

Polycarbonatzusammensetzungen mit verbesserter Schmelzestabilität

Die Erfindung betrifft Polycarbonatzusammensetzungen und Copolycarbonatzusammensetzungen mit verbesserter Schmelzestabilität, deren Herstellung sowie deren Verwendung zur Herstellung von Zusammensetzungen, z. B. Blends und daraus erhältliche Formteile. Insbesondere Zusammensetzungen, welche phenolgruppenhaltige Substanzen wie Additive, Verunreinigungen oder Oligomere und Restmonomere enthalten, sowie phenolgruppenhaltige Polycarbonate sind hierbei von besonderem Interesse.

Polycarbonate gehören zur Gruppe der technischen Thermoplaste. Sie finden vielseitige Anwendungen im Elektro- und Elektronikbereich, als Gehäusewerkstoff von Leuchten und bei Anwendungen, bei denen besondere mechanische Eigenschaften gefordert sind. Ein weiteres großes Einsatzgebiet sind optische Datenspeicher wie die verschiedenen CD- und DVD-Formate sowie Blu-ray Disc und HD-DVD, sowie Extrusionsanwendungen wie Polycarbonatplatten, Diffuser-Sheets für Hintergrundbeleuchtung, LED-Anwendungen und andere Displayanwendungen oder Wasserflaschen, aber auch optische Anwendungen im Automobilbereich, wie Verschiebungen, Kunststoffabdeckungen, Streuscheiben oder Lichtleiterelemente, Kollimatoren, Linsen, polymere Lichtwellenleiter, sowie Lampenabdeckungen für Langfeldleuchten.

Bei allen diesen Anwendungen werden immer mechanischen Eigenschaften und rheologische Eigenschaften, z.B. guter Fließfähigkeit, bei gleichzeitig hoher thermischer Belastbarkeit, insbesondere bei der Verarbeitung, gefordert.

Dies ist besonders bei längeren Cyclusezeiten sowie unerwarteten Produktionsstörungen mit erzwungener höherer thermischer Belastung im Werkzeug von großer Bedeutung. Gute thermische Eigenschaften, erfordern eine hohe Schmelzestabilität bei Temperaturen über 300 °C, die u.a. durch die Minimierung von Folgereaktionen in der Schmelze erhalten wird.

Insbesondere kann die Stabilität der Schmelze durch zugesetzte Additive oder inhärent vorhandenen Nebenprodukte, wie z. B. Phenolgruppen enthaltende Oligomere, Phenolendgruppen des Polymer Backbones oder auch Phenol selbst, herabgesetzt werden, die zu einem unerwünschten Abbau des Polycarbonates führen. Dieser Abbau äußert sich dann in einer Verringerung der Schmelzviskosität.

Damit einhergehend ist immer eine Verschlechterung der thermischen und mechanischen Eigenschaften festzustellen. Eine Reaktion von zugesetzten Additiven wie z. B. Farbmittel oder UV-Absorber oder inhärent vorhandene oligomere Bestandteile, Restmonomere bzw. Polycarbonat mit phenolischen OH-Endgruppen über deren phenolische OH-Gruppe, wirkt sich demnach negativ auf die Schmelzestabilität aus.

Bei kontinuierlichen Herstellverfahren von Polycarbonaten wie z. B. nach dem Phasengrenzflächen- oder dem Schmelzepolykondensationsverfahren, und/oder nachgelagerte Verarbeitungsschritte wie z. B. Compoundierung, Spritzguss oder Extrusion, werden die Polycarbonatschmelzen starkem thermischem Stress und hoher Scherenergie in den Aufarbeitungsaggregaten ausgesetzt. Dadurch können Schädigungen im Polymer, wie oben dargelegt u.a. durch Folgereaktionen auftreten, die sich in verminderter thermischer Stabilität, Polymerabbau sowie einem erhöhten Yellowness Index bei thermischer Langzeitanwendung äußern.

Es bestand daher die Aufgabe, aromatische Polycarbonatzusammensetzungen und Copolycarbonatzusammensetzungen mit verbesserter Schmelzestabilität und reduziertem Folgereaktionspotential unter Erhalt sonstigen Kerneigenschaften zu entwickeln.

Die Aufgabe der Erfindung war die Entwicklung einer Polycarbonatzusammensetzung, die auch bei höherer thermischer Belastung – z. B. Produktionsstörungen (lange Verweilzeiten des Materials im heißen Werkzeug) oder höherem thermischem Stress bei Durchsatzerhöhung zur Steigerung der Maschinenauslastung – über eine gute Schmelzestabilität verfügt.

Somit sollten für anspruchsvolle Spritzgussverfahren wie z. B. 2-Komponentenspritzguss oder Spritzprägeverfahren beispielsweise zum Herstellen großer Formteile wie Automobilverschiebungen oder –sonnendächer bzw. Abdeckscheiben für Frontbeleuchtungen Polycarbonatzusammensetzungen mit verbesserter Schmelzestabilität bereitgestellt werden.

Die EP 0023291 beschreibt stabilisierte thermoplastische Formmassen auf Basis von Polycarbonaten, ABS-Polymeren und überbrückten Phosphorigsäureestern.

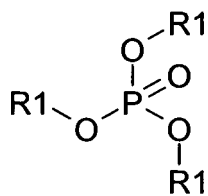
Phosphite der Oxidationsstufe +3 haben den Nachteil, daß sie das Hydrolyseverhalten der entsprechend additivierten Polycarbonate bzw. Polycarbonatblends stark negativ beeinflussen.

Diese Substanzen haben in Polycarbonatzusammensetzungen jedoch keine stabilisierende Wirkung auf die Schmelzekonstanz und verhindern nicht unerwünschte Folgereaktionen, welche sich in einer Veränderung, insbesondere einer Erniedrigung, der Viskosität während des Verarbeitungsprozess äußern und damit letztendlich zu einem instabilen, schwankenden Verarbeitungsprozess führen. Es wird lediglich der Schutz gegenüber rein thermischem Abbau beschrieben, der sich in einer Vergilbung bei der Langzeitlagerung äußert (klassische Thermoalterung).

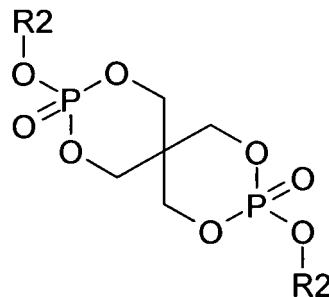
Der Stand der Technik gibt jedoch keinerlei Hinweise auf den Einfluss von Phosphaten, Diphosphaten oder Mischungen von Phosphaten mit anderen Thermostabilisatoren wie z. B. Phosphiten, Phosphinen oder Phosphoniten in Polycarbonaten und deren Compounds und deren Einfluss auf die Schmelzestabilität.

Überraschenderweise wurde gefunden, dass zugesetzte Phosphate der Formeln (1) und (2) zu einer verbesserten Schmelzestabilität führen.

Gegenstand der vorliegenden Erfindung sind daher Polycarbonatzusammensetzungen enthaltend Phosphate der Formeln (1) und (2) oder Mischungen dieser Phosphate.



(1)



(2)

wobei R1 und R2 unabhängig voneinander und untereinander für verzweigte Alkylreste und/oder optional substituierte Arylreste stehen, wobei der Alkylrest vorzugsweise ein C₁ – C₁₈-Alkyl, weiter bevorzugt ein C₁ – C₈-Alkyl, ist.

Der Arylrest ist vorzugsweise mit C₁ – C₈-Alkyl, verzweigtem C₁ – C₈-Alkyl, oder Cumyl substituiert, wobei die Substituenten gleich oder verschieden sein können, gleiche Substituenten jedoch bevorzugt sind.

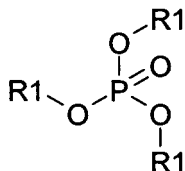
Bevorzugt sind die Arylreste in den Positionen 2 und 4 oder 2, 4 und 6 substituiert.

Ganz besonders bevorzugt sind tert-Butylsubstituenten in diesen Positionen.

Die Verbindungen (1) bzw. (2) werden vorzugsweise in situ in einem kontinuierlichen Polycarbonatherstellprozess oder einem Compoundierprozess direkt oder in Form eines Masterbatches über ein Seitenaggregat, vorzugsweise unter Luftausschluss, einer Polycarbonatschmelze zugeführt.

Die Verbindungen der Formeln (1) und (2) werden in Mengen von 5 bis 1500 ppm, bevorzugt 10 bis 1200 ppm, weiter bevorzugt 20 bis 1000 ppm und besonders bevorzugt 25 bis 800 ppm, und ganz besonders bevorzugt von 30 bis 300 ppm, eingesetzt.

