

DEUTSCHE DEMOKRATISCHE REPUBLIK
AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

PATENTSCHRIFT 143 619

Ausschließungspatent

Erteilt gemäß § 5 Absatz 1 des Änderungsgesetzes zum Patentgesetz

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

Int. Cl.³

(11)	143 619	(44)	03.09.80	3(51)	C 07 F 9/12
(21)	AP C 07 F / 212 869	(22)	14.05.79		
(31)	905 674	(32)	15.05.78	(33)	US

(71) siehe (73)

(72) Giolito, Silvio L., US

(73) Stauffer Chemical Company, Westport, US

(74) Internationales Patentbüro Berlin, 1020 Berlin,
Wallstraße 23/24

(54) Verfahren zur Erniedrigung und Stabilisierung der Färbung
der Alkylarylphosphatester

(57) Gemäß dem Verfahren der vorliegenden Erfindung werden durch Aufbewahren in der Dunkelheit oder durch sonstige Einflüsse verfärbte Alkylphosphatester durch Erwärmen in Gegenwart einer geringen, wirkungsvollen Menge Phosphitesters behandelt, so daß die Verfärbung dieser Ester rückgängig gemacht wird und die Farbe dieser Ester dabei stabilisiert wird. Das Verfahren der Erfindung ist einfach, wirtschaftlich, auch wenn es nur mit Bezug auf geringe Mengen an Phosphatester eingesetzt wird. Bei dem Verfahren der Erfindung werden keine aufwendigen und korrosiven, kaustischen Waschanlagen benötigt wie dies in der bekannten Technik der Fall war.

16 Seiten



AFEP 854

(556) Ag 141/12-80 3.

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die vorliegende Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zur Verbesserung und Stabilisierung der Färbung der Phosphatester. Insbesondere beschreibt die Erfindung ein Verfahren durch welches Alkylarylphosphateestern, welche durch Lagern in der Dunkelheit eine dunklere Farbe aufweisen, die Originalfarbe wiedergegeben werden kann.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Es war schon lange bekannt, daß es schwierig ist, farbbeständige und wenig gefärbte Phosphatester ausgehend von Alkylphenolverbindungen herzustellen. Bei der Herstellung von Alkylphenolphosphateestern durch bekannte Verfahren werden oft unerwünschte Verfärbungen erhalten. Solche Verfärbungen führen jedoch zu einer Abwertung der Phosphatester im Handel.

Phosphorsäurealkylphenolester werden weitgehend als Weichmacher

in Nitrocellulose und Polyvinylchlorid (PVC) Zusammensetzungen eingesetzt. Zusätzlich hierzu finden diese Ester Verwendung im Benzin, funktionellen Flüssigkeiten und Ölen, als flammverzögernde Mittel in Kunststoffen usw.

Normalerweise werden die Phosphorsäurealkylphenylester durch Zusatz von Phosphoroxychlorid (POCl_3) zu Alkylphenolen unter Erwärmung der Reaktionsmischung auf ungefähr 180°C hergestellt. Die Reaktionsgeschwindigkeit wird in Gegenwart von Friedel-Crafts Katalysatoren, wie z.B. Aluminiumchlorid, beschleunigt. Gemäss den bekannten Verfahren wird das Reaktionsprodukt am Vakuum destilliert wobei zuerst das nicht reagiert Alkylphenol als Fraktion anfällt. Alsdann fällt das Alkylphenylphosphates-terprodukt als Fraktion an wobei hochsiedende Verbindungen und der Katalysator im Rückstand verbleiben. Das abdestillierte Produkt wird sorgsam mit Natriumhydroxydlösung gewaschen um noch freie Phenol- und Säureverbindungen zu entfernen. Alsdann wird das Produkt mit Wasser gewaschen. Zur Entfernung von Verschmutzungen welche eine Verfärbung des Produktes bewirken können wird das Produkt alsdann mit aktivierter Kohle behandelt.

