

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.

C08K 5/3417 (2006.01)

C08L 27/06 (2006.01)



[12] 发明专利申请公布说明书

[21] 申请号 200780014386.X

[43] 公开日 2009 年 5 月 6 日

[11] 公开号 CN 101426843A

[22] 申请日 2007.4.20

[21] 申请号 200780014386.X

[30] 优先权

[32] 2006.4.21 [33] EP [31] 06008297.1

[86] 国际申请 PCT/EP2007/053916 2007.4.20

[87] 国际公布 WO2007/122204 德 2007.11.1

[85] 进入国家阶段日期 2008.10.21

[71] 申请人 巴斯夫欧洲公司

地址 德国路德维希港

[72] 发明人 K·马松内 B·布莱特沙伊德

J·霍尔茨曼 A·萨尔登

K·罗萨托 M·埃根 D·克拉茨

L·蒂尔 J-D·阿恩特

[74] 专利代理机构 北京市中咨律师事务所

代理人 刘金辉 林柏楠

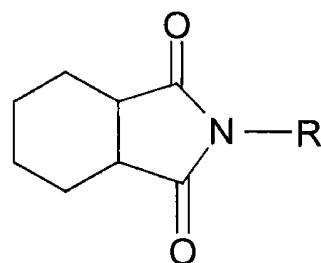
权利要求书 1 页 说明书 10 页

[54] 发明名称

六氢邻苯二甲酰亚胺组合作为增塑剂的用途

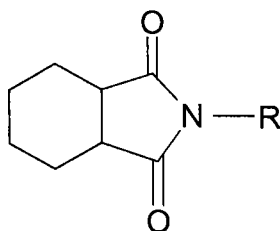
[57] 摘要

描述了式(I)的六氢邻苯二甲酰亚胺组合作为模塑组合物，特别是聚氯乙烯的增塑剂的用途，其中 R 代表烷基、环烷基或环烷基烷基，其中环烷基和环烷基烷基可以为未取代的或烷基取代的，且结构部分 R 具有至少 6 个碳原子。



(I)

1. 一种模塑组合物，其含有热塑性聚合物和至少一种式(I)的六氢邻苯二甲酰亚胺化合物：



其中 R 为烷基、环烷基或环烷基烷基，其中环烷基和环烷基烷基可以是未取代的或烷基取代的，且结构部分 R 具有至少 6 个碳原子。

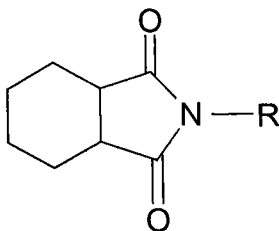
2. 如权利要求 1 所述的模塑组合物，其中 R 为具有 6-28 个碳原子的支化烷基。

