



(19)  
Bundesrepublik Deutschland  
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) DE 603 06 371 T2 2007.06.21

(12)

## Übersetzung der europäischen Patentschrift

(97) EP 1 507 784 B1

(51) Int Cl.<sup>8</sup>: C07F 9/6574 (2006.01)

(21) Deutsches Aktenzeichen: 603 06 371.3

(86) PCT-Aktenzeichen: PCT/EP03/05371

(96) Europäisches Aktenzeichen: 03 755 934.1

(87) PCT-Veröffentlichungs-Nr.: WO 2003/102004

(86) PCT-Anmeldetag: 22.05.2003

(87) Veröffentlichungstag

der PCT-Anmeldung: 11.12.2003

(97) Erstveröffentlichung durch das EPA: 23.02.2005

(97) Veröffentlichungstag

der Patenterteilung beim EPA: 21.06.2006

(47) Veröffentlichungstag im Patentblatt: 21.06.2007

(30) Unionspriorität:

02405429 30.05.2002 EP

(84) Benannte Vertragsstaaten:

AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB,  
GR, HU, IE, IT, LI, LU, MC, NL, PT, RO, SE, SI, SK,  
TR

(73) Patentinhaber:

Ciba Speciality Chemicals Holding Inc., Basel, CH

(72) Erfinder:

THIBAUT, Daniel, F-68730 Blotzheim, FR

(74) Vertreter:

PFENNING MEINIG & PARTNER GbR, 80339  
München

(54) Bezeichnung: AMORPHE FESTE MODIFIKATION VON BIS(2,4-DICUMYLPHENYL) PENTAERYTHRITDIPHOSPHIT

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 eingelebt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99 (1) Europäisches Patentübereinkommen).

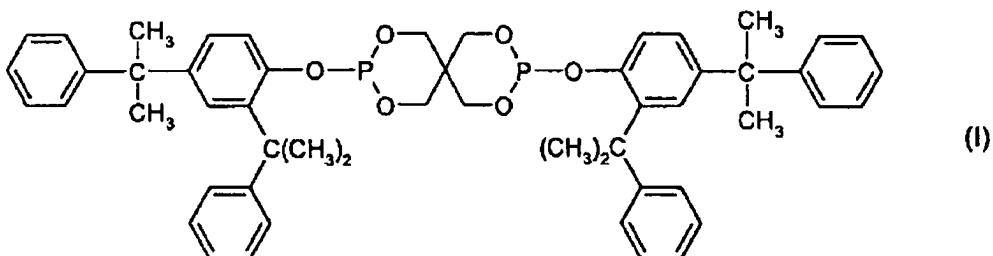
Die Übersetzung ist gemäß Artikel II § 3 Abs. 1 IntPatÜG 1991 vom Patentinhaber eingereicht worden. Sie wurde vom Deutschen Patent- und Markenamt inhaltlich nicht geprüft.

**Beschreibung**

**[0001]** Die vorliegende Erfindung betrifft eine amorphe, feste Modifikation von Bis(2,4-dicumylphenyl)pentaerythritdiphosphit, ein Verfahren zum Herstellen der Modifikation und die Verwendung davon zum Stabilisieren von organischen Materialien gegen oxidativen, thermischen oder durch Licht induzierten Abbau.

**[0002]** US 5 276 076 offenbart die Herstellung einer amorphen, festen Modifikation von 2,2',2"-Nitrilo-[trityl-tris(3,3',5,5'-tetra-tert-butyl-1,1'-biphenyl-2,2'-diyl)phosphit] durch Schmelzen der Verbindung und schnelles Kühlen der Schmelze.

**[0003]** Bis(2,4-dicumylphenyl)pentaerythritdiphosphit ist eine Verbindung mit der Formel I.



**[0004]** Diese Verbindung der Formel I ist als ein Verarbeitungsstabilisator für organische Materialien, wie beispielsweise in US-Patent 5 364 895; US-Patent 5 438 086; US-A-2001/0023270; oder US-A-2002/0040081 gelehrt, verwendbar. Die Verbindung der Formel I wird als ein kristallines Produkt, das bei 230-232°C schmilzt [US-Patent 5 438 086, Beispiel 3, Spalte 16, Zeile 14], offenbart. Der relativ hohe Schmelzpunkt der kristallinen Produktform der Verbindung der Formel I ist ein Problem beim Stabilisieren organischer Polymere, die bei relativ niedrigen Temperaturen verarbeitet werden, wie Blasformen von HDPE, und Verarbeiten von Naturkautschuk. Das Ergebnis besteht darin, dass das Additiv innerhalb des organischen Polymers nicht gleichförmig verteilt wird, was bei der Stabilisierungsleistung des Additivstabilisators Probleme verursacht.

**[0005]** Gemäß der vorliegenden Erfindung wird eine amorphe Form der Verbindung der Formel I erhalten, die jene, mit dem vorstehend angeführten höher schmelzenden Produkt verbundene Probleme, nicht aufweist. Diese neue amorphe Form zeichnet sich durch eine Glasübergangstemperatur ( $T_g$ ) im Bereich von 59-63°C und durch ein merkmalsloses Röntgenbeugungsmuster aus.

**[0006]** Die vorliegende Erfindung betrifft auch ein Verfahren zur Herstellung der amorphen, festen Form von Bis(2,4-dicumylphenyl)pentaerythritdiphosphit der Formel I, das Schmelzen der Verbindung und schnelles Kühlen der Schmelze umfasst.

**[0007]** Das bevorzugte Verfahren besteht im Gießen, vorzugsweise Tropfen, des geschmolzenen Materials auf eine kalte Oberfläche, die unter 30°C, bevorzugter nahe 20°C, gehalten wird. Vorzugsweise ist die kalte Oberfläche eine Metallocerfläche, beispielsweise eine Metallocerfläche, die in einem Sandvik Rotoformer® vorliegt. Das geschmolzene Material kann auch gesprührt werden, vorzugsweise über Düsen, mit einem gekühlten Gas auf eine kalte Oberfläche, um amorphe, kugelförmige Granulate zu bilden. Die Temperatur des gekühlten Gases ist vorzugsweise unter 30°C. Vorzugsweise wird eine Schmelzverteilungsvorrichtung verwendet, um gleichförmige Pellets zu bilden, wenn die Formgebung aus der Schmelze erreicht ist. Der so erhaltene, amorphe Feststoff kann weiter vermahlen oder durch herkömmliche Mittel zu jeder gewünschten Teilchengröße granuliert werden.

**[0008]** Die vorliegende Erfindung betrifft auch die amorphe, feste Form von Bis(2,4-dicumylphenyl)pentaerythritdiphosphit, die sich durch Schmelzen im Bereich von 59-63°C und durch ein merkmalsloses Röntgenbeugungsmuster auszeichnet, welche durch Schmelzen der Verbindung und schnelles Kühlen der Schmelze erhältlich ist.

**[0009]** Der amorphe Feststoff gemäß der Erfindung ist sehr geeignet zum Stabilisieren von organischen Materialien gegen oxidativen, thermischen oder durch Licht induzierten Abbau.

**[0010]** Beispiele für solche organischen Materialien sind:

1. Polymere von Monoolefinen und Diolefinen, zum Beispiel Polypropylen, Polyisobutylen, Polybut-1-en, Poly-4-methylpent-1-en, Polyvinylcyclohexan, Polysisopren oder Polybutadien, sowie Polymere von Cycloolefinen, beispielsweise von Cyclopenten oder Norbornen, Polyethylen (das gegebenenfalls vernetzt sein

kann), zum Beispiel Niederdruckpolyethylen (HDPE), Niederdruckpolyethylen mit hohem Molekulargewicht (HDPE-HMW), Niederdruckpolyethylen mit sehr hohem Molekulargewicht (HDPE-UHMW), Polyethylen mittlerer Dichte (MDPE), Hochdruckpolyethylen (LDPE), Hochdruckpolyethylen mit linearen Ketten (LLDPE), (VLDPE) und (ULDPE).

Polyolefine, d.h. die Polymere der im vorangehenden Absatz beispielhaft angeführten Monoolefine, vorzugsweise Polyethylen und Polypropylen, können durch verschiedene und insbesondere die nachstehenden Verfahren hergestellt werden:

a) Radikalische Polymerisation (normalerweise unter hohem Druck und bei erhöhter Temperatur).  
 b) Katalytische Polymerisation unter Verwendung eines Katalysators, der normalerweise ein oder mehr als ein Metall der Gruppen IVb, Vb, VIb oder VIII des Periodensystems enthält. Diese Metalle weisen gewöhnlich einen oder mehr als einen Liganden auf, typischerweise Oxide, Halogenide, Alkoholate, Ester, Ether, Amine, Alkyle, Alkenyle und/oder Aryle, die entweder  $\pi$ - oder  $\sigma$ -koordiniert sein können. Diese Metallkomplexe können in freier Form oder gebunden an Substrate, typischerweise auf aktiviertem Magnesiumchlorid, Titan(III)chlorid, Aluminiumoxid oder Siliziumoxid, vorliegen. Diese Katalysatoren können in dem Polymerisationsmedium löslich oder unlöslich sein. Die Katalysatoren können selbst bei der Polymerisation verwendet werden oder weitere Aktivatoren können angewendet werden, typischerweise Metallalkyle, Metallhydride, Metallalkylhalogenide, Metallalkyloxide oder Metallalkyloxane, wobei die Metalle Elemente der Gruppen Ia, IIa und/oder IIIa des Periodensystems sind. Die Aktivatoren können geeigneterweise mit weiteren Ester-, Ether-, Amin- oder Silylether-Gruppen modifiziert sein. Diese Katalysatorsysteme werden gewöhnlich Phillips-, Standard Oil Indiana-, Ziegler(-Natta)-, TNZ- (DuPont), Metallocen- oder Single-Site-Katalysatoren (SSC) genannt.

2. Gemische von unter 1) erwähnten Polymeren, zum Beispiel Gemische von Polypropylen mit Polyisobutylen, Polypropylen mit Polyethylen (zum Beispiel PP/HDPE, PP/LDPE) und Gemische von verschiedenen Arten von Polyethylen (zum Beispiel LDPE/HDPE).