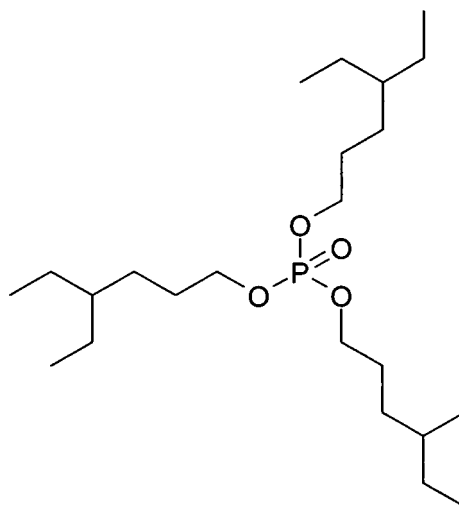
Besonders bevorzugt sind Polycarbonatzusammensetzungen enthaltend Verbindungen der Formel (3)



(3)

mit R1 = C₁ – C₈-Alkyl.

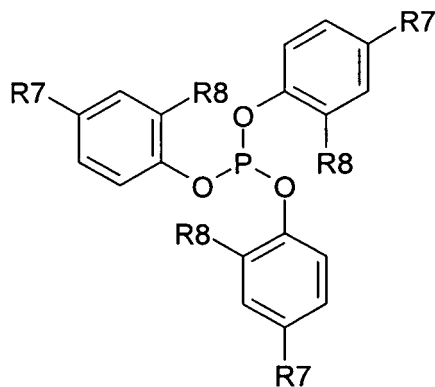
Ganz besonders bevorzugt sind Polycarbonatzusammensetzungen enthaltend Verbindungen der Formel (4) (Tri-isooctylphosphat, TOF):



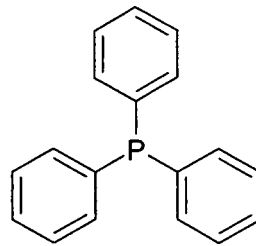
(4)

Weitere klassische Thermostabilisatoren, wie z. B. Additive basierend auf Strukturelementen der Formeln (5) bis (8) können optional zugesetzte werden.

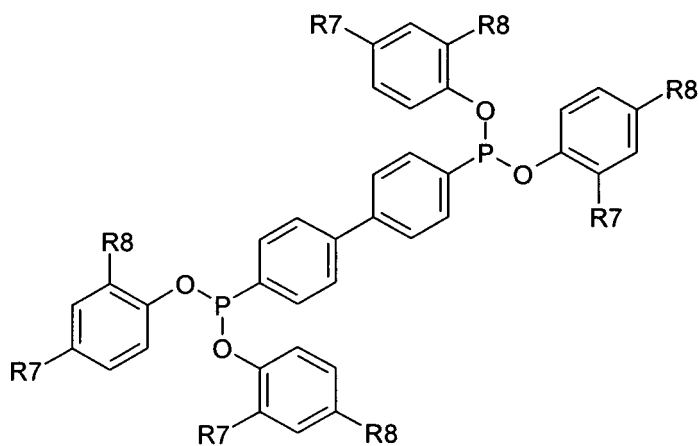
Diese Verbindungen mit Strukturelementen der Formeln (5) bis (8) werden als sekundäre Antioxidantien bezeichnet (Hydroperoxid-Zersetzer; Plastics Additives Handbook, 5th Edition, Hanser Verlag München, 2001). Optional können auch noch primäre Antioxidantien (Radikalfänger), z. B. sterisch gehinderte Phenole oder HALS-Stabilisatoren zugesetzt werden (Plastics Additives Handbook, 5th Edition, Hanser Verlag München, 2001).



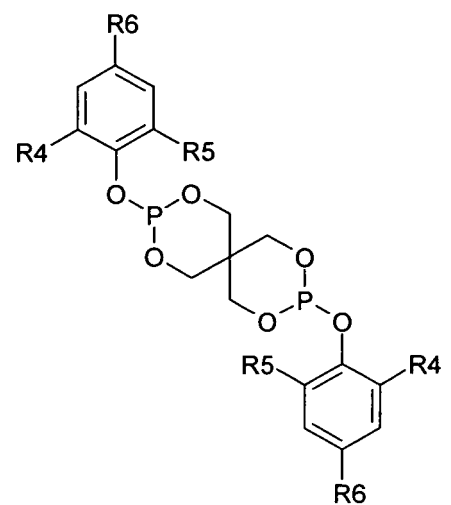
(5)



(6)



(7)



(8)

wobei R4, R5, R6, R7 und R8 jeweils unabhängig voneinander und untereinander für H, einen C₁ – C₈-Alkylrest, Phenylrest oder einen substituierten Phenylrest steht. Der Phenylrest ist vorzugsweise mit C₁ – C₈-Alkyl, verzweigtem C₁ – C₈-Alkyl, oder Cumyl substituiert, wobei die Substituenten gleich oder verschieden sein können, gleiche Substituenten jedoch bevorzugt sind.

Vorzugsweise stehen R4, R5, R6, R7 und R8 für verzweigtes C₁ – C₈- Alkyl oder Cumyl, besonders bevorzugt für tert-Butyl oder Cumyl.

Der Gehalt dieser Thermostabilisatoren bezogen auf die Gesamtmasse der Zusammensetzung beträgt vorzugsweise 30 bis 600 ppm, weiter bevorzugt 50 bis 500 ppm, und besonders bevorzugt 500 ppm.

Das Verhältnis von sekundären Antioxidantien zu den erfindungsgemäßen Phosphaten kann zwischen 10:1 bis 1:10, bevorzugt 8:1 bis 1:8, besonders bevorzugt 6:1 bis 1:6, und ganz besonders bevorzugt 4:1 bis 1:4, betragen.

- 5 Thermoplastische, aromatische Polycarbonate im Sinne der vorliegenden Erfindung sind sowohl Homopolycarbonate als auch Copolycarbonate; die Polycarbonate können in bekannter Weise linear oder verzweigt sein.

- 10 Die thermoplastischen Polycarbonate, Copolycarbonate einschließlich der thermoplastischen, aromatischen Polyestercarbonate, beide unter dem Begriff Polycarbonat zusammengefasst, haben Molekulargewichte M_w (Gewichtsmittel M_w , ermittelt durch Gelpermeationschromatographie (GPC) Messung, Polycarbonateichung) von 10.000 bis 200.000, vorzugsweise von 15.000 bis 100.000 und besonders bevorzugt von 17.000 – 70.000 g/mol.

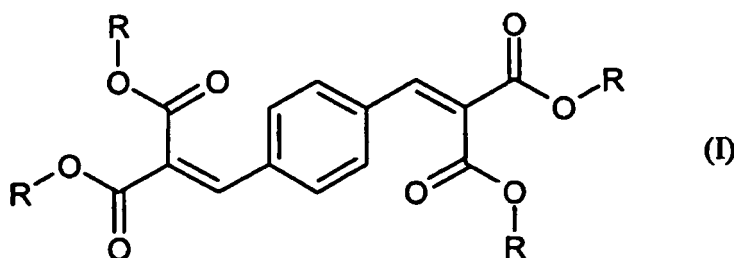
- 15 Gegenstand der vorliegenden Erfindung sind weiterhin Zusammensetzungen enthaltend oben genannte Polycarbonatzusammensetzungen mit Phosphorverbindungen der Formeln (1) und (2) und mindestens ein Additiv ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus UV-Stabilisator und Entformungsmittel sowie gegebenenfalls Farbmittel.

Die Zusammensetzung enthält im Allgemeinen 0,01 bis 3,000 bevorzugt 0,02 bis 1,50 weiter bevorzugt von 0,03 bis 1,00, und besonders bevorzugt 0,04 bis 0,80 Gew.-% (bezogen auf die Gesamtzusammensetzung), Additive.

- 20 Als UV-Stabilisatoren sind organische UV-Stabilisatoren geeignet. Die UV-Stabilisatoren sind bevorzugt ausgewählt aus der Gruppe, die Benzotriazole (z. B. Tinuvine der Fa. Ciba), Triazine CGX-06 der Fa. Ciba), Benzophenone (Uvinule der Fa. BASF), Cyanacrylate (Uvinule der Fa. BASF), Zimtsäureester und Oxalanilide sowie Mischungen dieser UV-Stabilisatoren umfaßt.

