

[19]中华人民共和国国家知识产权局

[51]Int. Cl<sup>7</sup>

C08G 64/30



# [12] 发明专利说明书

[21] ZL 专利号 97103394.3

[45] 授权公告日 2003 年 1 月 8 日

[11] 授权公告号 CN 1098292C

[22] 申请日 1997. 3. 27 [21] 申请号 97103394.3

[30] 优先权

[32]1996. 3. 27 [33]DE [31]19612139. 6

[73] 专利权人 拜尔公司

地址 联邦德国莱沃库森

[72] 发明人 S·库尔灵 K·施尔伯斯特

U·胡克斯 M·乌尔列彻

H·舒查尔特 R·巴彻曼

T·费斯彻 K·科格鲁伯

F·F·莱尔 G·扎比

[56] 参考文献

DE1495730 1969. 4. 10 C08G35/00

DE4312390 1994. 10. 20 C08G64/30

DE43123901994. 10. 20 1993. 3. 3 C08G64/30

EP529093 1993. 3. 3 C08G64/30

审查员 高胜华

[74] 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司

代理人 王景朝 田舍人

权利要求书 2 页 说明书 11 页

[54] 发明名称 生产热塑性聚碳酸酯的两步法

[57] 摘要

本发明涉及用自动清洗高粘度反应器生产 - OH 端基含量低的热塑性、无溶剂、低支化聚碳酸酯的两步熔融法。

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

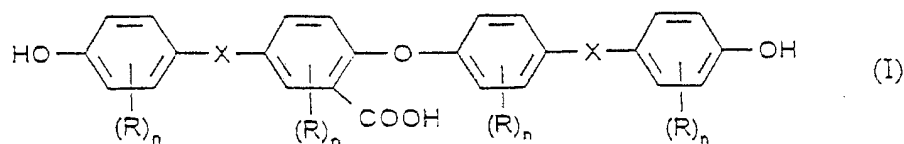
1. 通过在催化剂和可选的支化剂存在下二元酚与羧酸二芳基酯的熔融酯基转移来生产低支化聚碳酸酯的两步法，其特征在于：第一步，  
5 以 1 摩尔二元酚为基准，将  $10^{-2}$  至  $10^{-8}$  摩尔氮或磷碱加到二元酚和羧酸二芳基酯的混合物中以产生低聚碳酸酯，加入催化剂后，在 100Pa 至大气压力的压力下将混合物的温度升至  $290^{\circ}\text{C}$ ，蒸除反应过程中放出的一元酚，在第一步中生成的低聚碳酸酯的-OH 端基含量为 10-35 摩尔%，在第二步中，在  $240-340^{\circ}\text{C}$  的温度下，在 1-50000Pa 的压力下，在 10-60 分钟内，在基于面积的自动清洗度大于 95% 并且自由有效体积至少为 50% 的自动清洗高粘度反应器中将低聚碳酸酯缩聚成聚碳酸酯。

2. 根据权利要求 1 的生产芳族聚碳酸酯的方法，其特征在于：在第二步中反应温度为  $275-330^{\circ}\text{C}$ 。

15 3. 根据权利要求 1 的生产芳族聚碳酸酯的方法，其特征在于：在第二步中反应温度为  $280-310^{\circ}\text{C}$ 。

4. 根据权利要求 1 的生产芳族聚碳酸酯的方法，其特征在于：在聚碳酸酯的总皂化和皂化产物的 HPLC 测定之后式(I)的支化剂在聚碳酸酯中的含量不超过 75ppm，式(I)如下：

20



25 式中，X 代表  $\text{C}_1-\text{C}_8$  亚烷基或亚环烷基、硫或单键，R 代表甲基、氯或溴，n 代表 0,1 或 2。

5. 根据权利要求 1-4 中任一权项的生产芳族聚碳酸酯的方法，其特征在于：该方法的第二步是通过加入以 1 摩尔二元酚为基准  $10^{-4}$  至  $10^{-8}$  摩尔碱金属和/或碱土金属盐进行的。