3. Copolymeren von Monoolefinen und Diolefinen miteinander oder mit anderen Vinylmonomeren, zum Beispiel Ethylen/Propylen-Copolymere, Hochdruckpolyethylen mit linearer Kette (LLDPE) und Gemische davon mit Hochdruckpolyethylen (LDPE), Propylen/But-1-en-Copolymere, Propylen/Isobutylene-Copolymere, Ethylen/But-1-en-Copolymere, Ethylen/Hexen-Copolymere, Ethylen/Methylpenten-Copolymere, Ethylen/Hepten-Copolymere, Ethylen/Octen-Copolymere, Ethylen/Vinylcyclohexan-Copolymere, Ethylen/Cycloolefin-Copolymere (z.B. Ethylen/Nobornen, wie COC), Ethylen/1-Olefin-Copolymere, wo das 1-Olefin in situ erzeugt wird; Propylen/Butadien-Copolymere, Isobutylene/Isopren-Copolymere, Ethylen/Vinylcyclohexen-Copolymere, Ethylen/Alkylacrylat-Copolymere, Ethylen/Alkylmethacrylat-Copolymere, Ethylen/Vinylacetat-Copolymere oder Ethylen/Acrylsäure-Copolymere und deren Salze (Ionomere) sowie Terpolymere von Ethylen mit Propylen und einem Dien, wie Hexadien, Dicyclopentadien oder Ethyliden-Nobornen; und Gemische von solchen Copolymeren miteinander und mit vorstehend in 1) erwähnten Polymeren, zum Beispiel Polypropylen/Ethylen-Propylen-Copolymere, LDPE/Ethylen-Vinylacetat-Copolymere (EVA), LDPE/Ethylen-Acrylsäure-Copolymere (EAA), LLDPE/EVA, LLDPE/EAA und alternierende oder statistische Polyalkylen/Kohlenmonoxid-Copolymere und Gemische davon mit anderen Polymeren, zum Beispiel Polyamiden.

4. Kohlenwasserstoffharze (zum Beispiel C<sub>5</sub>-C<sub>9</sub>) einschließlich hydrierter Modifizierungen davon (beispielsweise Klebrigmacher) und Gemische von Polyalkylenen und Stärke.

Homopolymere und Copolymeren von 1.)-4.) können beliebige Stereostruktur, einschließlich syndiotaktisch, isotaktisch, hemi-isotaktisch oder ataktisch aufweisen; wobei ataktische Polymere bevorzugt sind. Stereoblockpolymere sind auch eingeschlossen.

5. Polystyrol, Poly(p-methylstyrol), Poly( $\alpha$ -methylstyrol).

6. Aromatische Homopolymere und Copolymeren, abgeleitet von vinylaromatischen Monomeren, einschließlich Styrol,  $\alpha$ -Methylstyrol, alle Isomeren von Vinyltoluol, insbesondere p-Vinyltoluol, alle Isomeren von Ethylstyrol, Propylstyrol, Vinylbiphenyl, Vinylnaphthalin und Vinylanthracen, und Gemische davon. Homopolymere und Copolymeren können eine beliebige Stereostruktur, einschließlich syndiotaktisch, isotaktisch, hemi-isotaktisch oder ataktisch, aufweisen; wobei ataktische Polymere bevorzugt sind. Stereoblockpolymere sind ebenfalls eingeschlossen.

6a. Copolymeren, einschließlich vorstehend genannte vinylaromatische Monomere und Comonomere, ausgewählt aus Ethylen, Propylen, Dienen, Nitrilen, Säuren, Maleinsäureanhydriden, Maleimiden, Vinylacetat und Vinylchlorid oder Acrylderivaten und Gemischen davon, z.B. Styrol/Butadien, Styrol/Acrylnitril, Styrol/Ethylen (Interpolymere), Styrol/Alkylmethacrylat, Styrol/Butadien/Alkylacrylat, Styrol/Butadien/Alkylmethacrylat, Styrol/Maleinsäureanhydrid, Styrol/Acrylnitril/Methylacrylat; Gemische von Styrolcopolymeren mit hoher Schlagfestigkeit und weiterem Polymer, z.B. ein Polyacrylat, ein Dienpolymer oder ein Ethylen/Propylen/Dienterpolymer; und Blockcopolymere von Styrol, wie Styrol/Butadien/Styrol, Styrol/Isopren/Styrol, Styrol/Ethylen/Butylen/Styrol oder Styrol/Ethylen/Propylen/Styrol.

6b. Hydrierte aromatische Polymere, abgeleitet von der Hydrierung von Polymeren, die unter 6.) genannt

wurden, insbesondere einschließlich Polycyclohexylethylen (PCHE), hergestellt durch Hydrierung von ataktischem Polystyrol, häufig als Polyvinylcyclohexan (PVCH) bezeichnet.

6c. Hydrierte aromatische Polymere, abgeleitet von der Hydrierung von Polymeren, die unter 6.a) genannt wurden.

Homopolymere und Copolymeren können eine beliebige Stereostruktur, einschließlich syndiotaktisch, isotaktisch, hemi-isotaktisch oder ataktisch, aufweisen; wobei ataktische Polymere bevorzugt sind. Stereo-blockpolymere sind ebenfalls eingeschlossen.

7. Ppropf-Copolymeren von vinylaromatischen Monomeren, wie Styrol oder  $\alpha$ -Methylstyrol, zum Beispiel Styrol auf Polybutadien, Styrol auf Polybutadien-Styrol oder Polybutadien-Acrylnitril-Copolymeren; Styrol und Acrylnitril (oder Methacrylnitril) auf Polybutadien; Styrol, Acrylnitril und Methylmethacrylat auf Polybutadien; Styrol und Maleinsäureanhydrid auf Polybutadien; Styrol, Acrylnitril und Maleinsäureanhydrid oder Maleimid auf Polybutadien; Styrol und Maleimid auf Polybutadien; Styrol und Alkylacrylate oder -methacrylate auf Polybutadien; Styrol und Acrylnitril auf Ethylen/Propylen/Dien-Terpolymeren; Styrol und Acrylnitril auf Polyalkylacrylaten oder Polyalkylmethacrylaten, Styrol und Acrylnitril auf Acrylat/Butadien-Copolymeren sowie Gemische davon mit den unter 6) aufgeführten Copolymeren, zum Beispiel die Copolymer-Gemische, die als ABS-, MBS-, ASA- oder AES-Polymeren bekannt sind.

8. Halogen-enthaltende Polymere, wie Polychloropren, chlorierte Kautschuke, chloriertes und bromiertes Copolymer von Isobutylene-Isopren (Halogenbutyl-Kautschuk), chloriertes oder sulfochloriertes Polyethylen, Copolymeren von Ethylen und chloriertem Ethylen, Epichlorhydrin-Homo- und Copolymeren, insbesondere Polymere von Halogen-enthaltenden Vinylverbindungen, zum Beispiel Polyvinylchlorid, Polyvinylidenchlorid, Polyvinylfluorid, Polyvinylidenfluorid, sowie Copolymeren davon, wie Vinylchlorid/Vinylidenchlorid, Vinylchlorid/Vinylacetat oder Vinylidenchlorid/Vinylacetat-Copolymeren.

9. Polymere, abgeleitet von  $\alpha,\beta$ -ungesättigten Säuren und Derivaten davon, wie Polyacrylate und Polymethacrylate; Polymethylmethacrylate, Polyacrylamide und Polyacrylnitrile, schlagmodifiziert mit Essigsäurebutylester.

10. Copolymeren der unter 9) erwähnten Monomere miteinander oder mit anderen ungesättigten Monomeren, zum Beispiel Acrylnitril/Butadien-Copolymeren, Acrylnitril/Alkylacrylat-Copolymeren, Acrylnitril/Alkoxyalkylacrylat- oder Acrylnitril/Vinylhalogenid-Copolymeren oder Acrylnitril/Alkylmethacrylat/Butadien-Terpolymeren.

11. Polymere, abgeleitet von ungesättigten Alkoholen und Aminen oder den Acyl-Derivaten oder Acetalen davon, zum Beispiel Polyvinylalkohol, Polyvinylacetat, Polyvinylstearat, Polyvinylbenzoat, Polyvinylmaleat, Polyvinylbutyral, Polyallylphthalat oder Polyallylmelamin; sowie deren Copolymeren mit unter 1) vorstehend erwähnten Olefinen.

12. Homopolymere und Copolymeren von cyclischen Ethern, wie Polyalkylenlycole, Polyethylenoxid, Polypropylenoxid oder Copolymeren davon mit Bisglycidylethern.

13. Polyacetale, wie Polyoxymethylen und jene Polyoxymethylene, die Ethylenoxid als ein Comonomer enthalten; Polyacetale, modifiziert mit thermoplastischen Polyurethanen, Acrylaten oder MBS.

14. Polyphenylenoxide und -sulfide und Gemische von Polyphenylenoxiden mit Styrolpolymeren oder -polyamiden.

15. Polyurethane, abgeleitet von Hydroxyl-endständigen Polyethern, Polyesteren oder Polybutadienen einerseits und aliphatischen oder aromatischen Polyisocyanaten andererseits, sowie Vorstufen davon.

16. Polyamide und Copolyamide, abgeleitet von Diaminen und Dicarbonsäuren und/oder von Aminocarbonsäuren oder den entsprechenden Lactamen, zum Beispiel Polyamid 4, Polyamid 6, Polyamid 6/6, 6/10, 6/9, 6/12, 4/6, 12/12, Polyamid 11, Polyamid 12, aromatische Polyamide, ausgehend von m-Xyoldiamin und Adipinsäure; Polyamide, hergestellt aus Hexamethylendiamin und Isophthal- oder/und Terephthalsäure und mit oder ohne ein Elastomer als Modifizierungsmittel, zum Beispiel Poly-2,4,4-trimethylhexamethyleneterephthalamid oder Poly-m-phenylenisophthalamid; und auch Blockcopolymere von den vorstehend erwähnten Polyamiden mit Polyolefinen, Olefin-Copolymeren, Ionomeren oder chemisch gebundenen oder gepropften Elastomeren; oder mit Polyethern, beispielsweise mit Polyethylenglycol, Polypropylenenglycol oder Polytetramethylenglycol; sowie Polyamide oder Copolyamide, modifiziert mit EPDM oder ABS; und Polyamide, kondensiert während des Verarbeitens (RIM-Polyamidsysteme).

17. Polyharnstoffe, Polyimide, Polyamid-imide, Polyetherimide, Polyesterimide, Polyhydantoine und Polybenzimidazole.

18. Polyester, abgeleitet von Dicarbonsäuren und Diolen und/oder von Hydroxycarbonsäuren oder den entsprechenden Lactonen, zum Beispiel Polyethylenterephthalat, Polybutylenphthalat, Poly-1,4-dimethylcyclohexanterephthalat, Polyalkylenphthalat (PAN) und Polyhydroxybenzoate, sowie Block-Copolyetherester, abgeleitet von Hydroxyl-endständigen Polyethern; und auch Polyester, modifiziert mit Polycarbonaten oder MBS.