Falls dieses Verfahren zur Behandlung von Estern, hergestellt aus bekannten Nebenproduktalkylphenolen, eingesetzt wird, werden befriedigende Resultate erzielt. Falls jedoch dieses Verfahren mit Bezug auf Alkylphenolmischungen, hergestellt durch Alkylierung von Phenol mit Olefinen, eingesetzt wird werden ungenügende Resultate erhalten. Die letzteren Produkte verfärben sich bei Kontakt mit Luft, in der Wärme oder bei der Aufbewahrung in der Dunkelheit. Die Verfärbung der Produkte wurde der Gegenwart von 2,6-Dialkylphenolen im alkylierten Phenol zugeschrieben. Durch sterische Behinderung, hervorgerufen durch die zweifache Orthosubstitution in den 2,6-Dialkylphenolen und in den 2,4,6-Trialkylphenolen, bleibt das Waschen mit Natriumhydroxydlösung ohne Wirkung, sodass sie nicht bei dieser Waschung entfernt werden.

Diese sogenannten "sterisch behinderten Phenole" können in Gegenwart von Luft zu starkgefärbten Phenolen oxydieren und es

wird angenommen, dass letztere für die Verfärbung der Esterprodukte verantwortlich sind. Unter Lichteinfluss verblasst die Farbe zu einem gewissen Grad, die Farbe wird jedoch wieder intensiver wenn das Produkt in der Dunkelheit aufbewahrt wird. Eine Intensivierung der Farbe kann auch bei einer Vermischung oder einem Vermahlen des Esters mit Polyvinylchlorid (PVC) bei erhöhten Temperaturen in Gegenwart von Sauerstoff beobachtet werden.

So sind, z.B., die 2,6-Diisopropylphenol entsprechenden Diphenoquinon oder Benzoquinon stark gefärbt. Ester welche aus Mischungen aus alkylierten Phenolen mit 2,6-Diisopropylphenol hergestellt wurden sind oft so stark verfärbt, dass sie für verschiedene Verwendungsgebiete, wie z.B. als Weichmacher, nicht mehr eingesetzt werden können. Da die Verwendung als Weichmacher für solche Esterprodukte beschränkt ist verlieren sie auf dem Markt an Wert.

Die US Patentschrift 3 931 364 beschreibt ein Verfahren zur Erniedrigung und Stabilisierung der Färbung der Phosphorsäurealkylphenylester. Gemäss dem Verfahren der genannten Patentschrift werden die Phosphatester mit einer wirkungsvollen Menge eines Phosphitesters während einer Zeitspanne zusammengebracht, wobei diese Zeitspanne so bemessen ist, dass die Farbe der Ester erniedrigt und stabilisiert wird. Das Verfahren der genannten Patentschrift umfasst desweiteren ein Waschen der Phosphatester mit verdünnter kaustischer Lösung in Gegenwart eines Phosphitesters.

Es wird angenommen, dass die Färbung der Phosphatester durch dieses Verfahren durch Entfernung der Quinoidverbindungen, welche die Verfärbung bedingen, erniedrigt und stabilisiert werden kann.

Es ist, z.B., in dieser Patentschrift dargelegt, dass sich das Phosphitester und die kaustische waschlösung zusammen tun um die Quinoidverbindung aus dem Phosphatester zu entfernen. Ein Mechanismus gemäss welchem die Entfernung ablaufen kann

wurde vorgeschlagen. Gemäss diesem Mechanismus würde eine Reaktion zwischen dem Phosphit und der Quinoidverbindung stattfinden wodurch die Quinoidverbindung an die Phosphitmolekel gebunden würde. In einer zweiten Reaktion würde ein Natriumsalz oder ein Hydrolysat der Phosphitverbindung durch Reaktion mit wässrigem Natriumhydroxyd ausgebildet. Das Natriumsalz oder Hydrolysat ist in der kaustischen Lösung löslich und wird durch Waschen mit kaustischer Lösung aus dem Phosphatester entfernt.

In dieser Patentschrift wurde auch angeführt, dass einiges Phosphitester die kaustische Waschung überlebt und unreagiert in dem Phosphatester verbleibt. Der restliche Phosphitester verhindert, obschon er nur in einer geringeren Menge vorliegt, die Oxydierung irgendwelcher zusätzlicher Alkylphenole welche noch in den Phosphatestern verbleiben (i.e. 2,6-Dialkylphenole) zu zusätzlichen Quinoidverbindungen wodurch eine weitere Verfärbung der Phosphatester vermieden wird.

