesetzt werden. Verzweigte Polycarbonate sind ebenfalls in der vorliegenden Erfindung nützlich.

[0023] Die Polycarbonate, welche die Komponente (A) der oben beschriebenen Ausführungsform der vorliegenden Erfindung umfassen, können gemäß bekannten Verfahren durch Umsetzung der Dihydroxy-aromatischen Verbindung mit einer Carbonat-Vorstufe, wie Phosgen, einem Halogenformiat oder einem Carbonates-ter, einem Molekulargewicht-Regulator, einem Säureakzeptor und einem Katalysator hergestellt werden. Verfahren zur Herstellung von Polycarbonaten sind in der Technik bekannt und sind zum Beispiel im US-Patent 4,452,933 beschrieben, welches hiermit durch Bezugnahme hierin aufgenommen wird.

[0024] Beispiele für geeignete Carbonat-Vorstufen umfassen Carbonylbromid, Carbonylchlorid und deren Mischungen; Diphenylcarbonat; ein Di(halogenphenyl)carbonat, z.B. Di(trichlorphenyl)carbonat, Di(tribromphenyl)carbonat, Di(tribromphenyl)carbonat und dergleichen; Di(alkylphenyl)carbonat, z.B. Di(tolyl)carbonat; Di(naphthyl)carbonat; Di(chlornaphthyl)carbonat oder deren Mischungen; und Bishalogenformiate von zweiwertigen Phenolen.

[0025] Beispiele für geeignete Molekulargewichtsregulatoren umfassen Phenol, Cyclohexanol, Methanol, alkylierte Phenole wie Octylphenol, para-Tertiärbutylphenol und dergleichen. Der bevorzugte Molekulargewichtsregulator ist Phenol oder alkyliertes Phenol.

[0026] Bei dem Säureakzeptor kann es sich entweder um einen organischen oder um einen anorganischen Säureakzeptor handeln. Ein geeigneter organischer Säureakzeptor ist ein tertiäres Amin und umfasst solche Materialien wie Pyridin, Triethylamin, Dimethylanilin, Tributylamin und dergleichen. Der anorganische Säureakzeptor kann entweder ein Hydroxid, ein Carbonat, ein Bicarbonat oder ein Phosphat eines Alkali- oder Erdalkalimetalls sein.

[0027] Die Katalysatoren, die verwendet werden können, sind jene, welche typisch die Polymerisation des Monomers mit Phosgen unterstützen. Geeignete Katalysatoren umfassen tertiäre Amine wie Triethylamin, Tripropylamin, N,N-Dimethylanilin, quartäre Ammoniumverbindungen, wie zum Beispiel Tetraethylammoniumbromid, Cetyltriethylammoniumbromid, Tetra-n-heptylammoniumiodid, Tetra-n-propylammoniumbromid, Tetramethylammoniumchlorid, Tetramethylammoniumhydroxid, Tetra-n-butylammoniumiodid, Benzyltrimethylammoniumchlorid, und quartäre Phosphonium-Verbindungen, wie zum Beispiel n-Butyltriphenylphosphoniumbromid und Methyltriphenylphosphoniumbromid.

[0028] Das Polycarbonat der Komponente (A) kann auch ein Polyesterarbonat sein, wie jene, die in den US-Patenten 3,169,121; 3,207,814; 4,194,038; 4,156,069; 4,430,484, 4,465,820 und 4,981,898 beschrieben sind, welche alle hierin durch Bezugnahme aufgenommen werden.

[0029] in dieser Erfindung nützliche Copolyesterarbonate sind im Handel erhältlich. Sie werden typisch durch die Umsetzung mindestens einer Dihydroxy-aromatischen Verbindung mit einer Mischung von Phosgen und mindestens einem Dicarbonsäurechlorid, insbesondere Isophthaloylchlorid, Terephthaloylchlorid oder beiden, erhalten.

[0030] Die vorliegende Erfindung stellt Polycarbonate bereit, welche eine verbesserte hydrolytische Stabilität zeigen. Die sauren Phosphor-haltigen Verbindungssalze von geeigneten gehinderten Amin-Lichtstabilisatoren [Komponente (B)] sind bei der Bereitstellung dieser hydrolytischen Stabilität nützlich.

[0031] Eine weitere Ausführungsform der vorliegenden Erfindung ist ein Polymer-Konzentrat, das umfasst:
 (A) mindestens ein Polycarbonat; und
 (B) bis zu 10 Gewichtsprozent, bevorzugt etwa 5 bis 10 Gewichtsprozent, bezogen auf das Gesamtgewicht des Polycarbonats, mindestens eines Salzes, das durch die Umsetzung einer oder mehrerer saurer Phosphor-haltiger Verbindungen und eines oder mehrerer gehinderter Amin-Lichtstabilisatoren hergestellt ist.

[0032] Die Zusammensetzungen der vorliegenden Erfindung können auch eine oder mehrere Verbindungen enthalten, die ausgewählt sind aus der Gruppe bestehend aus (C) Wasser, (D) Farbstoffen und Pigmenten, wie organische Farbstoffen, anorganischen Farbstoffen und/oder weißen Pigmenten, wie TiO₂, ZnO und Bariumoxid, (E) anderen Zusätzen, wie Schlagzähmachern, Weichmachern, halogenierten Flammverzögerungsmitteln, Füllstoffen, nicht-halogenierten Flammverzögerungsmitteln, Synergisten, Verfahrenshilfsstoffen, Phosphit-Stabilisatoren, Phosphonit-Stabilisatoren und anderen dem Fachmann bekannten Stabilisatoren; und (F) einem recycelten Polymer.

[0033] Die Ausdrücke "Phosphit-Stabilisatoren" und "Phosphonit-Stabilisatoren" bezeichnen sekundäre Antioxidantien, die dem Fachmann bekannt sind und durch die Strukturen dargestellt werden, die auf den Seiten 109–112 im Plastic Additives Handbook 5th Edition (Hanser Gardner Publications, Inc., Cincinnati, OH, USA, 2001), welches hierin durch Bezugnahme in seiner Gesamtheit aufgenommen wird, aufgeführt sind. Einige übliche Phosphit-Stabilisatoren sind die folgenden: Ultrinox 626 (GE Speciality Chemicals, CAS-Nr. 26741-53-7), Irgafos 168 (Ciba Speciality Chemicals, CAS-Nr. 31570-04-4), Weston 619 (GE Speciality Chemicals, CAS-Nr. 3806-34-6) und Doverphos S-9228 (Dover Chemicals, CAS-Nr. 154862-43-8).

[0034] Der Ausdruck "halogenierte Flammverzögerungsmittel" ist als Verbindungen definiert, die eines oder

mehrere der Folgenden enthalten können: Fluor, Chlor, Brom und Iod, welche auf solche Weise wirken, dass sie die Entflammbarkeit der Polymerzusammensetzung verringern können. Bevorzugter sind Verbindungen, die Brom enthalten, wie bromiertes Polycarbonat, bromiertes Polystyrol und dergleichen.

[0035] Salze von Phosphorhaltigen Säuren und gehinderten Amin-Lichtstabilisatoren, wie hierin definiert, können im Vergleich zu einigen der Hydrolyse-Produkte Phosphor(III)-säure, Phosphorsäure und Polyphosphorsäure von kommerziellen Phosphiten den Korrosionsgrad für Verfahrensausrüstung verringern, wodurch sie die Farbe der Polymerzusammensetzung verbessern und die Lebensdauer der Verfahrensausrüstung verbessern.

[0036] Die von der vorliegenden Erfindung bereitgestellten Zusammensetzungen sind für die Verbesserung der Eigenschaften von dickem Folienmaterial, Deckschichten für extrudiertes dickes Folienmaterial, Deckschichten für extrudiertes Folienmaterial, Deckschichten für extrudierte Folien, wärmeformbaren Folienprodukten, spritzgegossenen Produkten, dünnen Folien, dicken Folien, Gegenständen, die unter Verwendung dünner Folien hergestellt sind, Gegenständen, die unter Verwendung dicker Folien hergestellt sind, Gegenständen, die unter Verwendung von dickem Folienmaterial hergestellt sind, Mehrschichtfolien, Dünnwandfolien, Dreifachwandfolien und dergleichen nützlich.

[0037] Diese Erfindung wird weiter durch die folgenden Beispiele für bevorzugte Ausführungsformen derselben erläutert, obwohl es sich versteht, dass diese Beispiele lediglich für Zwecke der Erläuterung eingeschlossen sind und den Bereich der vorliegenden Erfindung nicht beschränken sollen, falls nicht speziell anders angegeben. Falls nicht anders angegeben, beziehen sich alle Gewichtsprozentsätze auf das Gesamtgewicht der Polymerzusammensetzung und sind alle Molekulargewichte Gewichtsmittel des Molekulargewichts. Auch sind alle Prozentsätze Gewichtsprozentsätze, falls nicht anders angegeben. Wann immer eine Gruppe R, eine Gruppe L, eine Gruppe Y, eine Gruppe Z, eine Gruppe m oder eine Gruppe n hierin definiert ist, bleibt die Definition für eine spezielle Gruppe in dieser ganzen Beschreibung dieselbe, unabhängig davon, ob sie für mehrere Formen oder Arten von Verbindungen verwendet wird, falls nicht anders angegeben.