19. Polycarbonate und Polyestercarbonate.

20. Polyketone.

21. Polysulfone, Polyethersulfone und Polyetherketone.
22. Vernetzte Polymere, abgeleitet von Aldehyden einerseits und Phenolen, Harnstoffen und Melaminen andererseits, wie Phenol/Formaldehydharze, Harnstoff/Formaldehydharze und Melamin/Formaldehydharze.
23. Trocknende und nicht trocknende Alkydharze.
24. Ungesättigte Polyesterharze, abgeleitet von Copolyestern gesättigter und ungesättigter Dicarbonsäuren mit mehrwertigen Alkoholen und Vinylverbindungen als Vernetzungsmittel, und auch Halogen-enthaltende Modifizierungen davon mit niederer Entflammbarkeit.
25. Vernetzbare Acrylharze, abgeleitet von substituierten Acrylaten, zum Beispiel Epoxyacrylate, Urethaneacrylate oder Polyesteracrylate.
26. Alkydharze, Polyesterharze und Acrylatharze, vernetzt mit Melaminharzen, Harnstoffharzen, Isocyanaten, Isocyanuraten, Polyisocyanaten oder Epoxidharzen.
27. Vernetzte Epoxidharze, abgeleitet von aliphatischen, cycloaliphatischen, heterocyclischen oder aromatischen Glycidylverbindungen, beispielsweise Produkte von Diglycidylethern von Bisphenol A und Bisphenol F, die mit üblichen Härtern, wie Anhydriden oder Aminen, mit oder ohne Beschleuniger vernetzt sind.
28. Natürliche Polymere, wie Cellulose, Kautschuk, Gelatine und chemisch modifizierte homologe Derivate davon, zum Beispiel Celluloseacetate, Cellulosepropionate und Cellulosebutyrate, oder die Celluloseether, wie Methylcellulose; sowie Kolophonium und dessen Derivate.
29. Gemische der vorstehend erwähnten Polymere (Polyblends), zum Beispiel PP/EPDM, Polyamid/EPDM oder ABS, PVC/EVA, PVC/ABS, PVC/MBS, PC/ABS, PBTP/ABS, PC/ASA, PC/PBT, PVC/CPE, PVC/Acrylate, POM/thermoplastisches PUR, PC/thermoplastisches PUR, POM/Acrylat, POM/MBS, PPO/HIPS, PPO/PA 6,6 und Copolymeren, PA/HDPE, PA/PP, PA/PPO, PBT/PC/ABS oder PBT/PET/PC.
30. Natürlich vorkommende und synthetische organische Materialien, die reine monomere Verbindungen oder Gemische solcher Verbindungen sind, zum Beispiel Mineralöle, tierische und pflanzliche Fette, Öle und Wachse, oder Öle, Fette und Wachse, die auf synthetischen Estern basieren (beispielsweise Phthalate, Adipate, Phosphate oder Trimellitate) und auch Gemische von synthetischen Estern mit Mineralölen in beliebigen Gewichtsverhältnissen, typischerweise jene, die als Spinnmittel verwendet werden, sowie wässrige Emulsionen solcher Materialien.
31. Wässrige Emulsionen von natürlichem oder synthetischem Kautschuk, beispielsweise natürlicher Latex oder Latizes von carboxylierten Styrol/Butadien-Copolymeren.

**[0011]** Folglich betrifft die Erfindung auch eine Zusammensetzung, umfassend a) ein organisches Material, das oxidativem, thermischem oder durch Licht induziertem Abbau unterliegt, und b) die amorphe, feste Form von Bis(2,4-dicumylphenyl)pentaerythritdiphosphit.

**[0012]** Vorzugsweise sind die zu schützenden organischen Materialien natürliche, halbsynthetische oder synthetische Polymere. Besonders bevorzugt sind thermoplastische Polymere, insbesondere Polyolefine, vor allem Polyethylen und Polypropylen.

**[0013]** Die Wirkung der erfindungsgemäßen Verbindung gegen thermischen und oxidativen Abbau, insbesondere unter thermischer Belastung, was während des Verarbeitens von Thermoplasten auftritt, kann besonders erwähnt werden. Folglich ist die amorphe, feste Form von Bis(2,4-dicumylphenyl)pentaerythritdiphosphit zur Verwendung als Verarbeitungsstabilisator sehr geeignet.

**[0014]** Vorzugsweise wird die amorphe, feste Form von Bis(2,4-dicumylphenyl)pentaerythritdiphosphit gemäß der Erfindung zu dem zu stabilisierenden Material in Mengen von 0,01 bis 10%, beispielsweise 0,01 bis 5%, vorzugsweise 0,05 bis 3%, insbesondere 0,05 bis 1%, bezogen auf das Gewicht des zu stabilisierenden organischen Materials, gegeben.

**[0015]** Die erfindungsgemäßen Zusammensetzungen können, zusätzlich zu der amorphen, festen Form von Bis(2,4-dicumylphenyl)pentaerythritdiphosphit, weitere Additive, beispielsweise die nachstehenden, enthalten:

1. Antioxidantien
  - 1.1. Alkylierte Monophenole, zum Beispiel 2,6-Di-tert-butyl-4-methylphenol, 2-tert-Butyl-4,6-dimethylphenol, 2,6-Di-tert-butyl-4-ethylphenol, 2,6-Di-tert-butyl-4-n-butylphenol, 2,6-Di-tert-butyl-4-isobutylphenol, 2,6-Dicyclopentyl-4-methylphenol, 2-( $\alpha$ -Methylcyclohexyl)-4,6-dimethylphenol, 2,6-Dioctadecyl-4-methylphenol, 2,4,6-Tricyclohexylphenol, 2,6-Di-tert-butyl-4-methoxymethylphenol, Nonylphenole, die in den Seitenketten linear oder verzweigt sind, zum Beispiel, 2,6-Dinonyl-4-methylphenol, 2,4-Dimethyl-6-(1'-methylundec-1'-yl)phenol, 2,4-Dimethyl-6-(1'-methylheptadec-1'-yl)phenol, 2,4-Dimethyl-6-(1'-methyltridec-1'-yl)phenol und Gemische davon.
  - 1.2. Alkylthiomethylphenole, zum Beispiel 2,4-Dioctylthiomethyl-6-tert-butylphenol, 2,4-Dioctylthiome-

thyl-6-methylphenol, 2,4-Dioctylthiomethyl-6-ethylphenol, 2,6-Didodecylthiomethyl-4-nonylphenol.

1.3. Hydrochinone und alkylierte Hydrochinone, zum Beispiel 2,6-Di-tert-butyl-4-methoxyphenol, 2,5-Di-tert-butylhydrochinon, 2,5-Di-tert-amylhydrochinon, 2,6-Diphenyl-4-octadecyloxyphenol, 2,6-Di-tert-butylhydrochinon, 2,5-Di-tert-butyl-4-hydroxyanisol, 3,5-Di-tert-butyl-4-hydroxyanisol, 3,5-Di-tert-butyl-4-hydroxyphenylstearat, Bis-(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyphenyl)adipat.

1.4. Tocopherole, zum Beispiel  $\alpha$ -Tocopherol,  $\beta$ -Tocopherol,  $\gamma$ -Tocopherol,  $\delta$ -Tocopherol und Gemische davon (Vitamin E).

1.5. Hydroxylierte Thiodiphenylether, zum Beispiel 2,2'-Thiobis(6-tert-butyl-4-methylphenol), 2,2'-Thiobis(4-octylphenol), 4,4'-Thiobis(6-tert-butyl-3-methylphenol), 4,4'-Thiobis(6-tert-butyl-2-methylphenol), 4,4'-Thiobis-(3,6-di-sec-amylphenol), 4,4'-Bis(2,6-dimethyl-4-hydroxyphenyl)disulfid.

1.6. Alkyldenbisphenole, zum Beispiel 2,2'-Methylenbis(6-tert-butyl-4-methylphenol), 2,2'-Methylenbis(6-tert-butyl-4-ethylphenol), 2,2'-Methylenbis[4-methyl-6-( $\alpha$ -methylcyclohexyl)-phenol], 2,2'-Methylenbis(4-methyl-6-cyclohexylphenol), 2,2'-Methylenbis(6-nonyl-4-methylphenol), 2,2'-Methylen-bis(4,6-di-tert-butylphenol), 2,2'-Ethylidenbis(4,6-di-tert-butylphenol), 2,2'-Ethylidenbis(6-tert-butyl-4-isobutylphenol), 2,2'-Methylenbis[6-( $\alpha$ -methylbenzyl)-4-nonylphenol], 2,2'-Methylenbis[6-( $\alpha$ , $\alpha$ -dimethylbenzyl)-4-nonylphenol], 4,4'-Methylenbis(2,6-di-tert-butylphenol), 4,4'-Methylenbis(6-tert-butyl-2-methylphenol), 1,1-Bis(5-tert-butyl-4-hydroxy-2-methylphenyl)butan, 2,6-Bis(3-tert-butyl-5-methyl-2-hydroxybenzyl)-4-methylphenol, 1,1,3-Tris(5-tert-butyl-4-hydroxy-2-methylphenyl)butan, 1,1-Bis-(5-tert-butyl-4-hydroxy-2-methylphenyl)-3-n-dodecylmercaptobutan, Ethylenglycolbis[3,3-bis(3'-tert-butyl-4'-hydroxyphenyl)butyrat], Bis(3-tert-butyl-4-hydroxy-5-methylphenyl)dicyclopentadien, Bis[2-(3'-tert-butyl-2'-hydroxy-5'-methylbenzyl)-6-tert-butyl-4-methylphenyl]terephthalat, 1,1-Bis-(3,5-dimethyl-2-hydroxyphenyl)butan, 2,2-Bis-(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyphenyl)propan, 2,2-Bis-(5-tert-butyl-4-hydroxy-2-methylphenyl)-4-n-dodecylmercaptobutan, 1,1,5,5-Tetra-(5-tert-butyl-4-hydroxy-2-methylphenyl)pentan.

1.7. O-, N- und S-Benzylverbindungen, zum Beispiel 3,5,3',5'-Tetra-tert-butyl-4,4'-dihydroxydibenzylether, Octadecyl-4-hydroxy-3,5-dimethylbenzylmercaptoacetat, Tridecyl-4-hydroxy-3,5-di-tert-butylbenzylmercaptoacetat, Tris(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxybenzyl)amin, Bis-(4-tert-butyl-3-hydroxy-2,6-dimethylbenzyl)dithiophthalat, Bis(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxybenzyl)sulfid, Isooctyl-3,5-di-tert-butyl-4-hydroxybenzylmercaptoacetat.

1.8. Hydroxybenzylierte Malonate, zum Beispiel Dioctadecyl-2,2-bis-(3,5-di-tert-butyl-2-hydroxybenzyl)malonat, Dioctadecyl-2-(3-tert-butyl-4-hydroxy-5-methylbenzyl)malonat, Didodecylmercaptoethyl-2,2-bis-(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxybenzyl)malonat, Bis[4-(1,1,3,3-tetramethylbutyl)phenyl]-2,2-bis(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxybenzyl)malonat.