3. 如权利要求 1 所述的模塑组合物，其中 R 为具有 8-28 个碳原子且具有 1.1-3.0 的平均支化度的异烷基。

4. 如前述权利要求任一项所述的模塑组合物，其中六氢邻苯二甲酰亚胺化合物在 200℃ 下的蒸气压小于 25hPa。

5. 如前述权利要求任一项所述的模塑组合物，其中所述热塑性聚合物为聚氯乙烯。

6. 式(I)的咪唑化合物作为聚氯乙烯增塑剂的用途：



其中 R 为烷基或环烷基，其中环烷基可以是未取代的或烷基取代的，且结构部分 R 具有至少 6 个碳原子。

7. 如权利要求 6 所述的用途，其中 R 为具有 6-28 个碳原子的支化烷基。

8. 如权利要求 6 所述的用途，其中 R 为具有 8-28 个碳原子且具有 1.1-3.0 的平均支化度的异烷基。

六氢邻苯二甲酰亚胺组合作为增塑剂的用途

本发明涉及某些六氢邻苯二甲酰亚胺化合物作为热塑性聚合物，特别是聚氯乙烯的增塑剂的用途，及一种含有至少一种特殊的六氢邻苯二甲酰亚胺化合物的模塑组合物。

聚氯乙烯(PVC)是最广泛使用的热塑性聚合物之一。它具有低可燃性，且耐化学品，耐腐蚀。借助于增塑剂可大幅度地改变 PVC 的性能。作为增塑剂含量的函数，可区分硬质 PVC(少于 3%的增塑剂)和柔性 PVC(大于 3%的增塑剂)。使用的增塑剂主要为邻苯二甲酸酯，特别是邻苯二甲酸二正丁酯(DBP)、邻苯二甲酸二异丁酯(DIBP)、邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯(DEHP)、邻苯二甲酸二异壬酯(DINP)、邻苯二甲酸二异癸酯(DIDP)和邻苯二甲酸苣丁酯(BBP)。较少采用的材料为己二酸和其他有机酸的酯类，以及磷酸酯。

尽管邻苯二甲酸酯有低急性毒性，长期暴露于至少量的 DEHP 可对睾丸、肾脏和肝脏有副作用。在动物试验中，DEHP 损害生殖能力并导致雄性后代的生殖功能障碍。目前正在与现存化学物质相关的欧洲计划范围内采取一种新的风险评估。自 1999 年以来玩具中的某些邻苯二甲酸酯已被禁止。这些不仅包括 DEHP 也包括邻苯二甲酸酯 DINP、DBP、DIDP 和 BBP。

使用增塑剂的一个特别重要因素是它们对 PVC 的胶凝性能。胶凝性能是增塑剂通过减少聚合物链间相互作用水平而渗入 PVC 聚合结构并带来增塑作用的能力。增塑剂的胶凝性能的衡量标准为按照 DIN 53408 测定的对 PVC 的溶解温度。溶解温度越低，胶凝性能越好。增塑剂较好的胶凝性能或较低的溶解温度意味着在柔性 PVC 的制备中可选择较低的加工温度。较低的温度节省能量和时间。

JP 63 301864、US-A 3652312、US-A 3615793、US-A 3579363、US-A 2547542、US-A 2684917、DE 860864、US-A 3579364、US-A 3957862 及

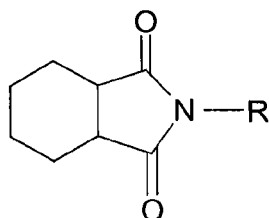
US-A 2547495 公开了 N-取代的邻苯二甲酰亚胺作为各种塑料增塑剂的用途。

US-A 3210313 描述了作为 PVC 增塑剂的 ϵ -二羧酰亚胺基己酸酯，例如 ϵ -邻苯二甲酰亚胺基己酸酯、 ϵ -四氢邻苯二甲酰亚胺基己酸酯及 ϵ -六氢邻苯二甲酰亚胺基己酸酯。