30 6. 根据权利要求 1-4 中任一权项的生产芳族聚碳酸酯的方法，其特征在于：聚碳酸酯成品中酚羟基端基的含量小于 20 摩尔%。

7. 根据权利要求 1-4 中任一权项的生产芳族聚碳酸酯的方法，

其特征在于：所用的二元酚和羧酸二芳基酯在其生产或蒸馏纯化之后保持在液态，直到在本方法的第一步中使用。

8. 根据权利要求 1-4 中任一权项的生产芳族聚碳酸酯的方法，其特征在于第一步产生的低聚碳酸酯的数均分子量为 9000-24000。

5 9. 根据权利要求 1 的生产芳族聚碳酸酯的方法，其特征在于所用的高粘度反应器的基于体积的自动清洗度大于 85%，将所有空隙视为未清洗体积。

10. 根据权利要求 1 的生产芳族聚碳酸酯的方法，其特征在于所用的高粘度反应器的基于面积的自动清洗度大于 98%。

## 生产热塑性聚碳酸酯的两步法

5 本发明涉及从芳族二元酚、羧酸二芳基酯、催化剂和可选的支化剂出发，通过酯基转移法生产无溶剂、低支化聚碳酸酯的方法，其中第一步，为生产低聚碳酸酯，使用  $10^{-4}$  至  $10^{-8}$  摩尔氮碱或磷碱(基于 1 摩尔二元酚计)，在 100Pa 到大气压力下和高达 290 °C 的温度下加入催化剂制得低聚碳酸酯，蒸除一元酚，形成的低聚碳酸酯是 -OH 端基含  
10 量为 10-35%(摩尔)的中间体，随后在 240-340 °C、最好在 260-330 °C、特别是 280-320 °C 的温度下，在 1-50000 Pa 的压力下，用 10-60 分钟，将其缩聚成聚碳酸酯，第二步在一个具有高自动清洗度和大自由有效体积的特殊高粘度反应器中进行。

用本发明方法生产的聚碳酸酯是低支化的、无溶剂聚碳酸酯，有  
15 轻微的固有色并且 -OH 端基含量低。

在专利说明书 US 3 442 854 中，季铵和磷化合物被描述为熔融酯基转移作用的催化剂。然而，在已知方法的缩聚步骤中，采用大于 300 °C 的反应温度数小时(超过 4 小时)以获得高分子量聚碳酸酯。所得产物不是低支化的(参见比较例 1 和 2)，而且时空产率不能令人满意的。并且  
20 也不使用自动清洗高粘度反应器。

在美国专利说明书 5 412 061 中描述了以四有机磷羧酸盐为催化剂的生产聚碳酸酯的酯基转移法。

在该方法中，缩聚是在釜中，以大约 90 分钟的缩聚时间进行的。

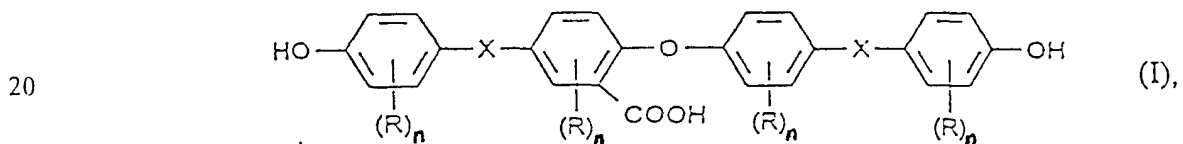
用本发明方法获得的聚碳酸酯的 -OH 端基含量比较高。在釜中操作会由于产物沉积或不合需要的在器壁上的副反应引起产品中的鱼眼  
25 或溶胀闭孔。较长的反应时间也会导致产物的不合需要的支化。

业已发现，通过建立用形成的低聚碳酸酯中间体的 -OH/碳

酸芳基酯端基比，如果在第二步的酯基转移中使用高自动清洗度的和  
大自由有效体积的自动清洗高粘度反应器，则可以两步催化在较短的  
缩聚周期内以经济的产量生产-OH端基含量低的低支化聚碳酸酯。