BEISPIELE

Experimentielle Bedingungen:

[0038] In den Beispielen folgte man den folgenden Verfahrensweisen. Um die Wirkung von Zusätzen auf die hydrolytische Stabilität von Polycarbonat-Polyester-Mischungen zu bewerten, wurden Proben aus einer 20 Mil-Folie abgeschnitten und dann 70°C und 100 % relativer Feuchtigkeit ausgesetzt, indem man die Folien im Dampfraum von verschlossenen Gläsern aufhängte, welche eine geringe Wassermenge enthielten, und sie in einen Umluftofen gab, der bei 70°C eingestellt war. Kleine Proben wurden anschließend periodisch entnommen und die Molekulargewichtsverteilung der Polyester- und Polycarbonat-Komponente wurde unter Verwendung von Gelpermeationschromatographie (GPC) bestimmt. Das GPC-Verfahren für die Polycarbonat-Fraktion bestand darin, zuerst die Mischungen in Tetrahydrofuran einzutauchen, um das Polycarbonat selektiv zu extrahieren. Das GPC-System, das verwendet wurde, um die Polycarbonat-Fraktion zu analysieren, bestand aus einer Perkin-Elmer LC-250-Pumpe, einem Perkin-Elmer LC-600-Autosampler und einem Perkin-Elmer LC-235-Photodiodenarray-UV-Detektor, der bei 265 nm arbeitete. Die verwendeten Säulen waren eine Pigel-5 Mikron-Schutzsäule, eine Mixed-C und eine Oligopore von Polymer Laboratories. Die Molekulargewichtsverteilung wurde unter Verwendung von monodispersen Polystyrol-Standards für die Kalibrierung und der Mark-Houwink-Konstanten für Polystyrol und Polycarbonat, die in der Literatur verfügbar sind, berechnet. Das für die Polyester-Fraktion verwendete Lösungsmittel war eine 70/30 Vol./Vol. Hexafluorisopropanol/Methylenchlorid-Mischung, die auch für Polycarbonat ein gutes Lösungsmittel ist. Das verwendete GPC-System bestand aus einer Perkin-Elmer LC-250-Pumpe, einer Perkin-Elmer ISS-200-Autosampler und einem Perkin-Elmer LC-95 UV-VIS-Detektor, der bei 285 nm arbeitete. Der Absorptionskoeffizient von auf Terephthalat basierenden Copolyestern bei 285 nm ist beträchtlich größer als der Koeffizient von Polycarbonat, so dass das Verfahren den Polyester selektiv nachweist. Die verwendeten Säulen waren eine Pigel 5-Mikron-Schutzsäule und eine Mixed-C von Polymer Laboratories. Die Molekulargewichtsverteilung wurde unter Verwendung von monodispersen Polystyrol-Standards für die Kalibrierung und Mark-Houwink-Konstanten für Polystyrol, gemessen in diesem Lösungsmittel, berechnet. Universelle Kalibrierungskonstanten für jeden Polyester wurden so gewählt, dass sie bei einer Reihe von Proben, die durch Lichtstreuungsmessung charakterisiert waren, genaue Molekulargewichtswerte lieferten.

[0039] Die Farbe der Polymerfolien wird auf herkömmliche Weise unter Verwendung eines HunterLab UltraScan-Kolorimeters, hergestellt von Hunter Associates Laboratory, Inc., Reston, Virginia, bestimmt. Das Instru-

ment wird unter Verwendung von HunterLab Universal Software (Version 3.8) betrieben. Die Kalibrierung und der Betrieb des Instruments geschehen gemäß dem HunterLab Benutzerhandbuch und werden im Großen und Ganzen von der Universal Software gelenkt. Um die Ergebnisse auf irgendeinem beliebigen Kolorimeter zu reproduzieren, betreibe man das Instrument gemäß seinen Instruktionen und verwende die folgenden Testparameter: D65-Lichtquelle (Tageslicht, 6500°K Farbtemperatur), Reflexionsmodus, großflächige Ansicht, spiegelnd eingeschlossen, CIE 10° Beobachter, die Ausgaben sind CIE L^* , a^* , b^* . Eine Zunahme der positiven b^* -Werte zeigt eine Vergilbung an, während eine Abnahme der numerischen Werte von b^* eine Verringerung der Vergilbung anzeigt. Die Farbmessung und die Durchführung werden in größeren Einzelheiten in Anni Berger-Schunn in *Practical Color Measurements*, Wiley, NY, Seiten 39–56 und 91–98 (1994) erörtert. Bevorzugt beträgt bei 20 Mil-Folien der b^* -Wert weniger als +0,75, bevorzugter etwa +0,25 bis etwa –0,25.

BEISPIELE 1–5 (Bezug)

[0040] Diese Beispiele erläutern die abträgliche Auswirkung von kommerziellen Phosphit-Stabilisatoren auf die hydrolytische Stabilität von Polycarbonat-Polyester-Mischungen.

[0041] Der Polyester, Polyester A, ist ein Polyester, der 74 Molprozent Terephthalsäure-Reste, 26 Molprozent Isophthalsäure-Reste und 100 Molprozent 1,4-Cyclohexandimethanol-Reste mit einer inneren Viskosität von etwa 0,74 umfasst und etwa 100 ppmw Titanmetall enthält, und das Polycarbonat, Polycarbonat A, ist Bisphenol A-polycarbonat, geliefert von Bayer als Makrolon 2608. Die folgenden kommerziellen Phosphite wurden verwendet: Ultrinox 626 (GE Speciality Chemicals, CAS-Nr. 26741-53-7, Bis(2,4-di-*t*-butylphenyl)pentaerythritdiphosphit), Ultrinox 641 (GE Speciality Chemicals, CAS-Nr. 26741-53-7, 2,4,6-Tri-*t*-butylphenyl-2-butyl-2-ethyl-1,3-propandiolphosphit), Weston 619 (GE Speciality Chemicals, CAS-Nr. 3806-34-6, Distearylpentaerythritdiphosphit) und Doverphos S-9228 (Dover Chemicals, CAS-Nr. 154862-43-8, Bis(2,4-dicumylphenyl)pentaerythritdiphosphit). Die Phosphit-Stabilisatoren wurden mit Polyester A unter Verwendung eines 19 mm-APV-Doppelschneckenextruders bei 250°C, 200 U/min bei einer Geschwindigkeit von etwa 5 lbs/h vorcompoundiert, um Konzentrate zu produzieren, die 5 Prozent Phosphit-Stabilisator enthielten. Mischungen von Polyester A und Polycarbonat A wurden durch Schmelzmischen eines 3:1-Gewichtsverhältnisses von Polyester A mit Polycarbonat A mit jeweils 0,5 Gewichtsprozent der verschiedenen Phosphit-Stabilisatoren hergestellt, wie in Tabelle 1 mitgeteilt. Die Mischungen wurden als 20 Mil-Extrusionsgießfilme unter Verwendung eines 1"-Killion-Doppelschneckenextruders bei 275°C und 70 U/min hergestellt. Die Folien wurden anschließend bei 70°C und 100 % relativer Feuchtigkeit bis zu 3 Wochen lang konditioniert und das Molekulargewicht der Polyester A- und Polycarbonat A-Komponente wurde durch GPC bestimmt, wie vorstehend beschrieben. Die Ergebnisse sind in Tabelle 1 gezeigt. Wie in Tabelle 1 gezeigt, verbessert die Zugabe eines Phosphit-Stabilisators die Mischungsfarbe (d.h. weniger gelb, wie durch niedrigeres b^* dargestellt); jedoch sind die Phosphite für die hydrolytische Stabilität der Mischung schädlich, wie durch die beträchtliche Abnahme des Molekulargewichts sowohl der Polyester A- als auch der Polycarbonat A-Komponente gezeigt.

TABELLE 1

Beispiel	Phosphit	20 Mil CIE b*	Hydrolytische Stabilität bei 70°C und 100 % relativer Feuchtigkeit				
			Einwirkung (Wochen)	Polyester A Mw	Polyester A ΔMw (%)	Polycarbonat A Mw	Polycarbonat A ΔMw (%)
1	Kein Stabilisator	9,6	0	23297	0,0	13582	0,0
			1	23595	1,3	12446	-8,4
			2	23408	0,5	14007	3,1
			3	23528	1,0	13391	-1,4
2	Weston 619	-0,1	0	23123	0,0	20723	0,0
			1	21337	-7,7	14339	-30,8
			2	20532	-11,2	12239	-40,9
			3	20317	-12,1	9919	-52,1
3	Ultrinox 626	0,5	0	22559	0,0	21684	0,0
			1	20813	-7,7	14663	-32,4
			2	20452	-9,3	12888	-40,6
			3	20129	-10,8	11102	-48,8
4	Doverphos 9228	0,4	0	22339	0,0	20935	0,0
			1	20937	-6,3	14860	-29,0
			2	20112	-10,0	13385	-36,1
			3	20641	-7,6	11561	-44,8
5	Ultrinox 641	0,6	1	22651	0,0	20128	0,0
			2	21367	-5,7	12889	-36,0
			3	20461	-9,7	11244	-44,1
			4	20574	-9,2	9722	-51,7

Weston 619 ist Distearylpentaerythritdiphosphit.