Das beschriebene Verfahren ist für Anlagen mit kaustischen Wascheinrichtungen sehr vorteilhaft, falls jedoch keine solche Einrichtungen vorliegen ist das Verfahren nicht befriedigend. Es ist möglich, dass in der täglichen Praxis nur geringe Mengen Phosphatester behandelt werden müssen, wie z.B. einzelne Fässer dieses Materials, und dies an Orten welche nicht für eine kaustische Waschung eingerichtet sind. In Anlagen in welchen eine kaustische Waschung möglich ist wird doch, wie überall, vorgezogen auf eine kaustische Waschung falls irgendmöglich zu verzichten da kaustische Lösungen korrosiv sind.

Das beschriebene Verfahren weist ein weiteres Problem auf insofern die kaustische Waschung den Hauptanteil an Phosphitester entfernt und so die Möglichkeit besteht, dass die verbleibende Menge zu klein ist um die Stabilität über eine längere Zeitdauer zu gewährleisten.

Die bekannten Verfahren weisen somit noch Nachteile auf und

es ist wünschenswert, ein Verfahren zu entwickeln, durch welches die Farbe des Phosphatester stabilisiert werden kann, wobei keine kaustische Waschung vorgenommen werden muß und durch welches die Stabilisierungsmittel nicht aus dem Phosphatester entfernt werden.

Ziel der Erfindung

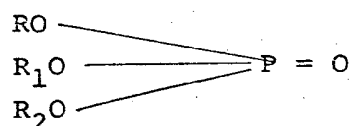
Es war somit ein Ziel der vorliegenden Erfindung ein Verfahren zu beschreiben, durch welches die Färbung der Phosphatester erniedrigt und stabilisiert werden kann, ohne daß hierzu eine kaustische Waschung notwendig wäre. Es war ein weiteres Ziel der vorliegenden Erfindung, ein Verfahren zur Erniedrigung und Stabilisierung der Farbe von Phosphatestern zu beschreiben, durch welches eine genügende Menge des Stabilisierungsmittels in den Phosphatestern verbleibt, um die Stabilität über eine lange Zeitdauer zu gewährleisten.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Überraschenderweise und unerwarteterweise wurde gefunden, daß die Färbung von Phosphatestern erniedrigt und stabilisiert werden kann durch Zusatz einer geringen aber wirkungsvollen Menge eines Phosphitesters gefolgt von Erwärmung während einer bestimmten Zeitdauer, welche genügt, um die Färbung der Phosphatester zu erniedrigen. Gemäß dem Verfahren der Erfindung wird hierzu keine kaustische Waschung benötigt. Es ist nicht notwendig, die Reaktionsprodukte, welche ausgebildet werden, aus dem Phosphatesterprodukt zu entfernen und restliches, unreakiertes Phosphitester verbleibt als Farbstabilisierungsmittel in dem Phosphatester. Das Verfahren der vorläufigen Erfindung zur Erniedrigung und Stabilisierung der Färbung von Alkylarylphosphatestern besteht also hauptsächlich aus einem Zusatz einer wirkungsvollen Menge eines Phosphitesters zu den Alkylarylphosphatestern gefolgt von einer Erwärmung während einer Zeitdauer welche genügt, um die Färbung der Phosphatester zu erniedrigen.

Das Verfahren der Erfindung kann mit Bezug auf alle, aus alkylierten Phenolmischungen mit sterisch behinderten Phenolen,

e.g. Phenolen mit Alkylgruppen an beiden Orthostellungen mit Bezug auf die Hydroxylgruppe, eingesetzt werden. Die Ester können zwischen 0,5 und 3 Alkylarylgruppen und 0 bis 2,5 Phenylgruppen aufweisen. Bevorzugt werden durch das Verfahren der vorliegenden Erfindung Phosphatester zusammengesetzt aus einer Estermischung mit 1-2 Alkylarylgruppen eingesetzt. Die Ester entsprechen dabei der folgenden allgemeinen Formel:



wobei R ein Alkylaryl und R_1 und R_2 Alkyl, Alkylaryl, Arylalkyl oder Aryl darstellen, und wobei die Alkylgruppe zwischen 2 und 20 Kohlenstoffatome, bevorzugt zwischen 2 und 12 Kohlenstoffatome aufweist. Die Ester können auch einiges Triphenylphosphat aufweisen.