邻苯二甲酰亚胺对 PVC 具有高溶解温度。四氢邻苯二甲酰亚胺具有烯烃双键，因此易氧化且有变黄趋势。

本发明的目的是提供替用增塑剂和增塑模塑组合物。本发明特别针对易制备且具有良好的胶凝性能和对 PVC 的低溶解温度的增塑剂。

根据本发明，该目的由一种含有热塑性聚合物和至少一种式(I)的六氢邻苯二甲酰亚胺化合物的模塑组合物实现：



其中 R 为烷基、环烷基或环烷基烷基，其中环烷基或环烷基烷基可以是未取代的或烷基取代的，并且结构部分 R 具有至少 6 个碳原子。

本发明进一步涉及式(I)的六氢邻苯二甲酰亚胺化合物作为聚氯乙烯增塑剂的用途。

对本申请而言，词语“烷基”包括饱和、线性或支化的烃。这些一般具有 1-40 个碳原子(C_1 - C_{40} 烷基)。烷基优选直链或支化的烷基。实例包括 C_1 - C_6 烷基，例如甲基、乙基、丙基、1-甲基乙基、丁基、1-甲基丙基、2-甲基丙基、1,1-二甲基乙基、戊基、1-甲基丁基、2-甲基丁基、3-甲基丁基、2,2-二甲基丙基、1-乙基丙基、己基、1,1-二甲基丙基、1,2-二甲基丙基、1-甲基戊基、2-甲基戊基、3-甲基戊基、4-甲基戊基、1,1-二甲基丁基、1,2-二甲基丁基、1,3-二甲基丁基、2,2-二甲基丁基、2,3-二甲基丁基、3,3-二甲基丁基、1-乙基丁基、2-乙基丁基、1,1,2-三甲基丙基、1,2,2-三甲基丙基、1-乙基-1-甲基丙基、1-乙基-2-甲基丙基等等。 C_1 - C_{40} 烷基的实例为 C_1 - C_6 烷基，例如上面提到的那些，以及庚基、1-甲基己基、2-甲基己基、3-甲基己基、4-甲

基己基、5-甲基己基、1-乙基戊基、2-乙基戊基、3-乙基戊基、1-丙基丁基、1,1-二甲基戊基、1,2-二甲基戊基、1,3-二甲基戊基、1,4-二甲基戊基、1-甲基-2-乙基丁基、1-乙基-2-甲基丁基、1-乙基-1-甲基丁基、辛基、1-甲基庚基、2-甲基庚基、3-甲基庚基、4-甲基庚基、5-甲基庚基、6-甲基庚基、1-乙基己基、2-乙基己基、3-乙基己基、4-乙基己基、1-丙基戊基、2-丙基戊基、1,1-二甲基己基、1,2-二甲基己基、1,3-二甲基己基、1,4-二甲基己基、1,5-二甲基己基、2,3-二甲基己基、2,4-二甲基己基、2,5-二甲基己基、1-甲基-2-乙基戊基、1-甲基-3-乙基戊基、1-乙基-1-甲基戊基、1-乙基-2-甲基戊基、1-乙基-3-甲基戊基、1-乙基-2-甲基戊基、1-乙基-2,3-二甲基丁基、壬基、1-甲基辛基、2-甲基辛基、3-甲基辛基、4-甲基辛基、5-甲基辛基、6-甲基辛基、7-甲基辛基、1-乙基庚基、2-乙基庚基、3-乙基庚基、4-乙基庚基、5-乙基庚基、1,1-二甲基庚基、1,2-二甲基庚基、1,3-二甲基庚基、1,4-二甲基庚基、1,5-二甲基庚基、1,6-二甲基庚基、2,3-二甲基庚基、2,4-二甲基庚基、2,5-二甲基庚基、2,6-二甲基庚基、1-丙基己基、2-丙基己基、3-丙基己基、1-甲基-2-乙基己基、1-甲基-3-乙基己基、1-甲基-4-乙基己基、1-乙基-1-甲基己基、1-乙基-2-甲基己基、1-乙基-3-甲基己基、1-乙基-4-甲基己基、1-乙基-5-甲基己基、1-乙基-2-甲基己基、2-乙基-3-甲基己基、2-乙基-4-甲基己基、2-乙基-5-甲基己基、癸基、1-甲基壬基、2-甲基壬基、3-甲基壬基、4-甲基壬基、5-甲基壬基、6-甲基壬基、7-甲基壬基、8-甲基壬基、1-乙基辛基、2-乙基辛基、3-乙基辛基、4-乙基辛基、5-乙基辛基、6-乙基辛基、1,1-二甲基辛基、1,2-二甲基辛基、1,3-二甲基辛基、1,4-二甲基辛基、1,5-二甲基辛基、1,6-二甲基辛基、1,7-二甲基辛基、2,3-二甲基辛基、2,4-二甲基辛基、2,5-二甲基辛基、2,6-二甲基辛基、2,7-二甲基辛基、1-丙基庚基、2-丙基庚基、3-丙基庚基、4-丙基庚基、1-甲基-2-乙基庚基、1-甲基-3-乙基庚基、1-甲基-4-乙基庚基、1-甲基-5-乙基庚基、1-乙基-1-甲基庚基、1-乙基-2-甲基庚基、1-乙基-3-甲基庚基、1-乙基-4-甲基庚基、1-乙基-5-甲基庚基、1-乙基-6-甲基庚基、2-乙基-2-甲基庚基、2-乙基-3-甲基庚基、2-乙基-4-甲基庚基、2-乙基-5-甲基庚基、2-乙基-6-甲基庚基、十一烷基、1-甲基癸基、2-甲基癸基、9-甲基癸基、1-乙基壬基、2-乙基壬基、1,1-二甲基壬基、1,2-二甲基壬