Ultrinox 626 ist Bis(2,4-di-t-butylphenyl)pentaerythritdiphosphit.

Doverphos 9228 ist Bis(2,4-dicumylphenyl)pentaerythritdiphosphit.

Ultrinox 641 ist 2,4,6-Tri-t-butylphenyl-2-butyl-2-ethyl-1,3-propandiolphosphit.

BEISPIELE 6-9 SIND PHOSPHOR(III)-SÄURE-SALZE VON GEHINDERTEN AMIN-LICHTSTABILISATOREN (HALS)

[0042] Diese Beispiele erläutern eine verbesserte hydrolytische Stabilität von Polycarbonat-Polyester-Mischungen, die Phosphor(III)-säure-Salze von HALS enthalten, im Vergleich zu Mischungen, die Phosphor(III)-säure enthalten. Der Polyester, Polyester B, umfasste 100 Molprozent Terephthalsäure-Reste, 62 Molprozent Cyclohexandimethanol- und 38 Molprozent Ethylenglycol-Reste mit einer inneren Viskosität von etwa 0,7 und das Polycarbonat, Polycarbonat B, ist ein Bisphenol A-polycarbonat (Handelsname Makrolon 1804 (Bayer Corporation)), von dem angenommen wird, dass es etwa 0,25 Gew.-% einer Ultraviolettlicht-absorbierenden Verbindung und ein blaues Toner-Färbemittel enthält. Eine Mischung im Gewichtsverhältnis 70:30 von Polyester B und Polycarbonat B (70:30-Mischung, bezogen auf Gewicht) wurde mit 0,03 Gewichtsprozent und 0,06 Gewichtsprozent Phosphor(III)-säure und den in Tabelle 2 beschriebenen Phosphor(III)-säure-Salzen schmelzgemischt. Die Phosphor(III)-säure-Salze wurden unter Verwendung eines WP 30 mm-Doppelschneckenextruders bei 250°C, 250 U/min mit einer Geschwindigkeit von 40 lbs/h compoundiert, um Konzentrate zu produzieren, die 5 Prozent Phosphor(III)-säure-Salze enthielten. Die Mischungen von Polyester B und Polycarbonat B wurden anschließend unter Verwendung eines 1" Killion-Einzelschnecken-Extruders bei 275°C und 70 U/min als 20 Mil-Extrusionsgießfolien hergestellt.

BEISPIEL 6 KEIN STABILISATOR (VERGLEICHBSBEISPIEL)

[0043] Eine Mischung wurde, wie vorstehend beschrieben, ohne jeglichen zugesetzten Stabilisator hergestellt.

BEISPIEL 7 PHOSPHOR(III)-SÄURE (VERGLEICHBSBEISPIEL)

[0044] Ein Phosphor(III)-säure-Konzentrat wurde durch Mischen von Pellets von Polyester B mit einer 45-gewichtsprozentigen wässrigen Lösung von Phosphor(III)-säure und anschließendes Trocknen unter Vakuum hergestellt, um ein Konzentrat zu erzeugen, das 2,5 Prozent Phosphor(III)-säure enthielt. Mischungen mit 0,03 Gewichtsprozent und 0,06 Gewichtsprozent Phosphor(III)-säure wurden hergestellt, wie vorstehend beschrieben.

BEISPIELE 8–10 PHOSPHOR(III)-SÄURE-SALZE VON CYASORB UV-3529

[0045] Phosphor(III)-säure und Cyasorb UV-3529 (geliefert von Cytec Industries, Inc.), bei dem es sich um einen polymeren gehinderten Amin-Lichtstabilisator (HALS) handelt, von dem angenommen wird, dass er allgemein mit Verbindungen der oben angeführten Amin-Formel (6) übereinstimmt, in der $R_3 = R_4 = R_5 = R_6 = R_7 = \text{Methyl}$; L_1 Hexamethylen ist; und $(R_9)(R_{10})N$ -zusammen eine Morpholinogruppe darstellen, wurden in einen großen Mörser mit Pistill gemäß Tabelle 2 gegeben. Die Feststoffe wurden zu einem feinen Pulver zerrieben, wodurch ein Salz gebildet wurde, und über Nacht in einen Vakuumofen bei 70°C mit einem leichten Zustrom von trockenem Stickstoff gegeben. Man ließ den Festkörper auf Raumtemperatur abkühlen und zerrieb ihn unter Verwendung von Mörser und Pistill wieder zu einem feinen Pulver. Mischungen wurden mit 0,03 und 0,06 Gewichtsprozent jedes Phosphor(III)-säure-Salzes hergestellt, wie oben beschrieben.

TABELLE 2

Beispiel	Phosphor(III)-säure (g)	Cyasorb 3529 (g)
8	32,76	200
9	65,45	200
10	98,18	200

BEISPIELE 11–14 PHOSPHOR(III)-SÄURE-SALZE VON CHIMASSORB 119

[0046] Phosphor(III)-säure und Chimassorb 119 wurden in einen großen Mörser und Pistill gemäß Tabelle 3 gegeben. Der chemische Name für Chimassorb 119[®] ist 1,3,5-Triazin-2,4,6-triamin, N,N'-1,2-Ethandiyldis[[[4,6-bis[butyl-1,2,2,6,6-pentamethyl-4-piperidiny]amino]-1,3,5-triazin-2-yl]amino]-3,1-propandiyldis[[[N,N"-dibutyl, N,N"-Bis(1,2,2,6,6-pentamethyl-4-piperidiny)]- Die Feststoffe wurden zu einem feinen Pulver zerrieben und über Nacht in einen Vakuumofen bei 70°C mit einem leichten Zustrom von Stickstoff gegeben. Man ließ den Festkörper auf Raumtemperatur abkühlen und zerrieb ihn unter Verwendung von Mörser und Pistill wieder zu einem feinen Pulver. Mischungen mit 0,03 und 0,06 Gewichtsprozent jedes Phosphor(III)-säure-Salzes wurden hergestellt, wie vorstehend beschrieben.

TABELLE 3

Beispiel	Phosphor(III)-säure (g)	Chimassorb 119 (g)
11	37,19	200
12	74,38	200
13	111,57	200
14	148,76	200

BEISPIELE 15–17 PHOSPHOR(III)-SÄURE-SALZE VON TINUVIN 770

[0047] In einen sauberen trockenen 5 l-Dreihalsrundkolben, der mit einem mechanischen Rührer, Thermoelement, Heizmantel und Zugabetrichter ausgestattet war, wurden Tinuvin 770, wie in Tabelle 4 beschrieben, und 1,5 l Isopropylalkohol gegeben. (Tinuvin 770 ist ein gehinderter Amin-Lichtstabilisator, von dem annimmt,

dass er allgemein mit den Verbindungen der oben angegebenen Amin-Formel (3) übereinstimmt, worin $R_3 = R_4 = R_5 = R_6 = \text{Methyl}$; R_7 Wasserstoff ist; Y_2 für $-\text{OCO}-$ steht; und L_1 Octamethylen ist). Die Mischung wurde auf 30°C erwärmt und gerührt, bis eine homogene Lösung erhalten wurde. In ein sauberes trockenes 2 l-Becherglas wurde Phosphor(III)-säure, wie in Tabelle 5 angegeben, und 1 l Isopropylalkohol gegeben. Die Mischung wurde gerührt, bis eine homogene Lösung erhalten wurde. Die Phosphor(III)-säure-Lösung wurde in den Zugabetrichter gegeben und mit einer Geschwindigkeit von etwa 50 ml/min dem gerührten Reaktionsgefäß zugeführt. Es bildete sich ein Festkörper, als die Phosphor(III)-säure-Lösung zugesetzt wurde. Das Rühren wurde nach Beendigung der Zugabe der Phosphor(III)-Säure-Lösung 1 h bei etwa 30°C fortgesetzt. Man ließ die Reaktionsmischung auf Raumtemperatur abkühlen und das Produkt wurde weiter durch Zugabe jeweils der Hälfte des Materials zu zwei 4 l-Bechergläsern (ausgestattet mit einem mechanischen Rührer) gefällt, welche 1,5 l rasch gerührtes Heptan enthielten. Das feste Material wurde durch Saugfiltration gesammelt, mit 500 ml Heptan gewaschen und dann über Nacht auf dem Filterpapier trocknen gelassen. Der feste Kuchen wurde zerbrochen, in einen $12'' \times 7'' \times 2''$ -Aluminiumtiegel gegeben und in einem Vakuumofen bei 70°C bei etwa 15 mm Hg mit einem leichten Zustrom von trockenem Stickstoff 2 Tage lang getrocknet. Mischungen mit 0,03 und 0,06 Gewichtsprozent jedes Phosphor(III)-säure-Salzes wurden hergestellt, wie vorstehend beschrieben.