Die alkylierten Phenole welche sterisch behinderte Phenole enthalten werden im allgemeinen durch Alkylierung von Phenol mit C_2 - C_{12} ungesättigten Kohlenwasserstoffen wie Aethylen, Propylen, Isobutylen und deren Isomere, Amylen und deren Isomere, Tripropylen, Tetrapropylen, Decen, Dodecen, Diisobutylen und ähnlichen hergestellt.

Typische Beispiele von Alkylradikalen sind: Aethyl, n-Propyl, Isopropyl, n-Butyl, Isobutyl, sek-Butyl, tert-Butyl, n-Amyl, Isoamyl, 2-Methylbutyl, 2,2-Dimethylpropyl, 1-Methylbutyl, Diaethylmethyl, 1,2-Dimethylpropyl, tert-Amyl, n-Hexyl, 1-Methylamyl, 1-Aethylbutyl, 1,2,2-Trimethylpropyl, 3,3-Dimethylbutyl, 1,1,2-Trimethylpropyl, 2-Methylamyl, 1,1-Dimethylbutyl, 1-Aethyl-2-Methylpropyl, 1,3-Dimethylbutyl, Isohexyl, 3-Methylamyl, 1,2-Dimethylbutyl, 1-Methyl-1-aethylpropyl, 2-Aethyl-n-heptyl, 1,1,2,3-Tetramethylpropyl, 1,2-Dimethyl, 1-Aethylpropyl, 1,1,2-Trimethylbutyl, 1-Isopropyl-2-methylpropyl, 1-Methyl-2-aethylbutyl, 1,1-Diaethylpropyl, 2-Methyl-hexyl, 1,1-Dimethylamyl, 1-Isopropylbutyl, 1-Aethyl-3-methylbutyl, 1,4-Dimethylamyl, Isoheptyl, 1-Methyl-1-aethylbutyl, 1-Aethyl-2-methylbutyl, 1-Methylhexyl, 1-Propylbutyl, n-Octyl, 1-Methyl-heptyl, 1,1-Diäthyl-2-methylpropyl, 1,1,3,3-Tetramethylbutyl,

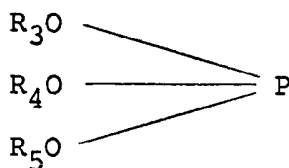
1,1-Diäthylbutyl, 1,1-Dimethylhexyl, 1-Methyl-1-äthylamyl, 1-Methyl-1-propylbutyl, 2-Äthylhexyl, 6-Methyl-n-nonyl, 1-Methyloctyl, 1-Äthylheptyl, 1,1-Dimethylheptyl, 1-Äthyl-1-propylbutyl, 1,1-Diäthyl-3-methylbutyl, Diisobutylmethyl, 3,5,5-Trimethylhexyl, 3,5-Dimethylheptyl, n-Decyl, 1-Propylheptyl, 1,1-Diäthylhexyl, 1,1-Dipropylbutyl, 2-Isopropylbutyl und 2-Isopropyl-5-Methylhexyl und C₁₁-C₂₀ Alkylgruppen.

Auch Aralkylgruppen können dabei vorliegen wie z.B. Benzyl, α -oder β -Phenyläthyl, α , α -Dimethylbenzyl und ähnliche. Sowie auch Cyclohexyl, Cycloheptyl, Cyclododecyl und ähnliche.

Typische Beispiele von Aryl- und Alkylarylradikalen sind Phenyl, Cresyl, Xyl, alkoxyliertes Phenyl, Isopropylphenyl, Butylphenyl, α -alkylbenzylphenyl und α , α -Dialkylbenzylphenyl, e.g. α -Methylbenzylphenyl, α , α -Dimethylbenzylphenyl, tert-Nonylphenyl, Amylphenyl, tert-Butylphenyl, Isooctylphenyl, Dodecylphenyl, tert-Octylphenyl und ähnliche.

Die vorliegende Erfindung eignet sich insbesondere zur Erniedrigung und Stabilisierung der Farbe von Isopropylphenyldiphenylphosphatestern.

Die Phosphitester welche gemäss dem Verfahren der vorliegenden Erfindung eingesetzt werden entsprechen der folgenden allgemeinen Formel:



Wobei R₃, R₄ und R₅ Radikale darstellen welche unabhängig von einander ausgewählt werden aus der Gruppe bestehend aus Alkyl, Cycloalkyl, Aryl, Alkylaryl und Arylalkyl wobei die Alkylgruppen zwischen 1 und 20 Kohlenstoffatome, bevorzugt zwischen 1 und 12 Kohlenstoffatome, aufweisen. Desweiteren muss wenigstens 1 Radikal der R₃, R₄ oder R₅ ein Aryl- oder Alkylarylradikal sein. Eine Aufzählung typischer Beispiele

dieser Radikale erübrigt sich da sie den oben, mit Bezug auf Phosphatester, angegebenen Radikalen entsprechen.