基、1,3-二甲基壬基、1,4-二甲基壬基、1,5-二甲基壬基、1,6-二甲基壬基、1,7-二甲基壬基、1,8-二甲基壬基、2,3-二甲基壬基、2,4-二甲基壬基、2,5-二甲基壬基、2,6-二甲基壬基、2,7-二甲基壬基、2,8-二甲基壬基、1-丙基辛基、2-丙基辛基、1-甲基-2-乙基辛基、1-甲基-3-乙基辛基、1-甲基-4-乙基辛基、1-甲基-5-乙基辛基、1-甲基-6-乙基辛基、1-乙基-1-甲基辛基、1-乙基-2-甲基辛基、1-乙基-3-甲基辛基、1-乙基-4-甲基辛基、1-乙基-5-甲基辛基、1-乙基-6-甲基辛基、2-乙基-2-甲基辛基、2-乙基-3-甲基辛基、2-乙基-4-甲基辛基、2-乙基-5-甲基辛基、2-乙基-6-甲基辛基、十二烷基、1-甲基十一烷基、2-甲基十一烷基、10-甲基十一烷基、1-乙基癸基、2-乙基癸基、1-丙基壬基、2-丙基壬基、十三烷基、1-甲基十二烷基、2-甲基十二烷基、11-甲基十二烷基、1-乙基十一烷基、2-乙基十一烷基、1-丙基癸基、2-丙基癸基、1,2,6-三甲基癸基、1,2,7-三甲基癸基、1,2,8-三甲基癸基、1,5,9-三甲基癸基、2,4,6-三甲基癸基、2,7,8-三甲基癸基、十四烷基、1-甲基十三烷基、2-甲基十三烷基、12-甲基十三烷基、1-乙基十二烷基、2-乙基十二烷基、1-丙基十一烷基、2-丙基十一烷基、十五烷基、1-甲基十四烷基、2-甲基十四烷基、13-甲基十四烷基、1-乙基十三烷基、2-乙基十三烷基、1-丙基十二烷基、2-丙基十二烷基、十六烷基、1-甲基十五烷基、2-甲基十五烷基、14-甲基十五烷基、1-乙基十四烷基、2-乙基十四烷基、1-丙基十三烷基、2-丙基十三烷基、十七烷基、1-甲基十六烷基、2-甲基十六烷基、15-甲基十六烷基、1-乙基十五烷基、2-乙基十五烷基、1-丙基十四烷基、2-丙基十四烷基、十八烷基、1-甲基十七烷基、2-甲基十七烷基、16-甲基十七烷基、1-乙基十六烷基、2-乙基十六烷基、1-丙基十五烷基、2-丙基十五烷基、十九烷基、1-甲基十八烷基、2-甲基十八烷基、17-甲基十八烷基、1-乙基十七烷基、2-乙基十七烷基、1-丙基十六烷基、2-丙基十六烷基、二十烷基、1-甲基十九烷基、2-甲基十九烷基、18-甲基十九烷基、1-乙基十八烷基、2-乙基十八烷基、1-丙基十七烷基、2-丙基十七烷基、二十一烷基、1-甲基二十烷基、2-甲基二十烷基、19-甲基二十烷基、1-乙基十九烷基、2-乙基十九烷基、1-丙基十八烷基、2-丙基十八烷基、二十二烷基、三十烷基、四十烷基等等。