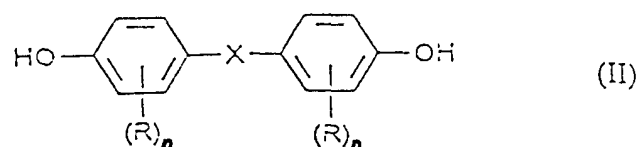
5 本发明涉及通过在催化剂和可选的支化剂存在下二元酚与羧酸二  
芳基酯的熔融酯基转移来生产低支化聚碳酸酯的两步法，其特征在  
于：生产低聚碳酸酯的第一步是将  $10^{-2}$  至  $10^{-8}$  摩尔氮或磷碱(以 1 摩尔  
二元酚为基准)加到二元酚和羧酸二芳基酯的混合物中，加入催化剂  
10 后，在 100Pa 至常压的压力下将混合物的温度升至 290 °C，蒸除反应  
过程中放出的一元酚，在第一步中生成的低聚碳酸酯的-OH 端基含量  
为 10-35%(摩尔)，在第二步中，在 240-340 °C、优选 275-330 °C、特  
别是 280-310 °C 的温度下，在 1-50000Pa 的压力下，在 10-60 分钟内，  
在基于面积的自动清洗度大于 95% 并且自由有效体积至少为 50%、优  
选不低于 65%、特别优选不低于 75% 的自动清洗高粘度反应器中将低  
聚碳酸酯缩聚成聚碳酸酯。

15 本发明方法意义上的低支化聚碳酸酯是指在 PC 的总皂化和皂化  
产物的 HPLC 测定后，式(I)支化剂的在聚碳酸酯中的含量不超过  
75ppm。式(I)如下：



式中 X=C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub> 亚烷基或亚环烷基，S 或单键，并且 R=CH<sub>3</sub>, Cl 或 Br，  
n=0, 1 或 2。

25 本发明方法适宜的二元酚是式(II)化合物：



式中, X, R 和 n 具有式(I)中所给出的定义。

优选的二元酚是例如:

- 5 4,4'-二羟基联苯,  
4,4'-二羟基二苯基硫醚,  
2,2-二(4-羟基苯基)丙烷,  
2,2-二(3,5-二甲基-4-羟基苯基)丙烷,  
2,2-二(3,5-二氯-4-羟基苯基)丙烷,  
10 2,2-二(3,5-二溴-4-羟基苯基)丙烷,  
1,1-二(4-羟基苯基)环己烷和  
1,1-二(4-羟基苯基)-3,3,5-三甲基环己烷。

上述二元酚中特别优选的是 2,2-二(4-羟基苯基)丙烷和 1,1-二(4-羟基苯基)-3,3,5-三甲基环己烷。

- 15 在本发明意义上的羧酸二芳基酯是二 C<sub>6</sub>-C<sub>14</sub> 芳基酯, 最好是苯酚或烷基取代的酚的二酯, 即碳酸二苯酯或例如碳酸二甲苯酯。基于 1 摩尔双酚计, 羧酸二酯的用量具体为 1.01-1.30 摩尔, 优选 1.02-1.15 摩尔。

- 应当确保第一步(低聚碳酸酯合成)的反应成分, 即二元酚和羧酸二芳基酯在很大程度上不含碱金属和碱土金属离子, 碱金属和碱土金属离子的量小于 0.1ppm 是可以容许的。这样的纯二元酚和羧酸二芳基酯可以通过例如将羧酸二芳基酯和二元酚重结晶、洗涤和蒸馏获得。在本发明的方法中, 在羧酸二酯中的碱金属和碱土金属离子的含量应当小于 0.1 ppm。原料中总的氯含量不应超过 2ppm, 羧酸二酯中可皂化氯的含量不应当超过 0.05ppm。对于所得聚碳酸酯的颜色, 如果原材料即二元酚和羧酸二芳基酯在通过蒸馏纯化原材料时未经过固态, 20 在生产的最初步骤中是特别有利的, 即在酯基转移反应中使用原材料熔体或混合熔体, 或者至少一种原材料是以液体的形式计量加入的。