Bevorzugte Phosphitester sind die Alkyldiphenylphosphitester. Insbesondere wird Octyldiphenylphosphit bevorzugt.

Eine Phosphitestermenge welche die Farbe der Alkylphenylphosphatester erniedrigt und stabilisiert wird den Alkylphenylphosphatestern zugesetzt. Die Phosphitestermenge welche eine Farb-erniedrigung und Stabilisierung bewirkt, kann, in Anhängigkeit verschiedener Faktoren, wie z.B. der Konzentration der vorliegenden Quinoidverbindungen in den Alkylphenylphosphatestern und der Konzentration des freien Alkylphenol in diesen Estern abhängen, die Menge bewegt sich jedoch im allgemeinen zwischen ungefähr 0,1 bis ungefähr 1 Gewichtsprozent mit Bezug auf Alkylphenylphosphatester.

Der Phosphitester wird dem Alkylphenylphosphatester zugesetzt worauf die Mischung bevorzugt unter Rührung erwärmt wird wobei die Zeitspanne der Erwärmung so eingestellt wird, dass die Färbung des Alkylphenylphosphatesters erniedrigt wird.

Das Verfahren der vorliegenden Erfindung kann auch zur Erniedrigung der Färbung der Alkylphenylphosphatester welche sich durch Aufbewahrung in der Dunkelheit verfärbt haben eingesetzt werden, wobei die Farbe dieser Ester auf Originalfarbe, welche die Phosphatester vor der Aufbewahrung in der Dunkelheit hatten, erniedrigt wird.

Die meisten im Handel erhältlichen Alkylphenylphosphatester enthalten einiges 2,6-Dialkylphenol. Die Aufbewahrung und Verfrachtung dieser Ester erfolgt im allgemeinen in Kunststofffässern oder in Stahlfässern welche innen mit Kunststoff überzogen sind da ein Kontakt des Eisens mit den Estern vermieden werden muss da Eisen eine Entfärbung der Phosphatester bewirkt. Die Farbe der Phosphatester welche nicht reagiertes 2,6-Dialkylphenol aufweist wird jedoch dunkler oder intensiver bei der Aufbewahrung in diesen Fässern da die-

se Ester bei Aufbewahrung in Dunkelheit, wie schon oben angedeutet, nachdunkeln. Diese Verfärbung wird oft erst bei der Öffnung der Fässer durch den Verbraucher festgestellt.

Das Verfahren der vorliegenden Erfindung eignet sich vorzüglich zur Erniedrigung der Färbung dieser verfärbten Phosphatester ohne Entfernung dieser Ester aus dem Fass. Die Phosphitester können direkt zu den Alkylphenylphosphatester in dem Fass gegeben werden und der Gesamteinhalt kann erwärmt und geführt werden bis die Originalfarbe der Alkylphenylphosphatester erhalten ist. Die Temperatur zu welcher das Fass und deren Inhalt erwärmt werden sollte natürlich so bemessen sein, dass die Trommel oder der Kunststoffüberzug in der Trommel nicht beschädigt werden. Der Temperaturbereich wird somit in Anhängigkeit der Materialien welche für die Herstellung der Trommel eingesetzt wurde schwanken.

Die Alkylphenylphosphatester, zu welchen die Phosphitester gegeben wurden, wird im allgemeinen auf eine Temperatur um etwa 90°C bis ungefähr 200°C erwärmt. Diese Temperatur kann ohne spezielle Einrichtung erhalten werden und die Färbung kann in einer vernünftigen Zeitspanne erniedrigt werden. Das Verfahren der Erfindung kann jedoch auch bei höheren oder niedrigeren Temperaturen durchgeführt werden. Die zur Erniedrigung der Färbung zu einem bestimmten Grad notwendige Zeit, hängt, natürlich, von der Temperatur ab wobei bei niedrigen Temperaturen eine höhere Zeitspanne benötigt wird.