词语“环烷基”包括通常具有 3-14 个碳原子作为环成员的单环饱和烃

基,实例为环丙基、环丁基、环戊基、环己基、环庚基、环辛基、环壬基、环癸基、环十一烷基、环十二烷基、环十三烷基及环十四烷基。原则上,环烷基可具有一个或多个,例如1、2、3、4、5或6个烷基取代基,实例为C₁-C₆烷基。实例包括2-、3-甲基环戊基,2,2-二甲基环戊基,2,5-二甲基环戊基,4-甲基环己基,4,4-二甲基环己基,2-、3-、4-甲基庚基,2-、3-、4-甲基辛基等等。

词语“环烷基烷基”指如上述定义的由一个或多个通常具有3-14个碳原子作为环成员的单环饱和烃基(实例为环丙基、环丁基、环戊基、环己基、环庚基、环辛基、环壬基、环癸基、环十一烷基、环十二烷基、环十三烷基及环十四烷基)取代的烷基。原则上,该环烷基部分可具有一个或多个,例如1、2、3、4、5或6个烷基取代基,实例为C₁-C₆烷基。环烷基烷基的实例包括环己基甲基、2-(环己基)乙基等等。

在一个优选的实施方案中,R为具有6-28个碳原子的支化烷基,特别是支链C₇-C₁₅烷基。该烷基结构部分可具有一个或多个支链,特别是一个或两个支链,特别优选一个支链。该支链优选甲基支链、乙基支链或正丙基支链。特别优选的化合物I中R为支链在 β 碳原子上的C₇-C₁₅烷基,实例为2-乙基戊基、2-乙基己基、2-丙基戊基、2-乙基庚基、2-丙基己基、2-乙基辛基、2-丙基庚基、2-乙基壬基或2-丙基辛基。

在另一个优选的实施方案中,R为具有8-28个碳原子,特别是9-20个或10-18个碳原子,例如8、9、10或13个碳原子且具有1.1-3.0,特别是1.5-2.5的平均支化度的异烷基。其中有异辛基、异壬基、异癸基、异十一烷基、异十二烷基和异十三烷基。这些通常为具有相同或不同碳原子数的支化烷基结构部分的混合物。异烷基结构部分大多源于由C₂-C₆烯烃低聚及随后的醛化和加氢得到的伯醇。

优选使用的六氢邻苯二甲酰亚胺化合物的蒸气压在200℃下小于30hPa,特别优选小于25hPa。

式I化合物可通过文献中的方法采用多种路线制备,为此参见Beilstein, Springer Verlag 1989, 5th. Suppl. Series EV 21/10 第78页及随后各页。

例如, 式 I 化合物可通过环己烷二羧酸或环己烷二羧酸酐与伯胺 $R-NH_2$ 的反应制备。因为温度范围的关系, 用于这些反应的溶剂为脂族、环脂族或芳族烃, 例如己烷、环己烷、甲苯、二甲苯、1,3,5-三甲基苯或这些溶剂的混合物。有利地去除反应的水, 例如通过分离器去除。

环己烷二羧酸(酐)可由 WO 02/066412 中描述的方法得到。

可与按照本发明所用的增塑剂混合的热塑性聚合物不只为 PVC 也可以为聚乙烯醇缩醛, 例如聚乙烯醇缩丁醛、聚丙烯酸酯、纤维素酯类, 特别是硝化纤维素和乙酸纤维素以及聚硫化物。

