



(19)  
Bundesrepublik Deutschland  
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 603 18 308 T2 2009.03.05**

(12) **Übersetzung der europäischen Patentschrift**

(97) **EP 1 497 375 B1**

(21) Deutsches Aktenzeichen: **603 18 308.5**

(86) PCT-Aktenzeichen: **PCT/US03/11501**

(96) Europäisches Aktenzeichen: **03 724 026.4**

(87) PCT-Veröffentlichungs-Nr.: **WO 2003/089519**

(86) PCT-Anmeldetag: **15.04.2003**

(87) Veröffentlichungstag  
der PCT-Anmeldung: **30.10.2003**

(97) Erstveröffentlichung durch das EPA: **19.01.2005**

(97) Veröffentlichungstag  
der Patenterteilung beim EPA: **26.12.2007**

(47) Veröffentlichungstag im Patentblatt: **05.03.2009**

(51) Int Cl.<sup>8</sup>: **C08L 81/06 (2006.01)**

**C08K 5/51 (2006.01)**

**C08K 5/00 (2006.01)**

**G02B 1/04 (2006.01)**

**C08J 5/18 (2006.01)**

(30) Unionspriorität:

**372078 P 15.04.2002 US**

**452961 P 10.03.2003 US**

(73) Patentinhaber:

**Solvay Advanced Polymers, LLC, Alpharetta, Ga.,  
US**

(74) Vertreter:

**Lederer & Keller, 80538 München**

(84) Benannte Vertragsstaaten:

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

(72) Erfinder:

**EL-HIBRI, M. Jamal, Atlanta, GA 30328, US**

(54) Bezeichnung: **POLYSULFONZUSAMMENSETZUNGEN, DIE REDUZIERTER VERFÄRBUNG UND HOHE LICHT-DURCHLÄSSIGKEIT AUFWEISEN, SOWIE DARAUS HERGESTELLTE GEGENSTÄNDE**

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99 (1) Europäisches Patentübereinkommen).

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

## Beschreibung

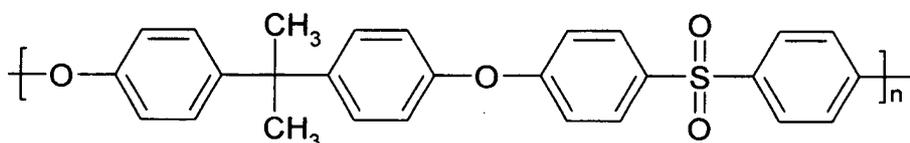
## TECHNISCHES GEBIET

**[0001]** Diese Erfindung zielt auf eine Polysulfonzusammensetzung mit niedrigem Vergilbungsindex und hoher Lichtdurchlässigkeit und aus der Polysulfonzusammensetzung hergestellte Gegenstände, wie ophthalmische Linsen, ab.

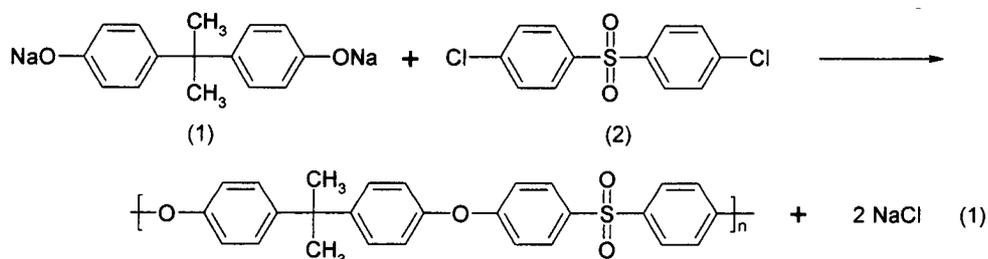
## HINTERGRUND DER ERFINDUNG

**[0002]** Sulfonpolymere sind amorphe thermoplastische technische Harze mit hoher Leistungsfähigkeit, welche die charakteristische Diarylsulfonverknüpfung enthalten. Sulfonpolymere sind für ihre hohe mechanische Festigkeit, thermische und oxidative Beständigkeit, Beständigkeit gegenüber Hydrolyse und viele Säuren, Basen und Lösungsmittel bekannt.

**[0003]** Polysulfon ist ein allgemein bekanntes amorphes, technisches, thermoplastisches Hochtemperaturharz. Es zeigt eine hohe Glasübergangstemperatur von etwa 185°C, hoher Festigkeit, Steifheit und Zähigkeit über einen Temperaturbereich von etwa -100 bis 150°C. Wenn es vollständig amorph ist, zeigt das Polymer ebenfalls Transparenz, was zu seiner Nützlichkeit bei vielen Endanwendungen beiträgt. Polysulfon wurde kommerziell in 1965 durch die Union Carbide Corporation eingefügt. Es besitzt die folgende chemische Struktur:



**[0004]** Das oben gezeigte Polysulfon, welches gängigerweise als PSU abgekürzt wird, ist wahrscheinlich der kommerziellste wichtigste Vertreter einer breiten Familie von als Polyarylethern bekannten aromatischen Grundgerüstpolymeren. Diese Polymere können mittels einer Vielzahl von Methoden hergestellt werden. Zum Beispiel beschreiben die US-Patente Nr. 4 108 837 und 4 175 175 die Herstellung von Polyarylethern und insbesondere Polyarylethersulfonen. Mehrere Ein-Schritt- und Zwei-Schritt-Verfahren sind in diesen Patenten beschrieben, wobei diese Patente hierin durch den Bezug darauf in ihrer Gesamtheit einbezogen sind. Bei diesen Verfahren wird ein Doppelaalkalimetallsalz eines zweiwertigen Phenols mit einer Dihalogenbenzenoidverbindung in Gegenwart von Sulfon- oder Sulfoxidlösungsmitteln unter im Wesentlichen wasserfreien Bedingungen umgesetzt. In einem Zwei-Schritt-Verfahren wird ein zweiwertiges Phenol zuerst in situ in Gegenwart eines Sulfon- oder Sulfoxidlösungsmittels zu dem Alkalimetallsalzderivat durch die Reaktion mit einem Alkalimetall oder einer Alkalimetallverbindung umgewandelt. Im Fall der PSU-Herstellung sind die Ausgangsmomere Bisphenol A und 4,4'-Dihalogendiphenylsulfon, typischerweise 4,4'-Dichlordiphenylsulfon. Das Bisphenol A wird zuerst zu dem Dialkalimetallsalzderivat umgewandelt, indem es zuerst mit einer Base wie Natriumhydroxid, NaOH, in einem stöchiometrischen molaren Verhältnis von 1:2 umgesetzt wird, um das Dinatriumsalz von Bisphenol A herzustellen. Dieses Dinatriumsalz von Bisphenol A wird dann mit 4,4'-Dichlordiphenylsulfon in einem zweiten Schritt umgesetzt, um das Polymer herzustellen. Natriumchloridsalz wird als ein Nebenprodukt der Polymerisation hergestellt.