1.9. Aromatische Hydroxybenzylverbindungen, zum Beispiel 1,3,5-Tris-(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxybenzyl)-2,4,6-trimethylbenzol, 1,4-Bis(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxybenzyl)-2,3,5,6-tetramethylbenzol, 2,4,6-Tris(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxybenzyl)phenol.

1.10. Triazinverbindungen, zum Beispiel 2,4-Bis(octylmercapto)-6-(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyanilino)-1,3,5-triazin, 2-Octylmercapto-4,6-bis(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyanilino)-1,3,5-triazin, 2-Octylmercapto-4,6-bis(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyphenoxy)-1,3,5-triazin, 2,4,6-Tris-(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyphenoxy)-1,2,3-triazin, 1,3,5-Tris-(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxybenzyl)isocyanurat, 1,3,5-Tris(4-tert-butyl-3-hydroxy-2,6-dimethylbenzyl)isocyanurat, 2,4,6-Tris(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyphenylethyl)-1,3,5-triazin, 1,3,5-Tris-(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyphenylpropionyl)-hexahydro-1,3,5-triazin, 1,3,5-Tris(3,5-dicyclohexyl-4-hydroxybenzyl)isocyanurat.

1.11. Benzylphosphonate, zum Beispiel Dimethyl-2,5-di-tert-butyl-4-hydroxybenzylphosphonat, Diet-hyl-3,5-di-tert-butyl-4-hydroxybenzylphosphonat, Dioctadecyl-3,5-di-tert-butyl-4-hydroxybenzylphosphonat, Dioctadecyl-5-tert-butyl-4-hydroxy-3-methylbenzylphosphonat, das Calciumsalz des Monoethylesters von 3,5-Di-tert-butyl-4-hydroxybenzylphosphonsäure.

1.12. Acylaminophenole, zum Beispiel 4-Hydroxylauranilid, 4-Hydroxystearanilid, Octyl-N-(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyphenyl)carbamat.

1.13. Ester von  $\beta$ -(3,5-Di-tert-butyl-4-hydroxyphenyl)propionsäure mit ein- oder mehrwertigen Alkoholen, beispielsweise mit Methanol, Ethanol, n-Octanol, i-Octanol, Octadecanol, 1,6-Hexandiol, 1,9-Nonandiol, Ethylenglycol, 1,2-Propandiol, Neopentylglycol, Thiodiethylenglycol, Diethylenglycol, Triethylenglycol, Pentaerythrit, Tris(hydroxyethyl)isocyanurat, N,N'-Bis(hydroxyethyl)oxamid, 3-Thiaundecanol, 3-Thiapentadecanol, Trimethylhexandiol, Trimethylolpropan, 4-Hydroxymethyl-1-phospha-2,6,7-trioxabicyclo[2.2.2]octan.

1.14. Ester von  $\beta$ -(5-tert-Butyl-4-hydroxy-3-methylphenyl)propionsäure mit ein- oder mehrwertigen Alkoholen, beispielsweise mit Methanol, Ethanol, n-Octanol, i-Octanol, Octadecanol, 1,6-Hexandiol, 1,9-Nonandiol, Ethylenglycol, 1,2-Propandiol, Neopentylglycol, Thiodiethylenglycol, Diethylenglycol, Triethylenglycol, Pentaerythrit, Tris(hydroxyethyl)isocyanurat, N,N'-Bis(hydroxyethyl)oxamid, 3-Thiaundecanol, 3-Thiapentadecanol, Trimethylhexandiol, Trimethylolpropan, 4-Hydroxymethyl-1-phospha-2,6,7-trioxabicyclo[2.2.2]octan, 3,9-Bis[2-{3-(3-tert-butyl-4-hydroxy-5-methylphenyl)propionyloxy}-1,1-dimethyl-ethyl]-2,4,8,10-tetraoxaspiro[5.5]undecan.

1.15. Ester von  $\beta$ -(3,5-Dicyclohexyl-4-hydroxyphenyl)propionsäure mit ein- oder mehrwertigen Alkoholen, beispielsweise mit Methanol, Ethanol, Octanol, Octadecanol, 1,6-Hexandiol, 1,9-Nonandiol, Ethylenglycol, 1,2-Propandiol, Neopentylglycol, Thiodiethylenglycol, Diethylenglycol, Triethylenglycol, Pentaerythrit, Tris(hydroxyethyl)isocyanurat, N,N'-Bis(hydroxyethyl)oxamid, 3-Thiaundecanol, 3-Thiapentadecanol, Trimethylhexandiol, Trimethylolpropan, 4-Hydroxymethyl-1-phospha-2,6,7-trioxabicyclo[2.2.2]octan.

1.16. Ester von 3,5-Di-tert-butyl-4-hydroxyphenylessigsäure mit ein- oder mehrwertigen Alkoholen, beispielsweise mit Methanol, Ethanol, Octanol, Octadecanol, 1,6-Hexandiol, 1,9-Nonandiol, Ethylenglycol, 1,2-Propandiol, Neopentylglycol, Thiodiethylenglycol, Diethylenglycol, Triethylenglycol, Pentaerythrit, Tris(hydroxyethyl)isocyanurat, N,N'-Bis(hydroxyethyl)oxamid, 3-Thiaundecanol, 3-Thiapentadecanol, Trimethylhexandiol, Trimethylolpropan, 4-Hydroxymethyl-1-phospha-2,6,7-trioxabicyclo[2.2.2]octan.

1.17. Amide von  $\beta$ -(3,5-Di-tert-butyl-4-hydroxyphenyl)propionsäure, beispielsweise N,N'-Bis-(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyphenylpropionyl)hexamethylendiamid, N,N'-Bis(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyphenylpropionyl)trimethylendiamid, N,N'-Bis(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyphenylpropionyl)hydrazid, N,N'-Bis[2-(3-[3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyphenyl]propionyloxy)-ethyl]oxamid (Naugard® XL-1 erhalten von Uniroyal).

1.18. Ascorbinsäure (Vitamin C)

1.19. Aminartige Antioxidantien, zum Beispiel N,N'-Diisopropyl-p-phenylendiamin, N,N'-Di-sec-butyl-p-phenylendiamin, N,N'-Bis(1,4-dimethylpentyl)-p-phenylendiamin, N,N'-Bis(1-ethyl-3-methylpentyl)-p-phenylendiamin, N,N'-Bis(1-methylheptyl)-p-phenylendiamin, N,N'-Dicyclohexyl-p-phenylendiamin, N,N'-Diphenyl-p-phenylendiamin, N,N'-Bis(2-naphthyl)-p-phenylendiamin, N-Isopropyl-N'-phenyl-p-phenylendiamin, N-(1,3-Dimethylbutyl)-N'-phenyl-p-phenylendiamin, N-(1-Methylheptyl)-N'-phenyl-p-phenylendiamin, N-Cyclohexyl-N'-phenyl-p-phenylendiamin, 4-(p-Toluolsulfamoyl)diphenylamin, N,N'-Dimethyl-N,N'-di-sec-butyl-p-phenylendiamin, Diphenylamin, N-Allyldiphenylamin, 4-Isopropoxydiphenylamin, N-Phenyl-1-naphthylamin, N-(4-tert-Octylphenyl)-1-naphthylamin, N-Phenyl-2-naphthylamin, octyliertes Diphenylamin, zum Beispiel p,p'-Di-tert-octyldiphenylamin, 4-n-Butylaminophenol, 4-Butyrylaminophenol, 4-Nonanoylaminophenol, 4-Dodecanoylaminophenol, 4-Octadecanoylaminophenol, Bis(4-methoxyphenyl)amin, 2,6-Di-tert-butyl-4-dimethylaminomethylphenol, 2,4'-Diaminodiphenylmethan, 4,4'-Diaminodiphenylmethan, N,N,N',N'-Tetramethyl-4,4'-diaminodiphenylmethan, 1,2-Bis[(2-methylphenyl)amino]ethan, 1,2-Bis-(phenylamino)propan, (o-Tolyl)biguanid, Bis[4-(1',3'-dimethyl-butyl)phenyl]amin, tert-octyliertes N-Phenyl-1-naphthylamin, ein Gemisch von mono- und dialkylierten tert-Butyl/tert-Octyldiphenylaminen, ein Gemisch von mono- und dialkylierten Nonyldiphenylaminen, ein Gemisch von mono- und dialkylierten Dodecyldiphenylaminen, ein Gemisch von mono- und dialkylierten Isopropyl/Isohexyldiphenylaminen, ein Gemisch von mono- und dialkylierten tert-Butyldiphenylaminen, 2,3-Dihydro-3,3-dimethyl-4H-1,4-benzothiazin, Phenothiazin, ein Gemisch von mono- und dialkylierten tert-Butyl/tert-Octylphenothiazinen, ein Gemisch von mono- und dialkylierten tert-Octylphenothiazinen, N-Allylphenothiazin, N,N,N',N'-Tetraphenyl-1,4-diaminobut-2-en.

## 2. UV-Absorptionsmittel und Lichtstabilisatoren

2.1. 2-(2'-Hydroxyphenyl)benzotriazole, zum Beispiel 2-(2'-Hydroxy-5'-methylphenyl)-benzotriazol, 2-(3',5'-Di-tert-butyl-2'-hydroxyphenyl)benzotriazol, 2-(5'-tert-Butyl-2'-hydroxyphenyl)-benzotriazol, 2-(2'-Hydroxy-5'-(1,1,3,3-tetramethylbutyl)phenyl)benzotriazol, 2-(3',5'-Di-tert-butyl-2'-hydroxyphenyl)-5-chlorbenzotriazol, 2-(3'-tert-Butyl-2'-hydroxy-5'-methylphenyl)-5-chlorbenzotriazol, 2-(3'-sec-Butyl-5'-tert-butyl-2'-hydroxyphenyl)benzotriazol, 2-(2'-Hydroxy-4'-octyloxyphenyl)benzotriazol, 2-(3',5'-Di-tert-amyl-2'-hydroxyphenyl)benzotriazol, 2-(3',5'-Bis-( $\alpha,\alpha$ -dimethylbenzyl)-2'-hydroxyphenyl)benzotriazol, 2-(3'-tert-Butyl-2'-hydroxy-5'-(2-octyloxycarbonylethyl)phenyl)-5-chlorbenzotriazol, 2-(3'-tert-Butyl-5'-[2-(2-ethylhexyloxy)-carbonylethyl]-2'-hydroxyphenyl)-5-chlorbenzotriazol, 2-(3'-tert-Butyl-2'-hydroxy-5'-(2-methoxycarbonylethyl)phenyl)-5-chlorbenzotriazol, 2-(3'-tert-Butyl-2'-hydroxy-5'-(2-methoxycarbonylethyl)phenyl)benzotriazol, 2-(3'-tert-Butyl-2'-hydroxy-5'-(2-octyloxycarbonylethyl)phenyl)-benzotriazol, 2-(3'-tert-Butyl-5'-[2-(2-ethylhexyloxy)-carbonylethyl]-2'-hydroxyphenyl)benzotriazol, 2-(3'-Dodecyl-2'-hydroxy-5'-methylphenyl)-benzotriazol, 2-(3'-tert-Butyl-2'-hydroxy-5'-(2-isooctyloxycarbonylethyl)-phenyl)benzotriazol, 2,2'-Methylen-bis[4-(1,1,3,3-tetramethylbutyl)-6-benzotriazol-2-yl-phenol]; das Umesterungsprodukt von 2-[3'-tert-Butyl-5'-(2-methoxycarbonylethyl)-2'-hydroxyphenyl]-2H-benzotriazol mit Polyethylenglycol 300; [R-CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>COO-CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>]<sub>2</sub>, worin R = 3'-tert-Butyl-4'-hydroxy-5'-2H-benzotriazol-2-ylphenyl, 2-[2'-Hydroxy-3'-( $\alpha,\alpha$ -dimethylbenzyl)-5'-(1,1,3,3-tetramethylbutyl)phenyl]benzotriazol; 2-[2'-Hydroxy-3'-(1,1,3,3-tetramethylbutyl)-5'-( $\alpha,\alpha$ -dimethylbenzyl)phenyl]benzotriazol.