聚碳酸酯可以用少量支化剂有意的和控制的形式支化的。一些适宜的支化剂是：

间苯三酚

4,6-二甲基-2,4,6-三(4-羟基苯基)庚烯-2，

5 4,6-二甲基-2,4,6-三(4-羟基苯基)庚烷，

1,3,5-三(4-羟基苯基)苯，

1,1,1-三(4-羟基苯基)乙烷，

三(4-羟基苯基)苯基甲烷，

2,2-二[4,4-二(4-羟基苯基)环己基]丙烷，

10 2,4-二(4-羟基苯基异丙基)苯酚，

2,6-二(2-羟基-5'-甲基苄基)-4-甲基苯酚，

2-(4-羟基苯基)-2-(2,4-二羟基苯基)丙烷，

原对苯二甲酸六(4-(4-羟基苯基异丙基)苯)酯，

四(4-羟基苯基)甲烷，

15 四(4-(4-羟基苯基异丙基)苯氧基)甲烷，

1,1-二(4',4''-二羟基三苯基)甲基)苯，尤其是

$\alpha, \alpha', \alpha''$ -三(4-羟基苯基)-1,3,5-三异丙基苯。

其它可能的支化剂是 2,4-二羟基苯甲酸、1,3,5-苯三酸、氰尿酸氯和 3,3-二(3-甲基-4-羟基苯基)-2-氧杂-2,3-二氢吡啶。

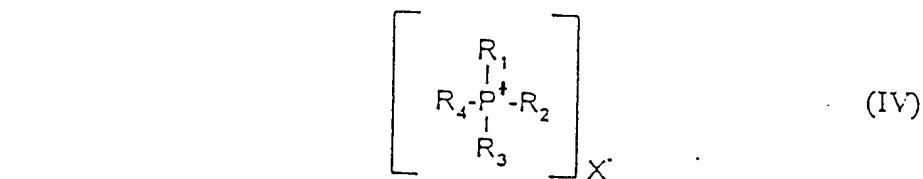
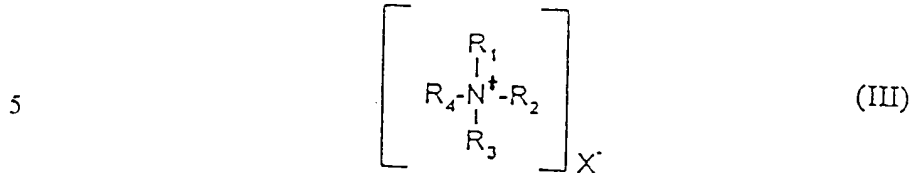
20 在本发明意义上的低支化聚碳酸酯应当理解为没有例如由于不需要的副反应而出现的失控的支化的聚碳酸酯。

通过加入例如上述的支化剂的有意支化与它不同。

可以与二元酚一起使用 0.05-2%(摩尔)(基于所用的二元酚计)可选地混入的支化剂。

25 对于低级碳酸酯的合成，以氮碱和磷碱为催化剂，最好是氮和磷催化剂和胍和磷脒碱。

在本发明的生产低聚碳酸酯方法的意义上优选的催化剂是通式(III)和(IV)的化合物



式中  $R_1$  至  $R_4$  是相同或不同的烷基、芳基或环烷基基团， $X^-$  是酸阴离子，其中对应的酸-碱对  $H^+ + X^- \rightleftharpoons HX$  的  $pK_B$  值小于 1。

在本发明方法的意义上特别适宜的催化剂是例如：

15 氢氧化四甲基铵、乙酸四甲基铵、氟化四甲基铵、四苯基氢化硼酸四甲基铵、氟化四苯基磷、四苯基氢化四苯基磷、氢氧化二甲基二苯基铵、氢氧化四乙基铵、DBU、DBN 或胍体系例如 1,5,7-三氮杂二环 [4.4.0] 癸-5-烯、7-苯基-1,5,7-三氮杂二环 [4.4.0] 癸-5-烯、7-甲基-1,5,7-三氮杂二环 [4.4.0] 癸-5-烯、7,7'-亚己基-二-1,5,7-三氮杂二环 [4.4.0] 癸-5-烯、7,7'-亚癸基-二-1,5,7-三氮杂二环 [4.4.0] 癸-5-烯、7,7'-亚十二烷基-二-1,5,7-三氮杂二环 [4.4.0] 癸-5-烯或磷腈例如磷腈碱  $P_1$ -Oct = 叔辛基亚氨基三(二甲氨基)正磷、磷腈碱  $B_1$ -t-Butyl = 叔丁基亚氨基三(二甲氨基)正磷、BEMP = 2-叔丁基亚氨基-2-二乙氨基-1,3-二甲基全氢化-1,3,2-二氮杂 phosphorine。