**[0005]** Das Salz wird filtriert, dann wird die Polymerlösung entweder mit einem Nichtlösungsmittel kontaktiert, um das Polymer zu präzipitieren, oder alternativ wird das Polymer durch Abdampfungsentfernung des Lösungsmittels rückgewonnen. In jedem Fall folgt die Lösungsmittelentfernung für gewöhnlich durch die Bildung des Polymers zu Pellets in einem Extruder, vorzugsweise einem Doppelschneckenextruder.

**[0006]** Unter den vielen wünschenswerten physikalischen Charakteristika und Eigenschaften von PSU ist dieses Polymer in seinem natürlichen Zustand transparent. Die Transparenz von Polysulfon ist in Kombination mit

seinen hohen Wärme- und anderen Hochleistungseigenschaften brauchbar. Beispiele für Einsätze, bei denen die Transparenz brauchbar ist, schließen Abdeckungen und Deckel für Heißserviergeschirr und -behälter, Deckel für medizinische Sterilisationstabletts, Tierkäfige für Forschungslabors, Nahrungsmittelprozessiergerätschaft, Strömungsmessgeräte und Sichtgläser für chemische Prozessgerätschaft ein.

**[0007]** Die Transparenz von PSU, gekoppelt mit dem hohen Brechungsindex des Materials im Vergleich zu anderen transparenten thermoplastischen Stoffen (1,63 gegenüber 1,59 für Polycarbonat) machen Polysulfon ein Kandidat für die Verwendung bei Linsenanwendungen, da es ein Design von Linsen mit höherer Leistung für eine bestimmte Linsendicke und ein bestimmtes Linsengewicht ermöglichen kann, oder alternativ ein dünneres und leichteres Linsendesign im Vergleich zu Polycarbonat für eine bestimmte Leistungskraft- oder Dioptrienbeurteilung ermöglichen kann. Der hohe Beugungsindex ermöglicht Linsenherstellern, Linsen hoher Leistungsstärke mit relativ niedriger Krümmung (und somit niedrigerer Masse) im Vergleich zu dem herzustellen, was mit Materialien mit niedrigerem Index möglich ist, wie Glas, Polymethylmethacrylat (PMMA) und herkömmlichen wärmehärtbaren Kunststoffen, die für diesen Zweck verwendet werden. Aufgrund dieses Merkmals ist Polysulfon deshalb besonders attraktiv zur Verwendung in ophthalmischen Linsen für Brillen, die in Brillengestellen auf Rezept verwendet werden.

**[0008]** In der Industrie für ophthalmische Linsen wird ein Material als mit "hohem Index" angesehen, wenn sein Brechungsindex 1,60 oder höher ist. Als solches schickt sich Polysulfon an, das erste thermoplastische Harz in der Kategorie mit hohem Index zu werden. Gleichwohl wurde der Eintritt von Polysulfon in die Industrie für ophthalmische Linsen und in die meisten anderen optischen Anwendungsgebiete durch die Vergilbung behindert, welche bis jetzt bei allen im Handel verfügbaren Polysulfonen derzeit vorlag. Abgesehen von der ästhetischen Unerwünschtheit beschränkt die gelbe Tönung ebenfalls die Lichtdurchlässigkeit, was kritisch für Linsen mit hoher Klarheit für Brillengestelle auf Rezept ist. Wasserweiße oder nahezu wasserweiße Klarheit ist ein Schlüsselanfordernis für jedes Linsenmaterial, und bisher hat der Stand der Technik der Polysulfonherstellung noch nicht die Herstellung eines Harzes mit dem Typ der Klarheit ermöglicht, welche erforderlich ist. Polysulfon ist seit langem für die Industrie ophthalmischer Linsen von Interesse, da es eine Vielzahl von attraktiven Merkmalen bietet. Zusätzlich zur Bereitstellung eines hohen Brechungsindex bietet Polysulfon kostengünstige Herstellungsverfahren für thermoplastische Linsen (d. h. Hybrid-Spritzguss-Druckguss-Formen). In Ergänzung zu der reduzierten Linsendicke bzw. -stärke und dem Gewicht, welche für den Verbraucher wünschenswert sind, ermöglicht es die gute Schlagfestigkeit von Polysulfon, dass dünne Linsen möglich sind.

**[0009]** Damit ein ophthalmisches Linsenmaterial einsatzfähig ist, wird im Allgemeinen angenommen, dass es die folgenden drei optischen Eigenschaftsanfordernisse erfüllen muss:

1. Es ist ein niedriger Vergilbungsindex, wie er üblicherweise mittels der ASTM-Methode D-1925 gemessen wird, erforderlich. Der Vergilbungsindex ist eine dickenabhängige Eigenschaft. Vergilbungsindexwerte von unter 1,0 sind im allgemeinen wünschenswert, jedoch muss minimalerweie das Material einen Vergilbungsindex von 2,0 oder weniger bei einer Dicke von 0,1 Inch (2,5 mm) aufweisen. Vergilbungsindizes von unter 2,0 sind schwierig mit dem bloßen Auge festzustellen und könnten als von ausreichender Qualität für optische Linsenanwendungen im allgemeinen und ophthalmische Linsen im besonderen angesehen werden.
2. Eine hohe Lichtdurchlässigkeit, wie sie üblicherweise mittels der ASTM-Methode D-1003 gemessen wird, ist ebenfalls ein Schlüsselanfordernis. Lichtdurchlässigkeitswerte von über 85% sind minimal erforderlich. Die Lichtdurchlässigkeit ist ebenfalls eine dickenabhängige Eigenschaft, obgleich im Allgemeinen von geringerem Ausmaß als der Vergilbungsindex. Sie wird üblicherweise bei einer Dicke von 0,1 Inch (2,5 mm) gemessen, sodass, wenn die Durchlässigkeitsanfordernisse bei 0,1 Inch (2,5 mm) Dicke erfüllt sind, sie automatisch bei geringeren Dicken erfüllt sein müssen.
3. Eine niedrige Trübung, wie sie durch die ASTM-Methode D-1003 gemessen wird, ist ebenfalls ein Anfordernis. Die Trübung ist das Verhältnis die Durchlässigkeit von diffusem Licht zur Gesamtlichtdurchlässigkeit durch ein Probenstück, ausgedrückt als ein Prozentwert. Im Allgemeinen muss sie unter 2,0% und vorzugsweise unter 1,0% für ein 0,1 Inch (2,5 mm) dickes Material mit hoher Klarheit oder optischer Qualität sein. Trübungswerte unter 2,0% sind schwierig mit dem bloßen Auge festzustellen und sind somit annehmbar. Wie der Vergilbungsindex und die Lichtdurchlässigkeit hängt die Trübung ebenfalls von der Dicke des Probenstückes ab, sodass es wichtig ist, die Trübung zwischen unterschiedlichen Materialien nur bei vergleichbaren Dicken- und Prüfstückoberflächencharakteristika zu vergleichen.