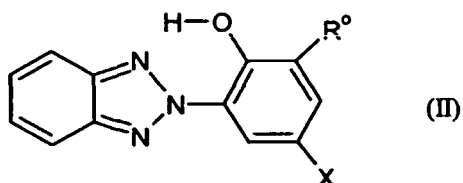
Beispiele für geeignete UV-Absorber sind:

- 25 a) Malonester der Formel (I):



Worin R Alkyl bedeutet. Bevorzugt steht R für C1-C6-Alkyl, insbesondere für C1-C4-Alkyl und besonders bevorzugt für Ethyl.

b) Benzotriazol-Derivate nach Formel (II):

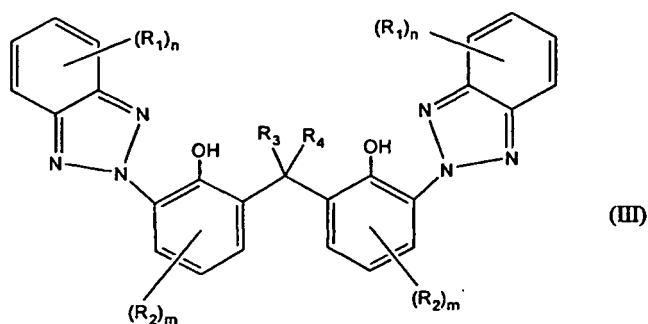


5

In Formel (II) sind R° enthaltend und X gleich oder verschieden und bedeuten H oder Alkyl oder Alkylaryl.

Bevorzugt sind dabei Tinuvin® 329 mit X = 1,1,3,3-Tetramethylbutyl und R° = H, Tinuvin® 350 mit X = tert-Butyl und R° = 2-Butyl und Tinuvin® 234 mit X und R° = 1,1-Dimethyl-1-phenyl

10 c) Dimere Benzotriazol-Derivate nach Formel (III):



In Formel (III) sind R1 und R2 gleich oder verschieden und bedeuten H, Halogen, C1- C10-Alkyl, C5- C10-Cycloalkyl, C7-C13 -Alkyl, C6-C14 -Aryl, -OR5 oder -(CO)-O-R 5 mit R5 = H oder C1-C4-Alkyl.

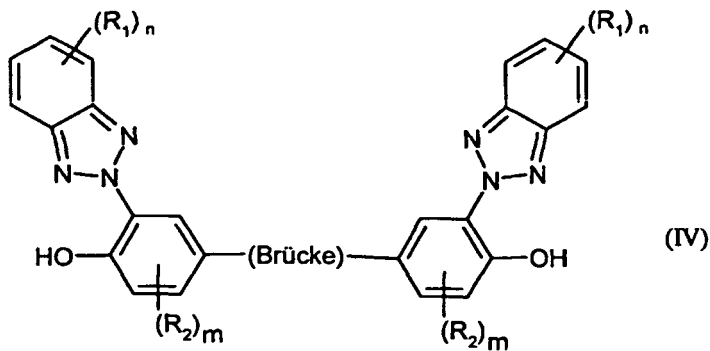
15

In Formel (III) sind R3 und R4 ebenfalls gleich oder verschieden und bedeuten H, C1-C 4-Alkyl, C5- C6 -Cycloalkyl, Benzyl oder C6-C14-Aryl.

In Formel (III) bedeuten m 1,2 oder 3 und n 1,2,3 oder 4.

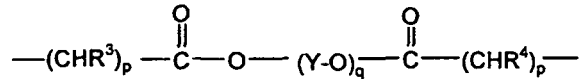
Bevorzugt ist dabei Tinuvin® 360 mit $R_1 = R_3 = R_4 = H$; $n = 4$; $R_2 = 1,1,3,3$ -Tetramethylbutyl; $m = 1$

d) Dimere Benzotriazol-Derivate nach Formel (IV):



5

worin die Brücke



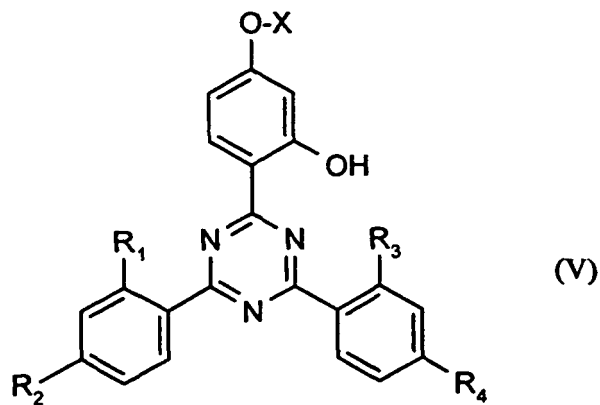
bedeutet, R_1 , R_2 , m und n die für Formel (III) genannte Bedeutung haben, und worin p eine ganze Zahl von 0 bis 3 ist, q eine ganze Zahl von 1 bis 10 ist, Y gleich $-CH_2-CH_2-$, $-(CH_2)_3-$, $-(CH_2)_4-$, $-(CH_2)_5-$, $-(CH_2)_6-$, oder $CH(CH_3)-CH_2-$ ist und R_3 und R_4 die für Formel (III) genannte Bedeutung haben.

10

Bevorzugt ist dabei Tinuvin® 840 mit $R_1 = H$; $n = 4$; $R_2 = \text{tert-Butyl}$; $m = 1$; R_2 ist in ortho-Stellung zur OH-Gruppe angebracht; $R_3 = R_4 = H$; $p = 2$; $Y = -(CH_2)_5-$; $q = 1$

15

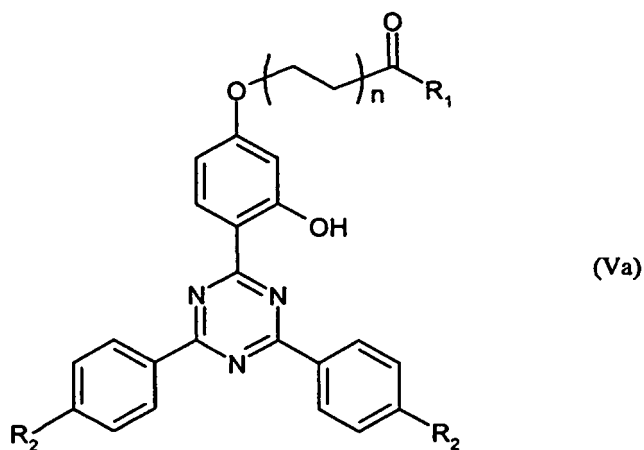
e) Triazin-Derivate nach Formel (V):



worin R₁, R₂, R₃, R₄ gleich oder verschieden sind und H, Alkyl, Aryl, CN oder Halogen sind und X gleich Alkyl, vorzugsweise iso-Octyl, ist.

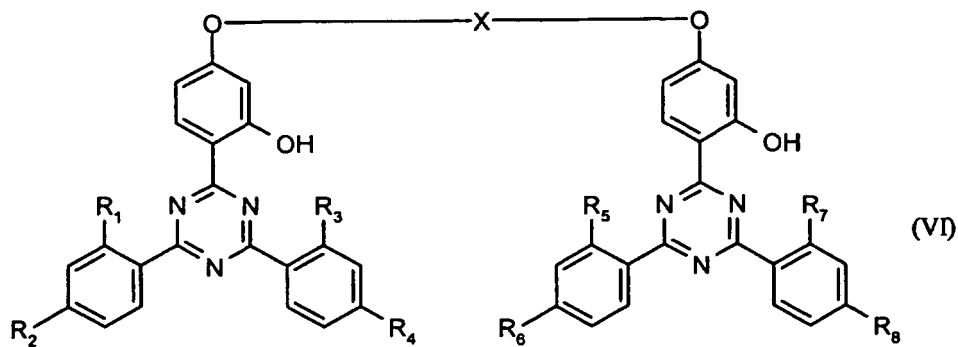
- 5 Bevorzugt ist dabei Tinuvin® 1577 mit R₁ = R₂ = R₃ = R₄ = H; X = Hexyl sowie Cyasorb® UV-1 164 mit R₁ = R₂ = R₃ = R₄ = Methyl; X Octyl

f) Triazin-Derivate der folgenden Formel (Va):



- 10 worin R₁ gleich C₁ Alkyl bis C₁₇-Alkyl bedeutet, R₂ gleich H oder C₁-Alkyl bis C₄-Alkyl bedeutet und n gleich 0 bis 20 ist.