Zur Erniedrigung der Färbung der Phosphatester zu der Originalfarbe dieser Ester kann eine Zeitspanne von einigen Minuten bis zu einigen Stunden notwendig sein. Eine befriedigende Erniedrigung der Farbintensität kann im allgemeinen über eine Zeitspanne von ungefähr 30 Minuten bis ungefähr 5 Stunden erhalten werden wobei jedoch für die meisten Anwendungsbereiche eine Zeitspanne von 2 bis 3 Stunden erforderlich ist.

Ausführungsbeispiele

Zum besseren Verständnis der Erfindung wird Bezug genommen

auf die nachfolgenden Beispiele.

Beispiel 1

Isopropylphenyldiphenylphosphat mit einem Molverhältnis von Isopropyl/Phenyl von ungefähr 0,5 wies eine Originalfarbe von 75 APHA auf. Nach Aufbewahrung in der Dunkelheit während 60 Tagen hatte sich das Material zu einer Farbe oberhalb 500 APHA verfärbt.

Ein Muster des Verfärbten Isopropylphenyl-diphenylphosphates wurde in einem offenen Becher unter Rührung während einer Stunde auf 150°C erwärmt. Die Farbe wurde leicht besser jedoch verblieb der Wert bei etwa 500 APHA.

Beispiel 2

Ein zweites Muster des verfärbten Isopropylphenyldiphenylphosphatesters aus Beispiel 1 wurde in einen offenen Becher versehen mit einem Magnetrührer gegeben. Dem Material in dem Becher wurden 0,5 Gewichtsprozent "Mark ^R C", ein im Handel erhältlicher Stabilisator der Argus Chemical Company bestehend im allgemeinen aus Octyldiphenylphosphit, zugesetzt.

Der Inhalt des Bechers wurde alsdann unter Rühren während einer Stunde auf 150°C erwärmt. Nach der Erwärmung der Mischung wurde die Farbe des Isopropylphenyl-diphenylphosphatesters gemessen wobei der Wert von 100 APHA erhalten wurde.

Ein Vergleich mit Beispiel 1 beweist dass die Erwärmung der verfärbten Alkylphenylphosphatesters zusammen wird einer wirkungsvollen Menge eines Phosphitesters die Farbe des Phosphatesters wesentlich verbessert.

Beispiel 3

Beispiel 2 wurde weitergeführt so dass der Becher und deren Inhalt während insgesamt zwei Stunden erwärmt wurden. Hierdurch wurde die Farbe des Isopropylphenyldiphenylphosphatesters auf etwa 75 APHA erniedrigt.

Dieser Versuch zeigt, dass den verfärbten Alkylphenylphosphate-
estern durch das Verfahren der vorliegenden Erfindung ihre
Originalfarbe wiedergegeben werden kann.

Beispiel 4

Der verfärbte Phosphatester aus Beispiel 3, dessen Färbung
gemäss dem Verfahren der Erfindung erniedrigt worden war,
wurde in einem Aufbewahrungsort des Laboratoriums (i.e. in der
Dunkelheit) während 60 Tagen aufbewahrt. Nach dieser Zeitspanne
wurde die Farbe des Phosphatesters gemessen und ein Wert
von APHA 75 wurde festgestellt.

Dies beweist, dass durch das Verfahren der vorliegenden Erfin-
dung die Färbung der Alkylphenylphosphatester nicht nur ernie-
driegt sondern auch gegenüber von Aufbewahrung in der Dunkel-
heit stabilisiert werden kann.

Beispiel 5

Ein Muster Isopropylphenyl-diphenyldiphosphat mit einem
Molverhältnis Isopropyl/Phenyl von ungefähr 0,5 wurde durch
das Verfahren beschrieben in Beispiel 3 behandelt. Die Farbe
dieses Materials wurde vor der Verfärbung bestimmt (Original-
farbe), nach Aufbewahrung in der Dunkelheit während 60 Tagen
(Verfärbung) nach Behandlung gemäss dem Verfahren der vorlie-
genden Erfindung (nach Behandlung), nach darauffolgender
Aufbewahrung des behandelten Musters während 14 Tagen in der
Dunkelheit, (nach 14 Tagen) und nach Aufbewahrung während
4 Monaten in der Dunkelheit (nach 4 Monaten), Der Ausdruck
"Aufbewahrung in der Dunkelheit " bezieht sich dabei auf die
Aufbewahrung in einem dunklen Laboratoriumsraum.