**[0010]** In der Vergangenheit haben Union Carbide, Amoco und dann Solvay Advanced Polymers, LLC die Farbe von allen Sulfonpolymeren unter Anwendung des internen Parameters vom Farbfaktor (CF) gemessen und festgelegt. Die Kunststoffindustrie als Ganzes gesehen wendet auf der anderen Seite den Vergilbungsindex (YI) an, um die Farbe von Folien und Formstücken zu quantifizieren. Es ist lehrreich, zuerst auf diese zwei Mengenangaben zu schauen, und wie sie miteinander in Bezug stehen.

**[0011]** Der Vergilbungsindex und der Farbfaktor sind zwei unterschiedliche Quantitäten vom Standpunkt der Definition des Parameters. Gleichwohl korrelieren sie für praktische Zwecke sehr gut.

**[0012]** Gemäß der Definition wird der Vergilbungsindex (YI) aus der unten stehenden Gleichung basierend auf der ASTM-Methode D-1925 berechnet:

$$YI = [100(1,28X - 1,06Z)]/Y$$

wobei in der oben stehenden Gleichung X, Y und Z die Tristimulus-Durchlässigkeitskomponenten für rotes, grün bzw. blaues Licht in dem CIE-System sind, basierend auf das Beleuchten der Probe mit einer standardmäßigen Lichtquelle, wie Illuminant C oder Illuminant D65, gemäß der ASTM-Methode D-1003.

**[0013]** Der Farbfaktor (CF) ist als die folgende Quantität definiert:

$$CF = 270[(x + y)_{\text{Probe}} - (x + y)_{\text{Luft}}]/t$$

wobei x und y die Chromatizitätskoordinaten sind, die durch Normieren der X- und Y-Tristimuluswerte erhalten werden. Die Chromatizitätskoordinaten x und y werden durch die folgenden Gleichungen berechnet:

$$x = X/(X + Y + Z)$$

$$y = Y/(X + Y + Z)$$

**[0014]** Die Variable t ist die Probendicke in Inch. Somit, im Gegensatz zu YI, ist CF von der Dicke unabhängig im Dickenbereich von typischen geformten Komponenten, was ein attraktiver Aspekt des Mengenwertes ist. Der Farbfaktor ist von der Dicke unabhängig bis zu einer Dicke von etwa 1 Inch. Der Faktor von 270 ist ein willkürlich gewählter Faktor, der vornehmlich dazu gedacht ist, die CF-Werte in einen angenehm zu arbeitenden Bereich zu bringen.

**[0015]** Wie oben erwähnt, sind der Vergilbungsindex, die Lichtdurchlässigkeit und die Trübung allesamt dickenabhängige Eigenschaften, sodass die Dicke zusammen mit diesen Messungen angegeben werden muss. Vorzugsweise sollten mehrere Dicken gemessen werden, um die Abhängigkeit dieser Eigenschaften von der Dicke über einen praktischen Dickenbereich zu zeigen.

**[0016]** Eine der technischen Schlüsselhürden, um das Ziel zu erreichen, ist die Eliminierung der Vergilbung des Harzes, welche üblicherweise als ein Farbfaktor ausgedrückt wird. Ein Farbfaktorziel von < 10 wurde für plastisch geformte Teile angesetzt, damit von optischer Qualität gesprochen werden kann. Dies entspricht im Hinblick auf den Vergilbungsindex (ASTM D-1925) einem Vergilbungsindex von < 1,9 für eine 0,1 Inch dicke Probentafel. Die niedrigsten Farbfaktoren, die bei geformten Gegenständen aus kommerziell hergestelltem Polysulfon des Standes der Technik erreicht wurden, lagen bei einem Farbfaktor von 30–40, und üblicherweise lagen sie im Bereich von 50–70. Obgleich PSU mit Lösungsbatch-Farbfaktoren von unter 25 hergestellt worden ist, bezogen auf die Verbesserungen in der PSU-Herstellungstechnologie, wie zum Beispiel von Schwab et al. im US-Patent Nr. 4 307 222 beschrieben worden ist, wurde das Vermögen, schmelzerzeugte Gegenstände mit Farbfaktoren von weniger als 25 herzustellen, nicht gezeigt.

**[0017]** Um die erforderlichen Einzel-Ziffer-Farbfaktoren zu erreichen, sind technologische Verbesserungen bei einer oder bei beiden der Syntheseverfahrensseiten und bei der Stabilisierung der Pellets, die den Verbrauchern zugeführt werden, notwendig zur Verhinderung einer zusätzlichen Farberzeugung während der Schmelzverarbeitung zu den spritzgegossenen Gegenständen.

**[0018]** Obgleich Laboransätze von Polysulfon mit Farbfaktoren unter 10 CF erzeugt werden können, ist es schwierig, diesen niedrigen Farbfaktor aufrecht zu erhalten, selbst mit der mildesten Schmelzprozessierbehandlung. Dieses Verhalten wird durch den in der [Fig. 1](#) gezeigten Plot beispielhaft dargelegt. Dieser Plot zeigt den Verlauf des Farbfaktors von zwei Polysulfonansätzen. Proben des Polysulfonpulvers wurden in einem Schmelzindexer bei 300°C und unterschiedlichen Zeiten wärmegealtert, um die Abhängigkeit vom Farbfaktor auf die Behandlungszeit von 300°C zu überwachen. Es kann aus der [Fig. 1](#) gesehen werden, dass selbst nach 2 Minuten bei 300°C sich beide Polysulfonproben bezüglich des Farbfaktors in etwa verdoppeln, und nach 12 Minuten hat sich der Farbfaktor auf grob das 3-fache des ursprünglichen Wertes erhöht. Dieses Verhalten ist inakzeptabel, wenn man berücksichtigt, dass 300°C an der unteren Grenze liegt, bei der Polysulfon durch Spritzgießen realistisch schmelzfabriziert werden kann.

**[0019]** Die [Fig. 2](#) ist ein Graph, welcher die Beziehung zwischen CF und YI für eine Anzahl von UDEL<sup>®</sup>-Chargen zeigt, wie bei Tafeln mit einer Dicke von 0,1 Inch gemessen. Wie aus dieser Figur ersichtlich ist, ist die Beziehung zwischen den zwei Variablen im Wesentlichen eine gerade Linie, welche durch den Ursprung geht. Für einen vorgegebenen Farbfaktor wird der entsprechende Vergilbungsindex bei einem Probenstück mit einer Dicke von 0,1 Inch sehr nahe durch Multiplizieren von CF durch 0,19 abgeschätzt. Die Beziehung als gerade Linie zwischen CF und YI zeigt, wie sich die Farbfaktormessung auf den im breiteren Umfang verwendeten Vergilbungsindexparameter bezieht.