本发明模塑组合物中式(I)化合物的含量用 phr 表示通常可以为 5-100phr, 优选 10-60phr, 特别优选 20-50phr。聚合物组合物常用的混合规范数据“phr”是“每 100 份树脂的份数”的缩写, 并意味着称量的、测量的及所述的添加剂量不是基于整个组合物中它们的百分比而是每 100 重量份聚合物中的重量份。假设例如式(I)化合物以 PVC 与增塑剂重量比为 80: 20 存在于 PVC/增塑剂混合物中, 则酯混合物的含量为 25phr, 因为 20 份占 80 份的 25%。

聚氯乙烯通过氯乙烯均聚得到。按照本发明所用的聚氯乙烯(PVC)例如可通过悬浮聚合、微悬浮聚合、乳液聚合或本体聚合制备。例如在

“Becker/Braun, Kunststoff-Handbuch[塑料手册], 2/1 卷: Polyvinylchlorid [聚氯乙烯]”, 第 2 版, Carl Hanser Verlag, Munich 中描述了通过氯乙烯聚合制备 PVC 的方法以及增塑 PVC 的制备和组成。

表征 PVC 摩尔质量且按 DIN 53726 测定的 K 值对按照本发明增塑的 PVC 来说大都为 57-90, 优选为 61-85, 特别为 64-75。

本发明模塑组合物既可包括咪唑化合物也可包括其他适合的添加剂。

例如, 添加剂可包括光稳定剂、生物稳定剂或其他稳定剂、润滑剂, 填料、颜料、阻燃剂、发泡剂、聚合物加工助剂、抗冲改性剂、荧光增白剂或抗静电剂。

纯粹为了说明的目的, 例如下面描述了这些添加剂的某些及其功能, 但这些描述没有限制本发明模塑组合物。

稳定剂中和例如加工期间和/或加工后从 PVC 消除的盐酸, 或作为自

由基清除剂来抵制聚氯乙烯降解。

可使用的稳定剂为任意常用的固体和液体形式的稳定剂，例如常用的钙/锌稳定剂、常用的钡/锌稳定剂、常用的铅稳定剂或常用的锡稳定剂或酸结合层状硅酸盐如水滑石。优选的是钡/锌稳定剂、三碱价硫酸铅($3\text{PbO} \cdot \text{PbSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$)及亚磷酸铅，特别优选的是三碱价硫酸铅和亚磷酸铅。马来酸二丁基锡可被提及作为自由基清除剂的一个实例。

本发明模塑组合物中稳定剂的含量可以为 0.05-7phr，优选 0.1-5phr，特别优选 0.2-4phr。

润滑剂是用来在加工过程中在 PVC 颗粒与机器的热部件间起作用，以及在混合、增塑和变形过程中抵制摩擦力。

可存在于本发明模塑组合物中的润滑剂为加工 PVC 的任意常用润滑剂。例如，可使用的那些为烃如油、石蜡及聚乙烯蜡，脂肪酸盐，具有 10-20 个碳原子的脂肪醇，酮，羧酸如脂肪酸和褐煤酸，氧化聚乙烯蜡，羧酸金属盐，羧酰胺和羧酸酯，例如用下述醇：乙醇、脂肪醇、甘油、乙二醇、季戊四醇，且采用长链羧酸作为酸组分。

本发明模塑组合物中润滑剂的含量可以为 0.01-10phr，优选 0.05-5phr，特别优选 0.1-3phr。

填料主要影响柔性聚氯乙烯的压缩强度、拉伸强度和弯曲强度以及硬度和耐热性，这种作用是有利的。

本发明模塑组合物可接收填料掺合物，例如无机填料，如天然存在的碳酸钙如白垩、石灰石和大理石，合成的碳酸钙，白云石，硅酸盐，二氧化硅，沙子，硅藻土，硅酸铝如高岭土，云母和长石。优选使用的填料为碳酸钙、白垩、白云石、高岭土、硅酸盐或滑石，特别优选使用白垩或方解石。