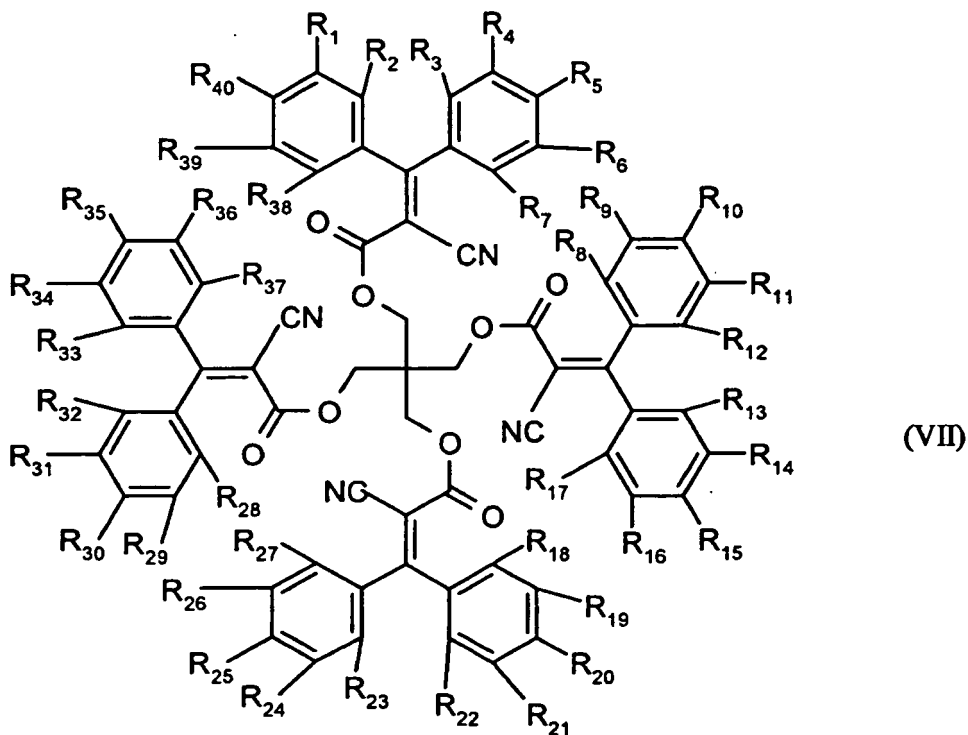
g) Dimere Triazin-Derivate der Formel (VI):



worin R1, R2, R3, R4, R5, R6, R7, R8 gleich oder verschieden sein können und H, Alkyl, CN oder Halogen bedeuten und X gleich Alkyliden, vorzugsweise Methyliden oder $-(CH_2-CH_2-O-)_n-C(=O)-$ ist und n für 1 bis 10, vorzugsweise 1 bis 5, insbesondere 1 bis 3.

5

h) Diarylcynoacrylate der Formel (VII):



worin R1 bis R40 gleich oder verschieden sein können und H, Alkyl, CN oder Halogen bedeuten.

Bevorzugt ist dabei Uvinul® 3030 mit R1 bis R40 = H.

Besonders bevorzugte UV-Stabilisatoren für die erfindungsgemäßen Formmassen sind Verbindungen aus der Gruppe, die aus den Benzotriazolen (b) und dimeren Benzotriazolen (c und d), den Malonestern (a) und den Cyanacrylate (h) sowie Mischungen dieser Verbindungen besteht.

5 Die UV-Stabilisatoren werden eingesetzt in Mengen von 0,01 Gew.-% bis 1,00 Gew.-%, bevorzugt in Mengen von 0,05 Gew.-% bis 0,80 Gew.-%, besonders bevorzugt in Mengen von 0,08 Gew.-% bis 0,5 Gew.-% und ganz besonders bevorzugt in Mengen von 0,1 Gew.-% bis 0,4 Gew.-% bezogen auf die Gesamtzusammensetzung.

10 Sofern die Zusammensetzung als Masterbatch für UV-Absorber oder als Coextrusionsschicht verwendet wird, kann der Gehalt an UV-Absorber 3 – 20 Gew.-%, vorzugsweise 5 - 8 Gew.-%, bezogen auf die Gesamtzusammensetzung betragen.

15 Die den erfindungsgemäßen Zusammensetzungen gegebenenfalls zugesetzten Entformungsmittel sind bevorzugt ausgewählt aus der Gruppe, die Pentaerythrittrastearat, Glycerinmonostearat, Stearylstearat und Propoandiolstearat sowie deren Mischungen umfaßt. Die Entformungsmittel werden eingesetzt in Mengen von 0,05 Gew.-% bis 2,00 Gew.-% bezogen auf die Formmasse, bevorzugt in Mengen von 0,1 Gew.-% bis 1,0 Gew.-%, besonders bevorzugt in Mengen von 0,15 Gew.-% bis 0,60 Gew.-% und ganz besonders bevorzugt in Mengen von 0,2 Gew.-% bis 0,5 Gew.-% bezogen auf die Formmasse.

20

Als primäre Antioxidantien kommen bevorzugt sterisch gehinderte Phenole (z. B. Irganox-Typen der Fa. Ciba, beispielsweise Irganox 1076 (Octadecyl-3-(3,5-di-tert.butyl-4-hydroxyphenyl)-propionat), Irganox 1010 (Pentaerythritol tetrakis(3-(3,5-di-tert.butyl-4-hydroxyphenyl)-propionat) oder Irganox 1035 (Thiodiethylen bis (3-(3,5-di-tert.butyl-4-hydroxyphenyl)-propionat) zum Einsatz.

25

Ferner können die erfindungsgemäßen Zusammensetzungen übliche Additive wie andere Thermostabilisatoren, Antistatika, Farbmittel, Fließhilfsmittel und Flammschutzmittel enthalten.

30

Die Herstellung der erfindungsgemäß zu verwendenden Polycarbonate erfolgt prinzipiell in bekannter Weise aus Diphenolen, Kohlensäurederivaten und gegebenenfalls Verzweigern.

Allgemein ist das Verfahren zur Polycarbonatsynthese bekannt und in zahlreichen Publikationen beschrieben. EP-A 0 517 044, WO 2006/072344, EP-A 1 609 818, WO 2006/072344 und EP-A 1

609 818 und dort zitierte Dokumente beschreiben beispielsweise das Phasengrenzflächen und das Schmelzverfahren zur Herstellung von Polycarbonat.

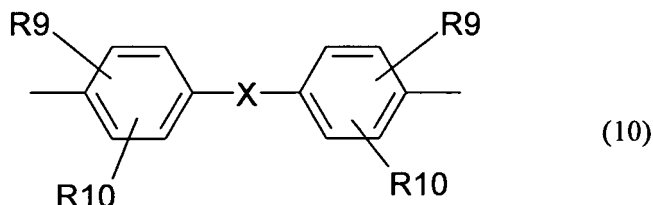
- 5 Für die Herstellung von Polycarbonaten geeignete Dihydroxyarylverbindungen sind solche der Formel (9)



in welcher

- 10 Z ein aromatischer Rest mit 6 bis 30 C-Atomen ist, der einen oder mehrere aromatische Kerne enthalten kann, substituiert sein kann und aliphatische oder cycloaliphatische Reste bzw. Alkylaryle oder Heteroatome als Brückenglieder enthalten kann.

Bevorzugt steht Z in Formel (9) für einen Rest der Formel (10)



15

in der

- 20 R⁹ und R¹⁰ unabhängig voneinander für H, C₁-C₁₈-Alkyl-, C₁-C₁₈-Alkoxy, Halogen wie Cl oder Br oder für jeweils gegebenenfalls substituiertes Aryl- oder Aralkyl, bevorzugt für H oder C₁-C₁₂-Alkyl, besonders bevorzugt für H oder C₁-C₈-Alkyl und ganz besonders bevorzugt für H oder Methyl stehen, und

X für eine Einfachbindung, -SO₂-, -CO-, -O-, -S-, C₁- bis C₆-Alkylen, C₂- bis C₅-Alkyliden oder für C₆- bis C₁₂-Arylen, welches gegebenenfalls mit weiteren Heteroatome enthaltenden aromatischen Ringen kondensiert sein kann, steht.

- 25 Bevorzugt steht X für eine Einfachbindung, C₁ bis C₅-Alkylen, C₂ bis C₅-Alkyliden, C₅ bis C₁₂-Cycloalkyliden, -O-, -SO-, -CO-, -S-, -SO₂-, besonders bevorzugt steht X für eine Einfachbindung, Isopropyliden, C₅ bis C₁₂ Cycloalkyliden oder Sauerstoff.

Für die Herstellung der erfindungsgemäß zu verwendenden Polycarbonate geeignete Diphenole sind beispielsweise Hydrochinon, Resorcin, Dihydroxydiphenyl, Bis-(hydroxyphenyl)-alkane, Bis(hydroxyphenyl)-cycloalkane, Bis-(hydroxyphenyl)-sulfide, Bis-(hydroxyphenyl)-ether, Bis-(hydroxyphenyl)-ketone, Bis-(hydroxyphenyl)-sulfone, Bis-(hydroxyphenyl)-sulfoxide, α,α' -Bis-(hydroxyphenyl)-diisopropylbenzole, sowie deren alkylierte, kernalkylierte und kernhalogenierte Verbindungen.