**[0020]** Man nahm an, dass die Vergilbung in Polysulfon hauptsächlich für den Hauptteil der Absorption im sichtbaren Spektrum verantwortlich ist. Somit wurde das Erreichen von Charakteristika eines hohen Durchlassgrades, der durch ein farbloses Harz wie Polycarbonat gezeigt wird, in starkem Maße mit der Entfernung der Vergilbung gleichgestellt. Um diese Hypothese anzugehen, wurde Polysulfon mit unterschiedlichen Farbfaktoren mit den Durchlasscharakteristika bei verschiedenen Wellenlängen korreliert. Eine Familie von Kurven, welche die Durchlassabhängigkeit vom Farbfaktor illustrieren, ist in der [Fig. 3](#) gezeigt. Bei Einfallwellenlängen von über 540 nm ist der Durchlassgrad im Wesentlichen unabhängig vom UDEL<sup>®</sup>-Farbfaktor innerhalb des Farbfaktorbereiches von Interesse (0 bis 60). Gleichwohl wird die Abhängigkeit fortschreitend stärker bei immer kürzer werdenden Wellenlängen und ist ziemlich steil bei Wellenlängen im Bereich von 400–420 nm. Da jüngste Experimente Polysulfontafeln mit Farbfaktoren in den niedrigen Zwanzigern erzeugt haben, wurden diese neuen Proben mit geringer Verfärbung in Kombination mit anderen Daten verwendet, um eine Extrapolation und Voraussage des Durchlässigkeitsverhaltens bei dem Ziel-Farbfaktor-Bereich von 0–10 zu ermöglichen.

**[0021]** Die Herstellung von UDEL<sup>®</sup>-Polysulfon mit einem Farbfaktor von < 10 in Laborglasbehältern ist möglich, jedoch ist es bisher nicht möglich gewesen, diesen geringen Farbfaktor selbst während der mildesten Schmelzprozessierung aufrecht zu erhalten. Es wurde mithin geschlussfolgert, dass ein Verfärbungsstabilisationspaket für Polysulfon notwendig wäre, wenn ein funktionierendes Polysulfon mit extrem niedriger Verfärbung, welches seine Verfärbung während des Spritzgießens zu optischen Endelementen aufrechterhalten kann, herzustellen ist.

**[0022]** Um ein Polysulfonharz mit extrem niedriger Verfärbung/optischer Qualität zu entwickeln, wurden eine Reihe von Experimenten durchgeführt, um ein geeignetes Additivpaket zu screenen und zu optimieren, welches die Farbentwicklung während der Schmelzerzeugung des Polymers verhindern oder minimieren würde. In durchgeführten Untersuchungen wurde festgestellt, dass Farbfaktoren unter 10 für Polysulfone zu erreichen sind, wie sie im Reaktor hergestellt werden. Die Verfärbung steigt jedoch schnell auf nicht akzeptable Niveaus, wenn das rückgewonnene Polymer Temperaturen von nur 300°C während Zeiträumen von nur 2 Minuten ausgesetzt wird. Es wurde klar, dass ein Harzstabilisationsschema notwendig war, und ein Schlüsselelement der Lösung zu dem Polysulfonverfärbungsproblem.

**[0023]** Aus den in der [Fig. 3](#) gezeigten Extrapolationen wurden hypothetische Spektraldurchlasskurven für UDEL<sup>®</sup>-Polysulfon mit Farbfaktoren von 10 und 0 erzeugt, um zu sehen, wie sie sich gegenüber der Durchlasskurve von Allzweck-Polycarbonatharz (LEXAN<sup>®</sup> 104, verfügbar von General Electric) verhalten. Dieser Vergleich der Spektraldurchlasskurve ist in der [Fig. 4](#) gezeigt.

#### ZUSAMMENFASSUNG DER ERFINDUNG

**[0024]** Es besteht ein Bedarf im Polymerzusammensetzungsgebiet nach einer transparenten Polymerzusammensetzung, welche eine hohe Lichtdurchlässigkeit besitzt. Es besteht ein Bedarf im Polymerzusammensetzungsgebiet nach einer klaren, "wasserweißen" Polysulfonzusammensetzung. Im Gebiet für thermoplastisches Formen liegt ein Bedarf nach einer transparenten Polysulfonzusammensetzung mit hohem Durchlassgrad und mit einem niedrigen Vergilbungsindex vor. Es liegt ferner ein Bedarf im optischen Fachbereich nach optischen Komponenten vor, wie leichtgewichtigen ophthalmischen Linsen mit hohem Brechungsindex mit niedrigem Vergilbungsindex und hohem Lichtdurchlassgrad.

**[0025]** Diese und andere Anforderungen werden durch bestimmte Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung erfüllt, welche eine Polysulfonzusammensetzung mit einem Gesamtlichtdurchlassgrad von 84% oder mehr bereitstellen, wenn bei 0,1 Inch dicken Probenstücken unter Anwendung von ASTM D-1003 gemessen wird. Die Probenstücke erfüllen mindestens eine der folgenden zwei Bedingungen: 1) einen Vergilbungsindex (YI) von weniger als 5,0, wie gemäß ASTM D-1925 bei einem 0,1 Inch dicken Prüfstück gemessen, oder 2) einen Farbfaktor (CF) von weniger als 25, wenn der CF durch die folgende Gleichung definiert wird:

$$CF = 270[(x + y)_{\text{Probe}} - (x + y)_{\text{Luft}}]/t$$

worin x und y Chromatizitätskoordinaten sind, die im Durchlassmodus gemessen werden, und t die Probendicke in Inch ist.

**[0026]** Die bereits früher angeführten Anforderungen werden ebenfalls durch bestimmte Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung erfüllt, welche schmelzfabrizierte, spritzgegossene, druckgeformte, extrudierte, blasgeformte, Hybrid-Injektions-Druck-geformte oder wärmegeformte Gegenstände aus einer Polysulfonzusammensetzung mit einem Gesamlichtdurchlassgrad von 84% oder mehr bereitstellen, wenn bei 0,1 Inch dicken Prüfstücken unter Anwendung von ASTM D-1003 gemessen wird. Die Prüfstücke erfüllen mindestens eine der folgenden zwei Bedingungen: 1) einen Vergilbungsindex (YI) von weniger als 5,0, wie gemäß ASTM D-1925 bei 0,1 Inch dicken Prüfstücken gemessen, oder 2) einen Farbfaktor (CF) von weniger als 25, wobei CF durch die folgende Gleichung definiert wird:

$$CF = 270[(x + y)_{\text{Probe}} - (x + y)_{\text{Luft}}]/t$$

worin x und y Chromatizitätskoordinaten sind, die im Durchlassmodus gemessen werden, und t die Probendicke in Inch ist.

**[0027]** Die bereits früher angeführten Anforderungen werden ebenfalls durch bestimmte Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung erfüllt, welche eine Polysulfonzusammensetzung bereitstellen, die ein Polysulfon, einen organischen phosphorhaltigen Schmelzstabilisator und mindestens eines der folgenden Additive umfasst: einen blauen bis violetten Farbstoff und einen organischen optischen Aufheller.