TABELLE 4

Beispiel	Phosphor(III)-säure g (Mol)	Tinuvin 770 g (Mol)	Ausbeute (% der Theorie)
15	450 (0,94)	76,71 (0,94)	90
16	425 (0,88)	106,68 (1,32)	97
17	400 (0,83)	143,20 (1,75)	97

BEISPIEL 18 PHOSPHOR(III)-SÄURE-SALZ VON CYASORB UV-3346

[0048] In einen sauberen trockenen 5 l-Dreihalsrundkolben, der mit einem mechanischen Rührer und Zugabetrichter ausgestattet war, wurden 200 g Cyasorb UV-3346 (HALS, geliefert von Cytec Industries, Inc.) und 1 kg Toluol gegeben. Cyasorb UV-3346 ist ein polymerer gehinderter Amin-Lichtstabilisator, von dem angenommen wird, dass er allgemein mit den Verbindungen der oben angegebenen Amin-Formel (6) übereinstimmt, $R_3 = R_4 = R_5 = R_6 = \text{Methyl}$; $R_7 = \text{Wasserstoff}$; L_1 ist Hexamethylen; und $(R_9)(R_{10})N$ stellen zusammen eine Morpholinogruppe dar. Die Mischung wurde gerührt, bis eine homogene Lösung erhalten wurde. In ein sauberes trockenes 1 l-Becherglas wurden 30,69 g Phosphor(III)-säure und 200 g Isopropylalkohol gegeben. Die Mischung wurde gerührt, bis eine homogene Lösung erhalten wurde. Die Phosphor(III)-säure-Lösung wurde in den Zugabetrichter gegeben und mit einer Geschwindigkeit von 13 ml/min dem gerührten Reaktionsgefäß zugeführt. Ein Niederschlag begann sich zu bilden. Das Rühren wurde für etwa 30 min nach Beendigung der Zugabe der Phosphor(III)-säure-Lösung fortgesetzt. Heptan (1 kg) wurde mit Tropfgeschwindigkeit zu der Reaktionsmischung gegeben, um das Produkt auszufällen. Das feste Material wurde durch Saugfiltration gesammelt und zweimal mit 100 ml Heptan gewaschen, dann auf dem Filterpapier über Nacht trocknen gelassen. Der feste Kuchen wurde zerbrochen, in einen $12'' \times 7'' \times 2''$ -Aluminiumtiegel gegeben und in einem Vakuumofen bei 70°C bei etwa 15 mm Hg mit einem leichten Zustrom von trockenem Stickstoff 24 h lang getrocknet, was 230,05 g Material ergab (100 % der theoretischen Ausbeute). Mischungen wurden mit 0,03 und 0,06 Gewichtsprozent des Phosphor(III)-säure-Salzes hergestellt, wie vorstehend beschrieben.

BEISPIEL 19 PHOSPHOR(III)-SÄURE-SALZ VON CYASORB UV-3346

[0049] In einen sauberen trockenen 5 l-Dreihalsrundkolben, der mit einem mechanischen Rührer und Zugabetrichter ausgestattet war, wurden 200 g Cyasorb UV-3346, das bereits in Beispiel 18 beschrieben wird, und 1 kg Toluol gegeben. Die Mischung wurde gerührt, bis eine homogene Lösung erhalten wurde. In ein sauberes trockenes 1 l-Becherglas wurden 61,37 g Phosphor(III)-säure und 400 g Isopropylalkohol gegeben. Die Mischung wurde gerührt, bis eine homogene Lösung erhalten wurde. Die Phosphor(III)-säure-Lösung wurde in den Zugabetrichter gegeben und mit einer Geschwindigkeit von etwa 10 ml/min dem gerührten Reaktionsgefäß zugeführt. Ein Niederschlag begann sich zu bilden. Das Rühren wurde etwa 30 min lang nach vollständiger Zugabe der Phosphor(III)-salz-Lösung fortgesetzt. Heptan (1 kg) wurde mit Tropfgeschwindigkeit in die Reaktionsmischung gegeben, um das Produkt auszufällen. Das feste Material wurde durch Saugfiltration gesammelt und zweimal mit 100 ml Heptan gewaschen, dann über Nacht auf dem Filterpapier trocknen gelassen. Der feste Kuchen wurde zerbrochen, in einen $12'' \times 7'' \times 2''$ -Aluminiumtiegel gegeben und in einem Vakuumofen bei 70°C bei etwa 15 mm Hg mit einem leichten Zustrom von trockenem Stickstoff 24 h lang getrocknet, was

259,09 g Material ergab (100 % der theoretischen Ausbeute). Mischungen mit 0,03 und 0,06 Gewichtsprozent des Phosphor(III)-säure-Salzes wurden hergestellt, wie vorstehend beschrieben.

[0050] Die in den Beispielen 6–19 beschriebenen Mischungen wurden bezüglich ihrer hydrolytischen Stabilität bei 70°C und 100 % relativer Feuchtigkeit für bis zu 6 Wochen bewertet, wie vorstehend beschrieben. Die Ergebnisse für Mischungen, die 0,03 und 0,06 Gewichtsprozent Phosphor(III)-säure-Salz enthielten, sind in Tabelle 5 bzw. 6 gezeigt. Wie gezeigt, verbessert die Zugabe von Phosphor(III)-säure oder Phosphor(III)-säure-Salzen von HALS dramatisch die Farbe (d.h. weniger gelb, wie durch ein niedrigeres b^* dargestellt) von Polycarbonat-Polyester-Mischungen im Vergleich zu Mischungen ohne eine Phosphorhaltige Verbindung (Beispiel 6). Beispiel 7 dient dazu, die abträgliche Wirkung von Phosphor(III)-säure auf die hydrolytische Stabilität der Mischungskomponenten zu erläutern, ähnlich den Ergebnissen, die vorstehend in den Beispielen 2–5 gezeigt wurden, welche kommerzielle Phosphit-Stabilisatoren enthielten. Jedoch ist die hydrolytische Stabilität der Mischungskomponenten bei Mischungen, die Phosphor(III)-säure-Salze von HALS enthielten (Beispiele 8–19), im Vergleich zu den Mischungen, die nur Phosphor(III)-säure enthielten (Beispiel 7), deutlich verbessert.

TABELLE 5. Hydrolytische Stabilität von Mischungen mit 0,03 Gew.-% Phosphor(III)-säure-Salzen

Beispiel	CIE b^*	Polyester B				Polycarbonat B			
		Anfängliches Mw	ΔMw (%) 2 Wo	ΔMw (%) 4 Wo	ΔMw (%) 6 Wo	Anfängliches Mw	ΔMw (%) 2 Wo	ΔMw (%) 4 Wo	ΔMw (%) 6 Wo
6	0,9	29111	−0,6	−0,6	−1,9	22415	−5,5	−9,2	−10,5
7	−0,1	28379	−3,0	−6,9	−11,4	21990	−14,3	−34,6	−37,3
8	0,2	30055	0,7	−0,3	−1,7	21453	0,9	−9,0	−12,2
9	−0,1	29695	1,8	0,7	−1,6	20979	0,8	−9,3	−10,2
10	−0,1	29492	1,2	0,4	−1,9	22741	−10,6	−16,8	−18,9
11	0,5	30208	−1,1	−1,2	−2,1	22626	−4,8	−15,0	−13,3
12	0,3	29089	2,3	1,8	0,1	22191	−6,7	−17,9	−17,5
13	0,2	29321	−0,2	−1,5	−3,1	22220	−4,8	−19,2	−23,0
14	0,0	29067	0,2	−2,1	−4,9	22145	−10,7	−20,1	−23,6
15	0,1	29486	0,5	−0,4	0,0	22370	−11,1	−20,7	−20,0
16	0,0	29376	1,0	0,8	−0,1	22220	−11,9	−19,4	−20,8
17	−0,1	29746	−1,3	−1,0	−2,5	21808	−14,3	−16,6	−30,7
18	0,1	30093	0,6	−1,0	−2,0	22463	−7,5	−14,4	−17,9
19	0,1	29609	1,3	0,7	−2,3	23009	−12,2	−15,0	−17,4

TABELLE 6. Hydrolytische Stabilität von Mischungen mit 0,06 Gewichtsprozent Phosphor(III)-säure-Salzen