2.2. 2-Hydroxybenzophenone, zum Beispiel die 4-Hydroxy-, 4-Methoxy-, 4-Octyloxy-, 4-Decyloxy-, 4-Dodecyloxy-, 4-Benzylxy-, 4,2',4'-Trihydroxy- und 2'-Hydroxy-4,4'-dimethoxy-Derivate.

2.3. Ester von substituierten und unsubstituierten Benzoesäuren, zum Beispiel 4-tert-Butylphenylsalicylat, Phenylsalicylat, Octylphenylsalicylat, Dibenzoylresorcin, Bis (4-tert-butylbenzoyl)resorcin, Benzoylresorcin, 2,4-Di-tert-butylphenyl-3,5-di-tert-butyl-4-hydroxybenzoat, Hexadecyl-3,5-di-tert-butyl-4-hydroxybenzoat, Octadecyl-3,5-di-tert-butyl-4-hydroxybenzoat, 2-Methyl-4,6-di-tert-butylphenyl-3,5-di-tert-butyl-4-hydroxy-

benzoat.

2.4. Acrylate, zum Beispiel Ethyl- $\alpha$ -cyano- $\beta,\beta$ -diphenylacrylat, Isooctyl- $\alpha$ -cyano- $\beta,\beta$ -diphenylacrylat, Methyl- $\alpha$ -carbomethoxycinnamat, Methyl- $\alpha$ -cyano- $\beta$ -methyl-p-methoxycinnamat, Butyl- $\alpha$ -cyano- $\beta$ -methyl-p-methoxycinnamat, Methyl- $\alpha$ -carbomethoxy-p-methoxycinnamat und N-( $\beta$ -Carbomethoxy- $\beta$ -cyanovinyl)-2-methylindolin.

2.5. Nickelverbindungen, zum Beispiel Nickelkomplexe von 2,2'-Thio-bis-[4-(1,1,3,3-tetramethylbutyl)phenol], wie der 1:1- oder 1:2-Komplex, mit oder ohne zusätzliche Liganden, wie n-Butylamin, Triethanolamin oder N-Cyclohexyldiethanolamin, Nickeldibutylthiocarbamat, Nickelsalze von den Monoalkylestern, beispielsweise dem Methyl- oder Ethylester, von 4-Hydroxy-3,5-di-tert-butylbenzylphosphonsäure, Nickelkomplexe von Ketoximen, beispielsweise von 2-Hydroxy-4-methylphenylundecylketoxim, Nickelkomplexe von 1-Phenyl-4-lauroyl-5-hydroxypyrazol, mit oder ohne zusätzliche Liganden.

2.6. Sterisch gehinderte Amine, zum Beispiel Bis(2,2,6,6-tetramethyl-4-piperidyl)sebacat, Bis(2,2,6,6-tetramethyl-4-piperidyl)succinat, Bis(1,2,2,6,6-pentamethyl-4-piperidyl)sebacat, Bis(1-octyloxy-2,2,6,6-tetramethyl-4-piperidyl)sebacat, Bis(1,2,2,6,6-pentamethyl-4-piperidyl)-n-butyl-3,5-di-tert-butyl-4-hydroxybenzylmalonat, das Kondensat von 1-(2-Hydroxyethyl)-2,2,6,6-tetramethyl-4-hydroxypiperidin und Bernsteinsäure, lineare oder cyclische Kondensate von N,N'-Bis(2,2,6,6-tetramethyl-4-piperidyl)hexamethylendiamin und 4-tert-Octylamino-2,6-dichlor-1,3,5-triazin, Tris(2,2,6,6-tetramethyl-4-piperidyl)nitritotriacetat, Tetraakis(2,2,6,6-tetramethyl-4-piperidyl)-1,2,3,4-butantetra carboxylat, 1,1'-(1,2-Ethandiyil)-bis(3,3,5,5-tetramethylpiperazinon), 4-Benzoyl-2,2,6,6-tetramethylpiperidin, 4-Stearyloxy-2,2,6,6-tetramethylpiperidin, Bis(1,2,2,6,6-pentamethylpiperidyl)-2-n-butyl-2-(2-hydroxy-3,5-di-tert-butylbenzyl)malonat, 3-n-Octyl-7,7,9,9-tetramethyl-1,3,8-triazaspiro-[4.5]decan-2,4-dion, Bis(1-octyloxy-2,2,6,6-tetramethylpiperidyl)sebacat, Bis(1-octyloxy-2,2,6,6-tetramethylpiperidyl)succinat, lineare oder cyclische Kondensate von N,N'-Bis(2,2,6,6-tetramethyl-4-piperidyl)hexamethylendiamin und 4-Morpholino-2,6-dichlor-1,3,5-triazin, das Kondensat von 2-Chlor-4,6-bis(4-n-butylamino-2,2,6,6-tetramethylpiperidyl)-1,3,5-triazin und 1,2-Bis(3-aminopropylamino)ethan, das Kondensat von 2-Chlor-4,6-di-(4-n-butylamino-1,2,2,6,6-pentamethylpiperidyl)-1,3,5-triazin und 1,2-Bis(3-aminopropylamino)ethan, 8-Acetyl-3-dodecyl-7,7,9,9-tetramethyl-1,3,8-triazaspiro[4.5]decan-2,4-dion, 3-Dodecyl-1-(2,2,6,6-tetramethyl-4-piperidyl)pyrrolidin-2,5-dion, 3-Dodecyl-1-(1,2,2,6,6-pentamethyl-4-piperidyl)pyrrolidin-2,5-dion, ein Gemisch von 4-Hexadecyloxy- und 4-Stearyloxy-2,2,6,6-tetramethylpiperidin, ein Kondensat von N,N'-Bis(2,2,6,6-tetramethyl-4-piperidyl)hexamethylendiamin und 4-Cyclohexylamino-2,6-dichlor-1,3,5-triazin, ein Kondensat von 1,2-Bis(3-aminopropylamino)ethan und 2,4,6-Trichlor-1,3,5-triazin sowie 4-Butylamino-2,2,6,6-tetramethylpiperidin (CAS Reg. Nr. [136504-96-6]); ein Kondensat von 1,6-Hexandiamin und 2,4,6-Trichlor-1,3,5-triazin sowie N,N-Dibutylamin und 4-Butylamino-2,2,6,6-tetramethylpiperidin (CAS Reg. Nr. [192268-64-7]; N-(2,2,6,6-Tetramethyl-4-piperidyl)-n-dodecylsuccinimid, N-(1,2,2,6,6-Pentamethyl-4-piperidyl)-n-dodecylsuccinimid, 2-Undecyl-7,7,9,9-tetramethyl-1-oxa-3,8-diaza-4-oxospiro[4,5]decan, ein Reaktionsprodukt von 7,7,9,9-Tetramethyl-2-cycloundecyl-1-oxa-3,8-diaza-4-oxospiro[4,5]decan und Epichlorhydrin, 1,1-Bis(1,2,2,6,6-pentamethyl-4-piperidyl)hexamethylendiamin, ein Diester von 4-Methoxymethylene malonsäure mit 1,2,2,6,6-Pentamethyl-4-hydroxypiperidin, Poly[methylpropyl-3-oxy-4-(2,2,6,6-tetramethyl-4-piperidyl)]siloxan, ein Reaktionsprodukt von Maleinsäureanhydrid- $\alpha$ -Olefin-Copolymer mit 2,2,6,6-Tetramethyl-4-aminopiperidin oder 1,2,2,6,6-Pentamethyl-4-aminopiperidin.

2.7. Oxamide, zum Beispiel 4,4'-Diocetyl oxyxanilid, 2,2'-Diethoxyxanilid, 2,2'-Diocetyl oxy-5,5'-di-tert-butoxanilid, 2,2'-Didodecyl oxy-5,5'-di-tert-butoxanilid, 2-Ethoxy-2'-ethyloxanilid, N,N'-Bis(3-dimethylaminopropyl)oxamid, 2-Ethoxy-5-tert-butyl-2'-ethoxanilid und dessen Gemisch mit 2-Ethoxy-2'-ethyl-5,4'-di-tert-butoxanilid, Gemische von o- und p-Methoxy-disubstituierten Oxaniliden und Gemische von o- und p-Ethoxy-disubstituierten Oxaniliden.