20

25 催化剂的用量为  $10^{-2}$  至  $10^{-8}$  摩尔(基于二元酚计)。可以将两种或更多种不同的催化剂一起结合使用。

第一步的低聚碳酸酯的平均分子量  $M_w$  最好为 9000-24000，特别优选 12000-20000，通过测定在二氯甲烷中的溶液的相对粘度(于 25 °C 和 5 克/升的浓度)或在等重量苯酚/邻二氯苯混合物中测定来确定，

用光散射法校正。除非另有说明，所有关于分子量的描述都是指数均分子量。第一步的聚碳酸酯的分子量取决于第二步的聚碳酸酯所需的最终粘度；因而在第二步中，通过低分子量低聚碳酸酯的缩合获得低分子量聚碳酸酯，通过高分子量低聚碳酸酯的缩合获得高分子量聚碳酸酯。这样生产的低聚碳酸酯的-OH 端基含量为 10-35%，优选 15-30%，对应的为：

$$X\% = \frac{\text{-OH 端基的数目}}{\text{端基总数}} \cdot 100$$

低聚碳酸酯的-OH/碳酸芳基酯端基比是例如通过一方面用四氯化钛光度测量以分别测定-OH 端基来确定的，而另一方面是在总皂化后通过 HPLC 测定生成的一元酚来确定碳酸芳基酯端基。

生产这些低聚碳酸酯的温度优选 100-290 °C，更优选 150-280 °C。在 50Pa 至常压、最好在 100-50000Pa 的压力下除去从低聚碳酸酯的酯基转移中产生的一元酚，特别是通过蒸馏来除去。

在第二步中，即低聚碳酸酯的缩聚，向低聚碳酸酯中加入碱金属/碱土金属催化剂也可能有利于生产高分子量聚碳酸酯(例如分子量 Mw 大于 24000)。碱金属/碱土金属催化剂的用量最好为  $10^{-8}$  至  $10^{-4}$  摩尔(基于每 1 摩尔二元酚计)，特别优选的浓度是  $10^{-7}$  至  $10^{-5}$  摩尔。它们是例如锂、钠、钾、铯、钙、钡、镁的氢氧化物、碳酸盐、卤化物、酚盐、二酚盐、氟化物、乙酸盐、磷酸盐、磷酸氢盐、氢化硼酸盐。

碱金属/碱土金属催化剂可以以固体或溶液或在水、苯酚、碳酸二芳基酯、低聚碳酸酯或聚碳酸酯中的母料的形式加入。

因此，本发明还涉及碱金属或碱土金属催化剂的混入。

本发明方法的第二步，即缩聚，是在特定的高粘度反应器中用 10-60 分钟的时间进行的。为此使用大的自由有效体积、能够运动学自

动清洗的反应器。随着这些混合机的轴的旋转，产物空间边界例如结构元件：刮刀、支撑元件、轴或壳体通过机械运动的相互结合极大地或完全地进行了运动清洗。适宜的高粘度反应器被描述在例如欧洲专利申请 EP 460 466, EP 528 210, EP 638 354 中和申请号为 P 44 43 151.1 和 P 44 43 154.6 的德国专利申请中。

为了能用于本发明的方法，所述高粘度反应器最好一方面具有足够大的自由有效体积以容许足够长的产物停留时间，具有良好的、有效的排料能力，使得另一方面它们不引起过长的停留时间，不使产物经受热应力的时间不要过长。本发明所用的反应器应当散布大的产物表面并且频繁更新这些表面，使得在相对较低的温度下可以获得反应的迅速进行。液相的表面应尽可能不断地更新，使得一元酚易于进入气相中。

在从液相进入气相的传质过程中，包括缩聚反应，下面的几点特别重要：

1. 在液相中的传质，
2. 为各相之间的质量交换提供大的表面/界面，和
3. 将物料以气态送出系统。

从气相的物料输送通常用负压来保证的。

本发明方法所用的高粘度反应器应当在反应室中具有尽可能大的可湿性金属表面，这有利于反应混合物与气相之间的物质交换。

随着转子的旋转，具有大表面的薄膜铺在润湿的壳体和转子的金属表面上。大的可湿性金属表面是有利的。(转子和周围的壳体的)总的可湿性表面与周围(内部壳体)表面之比被认为是与设备的尺寸无关的量。为了确保此处的可比性，壳体应当围绕转子，即不包括延伸的蒸汽空间。