Bevorzugte Diphenole sind 4,4'-Dihydroxydiphenyl, 2,2-Bis-(4-hydroxyphenyl)-1-phenyl-propan, 1,1-Bis-(4-hydroxyphenyl)-phenyl-ethan, 2,2-Bis-(4-hydroxyphenyl)propan, 2,2-Bis-(3-methyl, 4-hydroxyphenyl)-propan, 2,4-Bis-(4-hydroxyphenyl)-2-methylbutan, 1,3-Bis-[2-(4-hydroxyphenyl)-2-propyl]benzol (Bisphenol M), 2,2-Bis-(3-methyl-4-hydroxyphenyl)-propan, Bis-(3,5-dimethyl-4-hydroxyphenyl)-methan, 2,2-Bis-(3,5-dimethyl-4-hydroxyphenyl)-propan, Bis-(3,5-dimethyl-4-hydroxyphenyl)-sulfon, 2,4-Bis-(3,5-dimethyl-4-hydroxyphenyl)-2-methylbutan, 1,3-Bis-[2-(3,5-dimethyl-4-hydroxyphenyl)-2-propyl]-benzol, 1,1-Bis-(4-hydroxyphenyl)-3,3,5-trimethylcyclohexan.

Besonders bevorzugte Diphenole sind 2,2-Bis-(4-hydroxyphenyl)-propan (BPA), 4,4'-Dihydroxydiphenyl (DOD) und 2,2-Bis-(3-methyl-4-hydroxyphenyl)-propan, 1,1-Bis-(4-hydroxyphenyl)-3,3,5-trimethylcyclohexan (TMC).

Diese und weitere geeignete Diphenole sind z.B. in den US-A -PS 2 999 835, 3 148 172, 2 991 273, 3 271 367, 4 982 014 und 2 999 846, in den deutschen Offenlegungsschriften 1 570 703, 2 063 050, 2 036 052, 2 211 956 und 3 832 396, der französischen Patentschrift 1 561 518, in der Monographie "H. Schnell, Chemistry and Physics of Polycarbonates, Interscience Publishers, New York 1964, S. 28ff; S.102ff", und in "D.G. Legrand, J.T. Bendler, Handbook of Polycarbonate Science and Technology, Marcel Dekker New York 2000, S. 72ff." beschrieben.

Im Falle der Homopolycarbonate wird nur ein Diphenol eingesetzt, im Falle von Copolycarbonaten werden zwei oder mehr Diphenole eingesetzt. Die verwendeten Diphenole, wie auch alle anderen der Synthese zugesetzten Chemikalien und Hilfsstoffe können mit den aus ihrer eigenen Synthese, Handhabung und Lagerung stammenden Verunreinigungen kontaminiert sein. Es ist jedoch wünschenswert, mit möglichst reinen Rohstoffen zu arbeiten.

Die Durchführung der Polycarbonatsynthese erfolgt kontinuierlich. Die Reaktion in der Phasengrenzfläche (LPC-Verfahren) kann in Umpumpreaktoren, Rohrreaktoren, oder Rührkesselskaskaden oder deren Kombinationen erfolgen, wobei durch Verwendung der bereits

erwähnten Mischorgane sicherzustellen ist, dass wässrige und organische Phase sich möglichst erst dann entmischen, wenn das Synthesegemisch ausreagiert hat, d.h. kein verseifbares Chlor von Phosgen oder Chlorkohlensäureestern mehr enthält.

- 5 Die Menge an einzusetzenden Kettenabrecher in Form von Monophenolen wie Phenol, tert.-Butylphenol oder Cumylphenol beträgt 0,5 Mol-% bis 10,0 Mol-%, bevorzugt 1,0 Mol-% bis 8,0 Mol-%, besonders bevorzugt 2,0 Mol-% bis 6,0 Mol-% bezogen auf Mole an jeweils eingesetzten Diphenolen. Die Zugabe der Kettenabbrecher kann vor, während oder nach der Phosgenierung erfolgen, bevorzugt als Lösung in einem Lösungsmittelgemisch aus Methylenchlorid und
10 Chlorbenzol (8-15 Gew.-%ig).

- Die in der Phasengrenzflächensynthese verwendeten Katalysatoren sind tert. Amine, insbesondere Triethylamin, Tributylamin, Trioctylamin, N-Ethylpiperidin, N-Methylpiperidin, N-i/n-Propylpiperidin, besonders bevorzugt Triethylamin und N-Ethylpiperidin. Die Katalysatoren können einzeln, im Gemisch oder auch neben- und nacheinander der Synthese zugesetzt werden,
15 gegebenenfalls auch vor der Phosgenierung, bevorzugt sind jedoch Dosierungen nach der Phosgeneintragung. Die Dosierung des Katalysators oder der Katalysatoren kann in Substanz, in einem inerten Lösungsmittel, vorzugsweise dem der Polycarbonatsynthese, oder auch als wässrige Lösung, im Falle der tert. Amine dann als deren Ammoniumsalze mit Säuren, bevorzugt Mineralsäuren, insbesondere Salzsäure, erfolgen. Bei Verwendung mehrerer Katalysatoren oder der
20 Dosierung von Teilmengen der Katalysatorgesamtmenge können natürlich auch unterschiedliche Dosierungsweisen an verschiedenen Orten oder zu verschiedenen Zeiten vorgenommen werden. Die Gesamtmenge der verwendeten Katalysatoren liegt zwischen 0,001 bis 10,000 Mol % bezogen auf Mole eingesetzte Bisphenole, bevorzugt 0,01 bis 8,00 Mol %, besonders bevorzugt 0,05 bis 5,00 Mol %.

- 25 Die organische Phase wird mit entsalztem oder destilliertem Wasser wiederholt gewaschen. Die Abtrennung der, gegebenenfalls mit Teilen der wässrigen Phase dispergierten, organischen Phase nach den einzelnen Waschschritten geschieht mittels Absetzkessel, Rührkessel, Coalescer oder Separatoren bzw. Kombinationen aus diesen Maßnahmen, wobei das Waschwasser zwischen den
30 Waschschritten gegebenenfalls unter Verwendung von aktiven oder passiven Mischorganen zudosiert werden kann.

Die Isolierung des Polymers aus der Lösung kann durch Verdampfen des Lösungsmittels mittels Temperatur, Vakuum oder eines erhitzten Schleppegases erfolgen.

Aus den so erhaltenen hochkonzentrierten Polymerschmelzen können die Reste des Lösungsmittels entweder direkt aus der Schmelze mit Ausdampfextrudern, Dünnschichtverdampfern, Fallfilmverdampfern, Strangverdampfern oder durch Friktionskompaktierung, gegebenenfalls auch unter Zusatz eines Schleppmittels, wie Stickstoff oder Kohlendioxid oder unter Verwendung von Vakuum, entfernt werden, alternativ auch durch anschließende Kristallisation und Ausheizen der Reste des Lösungsmittels in der festen Phase.

Die Reaktion in der Schmelze (Schmelzepolykondensationsverfahren, SPC-Verfahren) kann nach dem Umesterungsverfahren diskontinuierlich oder auch kontinuierlich gestaltet werden. Nachdem die Dihydroxyarylverbindungen und Diarylcarbonate, ggf. mit weiteren Verbindungen, als Schmelze vorliegen, wird in Gegenwart eines geeigneten Katalysators die Umsetzung gestartet werden. Der Umsatz bzw. das Molekulargewicht wird bei steigenden Temperaturen und fallenden Drücken in geeigneten Apparaten und Vorrichtungen durch Abführen der sich abspaltenden Monohydroxyarylverbindung solange erhöht, bis der angestrebte Endzustand erreicht ist. Durch Wahl des Verhältnisses Dihydroxyarylverbindung zu Diarylcarbonat, der durch Wahl der Verfahrensweise bzw. Anlage zur Herstellung des Polycarbonats gegebenen Verlustrate des Diarylcarbonats über die Brüden und ggf. zugesetzter Verbindungen, wie beispielsweise einer höhersiedenden Monohydroxyarylverbindung, werden die Endgruppen in Art und Konzentration geprägt.

Vorzugsweise ist das kontinuierliche Verfahren zur Herstellung von Polycarbonaten dadurch gekennzeichnet, dass eine oder mehrere Dihydroxyarylverbindungen mit dem Diarylcarbonat, ggf. auch anderer zugesetzter Reaktanten unter Verwendung der Katalysatoren aufgeschmolzen werden und nach einer Vorkondensation ohne Abtrennen der gebildeten Monohydroxyarylverbindung in sich dann daran anschließenden mehreren Reaktions-Verdampfer-Stufen bei schrittweise steigenden Temperaturen und schrittweise fallenden Drücken das Molekulargewicht bis zum gewünschten Niveau aufgebaut wird.

Die für die einzelnen Reaktions-Verdampfer-Stufen geeigneten Vorrichtungen, Apparate und Reaktoren sind entsprechend dem Verfahrensverlauf Wärmetauscher, Entspannungsapparate, Abscheider, Kolonnen, Verdampfer, Ruhrbehälter und Reaktoren oder sonstige käufliche Apparate, welche die nötige Verweilzeit bei ausgewählten Temperaturen und Drücken bereitstellen. Die gewählten Vorrichtungen müssen den nötigen Wärmeeintrag ermöglichen und so konstruiert sein, dass sie den kontinuierlich wachsenden Schmelzviskositäten gerecht werden.