按照本发明所使用的组合物中填料的含量为 0.01-100phr，优选 1-80phr。

为了使所得产品适应各种可能的用途，本发明模塑组合物也可含有颜料。

这里无论有机颜料还是无机颜料都可使用。可使用的无机颜料的实例为钛颜料如 TiO_2 ，钴颜料如 $\text{CoO}/\text{Al}_2\text{O}_3$ ，及铬(III)颜料如 Cr_2O_3 。可使用

的有机颜料的实例为缩合偶氮颜料、偶氮甲碱颜料、蒽醌颜料、喹吖啶酮、酞菁颜料、二噁嗪颜料如 C. I. 颜料紫 23, 及苯胺黑(C. I. 颜料黑 1)。

本发明模塑组合物中颜料的含量可以为 0.01-10phr, 优选 0.05-5phr, 特别优选 0.1-3phr, 尤其是 0.5-2phr。

为了降低可燃性及减少燃烧时烟的产生, 本发明模塑组合物也可接受阻燃剂的掺合物。

可采用的阻燃剂例如为三氧化二锑、磷酸酯、氯化石蜡、氢氧化铝、硼化合物、三氧化钼或二茂铁。优选使用三氧化二锑或磷酸酯, 特别优选磷酸酯, 尤其是磷酸二苯甲苯酯、磷酸二苯辛酯或磷酸三甲苯酯。

本发明模塑组合物中阻燃剂的含量可以为 0.01-100phr, 优选 0.1-20phr。

为了避免由本发明模塑组合物生产的产品通过暴露于光引起表面损伤, 也可将光稳定剂加入这些干的 PVC 混合物中。

这里可使用的化合物的实例为羟基二苯甲酮类、羟苯基苯并三唑类或氰基苯基丙烯酸酯类。优选的是氰基苯基丙烯酸酯类, 特别优选的是 2-氰基-3,3-二苯基丙烯酸(2-乙基己基)酯。

可能存在于本发明模塑组合物中的光稳定剂的量为 0.01-7phr, 优选 0.1-5phr, 特别优选 0.2-1phr。

用本发明增塑剂制备增塑 PVC 的一般方法为在高温下搅拌混合各组分。例如“Becker/Braun, Kunststoff-Handbuch[塑料手册], 2/1 卷: Polyvinylchlorid[聚氯乙烯]”, 第 2 版, Carl Hanser Verlag, Munich 给出了制备聚氯乙烯、增塑剂和其他添加剂的混合物的一般描述。

在一种优选的制备方法中, 首先将聚氯乙烯和所有其他固体组分在 30-150℃, 优选 40-100℃, 特别优选 50-70℃ 下通过采用 500-5,000rpm(转/分), 优选 1,000-3,000rpm, 特别优选 2,000-2,500rpm 的搅拌器速度搅拌来混合。然后加入本发明增塑剂和所有其他液体组分并通过采用 500-5,000rpm, 优选 1,000-3,000rpm, 特别优选 2,000-2,500rpm 的搅拌器速度搅拌来混合, 这里温度增至 70-190℃, 优选 80-160℃, 特别优选 90-130℃ 的最终值。然后将混合物冷却至室温并可进一步加工得到成品。

本发明增塑剂适用于例如制备 PVC 薄片。本发明增塑剂特别适用于制备自粘膜、机动车薄片、家具薄片及办公室所需薄片、农用膜、食品或饮料膜(粘合膜)、屋顶板材、油罐内膜、储水器膜、游泳池膜、建筑物保护膜、雨衣、推拉门、浴帘、充气船及浮水圈。