**[0028]** Die bereits früher angeführten Anforderungen werden ebenfalls durch bestimmte Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung erfüllt, welche einen transparenten, geformten Polysulfongenstand mit einem Vergilbungsindex von weniger als 1,00 bereitstellen.

**[0029]** Die bereits früher angeführten Anforderungen werden ferner durch bestimmte Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung erfüllt, welche eine optische Komponente bereitstellen, wie eine ophthalmische Linse mit einem Vergilbungsindex von weniger als 1,00.

**[0030]** Darüber hinaus werden die bereits früher angeführten Anforderungen durch bestimmte Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung erfüllt, welche eine transparente Schicht aus Polysulfon mit einem Vergilbungsindex von weniger als 1,00 bereitstellen.

**[0031]** Geeignete Schmelzstabilisationsschemata sind identifiziert worden, welche eine thermisch induzierte Farbentwicklung während Prozessierungsvorgängen inhibieren. Bei bestimmten Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung wird der Stabilisator Sandostab PEPQ in Beladungsanteilen von 750 ppm verwendet. Spuren Mengen eines violetten bis blauen Farbstoffes und/oder eines optischen Aufhellers können verwendet werden, um verbleibende Vergilbung in dem Harz entweder vollständig oder teilweise auszugleichen. Farbfaktoren von so wenig wie 11 mit niedriger Trübung, hohem Durchlassgrad und guter Gesamtästhetik sind bei geformten Tafeln, die auf Ausführungsformen dieser Erfindung basieren, erreicht worden.

**[0032]** Die vorliegende Erfindung richtet sich auf die lang andauernde Beschränkung der Vergilbung in Polysulfon, wodurch modifizierte Zusammensetzungen ermöglicht werden, welche die Klarheitsniveaus erreichen, die für Linsen Anwendungen erforderlich sind, was zum ersten Mal möglich ist. Die vorliegende Erfindung ermöglicht zum ersten Mal die Herstellung von fast farblosem Polysulfon mit hohen Lichtdurchlasscharakteristika im sichtbaren Spektrum.

#### KURZE BESCHREIBUNG DER ZEICHNUNGEN

**[0033]** Die [Fig. 1](#) veranschaulicht graphisch den Verlauf des Farbfaktors von Polysulfon bei dem Ausgesetztsein an 300°C.

**[0034]** Die [Fig. 2](#) veranschaulicht graphisch den Zusammenhang zwischen Farbfaktor und Vergilbungsindex, wie bei 0,1 Inch dicken Tafeln gemessen.

**[0035]** Die [Fig. 3](#) veranschaulicht graphisch die Durchlassabhängigkeit vom Farbfaktor, wie bei 0,1 Inch dicken Tafeln gemessen.

[0036] Die [Fig. 4](#) stellt graphisch den Durchlassgrad von Polysulfon und Polycarbonat im Vergleich dar.

[0037] Die [Fig. 5](#) veranschaulicht graphisch die Durchlassspektren im sichtbaren Bereich von Polysulfon mit verschiedenen Farbstabilisierungsadditiven gemäß der vorliegenden Erfindung.

[0038] Die [Fig. 6](#) veranschaulicht graphisch die Abhängigkeit vom Vergilbungsindex bezüglich der Probentafeldicke.

#### DETAILLIERTE BESCHREIBUNG DER ERFINDUNG

[0039] Die vorliegende Erfindung ermöglicht die Herstellung von geformten Polysulfonartikeln mit verbesserter Lichtdurchlässigkeit und verringerter Vergilbung. Die vorliegende Erfindung sieht leichtgewichtige ophthalmische Linsen mit hohem Lichtdurchlassgrad vor. Die vorliegende Erfindung ermöglicht die Hochtemperaturhandhabung und das Formen von Polysulfon ohne die begleitende Abnahme in der Lichtdurchlässigkeit und erhöhter Vergilbung, welche bei Polysulfonzusammensetzungen im Stand der Technik festgestellt werden. Diese Vorteile werden durch eine Polysulfonzusammensetzung bereitgestellt, welche kleine Mengen an Additiven umfasst, die aus organischen phosphorhaltigen Schmelzstabilisatoren, optischen Aufhellern und blauen bis violetten Farbstoffen gewählt werden.

[0040] Die Erfindung wird in Verbindung mit spezifischen Beispielen von Polysulfonzusammensetzungen beschrieben werden. Gleichwohl sind diese nur beispielhaft, da die beanspruchte Erfindung nicht auf die hierin beschriebenen spezifischen Beispiele beschränkt ist.

[0041] Diese Erfindung betrifft Bisphenol-A-Polysulfon-Zusammensetzungen, welche sehr niedrig bezüglich der Verfärbung und der Vergilbung und hoch bezüglich der Lichtdurchlässigkeit im sichtbaren Spektrum sind. Farbfaktoren unter 20 sind erreicht worden im Vergleich zu Faktoren im Bereich von 30–40, welche früher durch im Handel verfügbares Polysulfon möglich waren. Bei Farbfaktoren unter 20 (Vergilbungsindex geringer als etwa 4,0 bei einer Probendicke von 0,10") wird ein Harz ein Kandidat für die Verwendung bei optischen Komponenten. Bestimmte Ausführungsformen dieser Erfindung umfassen Bisphenol-A-Polysulfon, zu welchem 30 bis 3 000 ppm eines organischen Phosphits und/oder organischen Phosphonits hinzugesetzt werden, und welches zusätzlich entweder

1. 0,5 bis 500 ppm eines optischen Aufhellers oder
2. 0,1 bis 100 ppm von einem oder mehreren blauen bis violetten Farbstoffen oder einer Kombination von den obigen (1) und (2) enthält. Die Menge der Additive basiert auf dem Gesamtgewicht der Zusammensetzung.

[0042] Bestimmte Polysulfonzusammensetzungen der vorliegenden Erfindung umfassen 100 bis 1 000 ppm des organischen Phosphits und/oder organischen Phosphonits und enthalten zusätzlich entweder:

1. 5 bis 50 ppm eines optischen Aufhellers oder
2. 1 bis 10 ppm von einem oder mehreren der blauen bis violetten Farbstoffe, oder eine Kombination des optischen Aufhellers und der blauen bis violetten Farbstoffe.

[0043] Zusätzliche Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung bestehen aus einem Polysulfon und einem organischen Phosphit und/oder organischen Phosphonit und zusätzlich entweder:

1. 5 bis 50 ppm eines optischen Aufhellers oder
2. 1 bis 10 ppm von einem oder mehreren der blauen bis violetten Farbstoffe oder einer Kombination des optischen Aufhellers und der blauen bis violetten Farbstoffe.