Alle Vorrichtungen sind über Pumpen, Rohrleitungen und Ventile miteinander verbunden. Die Rohrleitungen zwischen allen Einrichtungen sollten selbstverständlich so kurz wie möglich sein und die Krümmungen der Leitungen so gering wie möglich gehalten werden, um unnötig verlängerte Verweilzeiten zu vermeiden. Dabei sind die äußeren, das heißt technischen Rahmenbedingungen und Belange für Montagen chemischer Anlagen zu berücksichtigen.

Zur Durchführung des Verfahrens nach einer bevorzugten kontinuierlichen Verfahrensweise können die Reaktionspartner entweder gemeinsam aufgeschmolzen oder aber die feste Dihydroxyarylverbindung in der Diarylcarbonatschmelze oder das feste Diarylcarbonat in der Schmelze der Dihydroxyarylverbindung gelöst werden oder beide Rohstoffe werden als Schmelze, bevorzugt direkt aus der Herstellung, zusammengeführt. Die Verweilzeiten der getrennten Schmelzen der Rohstoffe, insbesondere die der Schmelze der Dihydroxyarylverbindung, werden so kurz wie möglich eingestellt. Das Schmelzegemisch kann dagegen wegen des im Vergleich zu den einzelnen Rohstoffen erniedrigten Schmelzpunktes des Rohstoffgemisches bei entsprechend niedrigeren Temperaturen ohne Qualitätseinbußen länger verweilen.

Danach wird der Katalysator, vorzugsweise in Phenol gelöst, zugemischt und die Schmelze auf die Reaktionstemperatur erhitzt. Diese beträgt zu Beginn des technisch bedeutsamen Prozesses zur Herstellung von Polycarbonat aus 2,2-Bis-(4-hydroxyphenyl)-propan und Diphenylcarbonat 180 bis 220°C, vorzugsweise 190 bis 210°C, ganz besonders bevorzugt 190°C. Bei Verweilzeiten von 15 bis 90 min, vorzugsweise 30 bis 60 min, wird das Reaktionsgleichgewicht eingestellt, ohne dass die gebildete Hydroxyarylverbindung entnommen wird. Die Reaktion kann bei Atmosphärendruck, aber aus technischen Gründen auch bei Überdruck gefahren werden. Der bevorzugte Druck in technischen Anlagen beträgt 2 bis 15 bar absolut.

Das Schmelzegemisch wird in eine erste Vakuumkammer, deren Druck auf 100 bis 400 mbar, vorzugsweise auf 150 bis 300 mbar eingestellt wird, entspannt und direkt danach in einer geeigneten Vorrichtung bei gleichem Druck wieder auf die Eintrittstemperatur erhitzt. Bei dem Entspannungsvorgang wird die entstandene Hydroxyarylverbindung mit noch vorhandenen Monomeren verdampft. Nach einer Verweilzeit von 5 bis 30 min in einer Sumpfvorlage ggf. mit Umpumpung bei gleichem Druck und gleicher Temperatur wird das Reaktionsgemisch in eine zweite Vakuumkammer, deren Druck 50 bis 200 mbar, vorzugsweise 80 bis 150 mbar beträgt, entspannt und direkt danach in einer geeigneten Vorrichtung bei gleichem Druck auf eine Temperatur von 190 bis 250°C, bevorzugt 210 bis 240°C, besonders bevorzugt 210 bis 230°C, erwärmt. Auch hierbei wird die entstandene Hydroxyarylverbindung mit noch vorhandenen Monomeren verdampft. Nach einer Verweilzeit von 5 bis 30 min in einer Sumpfvorlage, ggf. mit Umpumpung, bei gleichem Druck und gleicher Temperatur wird das Reaktionsgemisch in eine dritte Vakuumkammer, deren Druck 30 bis 150 mbar, vorzugsweise 50 bis 120 mbar beträgt, entspannt und direkt

danach in einer geeigneten Vorrichtung bei gleichem Druck auf eine Temperatur von 220 bis 280°C, bevorzugt 240 bis 270°C, besonders bevorzugt 240 bis 260°C, erwärmt. Auch hierbei wird die entstandene Hydroxyarylverbindung mit noch vorhandenen Monomeren verdampft. Nach einer Verweilzeit von 5 bis 20 min in einer Sumpfvorlage ggf. mit Umpumpung bei gleichem Druck und gleicher Temperatur wird das Reaktionsgemisch in eine weitere Vakuumkammer, deren Druck bei 5 bis 100 mbar, bevorzugt 15 bis 100 mbar, besonders bevorzugt 20 bis 80 mbar beträgt, entspannt und direkt danach in einer geeigneten Vorrichtung bei gleichem Druck auf eine Temperatur von 250 bis 300°C, vorzugsweise 260 bis 290°C, besonders bevorzugt 260 bis 280°C, erwärmt. Auch hierbei wird die entstandene Hydroxyarylverbindung mit noch vorhandenen Monomeren verdampft.

Die Zahl dieser Stufen, hier beispielhaft 4, kann zwischen 2 und 6 variieren. Die Temperaturen und Drucke sind bei Änderung der Stufigkeit entsprechend anzupassen, um vergleichbare Resultate zu erhalten.

Die in diesen Stufen erreichte relative Viskosität des Vorkondensats des oligomeren Carbonats liegt zwischen 1,04 und 1,20, bevorzugt zwischen 1,05 und 1,15, besonders bevorzugt zwischen 1,06 bis 1,10.

In einer bevorzugten Ausführungsform wird das so erzeugte Oligocarbonat nach einer Verweilzeit von 5 bis 20 min in einer Sumpfvorlage gegebenenfalls mit Umpumpung bei gleichem Druck und gleicher Temperatur wie in der letzten Flash-/Verdampferstufe in einen Scheiben- oder Korbreaktor gefördert und bei 250 bis 310°C, bevorzugt 250 bis 290°C, besonders bevorzugt 250 bis 280°C, bei Drucken von 1 bis 15 mbar, vorzugsweise 2 bis 10 mbar, bei Verweilzeiten von 30 bis 90 min, vorzugsweise 30 bis 60 min, weiter aufkondensiert. Das Produkt erreicht eine relative Viskosität von 1,12 bis 1,28, bevorzugt 1,13 bis 1,26, besonders bevorzugt 1,13 bis 1,24. Die diesen Reaktor (Mittelviskos-Reaktor) verlassende Schmelze wird in einem weiteren Scheiben- oder Korbreaktor (Hochviskos-Reaktor) auf die gewünschte Endviskosität bzw. das Endmolekulargewicht durch Abtrennen des Kondensationsproduktes Phenol gebracht. Dabei betragen die Temperaturen 270 bis 330°C, bevorzugt 280 bis 320°C, besonders bevorzugt 280 bis 310°C, der Druck 0,01 bis 3,00 mbar, vorzugsweise 0,2 bis 2,0 mbar, bei Verweilzeiten von 60 bis 180 min, vorzugsweise 75 bis 150 min. Die rel. Viskositäten werden auf das für die vorgesehene Anwendung nötige Niveau eingestellt und betragen 1,18 bis 1,40, bevorzugt 1,18 bis 1,36, besonders bevorzugt 1,18 bis 1,34.

Die Funktion der beiden Korbreaktoren kann auch in einem Korbreaktor zusammengefasst werden.

Die Brüden aus allen Verfahrensstufen werden unmittelbar abgeleitet, gesammelt und aufgearbeitet. Diese Aufarbeitung erfolgt in der Regel destillativ, um hohe Reinheiten der Produkte zu erzielen.

- 5 Granulate erhält man, wenn möglich, durch direktes Abspinnen der Schmelze und anschließender Granulierung oder aber durch Verwendung von Austragsextrudern von denen in Luft oder unter Flüssigkeit, meist Wasser, abgesponnen wird. Werden Extruder benutzt, so kann man der Schmelze, vor diesem Extruder, gegebenenfalls unter Einsatz von statischen Mischern oder durch Seitenextruder im Extruder, Additive zusetzen.
- 10 Vor dem Abspinnen (Granulierung) werden in die Schmelze über ein Seitenaggregat (Seitenextruder) die Verbindungen der Formeln (1) und /oder (2) als reine Substanz oder als Masterbatch in Polycarbonat (max. 10 Gew.-%) zugeführt. Dieser Masterbatch kann ggf. weitere Additive wie Licht-Stabilisatoren, Entformungsmittel, Thermostabilisatoren oder Farbadditive enthalten.
- 15 Der Zusatz von Additiven dient der Verlängerung der Nutzungsdauer durch Stabilisatoren, die einen Abbau der Zusammensetzungsbestandteile verhindern, der Farbgebung des Endprodukts, der Vereinfachung der Verarbeitung (z.B. Entformer, Fließhilfsmittel, Antistatika) oder der Anpassung der Polymereigenschaften an bestimmte Belastungen (Schlagzähmodifikatoren, wie Kautschuke; Flammenschutzmittel, Farbmittel, Glasfasern).
- 20 Diese Additive können einzeln oder in beliebigen Mischungen oder mehreren verschiedenen Mischungen der Polymerschmelze zugesetzt werden und zwar direkt bei der Isolierung des Polymeren oder aber nach Aufschmelzung von Granulat in einem sogenannten Compoundierungsschritt. Dabei können die Additive beziehungsweise deren Mischungen als Feststoff, also als Pulver, oder als Schmelze der Polymerschmelze zugesetzt werden. Eine andere
- 25 Art der Dosierung ist die Verwendung von Masterbatches oder Mischungen von Masterbatches der Additive oder Additivmischungen.
- Geeignete übliche Additive für Polycarbonatzusammensetzungen sind beispielsweise beschrieben in "Additives for Plastics Handbook, John Murphy, Elsevier, Oxford 1999", im "Plastics Additives Handbook, Hans Zweifel, Hanser, München 2001" oder in WO 99/55772, S. 15-25.
- 30 Desweiteren können Farbmittel, wie organische Farbstoffe oder Pigmente oder anorganische Pigmente, IR-Absorber, einzeln, im Gemisch oder auch in Kombination mit Stabilisatoren, Glas(hohl)kugeln, anorganischen Füllstoffen oder organische oder anorganische Streupigmente zugesetzt werden.