在本发明的方法中最好使用总表面/周围壳体表面的比率大于 2.5、优选大于 3 的高粘度反应器。

另一方面，液相中的充分混合也可以用转子的联合作用来测定。

它们作用的运动学在这里具有重要的意义：为了避免会使产物保持不确定的时间的死体积，转子应当刮在壳体上并且尽可能完全。为了使运动自动清洗量化，定义了一种基于面积的自动清洗度，它给出了运动学清洗面积相对于与产物接触的反应器总表面的比例。该值>95%，  
5 优选>98%。也可以类似地定义基于体积的自动清洗度。基于体积的自动清洗度是自由有效体积减去未清洗与自由有效体积之间的差的比率。在优选的方法中该比率大于85%，考虑到刮刀等的间隙为1%(基于壳体直径计)，或者大于94%，假定间隙为0。在这里，未清洗的体积是指在没有运动清洗的(不是运动清洗的)表面上的沉积物的最大可能体积。这些体积代表了死体积，其中产物被保留了较长的停留时间  
10 并且仅能够以不确定的方式用流动力逐渐地交换。

为了能够经济地以大的产量实施需要一定停留时间的过程，使用具有大的产物容纳体积(product-holding volume)的反应器是有利的。为了对于相同的结构尺寸尽可能大地保持产物容纳体积，所以转子应当  
15 填充尽可能小的体积。作为内部壳体体积与安装的转子与内部壳体体积与未安装的转子之比的自由有效体积可以被看作是尺寸。在本发明的方法中，对于高粘度反应器，它至少为50%，优选不小于65%，尤其是不小于75%。

通过结合本发明的特征，可以获得经济的产量，同时获得本发明  
20 方法所述的良好性质。

本发明还涉及的可以用本发明的方法获得的芳族聚碳酸酯的平均分子量Mw应当为18000-60000，优选19000-40000(通过测定在二氯甲烷中的溶液或在等量苯酚/邻二氯苯混合物中的溶液的相对粘度确定，以光散射法校正)。

25 这样可以通过一元酚的馏将低分子量低聚碳酸酯缩聚成低粘度聚碳酸酯和将高分子量低聚碳酸酯缩聚成高粘度聚碳酸酯。

所得聚碳酸酯的-OH端基含量具体地小于20%，优选小于15%，特别优选小于10%，尤其优选小于5%。

为了限制聚合物的重均分子量  $M_w$ ，可以以已知的方式(参见例如 EP 360 578)使用计算量的分子量调节剂例如烷基苯酚。

此外，对于特定的应用，也可以通过混入嵌段、链段和共聚单体将聚碳酸酯改性。例如带有-OH 端基的硅氧烷嵌段、带有-OH 端基和羧酸端基的芳族和脂族聚酯、带有-OH 端基的聚亚苯基硫醚嵌段、带有-OH 端基的聚苯醚嵌段。