2.8. 2-(2-Hydroxyphenyl)-1,3,5-triazine, zum Beispiel 2,4,6-Tris(2-hydroxy-4-octyloxyphenyl)-1,3,5-triazin, 2-(2-Hydroxy-4-octyloxyphenyl)-4,6-bis(2,4-dimethylphenyl)-1,3,5-triazin, 2-(2,4-Dihydroxyphenyl)-4,6-bis(2,4-dimethylphenyl)-1,3,5-triazin, 2,4-Bis(2-hydroxy-4-propyloxyphenyl)-6-(2,4-dimethylphenyl)-1,3,5-triazin, 2-(2-Hydroxy-4-octyloxyphenyl)-4,6-bis(4-methylphenyl)-1,3,5-triazin, 2-(2-Hydroxy-4-dodecyloxyphenyl)-4,6-bis(2,4-dimethylphenyl)-1,3,5-triazin, 2-(2-Hydroxy-4,6-bis(2,4-dimethylphenyl)-1,3,5-triazin, 2-[2-Hydroxy-4-(2-hydroxy-3-butyloxypropoxy)phenyl]-4,6-bis(2,4-dimethyl)-1,3,5-triazin, 2-[2-Hydroxy-4-(2-hydroxy-3-octyloxypropoxy)phenyl]-4,6-bis(2,4-dimethyl)-1,3,5-triazin, 2-[4-(Dodecyl oxy/Tridecyl oxy-2-hydroxypropoxy)-2-hydroxyphenyl]-4,6-bis(2,4-dimethylphenyl)-1,3,5-triazin, 2-[2-Hydroxy-4-(2-hydroxy-3-dodecyl oxypropoxy)-phenyl]-4,6-bis(2,4-dimethylphenyl)-1,3,5-triazin, 2-(2-Hydroxy-4-hexyloxy)phenyl-4,6-diphenyl-1,3,5-triazin, 2-(2-Hydroxy-4-methoxyphenyl)-4,6-diphenyl-1,3,5-triazin, 2,4,6-Tris-[2-hydroxy-4-(3-butoxy-2-hydroxypropoxy)phenyl]-1,3,5-triazin, 2-(2-Hydroxyphenyl)-4-(4-methoxyphenyl)-6-phenyl-1,3,5-triazin, 2-[2-Hydroxy-4-[3-(2-ethylhexyl-1-oxy)-2-hydroxypropoxy]phenyl]-4,6-bis(2,4-dimethylphenyl)-1,3,5-triazin.

3. Metaldesaktivatoren, zum Beispiel N,N'-Diphenyloxamid, N-Salicylal-N'-salicyloylhydrazin, N,N'-Bis(sa-

licyloyl)hydrazin, N,N'-Bis(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyphenylpropionyl)hydrazin, 3-Salicyloylamino-1,2,4-triazol, Bis(benzyliden)oxalyldihydrazid, Oxanilid, Isophthaloyldihydrazid, Sebacylbisphenylhydrazid, N,N'-Diacetyladiroyldihydrazid, N,N'-Bis(salicyloyl)oxalyldihydrazid, N,N'-Bis(salicyloyl)thiopropionyldihydrazid.

4. Phosphite und Phosphonite, zum Beispiel Triphenylphosphit, Diphenylalkylphosphite, Phenylalkylphosphite, Tris(nonylphenyl)phosphit, Trilaurylphosphit, Trioctadecylphosphit, Distearylpentaaerythritdiphosphit, Tris(2,4-di-tert-butylphenyl)phosphit, Diisodecylpentaaerythritdiphosphit, Bis(2,4-di-tert-butylphenyl)pentaaerythritdiphosphit, Bis(2,6-di-tert-butyl-4-methylphenyl)pentaaerythritdiphosphit, Diisodecyloxy-pentaaerythritdiphosphit, Bis(2,4-di-tert-butyl-6-methylphenyl)pentaaerythritdiphosphit, Bis(2,4,6-tris(tert-butylphenyl)pentaaerythritdiphosphit, Tristearylsorbitriphosphit, Tetrakis(2,4-di-tert-butylphenyl)-4,4'-biphenylen-diphosphonit, 6-Isooctyloxy-2,4,8,10-tetra-tert-butyl-12H-dibenz[d,g]-1,3,2-dioxaphosphocin, Bis(2,4-di-tert-butyl-6-methylphenyl)methylphosphit, Bis(2,4-di-tert-butyl-6-methylphenyl)ethylphosphit, 6-Fluor-2,4,8,10-tetra-tert-butyl-12-methyldibenz[d,g]-1,3,2-dioxaphosphocin, 2,2',2"-Nitrilo[triethyltris(3,3',5,5'-tetra-tert-butyl-1,1'-biphenyl-2,2'-diyl)phosphit], 2-Ethylhexyl-(3,3',5,5'-tetra-tert-butyl-1,1'-biphenyl-2,2'-diyl)phosphit, 5-Butyl-5-ethyl-2-(2,4,6-tri-tert-butylphenoxy)-1,3,2-dioxaphosphiran.

5. Hydroxylamine, zum Beispiel N,N-Dibenzylydroxylamin, N,N-Diethylhydroxylamin, N,N-Dioctylhydroxylamin, N,N-Dilaurylydroxylamin, N,N-Ditetradecylhydroxylamin, N,N-Dihexadecylhydroxylamin, N,N-Dioctadecylhydroxylamin, N-Hexadecyl-N-octadecylhydroxylamin, N-Heptadecyl-N-octadecylhydroxylamin, N,N-Dialkylhydroxylamin, abgeleitet von hydriertem Talgamin.

6. Nitrone, zum Beispiel N-Benzyl- $\alpha$ -phenyl-nitron, N-Ethyl- $\alpha$ -methyl-nitron, N-Octyl- $\alpha$ -heptyl-nitron, N-Lauryl- $\alpha$ -undecyl-nitron, N-Tetradecyl- $\alpha$ -tridecyl-nitron, N-Hexadecyl- $\alpha$ -pentadecylnitron, N-Octadecyl- $\alpha$ -heptadecyl-nitron, N-Hexadecyl- $\alpha$ -heptadecylnitron, N-Octadecyl- $\alpha$ -pentadecyl-nitron, N-Heptadecyl- $\alpha$ -heptadecyl-nitron, N-Octadecyl- $\alpha$ -hexadecyl-nitron, Nitron, abgeleitet von N,N-Dialkylhydroxylamin, abgeleitet von hydriertem Talgamin.

7. Thiosynergisten, zum Beispiel Dilaurylthiodipropionat oder Distearylthiodipropionat.

8. Peroxid-Fänger, zum Beispiel Ester von  $\beta$ -Thiodipropionsäure, zum Beispiel die Lauryl-, Stearyl-, Myristyl- oder Tridecylester, Mercaptobenzimidazol oder das Zinksalz von 2-Mercaptobenzimidazol, Zinkdibutyl-dithiocarbamat, Dioctadecylsulfid, Pentaerythrittrakis( $\beta$ -dodecylmercapto)propionat.

9. Polyamid-Stabilisatoren, zum Beispiel Kupfersalze in Kombination mit Jodiden und/oder Phosphor-Verbindungen und Salzen von zweiseitigem Mangan.

10. Basische Costabilisatoren, zum Beispiel Melamin, Polyvinylpyrrolidon, Dicyandiamid, Triallylcyanurat, Harnstoffderivate, Hydrazinderivate, Amine, Polyamide, Polyurethane, Alkalimetallsalze und Erdalkalimetallsalze von höheren Fettsäuren, zum Beispiel Calciumstearat, Zinkstearat, Magnesiumbehenat, Magnesiumstearat, Natriumricinoleat und Kaliumpalmitat, Antimonbrenzcatechin oder Zinkbrenzcatechin.

11. Keimbildungsmittel, zum Beispiel anorganische Substanzen, wie Talkum, Metalloxide, wie Titandioxid oder Magnesiumoxid, Phosphate, Carbonate oder Sulfate von, vorzugsweise, Erdalkalimetallen; organische Verbindungen, wie Mono- oder Polycarbonsäuren und den Salzen davon, beispielsweise 4-tert-Butylbenzoësäure, Adipinsäure, Diphenylessigsäure, Natriumsuccinat oder Natriumbenzoat; polymere Verbindungen, wie ionische Copolymere (Ionomere). Besonders bevorzugt sind 1,3;2,4-Bis(3',4'-dimethylbenzyliden)sorbit, 1,3;2,4-Di(para-methyldibenzyliden)sorbit und 1,3;2,4-Di(benzyliden)sorbit.

12. Füllstoffe und Verstärkungsmittel, zum Beispiel Calciumcarbonat, Silicate, Glasfasern, Glashohlkügelchen, Asbest, Talkum, Kaolin, Glimmer, Bariumsulfat, Metalloxide und -hydroxide, Ruß, Graphit, Holzmehl und Mehle oder Fasern von anderen natürlichen Produkten, synthetische Fasern.

13. Andere Additive, zum Beispiel Weichmacher, Gleitmittel, Emulgatoren, Pigmente, Rheologieadditive, Katalysatoren, Fließsteuerungsmittel, optische Aufheller, Flammschutzmittel, antistatische Mittel und Treibmittel.

14. Benzofuran-2-one und Indolinone, zum Beispiel jene, offenbart in US 4 325 863; US 4 338 244; US 5 175 312; US 5 216 052; US 5 252 643; DE-A-43 16 611; DE-A-43 16 622; DE-A-43 16 876; EP-A-0 589 839 oder EP-A-0 591 102 oder 3-[4-(2-Acetoxyethoxy)phenyl]-5,7-di-tert-butylbenzofuran-2-on, 5,7-Di-tert-butyl-3-[4-(2-stearoyloxyethoxy)phenyl]benzofuran-2-on, 3,3'-Bis[5,7-di-tert-butyl-3-(4-[2-hydroxyethoxy]phenyl)benzofuran-2-on], 5,7-Di-tert-butyl-3-(4-ethoxyphenyl)benzofuran-2-on, 3-(4-Acetoxy-3,5-dimethylphenyl)-5,7-di-tert-butylbenzofuran-2-on, 3-(3,5-Dimethyl-4-pivaloyloxyphenyl)-5,7-di-tert-butylbenzofuran-2-on, 3-(3,4-Dimethylphenyl)-5,7-di-tert-butylbenzofuran-2-on, 3-(2,3-Dimethylphenyl)-5,7-di-tert-butylbenzofuran-2-on.

**[0016]** Die Co-Stabilisatoren, mit Ausnahme der unter 14 angeführten Benzofuran-2-one, werden beispielsweise in Konzentrationen von 0,01 bis 10%, bezogen auf das Gesamtgewicht des zu stabilisierenden Materials, zugegeben.

**[0017]** Die unter 14 angeführten Benzofuran-2-one werden in Konzentrationen von 0,0005 bis 10%, vorzugs-

weise 0,001 bis 5%, insbesondere 0,01 bis 2%, bezogen auf das Gesamtgewicht des zu stabilisierenden Materials, zugegeben.

**[0018]** Weitere bevorzugte Zusammensetzungen umfassen, zusätzlich zu Komponenten (a) und (b), weitere Additive, insbesondere phenolische Antioxidantien, Lichtstabilisatoren und/oder Verarbeitungshilfen.

**[0019]** Bevorzugte Verarbeitungsstabilisatoren sind beispielsweise Phosphite, Phosphonite und/oder Benzofuran-2-one.

**[0020]** Besonders bevorzugte Additive sind phenolische Antioxidantien (Punkt 1 der Liste), sterisch gehinderte Amine (Punkt 2.6 der Liste), Phosphate und Phosphonite (Punkt 4 der Liste), Peroxid zerstörende Verbindungen (Punkt 5 der Liste) und Benzofuran-2-one (Punkt 14 der Liste).