Die erfindungsgemäßen Polycarbonat-Zusammensetzungen können auf üblichen Maschinen, beispielsweise auf Extrudern oder Spritzgussmaschinen, zu beliebigen Formkörpern, bzw. Formteile zu Folien oder Platten oder Flaschen, in üblicher Weise verarbeitet werden.

5 Die so erhältlichen Polycarbonatzusammensetzungen mit verbesserten Schmelzeigenschaften gemäß vorliegender Erfindung, können zur Herstellung von Extrudaten (Platten, Folien und deren Lamine; z. B. für Kartenanwendungen und Rohre) und Formkörpern (Flaschen), insbesondere solchen zur Verwendung im transparenten Bereich, besonders im Bereich optischer Anwendungen wie z.B. Platten, Stegplatten, Verglasungen, Streu- oder Abdeckscheiben, Lampenabdeckungen, Kunststoffabdeckscheiben, Lichtleitelemente oder optischer Datenspeicher, wie Audio-CD, CD-
10 R(W), DVD, DVD-R(W), Minidiscs in ihren verschiedenen nur lesbaren oder aber einmalbeschreibbaren gegebenenfalls auch wiederholt beschreibbaren Ausführungsformen sowie Datenträger für near-field-Optiken. Weiterhin zur Herstellung von Gegenständen für den Elektro/Elektronik und IT-Bereich.

15 Ein weiteres großes Einsatzgebiet der erfindungsgemäßen Polycarbonatzusammensetzungen sind Diffuser Sheets für Hintergrundbeleuchtungen, Streuscheiben und andere Displayanwendungen, aber auch optische Anwendungen im Automobilbereich, wie Verschleißungen, Kunststoffabdeckungen, Sonnendächer, UV-geschützte Streu- und Abdeckscheiben, Lichtleiterlemente, Kollimatoren, Linsen, LED Anwendungen, Polymerlichtleiterelemente, sowie Lampenabdeckungen für Langfeldleuchten.

20 Die Polycarbonat-Zusammensetzungen der vorliegenden Erfindung werden insbesondere zur Herstellung von Compounds, Blends wie z. B. PC/ABS, PC/ASA, PC/SAN, PC/PBT, PC/PET oder PC/PETG und Bauteilen verwendet werden, die besondere Anforderungen an optische und mechanische Eigenschaften stellen,, wie beispielsweise Gehäuse, Gegenstände im E/E-Bereich, wie Stecker, Schalter, Platten, Lampenhalterungen, -abdeckungen im Automobilbereich, Lampenfassungen und -abdeckungen, und Verschleißungen, Medizinbereich wie Dialysatoren, Konnektoren, Hähne, Verpackung wie Flaschen, Behälter.

25 Die Extrudate und Formkörper bzw. Formteile aus den erfindungsgemäßen Polymeren sind ebenfalls Gegenstand der vorliegenden Anmeldung.

Beispiele

Zu Tabelle 1:

- 5 Polycarbonatzusammensetzungen auf Basis von Makrolon 2808 (BPA-Polycarbonat mit einem MVR von 10 cm³/10min bei 300°C/1,2 kg, Bayer MaterialScience) werden auf einem Zweiwellenextruder bei 280 °C mit den in Tabelle 1 aufgeführten Additiven versehen

Bei den erfindungsgemäßen Polycarbonatzusammensetzungen werden zusätzlich 0,01 Gew.-% Tri-isooctylphosphat (TOF, Lanxess) zugegeben.

PETS: Pentaerithritetrastearat; Loxiol VPG 861 der Fa. Cognis

- 10 Tin 329: Tinuvin 329; Hydroxybenzotriazol UV Absorber der Fa. BASF/Ciba

TPP: Triphenylphosphin der Fa. BASF

PEPQ: Irgafos P PEPQ; dimeres Phosphonit der Fa. BASF/Ciba (Formel 7 mit R7 und R8 = tert.-butyl).

Irgafos 168: Phosphit der Fa. BASF/Ciba (Formel 5 mit R7 und R8 = tert. Butyl)

- 15 Irganox B900: Gemisch aus Irgafos 168 und Irganox 1076 (sterisch gehindertes Phenol) im Verhältnis 4:1 der Fa. BASF/Ciba

Doverphos S 9228-PC: Dimeres Phosphit der Fa. Dover, USA (Formel 8 mit R4 = H und R5, R6 = Cumyl)

Tabelle 1

Polycarbonatzusammensetzung		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Makrolon 2808	%	99,455	99,445	99,455	99,445	99,455	99,445	99,455	99,445	99,455	99,445
PETS	%	0,27	0,27	0,27	0,27	0,27	0,27	0,27	0,27	0,27	0,27
TIN 329	%	0,25	0,25	0,25	0,25	0,25	0,25	0,25	0,25	0,25	0,25
TPP	%	0,025	0,025	-	-	-	-	-	-	-	-
PEPQ	%	-	-	0,025	0,025	-	-	-	-	-	-
Irgafos 168	%	-	-	-	-	0,025	0,025	-	-	-	-
Irganox B900	%	-	-	-	-	-	-	0,025	0,025	-	-
Doverphos S-9228	%	-	-	-	-	-	-	-	-	0,025	0,025
TOF	%	-	0,01	-	0,01	-	0,01	-	0,01	-	0,01

Die so erhaltenen Polycarbonatzusammensetzungen werden anschließend nach Trocknung bei 120 °C über Nacht unterschiedlich lang (20 und 30 Minuten) bei einer Temperatur von 320 C belastet. Nach Ablauf der jeweiligen Belastungszeit wird der MVR bei jeweils 1,2 kg gemessen. Die so erhaltenen MVR-Werte sind in der Tabelle 2 eingetragen.

Tabelle 2

Ergebnisse	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
	TPP	TPP+TOF	PEPQ	PEPQ+TOF	I168	I168+TOF	B900	B900+TOF	S9228	S9228+TOF
TOF-Gehalt mg/kg	-	71	-	71	-	69	-	74	-	72
MVR 300°C ml/10 min	20,0	18,9	19,2	18,9	19,1	18,5	19,1	21,8	21,6	21,3
IMVR 320°C 20' ml/10 min	23,2	20,2	20,4	19,7	21,1	18,8	20,0	22,2	22,8	21,9
IMVR 320°C 30' ml/10 min	26,7	21,2	21,6	19,8	20,7	19,4	21,1	22,4	23,4	22,2
Delta MVR / IMVR20' 320°C	3,2	1,3	1,2	0,8	2,0	0,3	0,9	0,4	1,2	0,6
Delta MVR / IMVR30' 320°C	6,7	2,3	2,4	0,9	1,6	0,9	2,0	0,6	1,8	0,9

Man erkennt, dass jede Polycarbonatzusammensetzung, die zusätzlich ein Phosphat der Formel (1) oder (2) (hier TOF) enthält, über eine deutlich höhere Schmelzestabilität verfügt. Die lässt sich am Maß delta MVR ablesen: Delta MVR ist für jedes Phosphat-haltige erfindungsgemäße Beispiel kleiner als der dazugehörige Wert des dazugehörige Wert des Vergleichsbeispiels. Dies gilt sowohl für die Klasse der Phosphite und Phosphonite als auch für Mischungen von Phosphiten mit sterisch gehinderten Phenolen (synergistische Mischungen).