Beispiel	CIE b*	Polyester B				Polycarbonat B			
		Anfang-liches Mw	Δ Mw (%) 2 Wo	Δ Mw (%) 4 Wo	Δ Mw (%) 6 Wo	Anfang-liches Mw	Δ Mw (%) 2 Wo	Δ Mw (%) 4 Wo	Δ Mw (%) 6 Wo
6	0,9	29111	-0,6	-0,6	-1,9	22415	-5,5	-9,2	-10,5
7	-0,2	28477	-12,7	-19,1	-24,7	21518	-27,8	-53,1	-55,4
8	-0,2	29538	1,4	0,2	-0,6	21717	-6,8	-15,0	-15,3
9	-0,2	30029	0,6	-1,6	-3,0	22270	-4,5	-17,1	-16,2
10	-0,1	29518	1,5	0,8	-2,5	23287	-13,8	-21,7	-22,2
11	0,1	29884	0,7	-1,2	-3,0	22665	-13,6	-17,2	-19,3
12	0,0	29535	-0,2	-1,0	-2,9	21764	-3,5	-19,2	-19,1
13	-0,1	29351	-0,8	-2,7	-4,9	21614	-9,6	-16,2	-24,8
14	-0,1	29288	-1,9	-4,8	-9,9	22072	-16,6	-27,1	-31,0
15	0,0	29465	0,4	-0,2	-0,4	23459	-21,4	-27,8	-31,3
16	-0,1	29269	0,9	0,6	-1,2	21965	-12,1	-23,8	-29,8
17	-0,1	29189	0,8	1,2	-2,1	22114	-24,4	-30,6	-33,7
18	0,1	29962	-0,4	0,2	-2,6	22278	-4,1	-12,0	-15,5
19	-0,1	29864	0,3	-1,3	-2,3	22057	-4,5	-9,7	-18,4

BEISPIELE 20–22 PHOSPHOR(III)-SÄURE-SALZE, HERGESTELLT DURCH MECHANISCHE UND ORGANISCHE VERFAHREN

[0051] Diese Beispiele erläutern verschiedene Verfahren zur Herstellung der Phosphor(III)-säure-Salze. In einen sauberen trockenen 5 l-Dreihalsrundkolben, der mit einem mechanischen Rührer und Zugabetrichter ausgestattet war, wurden 100 g Cyasorb UV-3529, das in den Beispielen 8–10 beschrieben ist, und 575 g Toluol gegeben. Die Mischung wurde gerührt, bis eine homogene Lösung erhalten wurde. In ein sauberes trockenes 2 l-Becherglas wurden 28,05 g (0,34 Mol) Phosphor(III)-säure und 575 g Isopropylalkohol gegeben. Die Mischung wurde gerührt, bis eine homogene Lösung erhalten wurde. Die Phosphor(III)-säure-Lösung wurde in den Zugabetrichter gegeben und dem gerührten Reaktionsgefäß über 2 h (tropfenweise zugesetzt) zugeführt. Das Rühren wurde etwa 30 min lang nach vollständiger Zugabe der Phosphor(III)-säure-Lösung fortgesetzt. Das Reaktionsprodukt wurde durch Zugabe jeweils der Hälfte der Reaktionsmischung zu zwei 4 l-Bechergläsern (ausgestattet mit einem mechanischen Rührer) gefällt, welche 2475 g rasch gerührtes Heptan enthielten. Das feste Material wurde durch Saugfiltration gesammelt und mit 500 ml Heptan gewaschen, dann über Nacht auf dem Filterpapier trocknen gelassen. Der feste Kuchen wurde zerbrochen, in einen 12" × 7" × 2"-Aluminiumtiegel gegeben und in einem Vakuumofen bei 70°C bei etwa 150 Torr unter leichtem Zustrom von trockenem Stickstoff 24 h lang getrocknet, was 135,07 g Material ergab (> 100 % der Theorie, leicht Lösungsmittel-nass).

[0052] Mischungen von Polyester B und Polycarbonat B (Mischungsverhältnis von 70:30 bezüglich Gewicht) wurden zusammen mit 0,1 Gewichtsprozent des durch ein organisches Verfahren hergestellten Phosphor(III)-säure-Salzes (Beispiel 20), des Phosphor(III)-säure-Salzes, das durch ein in Beispiel 9 beschriebenes mechanisches Verfahren hergestellt wurde (Beispiel 21), und von Weston 619 (Beispiel 22) zum Vergleich schmelzgemischt. Die Phosphor(III)-säure-Salze und Weston 619 wurden unter Verwendung eines 30 mm-WP-Doppelschneckenextruders bei 250°C, 250 U/min mit einer Geschwindigkeit von etwa 40 lbs/h mit Polyester B compounding, um Konzentrate zu erzeugen, die 5 Prozent jedes Zusatzes enthielten. Die Mischungen wurden als 20 Mil-Extrusionsgießfolien unter Verwendung eines 1" Killion-Einzelschneckenextruders bei 275°C und 70 U/min hergestellt. Die Mischungen wurden bezüglich hydrolytischer Stabilität bei 70°C und 100 % relativer Feuchtigkeit für 6 Wochen bewertet, wie zuvor beschrieben, und die Ergebnisse sind in Tabelle 7 gezeigt. Die Ergebnisse zeigen im Vergleich zum herkömmlichen Phosphit-Stabilisator Weston 619 (Beispiel 22) eine deutlich verbesserte hydrolytische Stabilität der Mischungen, die das Phosphor(III)-säure-Salz enthielten, unabhängig davon, ob es durch ein organisches Verfahren (Beispiel 20) oder ein mechanisches Verfahren (Beispiel 21) hergestellt war.

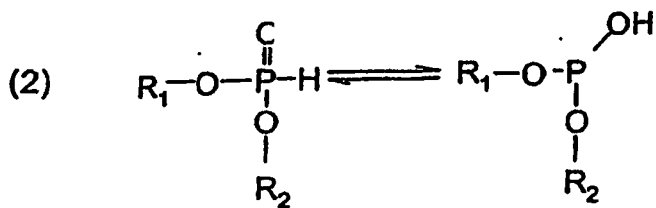
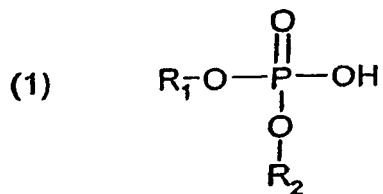
TABELLE 7

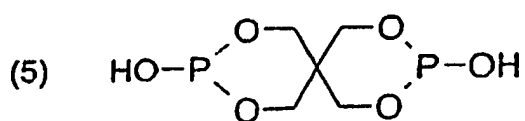
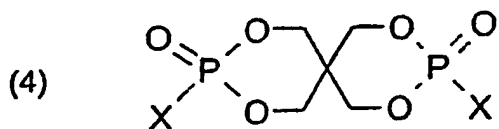
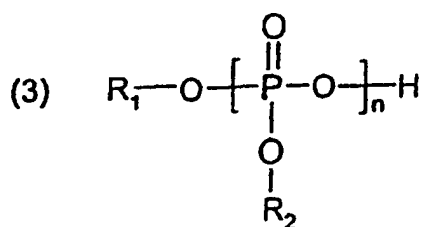
Beispiel	Polyester B				Polycarbonat B			
	Anfängliches Mw	Δ Mw (%) 2 Wo	Δ Mw (%) 4 Wo	Δ Mw (%) 6 Wo	Anfängliches Mw	Δ Mw (%) 2 Wo	Δ Mw (%) 4 Wo	Δ Mw (%) 6 Wo
20	27105	-1,7	-3,1	7,3	23287	-8,4	-21,6	-25,5
21	26159	1,1	-0,8	7,9	22538	-8,1	-18,2	-24,0
22	25957	-6,4	-9,1	-8,5	22308	-25,7	-40,3	-49,0

Patentansprüche

1. Polycarbonat- oder Polycarbonatmischungs-Zusammensetzung (A), umfassend:
(B) 0,01 bis 0,25 Gewichtsprozent, bezogen auf das Gesamtgewicht der Zusammensetzung, mindestens eines Salzes, das durch Umsetzung einer oder mehrerer saurer Phosphor-haltiger Verbindungen mit einem oder mehreren gehinderten Amin-Lichtstabilisatoren hergestellt ist.

2. Zusammensetzung nach Anspruch 1, in der die sauren Phosphor-Verbindungen ausgewählt sind aus den Verbindungen mit den Formeln:





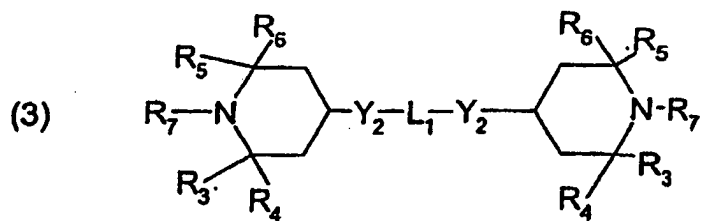
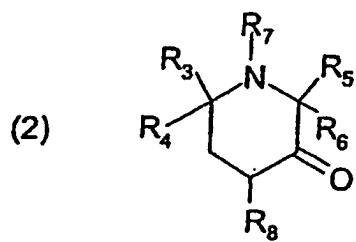
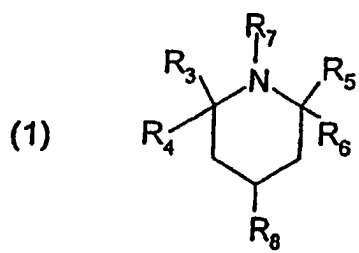
worin