本发明增塑剂还适用于制备 PVC 电缆。本发明增塑剂特别适用于制备接线电缆、电力电缆、通讯电缆、螺旋电缆、计算机电缆及汽车电缆。

本发明增塑剂也适用于制备 PVC 涂层。本发明增塑剂特别适用于制备合成皮革(用于汽车构造或制包中)、卡车蓬布和帐篷、桌布、防护服、乙烯基墙纸及传动带。

本发明增塑剂还适用于制备 PVC 地板覆盖物。本发明增塑剂特别适用于制备泡沫地板覆盖物(地板革)、非均质密实覆盖物、均质密实覆盖物及满铺地毯的涂层。

本发明增塑剂也适用于制备 PVC 异型材。本发明增塑剂也特别适用于制备工业软管和花园软管、密封垫(例如用于冰箱中)、医用管及楼梯扶手。

本发明增塑剂也特别适用于制作鞋子,包括靴子及凉鞋,玩具,包括玩偶及足球,手套,包括工业用和医用手套,底部保护物,帽密封物,风箱及橡皮。

这些成品可通过压延、挤出、涂布、浇注、浸涂、转塑或注塑制备。这些方法的其他细节见例如“Becker/Braun, Kunststoff-Handbuch[塑料手册], 2/1 卷: Polyvinylchlorid[聚氯乙烯]”, 第 2 版, Carl Hanser Verlag, Munich。

下述实施例提供了本发明的进一步说明。

实施例 1: N-2-乙基己基六氢邻苯二甲酰亚胺的合成

在带有内温度计和水分离器的 1 升搅拌烧瓶中将在 500ml 1,3,5-三甲基苯中的 154.0g(1.0mol)环己烷-1,2-二甲酸酐作为起始装料。在回流下加热该混合物并在 90 分钟内滴加 130.0g(1.0mol) 2-乙基己基胺。8 小时后,水分离器中已分去 15ml 水。

冷却至室温后,通过用 200ml 2%浓度的氢氧化钠溶液摇动萃取该溶液 5 次,然后用 200ml 水洗二次,并用碳酸钾干燥。通过在旋转蒸发仪上

使用 60℃ 的浴温及油泵提供的真空蒸馏去除该溶剂。这样得到 257.7g 微黄色液体；纯度(GC): 97%；酸值: 1.9mg KOH/g。产率: 理论值的 94%。

在真空中蒸馏 398.16g 粗产品(来自两批)。这样得到下述馏分:

馏分	量[g]	压力 [毫巴]	塔顶温 度[°C]	酸值[mg KOH/g]	GC[面积%]		
					标题化合物	乙基己基胺	1,3,5-三甲基苯
用量	398.16			1.9	97		
1	12.23	3.6	30			<1	>99
2	8.58	0.06	111-115	2.95	94		1
3	57.14	0.06	124	2.02	99		1
4	279.72	0.05	122-127	<0.1	100		
5	23.62	0.04	127	1.92	>99		
残渣	13.69						

合并馏分 3、4 和 5 并用于下述测试。

实施例 2: 溶解温度

按照 DIN 53408, 对 PVC 测量了 N-2-乙基己基六氢邻苯二甲酰亚胺的溶解温度。为了比较, 测量了已知的增塑剂邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯和邻苯二甲酸二异丁酯的溶解温度。蒸气压测量分别按照 European Commission specification 92/69/ECC, OECD 测试规程 104 的附件 A4 和 EPA 测试规程 OPPTS 830.7950 进行。下表比较了该结果。

	N-2-乙基己基六氢 邻苯二甲酰亚胺	邻苯二甲酸 二异丁酯	邻苯二甲酸二 (2-乙基己基)酯
PVC 的溶解温度[°C]	99	99	124
蒸气压[hPa]			
140°C	1.07	1.50	0.04
160°C	3.00	4.20	0.17
180°C	7.51	10.70	0.58
200°C	17.09	24.40	1.80
沸点		295°C	384°C

结果显示来自实施例 1 的本发明增塑剂对 PVC 的溶解温度与典型的快凝增塑剂邻苯二甲酸二异丁酯一样低, 这明显低于标准增塑剂邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯。本发明增塑剂的蒸气压在 140-200°C 的整个相关温度范围内显著低于邻苯二甲酸二异丁酯。