[0044] Polysulfone, die in der Praxis dieser Erfindung verwendet werden, können von jedem beliebigen praktischen Molekulargewicht sein, um Schmelzprozessierbarkeit und gute physikalische und mechanische Eigenschaften zu bieten. Bei bestimmten Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung ist das zahlenmittlere Molekulargewicht für das PSU größer als 13 000 g/Mol. In anderen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung ist das zahlenmittlere Molekulargewicht größer als 15 000 g/Mol, wie durch Gelpermeationschromatographie unter Verwendung von Methylenchlorid als Lösungsmittel und Polystyrol-Kalibrierungsstandards gemessen. Um eine Schmelzprozessierung bei so niedrigen Temperaturen wie möglich zu ermöglichen, ist es ebenfalls bezüglich der Harze dieser Erfindung wünschenswert, dass sie Schmelzflussraten von mindestens 7 g/10 min besitzen, wie gemäß der ASTM-Methode D-1238 bei einer Temperatur von 343°C und einer Beladung von 2,16 kg gemessen. In bestimmten Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung beträgt die Schmelzflussrate des PSU mindestens 10 g/10 min, und bei anderen bestimmten Ausführungsformen mindestens 15 g/10 min bei den angeführten Bedingungen.

**[0045]** Zusammensetzungen, welche Copolymere von Polysulfon umfassen, fallen innerhalb des Umfangs der Erfindung. Diese schließen Copolymere ein, bei denen der Bisphenolteil der Reaktanten in der Kondensationspolymerisation mindestens 75 Mol-% Bisphenol A und bis zu 25% eines anderen oder mehrerer anderer Bisphenole, wie Bisphenol S (4,4'-Dihydroxydiphenylsulfon), Bisphenol O (4,4'-Dihydroxydiphenylether), Bisphenol (4,4'-Dihydroxydiphenyl) oder Hydrochinon ( $C_6H_4(OH)_2$ ), umfasst.

**[0046]** Die organischen phosphorhaltigen Schmelzstabilisatoren, die für den Einsatz in der Praxis dieser Erfindung geeignet sind, können die Phosphit- oder Phosphonitfamilie oder Mischungen davon bilden. Geeignete Phosphite schließen Mono- und Dialkyl-substituierte aromatische Phosphite ein. Bei bestimmten Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung sind die Phosphite Di-t-butyl-substituierte aromatische Phosphite, wie Tris(2,4-di-t-butylphenyl)phosphit. Bei anderen bestimmten Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung schließen geeignete Phosphite jene ein, die den Pentaerythritolrest enthalten. Diese schließen Verbindungen ein wie: Bis(2,4-di-t-butylphenyl)pentaerythritoldiphosphit, Distearylpentaerythritoldiphosphit und Bis(2,4-dicumylphenyl)pentaerythritoldiphosphit. Aromatische Phosphonite sind ebenfalls bei bestimmten Ausführungsformen dieser Erfindung geeignet, insbesondere aromatische Mono- und Diphosphonite. Ein besonders geeignetes Phosphonit ist Tetrakis(2,4-di-tert-butylphenyl)[1,1-biphenyl]-4,4'-diylbiphosphonit. In bestimmten Ausführungsformen dieser Erfindung wird dieses Phosphonit in Kombination mit einem Phosphit von den oben beschriebenen Phosphiten verwendet. In bestimmten Ausführungsformen dieser Erfindung ist das in Kombination mit dem Phosphit verwendete Phosphonit Tris(2,4-t-butylphenyl)phosphit. In solchen Mischungen ist es bevorzugt, dass das Phosphonit die Hauptkomponente ist und das Phosphit die Nebenkomponekte. Eine Stabilisatorzusammensetzung, welche dieser Beschreibung entspricht, wird kommerziell unter dem Handelsnamen Sandostab PEPQ<sup>TM</sup> verkauft. Sandostab PEPQ<sup>TM</sup> hat sich als besonders gut geeignet zur Verwendung bei der Ausführung dieser Erfindung herausgestellt.

**[0047]** Vor dieser Erfindung waren Polysulfone mit den am niedrigsten verfügbaren Farbfaktoren im Handel jene mit einem Farbfaktorbereich von 30–40, und typischerweise lagen sie im Bereich von 50–70. Die Erfindung führt Polysulfonfarbfaktoren ein, die an 10 herangehen, wodurch Polysulfon ein ernstzunehmender Kandidat bei Anwendungen für optische Linsen zum ersten Mal in der Geschichte ist.

#### Kontrolle C1 und C2 und Beispiele 1–7

**[0048]** Ein erster Satz von Experimenten untersuchte die potenziellen Vorteile von acht Additivsystemszszenarien bezüglich der Inhibierung der Farbentwicklung bei Polysulfon während der Schmelzprozessierung. In jedem Fall wurden die Additive unter Verwendung eines 25-mm-Berstorff-Doppelschneckenextruders bei einer Schmelztemperatur von etwa 325°C compoundingiert. Verschiedene Zusammensetzungen gemäß der vorliegenden Erfindung sind in der Tabelle 1 aufgelistet. Die stabilisierten Proben wurden bezüglich ihrer optischen Eigenschaften mit einer jungfräulichen Kontrolle und einer extrudierten "Lehr"-Kontrolle verglichen, um den Effekt der Compoundingwärmegeschichte von der durch die Additiven gespielte Rolle zu trennen. Nach der Compoundingierung wurden die Proben spritzgegossen (bei etwa 325°C Schmelztemperatur), um 0,10"-Farbtafeln herzustellen, welche bezüglich des Farbfaktors, des Vergilbungsindex, der Trübung, des Lichtdurchlassgrades, welcher gemäß ASTM D-1003 der gleiche wie die Y-Komponente der Tristimulus-Werte ist, getestet wurden.

Tabelle 1

Zusammensetzungen der Kontrollen C1 und C2, der Vergleichsbeispiele C3–C6 und der Beispiele 1–3

Beispiel	Zusammensetzung
C1	100% UDEL® P-3703-Polysulfon (jungfräuliches Harz, keine Compoundierung)
C2	100% UDEL® P-3703 (extrudierte Kontrollen)
C3	0,075% Weston 618™ und als Rest UDEL® P-3703 NT
C4	0,075% Sandostab PEPQ™ und als Rest UDEL® P-3703 NT
C5	0,075% Irgafos™ 168 und als Rest UDEL® P-3703 NT
C6	0,015% HP-136™ und als Rest UDEL® P-3703 NT
1*	0,075% Weston 618™, 0,015% HP-136 und als Rest UDEL® P-3703 NT
2*	0,075% Sandostab PEPQ™, 0,015% HP-136 und als Rest UDEL® P-3703 NT
3*	0,075% Irgafos 168™, 0,015% HP-136™ und als Rest UDEL® P-3703 NT