也可以将常用的抗紫外光稳定剂或热稳定剂和例如脱模剂加到按照本发明生产的聚碳酸酯中。它们可以与其它热塑性塑料例如与 ABS 以已知的方式共混。

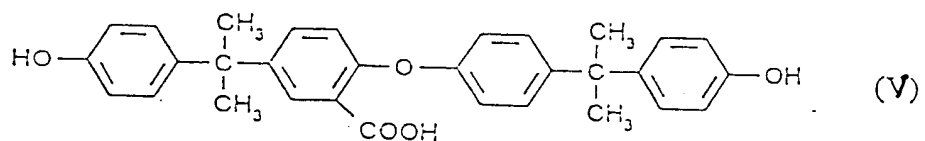
10

### 实施例

#### 比较例 1

称取 114.5 克(0.500 摩尔)双酚 A 和 113.54(0.530 摩尔)碳酸二苯酯，加到装有搅拌器、内部温度计和带有桥的 Vigreux 柱(30 厘米，金属化的)的 500 毫升三颈烧瓶中。通过抽空和用氮气吹洗(3 次)使装置不含大气氧，将混合物加入至 150 °C。将 0.0039 克基于双酚 A 的  $N(CH_3)_4B(C_6H_5)_4(2 \times 10^{-3}\%$ (摩尔))作为固体加入，将所得苯酚于 10000Pa 蒸除。同时，将温度升至 250 °C。1 小时后，将压力降低至 1000Pa。通过将压力进一步降低至 50Pa 和将温度增加至 310 °C，4 小时后完成缩聚。获得在溶液中相对粘度为 1.276(二氯甲烷，25 °C，浓度 5 克/升)的轻微有色的无溶剂聚碳酸酯。式(V)支化剂在生产的聚碳酸酯中的含量为 210ppm。

25



## 比较例 2

过程同比较例 1，但缩聚温度为 320 °C。获得在溶液中相对粘度为 1.335(二氯甲烷，25 °C，浓度 5 克/升)的轻微有色的无溶剂聚碳酸酯。式(V)支化剂在生产的聚碳酸酯中的含量为 410ppm。

## 实施例 1 和 2

在用氮气钝化后，将原材料碳酸二苯酯(DPC)和双酚 A(BPA)在半技术试验工厂中一起熔融。也可以使用液体形式的原材料。

分别加入(液体形式的原材料)49.37kg BPA/h 和 52.83 DPC/h，一起熔化后，将 102.2kg 熔体(由 175 重量份 BPA 和 187.25 重量份 DPC)/h 送入多步试验工厂中。

将  $\text{PPh}_4\text{BPh}_4$  在苯酚中的 1%溶液作为催化剂连续混合，然后送入反应器中(142 克溶液/小时，对应为 0.001%(摩尔))。

用热交换器将熔体加热至 190 °C，经过 20 分钟的停留时间后将其经由一个管式蒸发器进入真空度为 150 毫巴的带有搅拌器的分离器中，同时加热至 240 °C 进行脱挥发份。在分离器中的停留时间为 25 分钟。蒸汽通过一个柱进入冷凝器中。低聚碳酸酯从分离器出来进入盘式反应器中。将温度调节至 280 °C、压力调节至 50Pa。停留时间是 35 分钟。将  $5 \times 10^{-4}$ %(摩尔)苯酚钠作为催化剂连续加到所得低聚碳酸酯中，成为在聚碳酸酯中的 0.1%(重量)母料的形式，然后将其送到本发明的高粘度反应器中。在 20pa 和 295 °C 的温度下，在 26 转/分下缩合为高分子量聚碳酸酯。停留时间为 23 分钟。将来自两个反应器的蒸汽送入冷却的反应器中。取出所得硬毛状聚碳酸酯并造粒。

表 1 示出在实施例 1 和 2 生产的聚碳酸酯的性质。

表 1 中的“黄度指数”的定义取自 ASTM Designation: D1925-70(Reapproved 1988) "Annual Book of ASTM Standards" vol. 08.02(1991) p. 150 并且用作透明塑料的光学质量的判据。

表 1

| 实施例 | BPA               | DPC               | 低聚碳酸酯粘度 $\eta_{rel}$ | 低聚碳酸酯-OH含量 [ppm] | 末端OH基的摩尔% | 聚碳酸酯 $\eta_{rel}$ | 聚碳酸酯-OH含量 [ppm] | 末端OH基的摩尔% | 支化剂的比例 [ppm] | 黄度指数 |
|-----|-------------------|-------------------|----------------------|------------------|-----------|-------------------|-----------------|-----------|--------------|------|
| 1   | 以液体的形式提供 (170 °C) | 以液体的形式提供 (110 °C) | 1.215                | 660              | 21        | 1.296             | 190             | 8         | 17           | 1.22 |
| 2   | 与DPC一起熔融 (150 °C) | -                 | 1.209                | 840              | 26        | 1.292             | 290             | 12        | 22           | 1.91 |
| 比较例 |                   |                   |                      |                  |           |                   |                 |           |              |      |
| 1   | 固体                | 固体                |                      |                  |           | 1.276             | 310             | 14        | 210          | 3.6  |
| 2   | 固体                | 固体                |                      |                  |           | 1.335             | 220             | 10        | 410          | 4.2  |