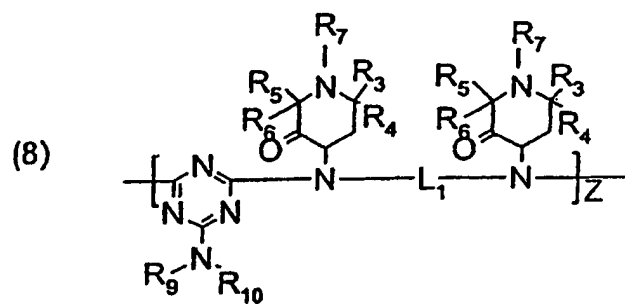
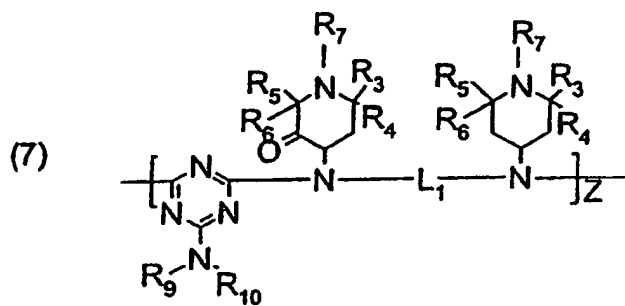
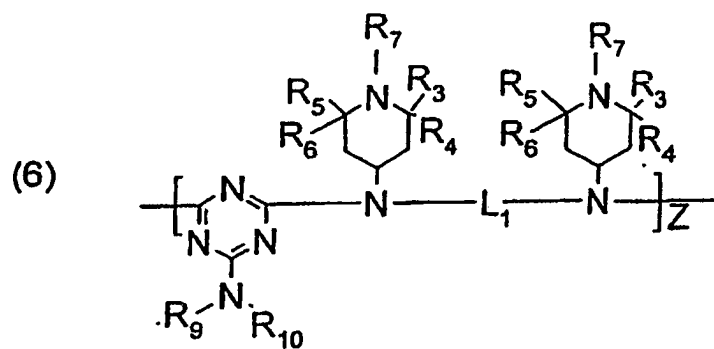
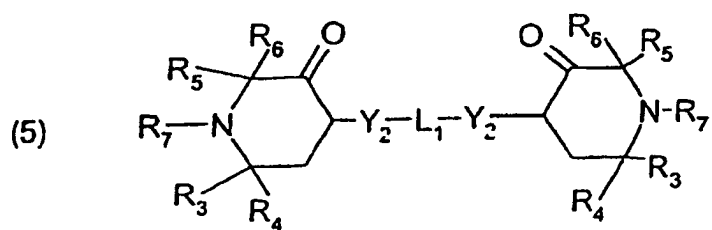
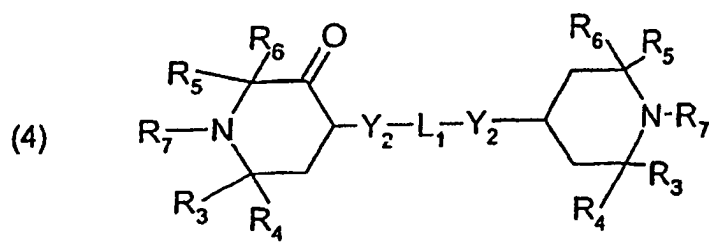
R_1 und R_2 unabhängig aus Wasserstoff, $(\text{C}_1\text{-C}_{22})$ -Alkyl, substituiertem $(\text{C}_1\text{-C}_{22})$ -Alkyl, $(\text{C}_3\text{-C}_8)$ -Cycloalkyl, substituiertem $(\text{C}_3\text{-C}_8)$ -Cycloalkyl, Heteroaryl und Aryl ausgewählt sind;

n für 2 bis 500 steht; und

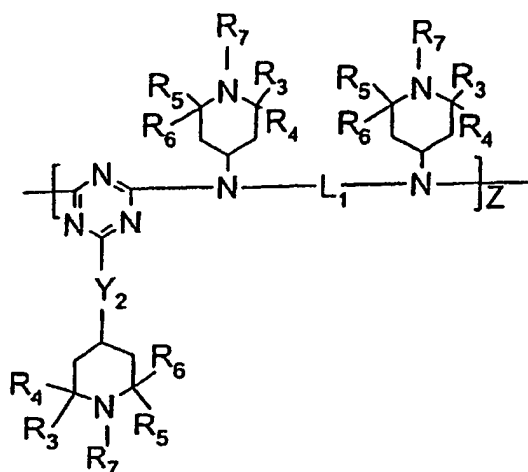
X aus Wasserstoff und Hydroxy ausgewählt ist;

und worin die gehinderten Amin-Lichtstabilisatoren ausgewählt sind aus Verbindungen mit den Formeln:

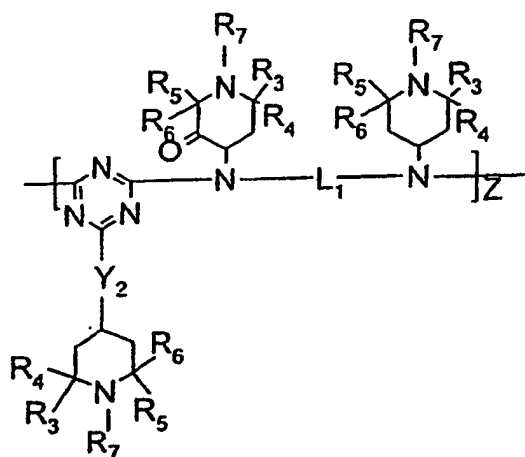




(9)



(10)





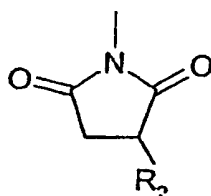
worin

R₁ und R₂ unabhängig aus Wasserstoff, (C₁-C₂₂)-Alkyl, substituiertem (C₁-C₂₂)-Alkyl, (C₃-C₈)-Cycloalkyl, substituiertem (C₃-C₈)-Cycloalkyl, Heteroaryl und Aryl ausgewählt sind;

R₃, R₄, R₅ und R₆ unabhängig aus Wasserstoff, (C₁-C₂₂)-Alkyl, substituiertem (C₁-C₂₂)-Alkyl, (C₃-C₈)-Cycloalkyl, substituiertem (C₃-C₈)-Cycloalkyl, Heteroaryl, Aryl ausgewählt sind;

R₇ aus Wasserstoff, -OR₆, (C₁-C₂₂)-Alkyl, substituiertem (C₁-C₂₂)-Alkyl, (C₃-C₈)-Cycloalkyl, substituiertem (C₃-C₈)-Cycloalkyl ausgewählt ist;

R₈ ausgewählt ist aus Wasserstoff; (C₁-C₂₂)-Alkyl, substituiertem (C₁-C₂₂)-Alkyl, (C₃-C₈)-Cycloalkyl, substituiertem (C₃-C₈)-Cycloalkyl, Heteroaryl, Aryl, -Y₁-R₁ und einer Succinimido-Gruppe mit der Formel



R_9 und R_{10} unabhängig aus Wasserstoff, (C_1-C_{22}) -Alkyl, substituiertem (C_1-C_{22}) -Alkyl, (C_3-C_8) -Cycloalkyl und substituiertem (C_3-C_8) -Cycloalkyl ausgewählt sind; R_9 und R_{10} zusammen eine zweiwertige Gruppe unter Bildung eines Rings mit dem Stickstoffatom, an dem sie angebracht sind, darstellen können, z.B. Morpholino, Piperidino und dergleichen;

L_1 eine zweiwertige Verknüpfungsgruppe ist, die aus (C_2-C_{22}) -Alkylen;

$-(CH_2CH_2-Y_1)_{1-3}-CH_2CH_2-$; (C_3-C_8) -Cycloalkylen; Arylen oder $-CO-L_2-OC-$ ausgewählt ist;

L_2 aus (C_1-C_{22}) -Alkylen, Arylen, $-(CH_2CH_2-Y_1)_{1-3}-CH_2CH_2-$ und (C_3-C_8) -Cycloalkylen ausgewählt ist;

Y_1 aus $-OC(O)-$, $-NHC(O)-$, $-O-$, $-S-$, $-N(R_1)-$ ausgewählt ist;

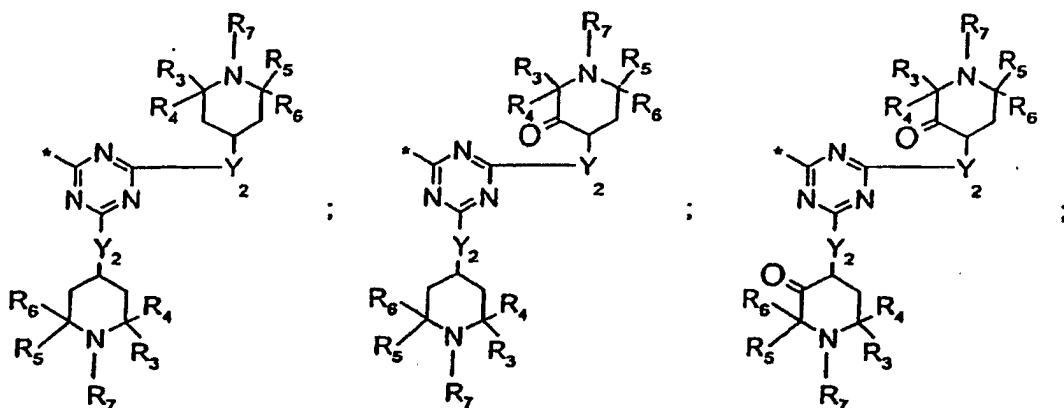
Y_2 aus $-O-$ oder $-N(R_1)-$ ausgewählt ist;