\* Referenzbeispiele

**[0049]** Die Basis für alle der oben genannten Zusammensetzungen ist der Gewichtsprozentwert, bezogen auf das Gesamtgewicht der Zusammensetzung. Weston 618™ ist ein auf Pentaerythritol basierendes Phosphit, welches von General Electric Specialty Chemicals, Inc. verfügbar ist. PEPQ™ ist eine Mischung von einem Phosphit und Phosphoniten, verfügbar von Clariant Corp. Irgafos 168™ ist ein Phosphit, das von Ciba Specialty Chemicals, Inc. verfügbar ist. HP-136™ ist ein auf Lacton basierender Schmelzstabilisator, der von Ciba Specialty Chemicals, Inc. verfügbar ist. Die Struktur von Weston 618™, Sandostab PEPQ™, Irgafos 168™ und HP-136™ sind in den Tabellen 2 und 3 gezeigt. Die oben genannten Zusammensetzungen wurden auf einem Berstorff-25-mm-Doppelschneckenextruders unter Anwendung von milden Bedingungen (Schmelztemperatur: ~325°C) compoundiert. Sie wurden zu 0,1 Inch (2,5 mm) dicken Farbtafeln ebenfalls unter Anwendung von einer milden Schmelztemperatur von ~325°C geformt. Details der Experimente und Ergebnisse werden unten dargelegt. Andere organische Phosphite und/oder Phosphonite können ebenfalls bei der Ausführung zur Erfindung verwendet werden, wie es für einen Durchschnittsfachmann in diesem Fachbereich ersichtlich sein wird. Andere geeignete organische Phosphite schließen Dover Chemicals Doverphos S-9228™ ein.

Tabelle 2

In Ausführungsformen der Erfindung verwendete Phosphite und Phosphonite

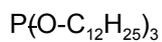
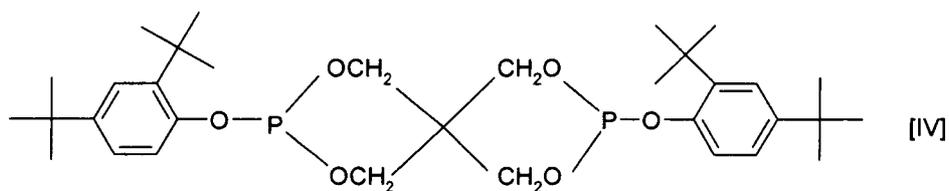
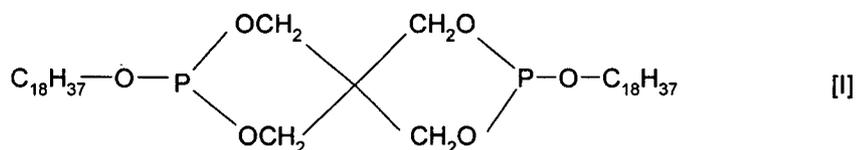
Handelsname	Chemischer Name	Vertreiber	Chemische Struktur
Weston 618™	Distearyl-pentaerythritoldiphosphit	GE Specialty Chemicals, Inc.	I
Sandostab PEPQ™	Mischung von drei Phosphoniten und einem Phosphit	Clariant Corp.	II
Irgafos 168™	Tris(2,4-di-t-butylphenyl)phosphit	Ciba Specialty Chemicals, Inc.	III
Ultranox 626™	Bis(2,4-di-t-butylphenyl)pentaerythritoldiphosphit	GE Specialty Chemicals, Inc.	IV
Weston TLP™	Trilaurylphosphit	GE Specialty Chemicals, Inc.	V

Tabelle 3

In Ausführungsformen der Erfindung verwendete andere Additive

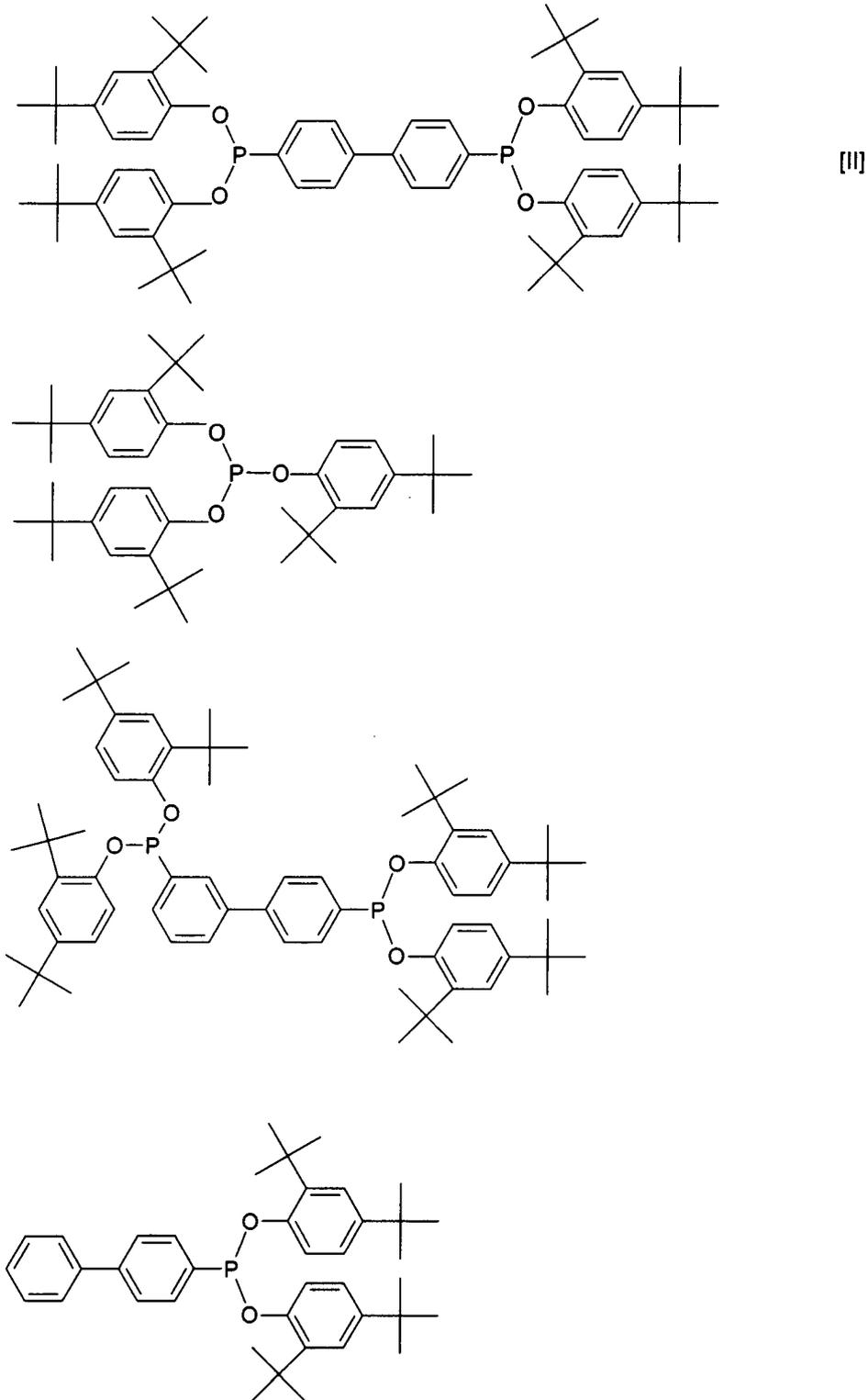
Handelsname	Chemischer Name	Vertreiber	Chemische Struktur
Calco Oil Violet ZIRS™	1-Hydroxy-4-((4-methylphenyl)amino)-9,10-anthracendion	BASF	VI
Eastobrite OB-1™	2,2'-(1,2-Ethendiyldi-4,1-phenylen)bis-benzoxazol	Eastman Chemical Co.	VII
Eastobrite OB-3™	2,2'-(1,2-Ethendiyldi-4,1-phenylen)bis-benzoxazol	Eastman Chemical Co.	VII
HP-136™	5,7-Di-t-butyl-3-(3,4-dimethylphenyl)-3H-benzofuran-2-on	Ciba Specialty Chemicals, Inc.	VIII