Weitere Beispiele mit UV-geschützten und Phenol additvierten Zusammensetzungen:

Für die Beispiele 11 und 12 wurde ebenfalls Makrolon 2808 (BPA-Polycarbonat mit einem MVR von 10 cm³/10min bei 300°C/1,2 kg, Bayer MaterialScience), dem verschiedene UV-Absorber und auch Phenol zugesetzt werden. Es ist bekannt, daß diese Verbindungen mit freier Hydroxy-

5

Tabelle 3

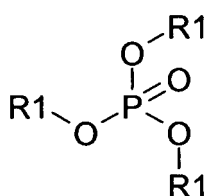
Beispiel	MVR @ 320°C		MVR @ 340°C			delta MVR	Eincompoundiertes Additiv (0,2 %)
	20 min	30 min	delta MVR	20 min	30 min		
11							
a	19,8	20,0	0,2	32,5	33,0	0,5	Blindprobe
b	20,8	21,8	1,0	34,9	37,0	2,1	Tinuvin 329
c	20,9	21,1	0,2	35,2	38,1	2,9	Tinuvin 360
d	24,5	26,2	1,7	44,3	57,4	13,1	Phenol
Beispiel						delta	Eincompoundiertes
12	20 min	30 min	delta MVR	20 min	30 min	MVR	Additiv (0,2 %) + TOF (100 ppm)
a	20,2	20,4	0,2	33,2	33,1	-0,1	Blindprobe + TOF
b	20,8	21,1	0,3	34,4	35,4	1,0	Tinuvin 329 + TOF
c	20,3	20,6	0,3	34,2	34,6	0,4	Tinuvin 360 + TOF
d	21,0	21,1	0,1	34,1	34,9	0,8	Phenol + TOF

Der Vergleich der erfindungsgemäßen Zusammensetzungen in Tabelle 3, die die erfindungsgemäßen Phosphate enthalten, mit den entsprechenden Vergleichsbeispielen zeigt eine deutlich höhere Schmelzestabilität, d. h. eine geringere Veränderung des MVR als bei den Vergleichsproben ohne das Phosphat. Dies belegt die Schmelze-stabilisierende Wirkung der Phosphate in den erfindungsgemäßen Polycarbonatzusammensetzungen.

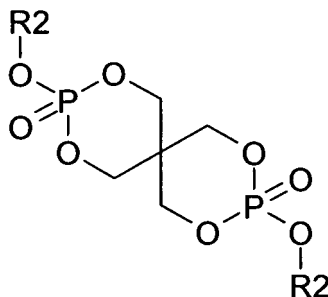
10

Patentansprüche

1. Zusammensetzung, enthaltend ein Bisphenol-A haltiges Polycarbonat oder Copolycarbonat und mindestens eine Phosphorverbindung der Formeln (1) und (2)



(1)



(2)

5

wobei R1 und R2 unabhängig voneinander und untereinander ausgewählt sind aus der Gruppe, die verzweigte Alkylreste, Arylreste und substituierte Arylreste umfasst.

2. Zusammensetzung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Alkylrest ein C₁ – C₁₈-Alkyl, vorzugsweise ein C₁ – C₈-Alkyl, ist und der Arylrest ein mit C₁ – C₈-Alkyl, verzweigtem C₁ – C₈-Alkyl, oder Cumyl substituierter Arylrest ist, wobei die Substituenten gleich oder verschieden sein können.

10

3. Zusammensetzung nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß das Phosphat Triisooctylphosphat ist.

4. Zusammensetzung nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß der Gehalt an Phosphorverbindungen der Formeln (1) und/oder (2) bezogen auf die Gesamtmasse der Zusammensetzung 5 bis 1500 ppm beträgt.

15

5. Zusammensetzung nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß der Gehalt an Phosphorverbindungen der Formeln (1) und/oder (2) bezogen auf die Gesamtmasse der Zusammensetzung 30 bis 300 ppm beträgt.

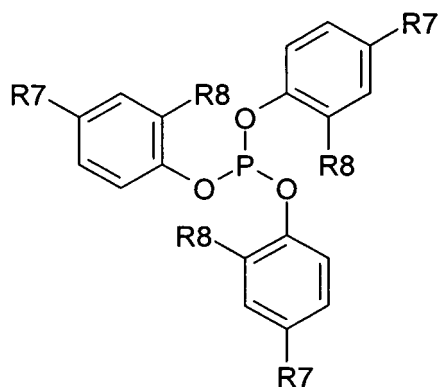
6. Zusammensetzung nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß sie mindestens ein Additiv enthalten ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus UV-Stabilisatoren, Thermostabilisatoren, Entformungsmitteln und Farbmitteln.

20

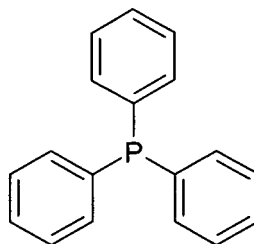
7. Zusammensetzung nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, dass der UV-Absorber aus der Gruppe der Benzotriazole, der Triazine, der Cyanacrylate oder der Malonester ausgewählt ist.

8. Zusammensetzung nach Anspruch 6 oder 7, dadurch gekennzeichnet, daß der Gehalt an UV-Stabilisator von 0,1 Gew.-% bis 0,4 Gew.-% bezogen auf die Gesamtzusammensetzung beträgt.

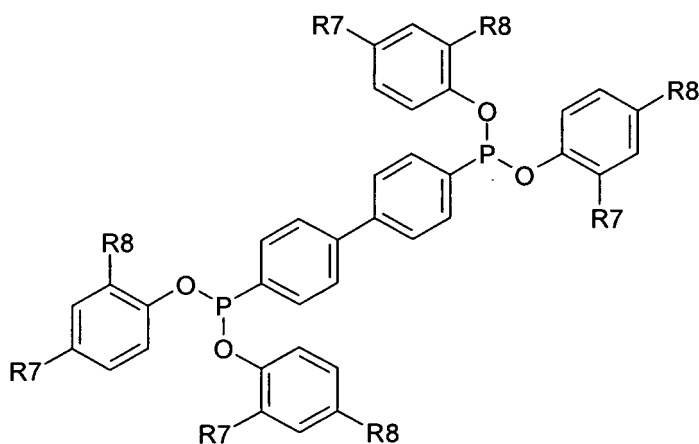
9. Zusammensetzung nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß der Thermostabilisator ausgewählt ist aus der Gruppe, die sterisch gehinderte Phenole (primäre Antioxidantien) und Verbindungen der Formeln (5) bis (8) umfasst



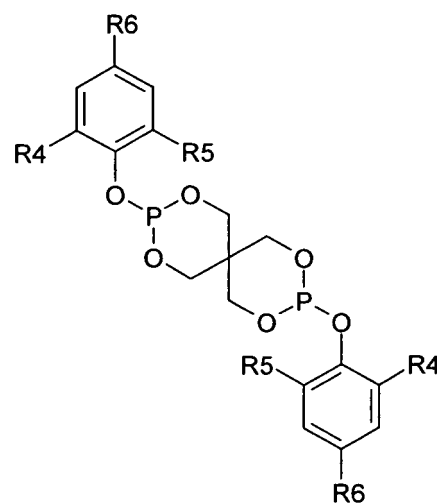
(5)



(6)



(7)



(8)

wobei R4, R5, R6, R7 und R8 jeweils unabhängig voneinander und untereinander für H, einen C₁ – C₈-Alkylrest, Phenylrest oder einen substituierten Phenylrest steht.

10. Zusammensetzung nach Anspruch 6 oder 9, dadurch gekennzeichnet, daß Gehalt an Thermostabilisator bezogen auf die Gesamtmasse der Zusammensetzung 30 bis 600 ppm beträgt.

11. Zusammensetzung nach einem der Ansprüche 6, 9 und 10, dadurch gekennzeichnet, dass das Verhältnis von sekundären Antioxidantien (Thermostabilisatoren) zu den Phosphaten der Formel (1) und (2) zwischen 4:1 bis 1:4 beträgt.
- 5 12. Zusammensetzung nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass das Polycarbonat ein Molekulargewichte M_w von 10.000 bis 200.000, vorzugsweise von 15.000 bis 100.000 und besonders bevorzugt von 17.000 – 70.000 g/mol aufweist.
- 10 13. Verfahren zur Herstellung einer Zusammensetzung nach Anspruch 1, umfassend die Schritte:
a) Herstellung einer Polycarbonatzusammensetzung aus einem in einem kontinuierlichen Verfahren nach dem Phasengrenzflächenverfahren oder Schmelzeverfahren gewonnen Basisharzes, dadurch gekennzeichnet, daß das mindestens ein Phosphat der Formel (1) und/oder (2) direkt oder in Form eines Masterbatches über ein Seitenaggregat der Polycarbonatschmelze zugeführt wird, gegebenenfalls unter Luftausschluss.
14. Zusammensetzung nach Anspruch 1 oder 2 zur Verwendung bei der Herstellung von Blends und Compounds.
- 15 15. Extrudate und Formkörper enthaltend Zusammensetzungen nach Anspruch 1.