Z eine positive ganze Zahl von bis zu 20, bevorzugt bis zu 6 ist;

m_1 aus 0 bis 10 ausgewählt ist;

n_1 eine positive ganze Zahl ist, die aus 2 bis 12 ausgewählt ist;

R_{11} und R_{12} unabhängig aus Wasserstoff, (C_1-C_{22}) -Alkyl, substituiertem (C_1-C_{22}) -Alkyl, (C_3-C_8) -Cycloalkyl, substituiertem (C_3-C_8) -Cycloalkyl, Heteroaryl, Aryl und einem Rest A ausgewählt sind, wobei der Rest A aus den folgenden Strukturen ausgewählt ist:



Rest A-Strukturen, worin * die Stelle der Verknüpfung bezeichnet.

worin mindestens eines von R_{11} und R_{12} ein Rest A ist; und wobei das Verhältnis der Zahl der Phosphoratome in der sauren Phosphorhaltigen Verbindung zur Zahl der basischen Stickstoffatome in dem HALS 0,25 bis 2, bevorzugt 0,5 bis 1,1 beträgt.

3. Polymerzusammensetzung nach Anspruch 1, umfassend:

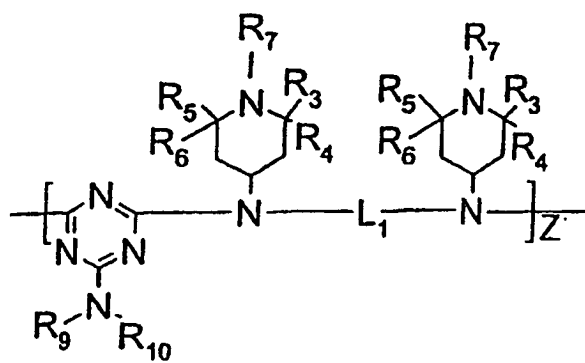
(B) 0,01 bis 0,25 Gewichtsprozent, bezogen auf das Gesamtgewicht der Polycarbonat-Zusammensetzung, mindestens eines Salzes, das durch die Umsetzung einer oder mehrerer saurer Phosphor-haltiger Verbindungen, die aus Phosphorsäure, phosphoriger Säure und Polyphosphorsäure ausgewählt sind, mit einem oder mehreren gehinderten Amin-Lichtstabilisatoren nach Anspruch 2 hergestellt wird.

4. Zusammensetzung nach Anspruch 3, in der die Komponente B 0,05 bis 0,15 Gewichtsprozent, bezogen auf das Gesamtgewicht der Polycarbonat-Zusammensetzung, mindestens eines Salzes umfasst, worin R_7 Wasserstoff oder Alkyl ist und das Verhältnis der Zahl der Phosphoratome in der sauren Phosphor-haltigen Verbindung zur Zahl der basischen Stickstoffatome in der gehinderten Amin-Lichtstabilisatorverbindung 0,25 bis 1,1 beträgt.

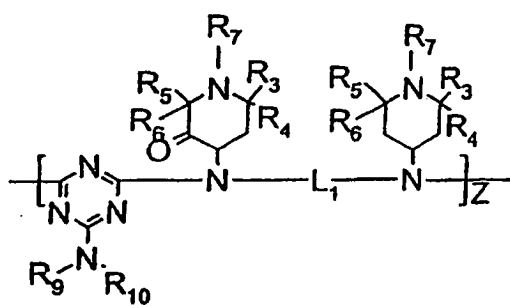
5. Zusammensetzung nach Anspruch 1, umfassend:

(B) 0,01 bis 0,25 Gewichtsprozent, bezogen auf das Gesamtgewicht der Zusammensetzung, mindestens eines Salzes, das hergestellt ist durch die Umsetzung von phosphoriger Säure mit einem oder mehreren gehinderten Amin-Lichtstabilisatoren der Formeln:

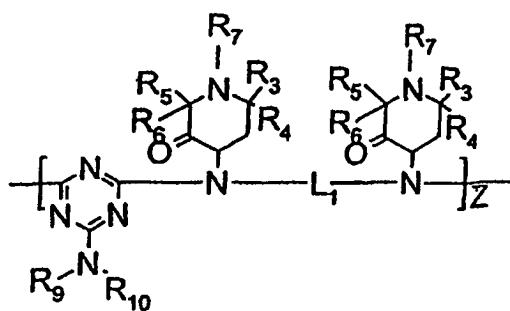
(6)

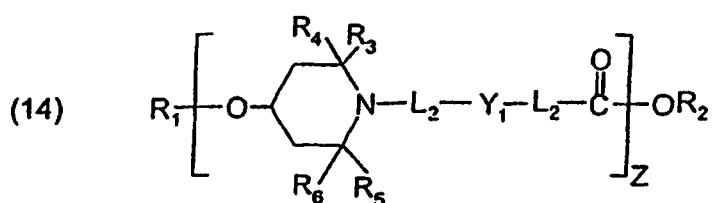
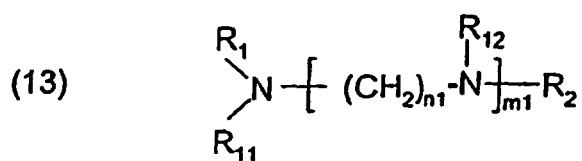
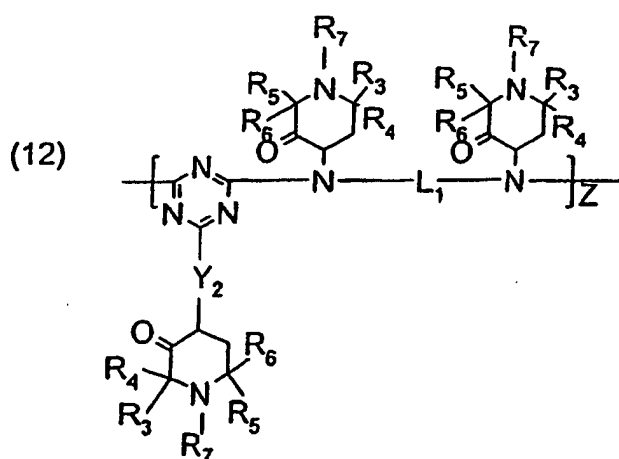
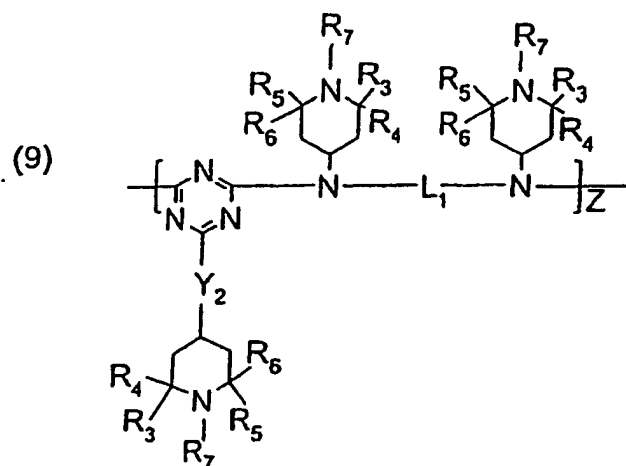


(7)



(8)

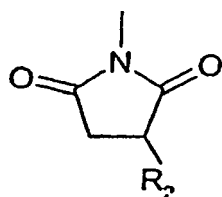




worin

R_1 und R_2 unabhängig aus Wasserstoff, (C_1-C_{22}) -Alkyl, substituiertem (C_1-C_{22}) -Alkyl, (C_3-C_8) -Cycloalkyl, substituiertem (C_3-C_8) -Cycloalkyl, Heteroaryl und Aryl ausgewählt sind;

R_3, R_4, R_5 und R_6 unabhängig aus Wasserstoff, (C_1-C_{22}) -Alkyl, substituiertem (C_1-C_{22}) -Alkyl, (C_3-C_8) -Cycloalkyl, substituiertem (C_3-C_8) -Cycloalkyl, Heteroaryl, Aryl ausgewählt sind;
 R_7 aus Wasserstoff, $-OR_6$, (C_1-C_{22}) -Alkyl, substituiertem (C_1-C_{22}) -Alkyl, (C_3-C_8) -Cycloalkyl, substituiertem (C_3-C_8) -Cycloalkyl ausgewählt ist;
 R_8 ausgewählt ist aus Wasserstoff, (C_1-C_{22}) -Alkyl, substituiertem (C_1-C_{22}) -Alkyl, (C_3-C_8) -Cycloalkyl, substituiertem (C_3-C_8) -Cycloalkyl, Heteroaryl, Aryl, $-Y_1-R_1$ und einer Succinimido-Gruppe mit der Formel