Die Farbe der Muster wurde nach einer jeden Stufe, wie oben
angedeutet, bestimmt:

<u>Zeitspanne</u>	<u>Farbe (APHA)</u>
Originalfarbe	75
Verfärbung	500
Nach Behandlung	75

Zeitspanne

Farbe (APHA)

Behandeltes Muster nach 14 Tagen

75

Behandeltes Muster nach 14 Monaten

75

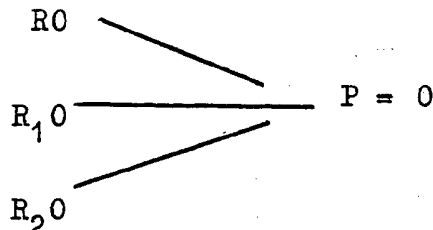
Dieser Versuch zeigt, dass die gemäss dem Verfahren der vorliegenden Erfindung behandelten Phosphatester mit Bezug auf Verfärbung über längere Zeitspanne in der Dunkelheit stabilisiert sind.

Durch das Verfahren der vorliegenden Erfindung kann somit die Färbung der Alkylphenylphosphatester wirkungsvoll erniedrigt und stabilisiert werden. Das Verfahren ist einfach, erfordert keine kostspielige Anlagen und kann auch mit Bezug auf geringe Mengen von Phosphatester wirtschaftlich eingesetzt werden. Insbesondere wird durch das Verfahren der vorliegenden Erfindung keine kaustische Wascheinrichtung benötigt.

Erfindungsanspruch

1. Verfahren zur Erniedrigung und Stabilisierung der Färbung der Alkylarylphosphatester, gekennzeichnet durch Zusatz einer wirkungsvollen Menge eines Phosphitesters zu dem Alkylarylphosphatester und Erwärmung dieser Mischung über eine Zeitspanne welche genügt, um die Färbung des Alkylarylphosphatesters zu erniedrigen.

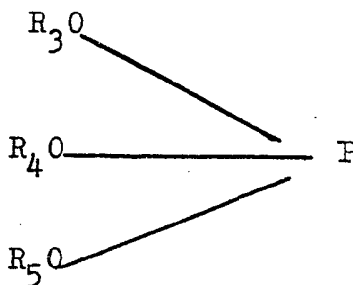
2. Verfahren nach Punkt 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Alkylarylphosphatester die folgende allgemeine Formel aufweist:



in welcher R ein Alkylaryl und R₁ und R₂ Alkyl, Arylalkyl, Alkylaryl oder Aryl darstellen, wobei die Alkylgruppen zwischen 2 und 20 Kohlenstoffatome aufweisen.

3. Verfahren nach Punkt 2, dadurch gekennzeichnet, daß besagtes Alkylarylphosphatester Isopropylphenyldiphenylphosphat ist.

4. Verfahren nach Punkt 2, dadurch gekennzeichnet, daß als Phosphitester ein Phosphitester der folgenden allgemeinen Formel eingesetzt wird:



in welcher R_3 , R_4 und R_5 Radikale darstellen, welche unabhängig voneinander ausgewählt werden aus der Gruppe bestehend aus Alkyl, Cycloalkyl, Aryl, Alkylaryl, Arylalkyl wobei die Alkylgruppen zwischen 1 und 20 Kohlenstoffatome aufweisen.

5. Verfahren nach Punkt 4, dadurch gekennzeichnet,

dass als Phosphitester Octyldiphenylphosphit eingesetzt wird.

6. Verfahren nach Punkt 1, dadurch gekennzeichnet, dass das Phosphitester in einer wirkungsvollen Menge von ungefähr 0,1 bis ungefähr 1 Gewichtsprozent mit Bezug auf Alkyl arylphosphatester eingesetzt wird.

7. Verfahren nach Punkt 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Erwärmung auf eine Temperatur von ungefähr 90 bis ungefähr 200°C vorgenommen wird.

8. Verfahren nach Punkt 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Erwärmung über eine Zeitspanne von ungefähr 30 Minuten bis ungefähr 5 Stunden vorgenommen wird.

9. Verfahren nach Punkt 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Erwärmung über eine Zeitspanne von 2 bis ungefähr 3 Stunden auf etwa 150°C vorgenommen wird.