**[0021]** Die Einarbeitung der amorphen, festen Form von Bis(2,4-dicumylphenyl)pentaerythritdiphosphit und, falls erwünscht, weiterer Additive in das polymere organische Material wird durch bekannte Verfahren, beispielsweise vor oder während des Formens, oder durch Auftragen der gelösten oder dispergierten Verbindungen auf das polymere organische Material, falls geeignet, mit anschließender langsamer Verdampfung des Lösungsmittels, ausgeführt. Die erfindungsgemäße amorphe, feste Modifikation kann auch zu den zu stabilisierenden Materialien in Form eines Masterbatches, das dieselben enthält, beispielsweise in einer Konzentration von 2,5 bis 25 Gewichtsprozent, gegeben werden.

**[0022]** Die erfindungsgemäße amorphe, feste Modifikation kann auch vor oder während der Polymerisation oder vor dem Vernetzen zugesetzt werden.

**[0023]** Die erfindungsgemäße amorphe, feste Modifikation kann in das zu stabilisierende Material in reiner Form, oder eingekapselt in Wachse, Öle oder Polymere, eingearbeitet werden.

**[0024]** Die erfindungsgemäße amorphe, feste Modifikation kann auch auf das zu stabilisierende Polymer gesprührt werden. Sie kann andere Additive verdünnen (beispielsweise die vorstehend erwähnten, üblichen Additive), oder deren Schmelzen, wodurch dieselben auf das zu stabilisierende Polymer auch zusammen mit diesen Additiven gesprührt werden können. Die Zugabe durch Sprühen während der Desaktivierung der Polymerisationskatalysatoren ist besonders vorteilhaft, wobei es beispielsweise möglich ist, dass der zur Desaktivierung verwendete Dampf zum Sprühen eingesetzt wird.

**[0025]** Im Fall von kugelpolymerisierten Polyolefinen kann es vorteilhaft sein, die erfindungsgemäße amorphe, feste Modifikation, falls erwünscht, beispielsweise zusammen mit anderen Additiven durch Sprühen aufzutragen.

**[0026]** Die so stabilisierten Materialien können in einem breiten Bereich von Formen, beispielsweise Filme bzw. Folien, Fasern, Bänder, Formzusammensetzungen, Profile, oder als Bindemittel für Anstrichstoffe, Klebstoffe oder Zemente, verwendet werden.

**[0027]** Wie bereits erwähnt, sind die zu schützenden organischen Materialien vorzugsweise organische, insbesondere synthetische Polymere. Von diesen sind die zu schützenden Materialien besonders vorteilhaft thermoplastische Materialien, insbesondere Polyolefine. Die ausgezeichnete Wirksamkeit der amorphen, festen Form von Bis(2,4-dicumylphenyl)pentaerythritdiphosphit als Verarbeitungsstabilisator (thermischer Stabilisator) sollte besonders erwähnt werden. Dazu ist es vorteilhaft, sie vor oder während seines Verarbeitens dem Polymer zuzusetzen. Es ist jedoch auch möglich, andere Polymere, beispielsweise Elastomere, Gleitmittel oder hydraulische Flüssigkeiten gegen Abbau, beispielsweise durch Licht induzierten oder thermisch-oxidativen Abbau, zu stabilisieren. Für Elastomere siehe die vorstehende Liste von möglichen organischen Materialien.

**[0028]** Geeignete Gleitmittel und hydraulische Fluids basieren beispielsweise auf Mineral- oder synthetischen Ölen oder Gemischen davon. Gleitmittel sind dem Fachmann bekannt und werden in der relevanten technischen Literatur, beispielsweise in Dieter Klamann, „Schmierstoffe und verwandte Produkte“ (Verlag Chemie, Weinheim 1982), in Schewe-Kobek, „Das Schmiermittel-Taschenbuch“ (Dr. Alfred Hüthig-Verlag, Heidelberg, 1974) und in „Ullmanns Enzyklopädie der technischen Chemie“, Band 13, Seiten 85-94 (Verlag Chemie, Weinheim, 1977), beschrieben.

**[0029]** Folglich ist eine bevorzugte Ausführungsform der vorliegenden Erfindung die Verwendung der amor-

phen, festen Form von Bis(2,4-dicumylphenyl)pentaerythritdiphosphit als ein Stabilisator für organische Materialien gegen oxidativen, thermischen oder durch Licht induzierten Abbau.

**[0030]** Die erfindungsgemäße amorphe, feste Modifikation wird vorzugsweise als Verarbeitungsstabilisator (thermischer Stabilisator) von thermoplastischen Polymeren verwendet.

**[0031]** Die vorliegende Erfindung stellt auch ein Verfahren zum Stabilisieren eines organischen Materials gegen oxidativen, thermischen oder durch Licht induzierten Abbau bereit, das Einarbeiten der amorphen, festen Form von Bis(2,4-dicumylphenyl)pentaerythritdiphosphit darin oder Auftragen derselben darauf umfasst.

**[0032]** Die vorliegende amorphe, feste Form von Bis(2,4-dicumylphenyl)pentaerythritdiphosphit zeigt eine schnellere Auflösungsgeschwindigkeit und bessere Löslichkeit in organischen Materialien, wie in Polymeren und Gleitmitteln, verglichen mit der kristallinen Form des Standes der Technik. Dies stellt bessere Kompatibilität und gleichförmigere Verteilung der vorliegenden amorphen, festen Form von Bis(2,4-dicumylphenyl)pentaerythritdiphosphit mit einem organischen Polymer während der Formulierung, verglichen mit der Verbindung des Standes der Technik, die bei 230-232°C schmilzt, bereit.

**[0033]** Differential-Scanning-Kalorimetrie-(DSC)-Messungen werden an einem Mettler DSC 820 mit einer abgeglichenen Aluminiumpfanne und Temperaturabtastung bei +10°C pro Minute bis 300°C erhalten.

**[0034]** Röntgenbeugungsmuster werden an einer Philips-Norelco-Röntgenbeugungseinheit unter Verwendung von Cu/K $\alpha$ -Strahlung mit einem Nickelfilter aufgezeichnet.

**[0035]** Die nachstehenden Beispiele erläutern die Erfindung weiter. Teil- oder Prozentangaben beziehen sich auf das Gewicht.

Beispiel 1: Herstellung der amorphen, festen Form von Bis(2,4-dicumylphenyl)pentaerythritdiphosphit

**[0036]** Die Verbindung der Formel I, Bis(2,4-dicumylphenyl)pentaerythritdiphosphit, wird gemäß dem Verfahren von Beispiel 3 von US-Patent 5 438 086 hergestellt. Die kristalline Verbindung mit einem Schmelzpunkt von 230-232°C wird auf 250°C erhitzt, bis eine klare Schmelze erhalten wird. Die Schmelze wird schnell durch Gießen des geschmolzenen Materials auf eine kalte Oberfläche, die bei 20°C gehalten wird, gekühlt, um einen amorphen Feststoff mit einer T<sub>g</sub> (DSC) von 61°C (gemessen bei einer Standardheizrate von +10°C pro Minute) zu ergeben. Der klare, transparente Feststoff wird in geeigneter Weise unter Anwendung von Mörser und Pistill zu einem weißen Pulver vermahlen. Das unter Anwendung von Cu/K $\alpha$ -Strahlung erhaltene Röntgenbeugungsmuster ist merkmalslos.

Beispiel 2: Herstellung des amorphen Gemisches (1:1) von Bis(2,4-dicumylphenyl)pentaerythritdiphosphit und Irgafos 168<sup>®</sup>

**[0037]** In Analogie zu Beispiel 1 wird ein Gemisch von 1:1 aus kristallinem Bis(2,4-dicumylphenyl)pentaerythritdiphosphit und Irgafos 168<sup>®</sup> [Tris(2,4-di-tert-butylphenyl)phosphit; Ciba Specialty Chemicals Inc.] auf 250°C erhitzt, bis eine klare Schmelze erhalten wird. Die Schmelze wird schnell durch Gießen des geschmolzenen Materials auf eine kalte Oberfläche, die bei 20°C gehalten wird, gekühlt, um ein amorphes Gemisch von 1:1 mit einer T<sub>g</sub> (DSC) von 54°C (gemessen bei einer Standardheizrate von +10°C pro Minute) zu ergeben.

Beispiel 3: Herstellung des amorphen Gemisches (1:1) von Bis(2,4-dicumylphenyl)pentaerythritdiphosphit und Irgafos 12<sup>®</sup>

**[0038]** In Analogie zu Beispiel 1 wird ein Gemisch von 1:1 aus kristallinem Bis(2,4-dicumylphenyl)pentaerythritdiphosphit und Irgafos 12<sup>®</sup> [2,2',2"-Nitrilo[triethyltris(3,3',5,5'-tetra-tert-butyl-1,1'-biphenyl-2,2'-diyl)phosphit; Ciba Specialty Chemicals Inc.] auf 250°C erhitzt, bis eine klare Schmelze erhalten wird. Die Schmelze wird schnell durch Gießen des geschmolzenen Materials auf eine kalte Oberfläche, die bei 25°C gehalten wird, gekühlt, um ein amorphes Gemisch von 1:1 mit einer T<sub>g</sub> (DSC) von 73°C (gemessen bei einer Standardheizrate von +10°C pro Minute) zu ergeben.

Beispiel 4: Herstellung des amorphen Gemisches (1:1) von Bis(2,4-dicumylphenyl)pentaerythritdiphosphit und Irgafos P-EPQ<sup>®</sup>

**[0039]** In Analogie zu Beispiel 1 wird ein Gemisch von 1:1 aus kristallinem Bis(2,4-dicumylphenyl)pentaery-

thritdiphosphit und Irgafos P-EPQ® [Tetrakis(2,4-di-tert-butylphenyl)-4,4'-biphenyldiphosphonit; Ciba Specialty Chemicals Inc.] auf 250°C erhitzt, bis eine klare Schmelze erhalten wird. Die Schmelze wird schnell durch Gießen des geschmolzenen Materials auf eine kalte Oberfläche, die bei 20°C gehalten wird, gekühlt, um ein amorphes Gemisch von 1:1 mit einer  $T_g$  (DSC) von 63°C (gemessen bei einer Standardheizrate von +10°C pro Minute) zu ergeben.

Beispiel 5: Herstellung des amorphen Gemisches (1:1) von Bis(2,4-dicumylphenyl)pentaerythritdiphosphit und Irganox 1010®

**[0040]** In Analogie zu Beispiel 1 wird ein Gemisch von 1:1 aus kristallinem Bis(2,4-dicumylphenyl)pentaerythritdiphosphit und Irganox 1010® (Pentaerythrittetraakis[3-(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyphenyl)propionat]; Ciba Specialty Chemicals Inc.) auf 250°C erhitzt, bis eine klare Schmelze erhalten wird. Die Schmelze wird schnell durch Gießen des geschmolzenen Materials auf eine kalte Oberfläche, die bei 20°C gehalten wird, gekühlt, um ein amorphes Gemisch von 1:1 mit einer  $T_g$  (DSC) von 53-55°C (gemessen bei einer Standardheizrate von +10°C pro Minute) zu ergeben.