R_9 und R_{10} unabhängig aus Wasserstoff, (C_1-C_{22}) -Alkyl, substituiertem (C_1-C_{22}) -Alkyl, (C_3-C_8) -Cycloalkyl und substituiertem (C_3-C_8) -Cycloalkyl ausgewählt sind; R_9 und R_{10} zusammen eine zweiwertige Gruppe unter Bildung eines Rings mit dem Stickstoffatom, an dem sie angebracht sind, darstellen können, z.B. Morpholino, Piperidino und dergleichen;

L_1 eine zweiwertige Verknüpfungsgruppe ist, die aus (C_2-C_{22}) -Alkylen;

$-(CH_2CH_2-Y_1)_{1-3}-CH_2CH_2-$; (C_3-C_8) -Cycloalkylen; Arylen oder $-CO-L_2-OC-$ ausgewählt ist;

L_2 aus (C_1-C_{22}) -Alkylen, Arylen, $-(CH_2CH_2-Y_1)_{1-3}-CH_2CH_2-$ und (C_3-C_8) -Cycloalkylen ausgewählt ist;

Y_1 aus $-OC(O)-$, $-NHC(O)-$, $-O-$, $-S-$, $-N(R_1)-$ ausgewählt ist;

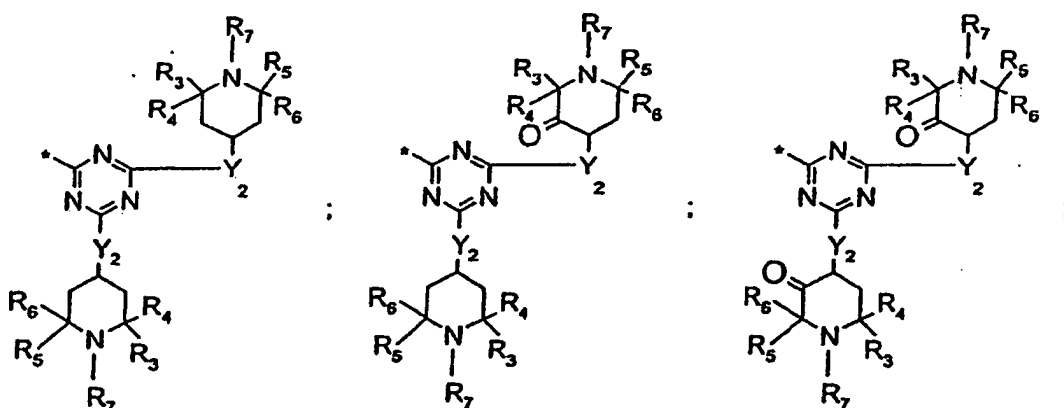
Y_2 aus $-O-$ oder $-N(R_1)-$ ausgewählt ist;

Z eine positive ganze Zahl von bis zu 20, bevorzugt bis zu 6 ist;

m_1 aus 0 bis 10 ausgewählt ist;

n_1 eine positive ganze Zahl ist, die aus 2 bis 12 ausgewählt ist;

R_{11} und R_{12} unabhängig aus Wasserstoff, (C_1-C_{22}) -Alkyl, substituiertem (C_1-C_{22}) -Alkyl, (C_3-C_8) -Cycloalkyl, substituiertem (C_3-C_8) -Cycloalkyl, Heteroaryl, Aryl und einem Rest A ausgewählt sind, wobei der Rest A aus den folgenden Strukturen ausgewählt ist:

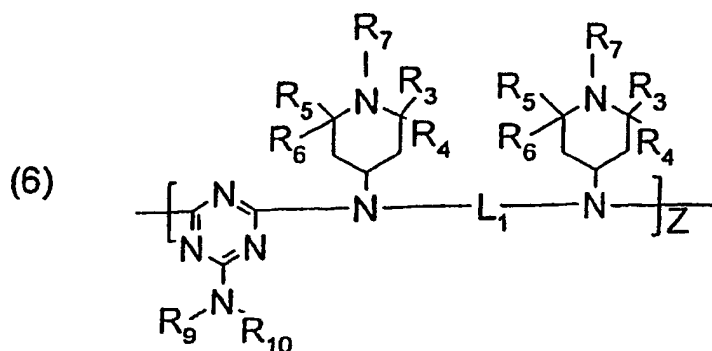


Rest A-Strukturen, worin * die Stelle der Verknüpfung bezeichnet.

worin mindestens eines von R_{11} und R_{12} ein Rest A ist; und wobei das Verhältnis der Zahl der Phosphoratome in der sauren Phosphorhaltigen Verbindung zur Zahl der basischen Stickstoffatome in dem HALS 0,25 bis 2, bevorzugt 0,5 bis 1,1 beträgt.

6. Zusammensetzung nach Anspruch 1, umfassend:

(B) 0,01 bis 0,25 Gewichtsprozent, bezogen auf das Gesamtgewicht der Zusammensetzung, mindestens eines Salzes, das hergestellt ist aus der Umsetzung von phosphoriger Säure mit einem gehinderten Amin-Lichtstabilisator mit der Formel:



worin

R_1 unabhängig aus Wasserstoff, (C_1-C_{22}) -Alkyl, substituiertem (C_1-C_{22}) -Alkyl, (C_3-C_8) -Cycloalkyl, substituiertem (C_3-C_8) -Cycloalkyl, Heteroaryl und Aryl ausgewählt ist;

R_3 , R_4 , R_5 und R_6 unabhängig aus Wasserstoff, (C_1-C_{22}) -Alkyl, substituiertem (C_1-C_{22}) -Alkyl, (C_3-C_8) -Cycloalkyl, substituiertem (C_3-C_8) -Cycloalkyl, Heteroaryl, Aryl ausgewählt sind;

R_7 aus Wasserstoff oder (C_1-C_{22}) -Alkyl ausgewählt ist;

R_9 und R_{10} unabhängig aus Wasserstoff, (C_1-C_{22}) -Alkyl, substituiertem (C_1-C_{22}) -Alkyl, (C_3-C_8) -Cycloalkyl und substituiertem (C_3-C_8) -Cycloalkyl ausgewählt sind, wobei mindestens eines von R_9 und R_{10} ein von Wasserstoff verschiedener Substituent ist; R_9 und R_{10} zusammen eine zweiwertige Gruppe unter Bildung eines Rings mit dem Stickstoffatom, an dem sie angebracht sind, darstellen können;

L_1 eine zweiwertige Verknüpfungsgruppe ist, die aus (C_2-C_{22}) -Alkylen;

$-(CH_2CH_2-Y_1)_{1-3}-CH_2CH_2-$; (C_3-C_8) -Cycloalkylen; Arylen oder $-CO-L_2-OC-$ ausgewählt ist;

L_2 aus (C_1-C_{22}) -Alkylen, Arylen, $-(CH_2CH_2-Y_1)_{1-3}-CH_2CH_2-$ und (C_3-C_8) -Cycloalkylen ausgewählt ist;

Y_1 aus $-OC(O)-$, $-NHC(O)-$, $-O-$, $-S-$, $-N(R_1)-$ ausgewählt ist; und

Z eine positive ganze Zahl bis zu 6 ist.

7. Zusammensetzung nach Anspruch 6, bei der die Komponente (B) 0,05 bis 0,15 Gewichtsprozent, bezogen auf das Gesamtgewicht der Zusammensetzung, des Salzes umfasst, wobei $R_3 = R_4 = R_5 = R_6 = R_7 = \text{Methyl}$; L_1 Hexamethylen ist; und $(R_9)(R_{10})N-$ zusammen eine Morpholino-Gruppe darstellen und das Verhältnis der Zahl der Phosphoratome in der phosphorigen Säure zur Zahl der basischen Stickstoffatome in dem gehinderten Amin-Lichtstabilisator 0,25 bis 1,1 beträgt.

8. Zusammensetzung nach Anspruch 7, bei der die Komponente (B) 0,05 bis 0,15 Gewichtsprozent, bezogen auf das Gesamtgewicht der Zusammensetzung, mindestens eines Salzes umfasst, in dem das Gewichtsverhältnis der Zahl der Phosphoratome in der phosphorigen Säure zur Zahl der basischen Stickstoffatome in dem gehinderten Amin-Lichtstabilisator 0,25 bis 0,6 beträgt.

9. Zusammensetzung nach Anspruch 1, in der mindestens eine basische organische Verbindung 1,3,5-Triazin-2,4,6-triamin,

N,N' -1,2-Ethandiylbis[[[4,6-bis[butyl-1,2,2,6,6-pentamethyl-4-piperidiny]amino]-1,3,5-triazin-2-yl]amino]-3,1-propandiyl]]bis[N,N"-dibutyl N,N"bis(1,2,2,6,6-pentamethyl-4-piperidiny)]- ist.

Es folgt kein Blatt Zeichnungen