Beispiel 6: Herstellung des amorphen Gemisches (6:1:3) von Bis(2,4-dicumylphenyl)pentaerythritdiphosphit, Irganox HP 136® und Irganox 1010®

**[0041]** In Analogie zu Beispiel 1 wird ein Gemisch von 6:1:3 aus kristallinem Bis(2,4-dicumylphenyl)pentaerythritdiphosphit, Irganox HP 136 (Struktur siehe Fußnote f am Ende von Tabelle 2; Ciba Specialty Chemicals Inc.) und Irganox 1010® (Pentaerythrittetraakis[3-(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyphenyl)propionat]; Ciba Specialty Chemicals Inc.), auf 250°C erhitzt, bis eine klare Schmelze erhalten wird. Die Schmelze wird schnell durch Gießen des geschmolzenen Materials auf eine kalte Oberfläche, die bei 20°C gehalten wird, gekühlt, um ein amorphes Gemisch von 6:1:3 mit einer  $T_g$  (DSC) von 50°C (gemessen bei einer Standardheizrate von +10°C pro Minute) zu ergeben.

Beispiel 7: Stabilisierung von mehrfach extrudiertem Polypropylen-Homopolymer

**[0042]** 3 kg von einem Polypropylen-Homopolymer (PH 350) wird mit 0,05%igem Calciumstearat und den Additiven gemäß Tabelle 1 trocken vermischt. Dieses Gemisch wird dann in einem Doppelschneckenextruder von Bernstorff (RTM) (ZSK 25, L/D=46) bei Temperaturen von maximal 240°C extrudiert. Das Extrudat wird durch Ziehen desselben durch ein Wasserbad gekühlt und dann granuliert. Dieses Granulat wird wiederholt extrudiert. Nach 3 Extrusionen wird der Schmelzflussindex (MFI) und Vergilbungsindeks (YI) gemessen.

**[0043]** Die Änderung des Molekulargewichts wird bezüglich des Schmelzflussindex (MFI) gemäß dem ASTM-D-1238-70, gemessen in einem Göttfert-Schmelzflussindexer und einer Last wie nachstehend angegeben, mitgeteilt. Versuchsfehler der MFI-Messungen werden mit ± 0,03 für den MFI, gemessen bei 190°C und 2,16 kg Last, ± 0,06 für den MFI, gemessen bei 190°C und 5 kg Last, und ± 0,1 für den MFI, gemessen bei 190°C und 10 kg Last, gefunden. Eine wesentliche Erhöhung in dem Schmelzindex bedeutet mangelhafte Stabilisierung. Die Farbqualität wird bezüglich des Gelbindex (YI), bestimmt an den Granulaten, gemäß dem ASTM 1926-70 Vergilbungstest mitgeteilt. Niedrige YI-Werte bedeuten wenig Verfärbung, hohe YI-Werte starke Verfärbung der Proben. Die Ergebnisse werden in Tabelle 1 zusammengefasst.

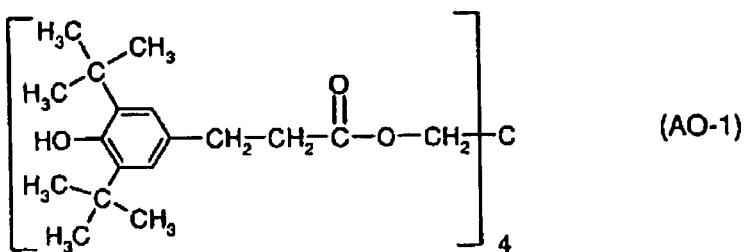
Tabelle 1:

Beispiel	Additiv	YI nach 1 Extr.	YI nach 3 Extr.	MFI nach 1 Extr.	MFI nach 3 Extr.
Beispiel 7a <sup>a)</sup>	0,050 % Irganox 1010 <sup>(c)</sup> 0,025 % Irgafos 168 <sup>(d)</sup> 0,025 % Doverphos S 9228T <sup>(e)</sup>	-1,16	2,01	3,67	5,83
Beispiel 7b <sup>b)</sup>	0,050 % Irganox 1010 <sup>(c)</sup> 0,050 % Verbindung von Beispiel 2	-1,16	1,62	3,60	5,27

a) Vergleichsbeispiel

b) Beispiel gemäß der Erfindung

c) Irganox 1010 (Ciba Specialty Chemicals Inc.) ist die Verbindung der Formel AO-1



d) Irgafos 168® (Ciba Specialty Chemicals Inc.) ist Tris(2,4-di-tert-butylphenyl)phosphit.

e) Doverfos S 9228T® ist die kristalline Form von Bis(2,4-dicumylphenyl)pentaerythritdiphosphit, hergestellt gemäß dem Verfahren von Beispiel 3 von US-Patent 5 438 086 (Schmelzpunkt 230-232°C).

Beispiel 8: Stabilisierung von mehrfach extrudiertem Polypropylen-Homopolymer

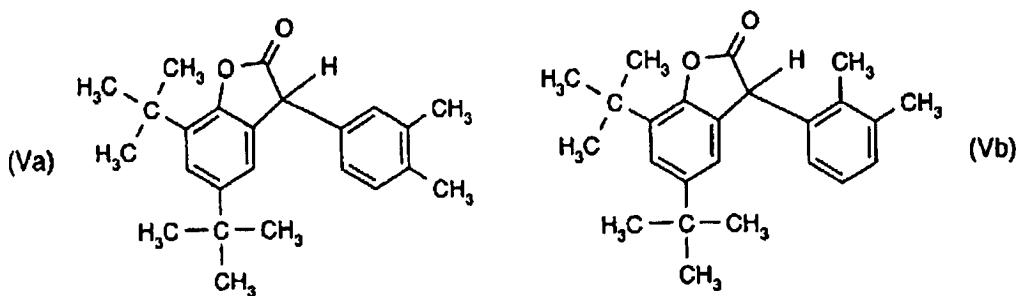
**[0044]** 3 kg eines Polypropylen-Homopolymers (PH 350) werden mit 0,05% Calciumstearat und den Additiven gemäß Tabelle 2 trocken vermischt. Dieses Gemisch wird dann in einem Doppelschneckenextruder von Berstorff (RTM) (ZSK 25, L/D=46) bei Temperaturen von maximal 240°C extrudiert. Das Extrudat wird durch Ziehen desselben durch ein Wasserbad gekühlt und dann granuliert. Dieses Granulat wird wiederholt extrudiert. Nach 3 Extrusionen wird der Schmelzflussindex (MFI) und Vergilbungsindeks (YI), in Analogie zu Beispiel 7, gemessen. Die Ergebnisse werden in Tabelle 2 zusammengefasst.

Tabelle 2

Beispiel	Additiv	YI nach 1 Extr.	YI nach 3 Extr.	MFI nach 1 Extr.	MFI nach 3 Extr.
Beispiel 8a <sup>a)</sup>	0,030 % Irganox 1010 <sup>(e)</sup> ) 0,010 % Irganox HP 136 <sup>(f)</sup> ) 0,060 % Doverphos S 9228T <sup>(e)</sup> )	-1,75	0,94	3,35	4,44
Beispiel 8b <sup>b)</sup>	0,100 % Verbindung von Beispiel 6	-1,98	-0,70	3,47	5,37

Siehe am Ende von Tabelle 1 zur Erläuterung der Fußnoten a), b), c) und e)

f) Irganox HP-136® (Ciba Specialty Chemicals Inc.) und ist ein Gemisch von etwa 85 Gewichtsteilen der Verbindung der Formel Va und etwa 15 Gewichtsteilen der Verbindung der Formel Vb.



## **Patentansprüche**

1. Amorphe, feste Form von Bis(2,4-dicumylphenyl)pentaerythritdiphosphit, gekennzeichnet durch Schmelzen im Bereich von 59-63°C und durch ein merkmalsloses Röntgenbeugungsmuster.
  2. Verfahren zur Herstellung der amorphen, festen Form von Bis(2,4-dicumylphenyl)pentaerythritdiphosphit, das Schmelzen der Verbindung und schnelles Kühlen der Schmelze umfasst.
  3. Verfahren nach Anspruch 2, das Gießen des geschmolzenen Materials auf eine kalte Oberfläche, die unter 30°C gehalten wird, umfasst.
  4. Verfahren nach Anspruch 3, wobei die kalte Oberfläche nahe 20°C ist.

5. Amorphe, feste Form von Bis(2,4-dicumylphenyl)pentaerythritdiphosphit, die durch das Verfahren von Anspruch 2 erhältlich ist.

6. Zusammensetzung, umfassend:

- a) ein organisches Material, das oxidativem, thermischem oder durch Licht induziertem Abbau unterliegt, und
- b) die amorphe, feste Form von Bis(2,4-dicumylphenyl)pentaerythritdiphosphit nach Anspruch 1.

7. Zusammensetzung nach Anspruch 6, umfassend die Zugabe von weiteren Additiven neben Komponenten (a) und (b).

8. Zusammensetzung nach Anspruch 7, umfassend als weitere Additive phenolische Antioxidantien, Lichtstabilisatoren und/oder Verarbeitungsstabilisatoren.

9. Zusammensetzung nach Anspruch 8, umfassend – als Verarbeitungsstabilisatoren – Phosphite, Phosphonite und/oder Benzofuran-2-one.

10. Zusammensetzung nach Anspruch 6, umfassend als Komponente (a) natürliche, halbsynthetische oder synthetische Polymere.

11. Zusammensetzung nach Anspruch 6, umfassend als Komponente (a) thermoplastische Polymere.

12. Zusammensetzung nach Anspruch 6, umfassend als Komponente (a) ein Polyolefin.

13. Zusammensetzung nach Anspruch 6, umfassend als Komponente (a) Polyethylen oder Polypropylen.

14. Verfahren zum Stabilisieren eines organischen Materials gegen oxidativen, thermischen oder durch Licht induzierten Abbau, das Einarbeiten der wie in Anspruch 1 definierten, amorphen, festen Form von Bis(2,4-dicumylphenyl)pentaerythritdiphosphit darin oder Auftragen derselben darauf umfasst.

15. Verwendung der wie in Anspruch 1 definierten amorphen, festen Form von Bis(2,4-dicumylphenyl)pentaerythritdiphosphit als Stabilisator für organische Materialien gegen oxidativen, thermischen oder durch Licht induzierten Abbau.

Es folgt kein Blatt Zeichnungen