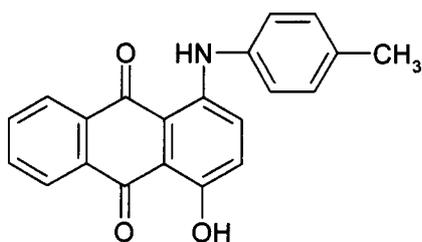
Chemische Strukturen von Phosphit und Phosphoniten, die in der Tabelle 2 aufgelistet sind:



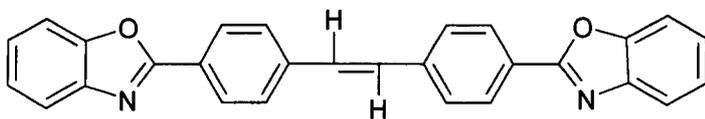
[V]

Struktur und Zusammensetzung von PEPQ™:

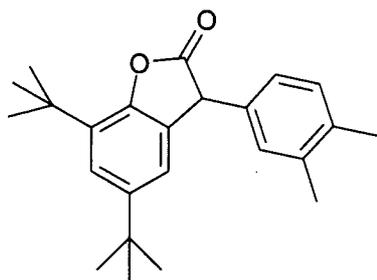




[VI]



[VII]



[VIII]

Die chemische Struktur von dem Farbstoff, optischen Aufhellern und HP-136<sup>TM</sup>-Stabilisator, aufgelistet in Tabelle 3.

Tabelle 4

## Testmethoden

Test	Methode	Beschreibung/Bedingungen
Vergilbungsindex	ASTM D-1925	Nominale Probendicke = 0,1 In.
Lichtdurchlässigkeitsgrad	ASTM D-1003	Nominale Probendicke = 0,1 In.
Trübung	ASTM D-1003	Nominale Probendicke = 0,1 In.; es wurde eher ein Spektrophotometer als ein Trübungsmessgerät verwendet
Farbfaktor	Testmethode 1	Siehe die Beschreibung der Testmethode 1
Schmelzstabilität-Viskositäts-Verhältnis, VR <sub>40</sub>	Testmethode 2	Siehe die Beschreibung der Testmethode 2

## Testmethoden:

1. Der Farbfaktor (CF) wurde bestimmt, indem zuerst Messungen durchgeführt wurden, um die Tristimulus-Werte X, Y und Z im Durchlassmodus zu erhalten. Dann wurden die normierten Stimuli x und y für die Probe gemäß  $x = X/(X + Y + Z)$  und  $y = Y/(X + Y + Z)$  berechnet, und sie wurden ebenfalls für die Referenz (Luft) bestimmt. Der Farbfaktor wird dann unter Verwendung folgender Gleichung berechnet:  $CF = 270[(x + y)_{\text{Probe}} - (x + y)_{\text{Luft}}]/t$ , worin t die Probendicke in Inch ist. Der Illuminant C und ein Betrachtungswinkel von 2 Grad werden für die Erzeugung der X-, Y- und Z-Werte verwendet.

2. Das Schmelzstabilitäts-Viskositäts-Verhältnis, VR<sub>40</sub>, ist ein Maß der Polymerschmelzstabilität unter Bedingungen, welche eine thermisch schädigende Schmelzerzeugungsbedingung simulieren. Der Test involviert die Messung der Schmelzviskosität des Materials bei 410°C und einer Scherrate von 50 reziproken Sekunden über einen Zeitraum von 40 Minuten. Die Viskosität bei 40 Minuten wird durch die Viskosität bei 10 Minuten

geteilt, um ein 40-Minuten/10-Minuten-Viskositätsverhältnis,  $VR_{40}$  bereitzustellen, und die anfängliche(10-Minuten)-Viskosität,  $Vis-10$ , wird ebenfalls in Poise als Teil der Testergebnisse angeführt. Ein  $VR_{40}$ -Wert von 1,0 stellt ein Material dar, welches ein ideales Verhalten vom Standpunkt seiner rheologischen Stabilität bei der Schmelzprozessierung zeigt. Im Allgemeinen werden  $VR_{40}$ -Werte zwischen 0,5 und 2,0 als repräsentativ für ein stabiles Material angesehen.  $VR_{40}$ -Werte zwischen 0,75 und 1,5 werden als repräsentativ für ein sehr stabiles Material angesehen.

**[0050]**

Tabelle 5

Testergebnisse für die Kontrollen C1 und C2, Vergleichsbeispiele C3–C6 und die Beispiele 1–3

Testinformation:	Beispiele			
	C1	C2	C3	C4
Farbfaktor bezüglich der 0,1"-Tafel	58,6	94,2	70,5	55,6
Vergilbungsindex bezüglich der 0,1"-Tafel	10,98	17,32	13,31	10,5
X	79,7	76,81	78,71	79,74
Y [Lichtdurchlassgrad] (%)	84,32	81,3	83,28	84,36
Z	81,89	74,48	79,33	82,38
Trübung (%)	4,36	4,84	4,44	5,62
VR40	0,95	0,79	1,14	1,25

Testinformation:	Beispiele				
	C5	C6	1*	2*	3*
Farbfaktor bezüglich der 0,1"-Tafel	79,4	85,3	59,7	64,8	76,4
Vergilbungsindex bezüglich der 0,1"-Tafel	14,72	15,72	11,23	12,02	14,13
X	78,07	77,5	79,15	78,95	78,61
Y [Lichtdurchlassgrad] (%)	82,62	82,12	83,77	83,62	83,29
Z	77,59	76,01	81,2	80,31	78,65
Trübung (%)	4,36	4,52	5,88	4,78	4,45

\* Referenzbeispiele.

**[0051]** Die oben stehenden Zusammensetzungen wurden in Chargen von 15 Pfund compoundingiert. Die Zusammensetzungen wurden bei einem Temperaturprofil compoundingiert, sodass eine Schmelztemperatur von etwa 325°C erreicht wurde. Die Bedingungen wurden für alle Läufe so konstant wie möglich gehalten. Die Zusammensetzungen wurden bei einer Durchlassrate von etwa 30 lb/h und bei U/min von etwa 200 laufen gelassen. Die Temperatureinstellungen des Extruders sind in der Tabelle 6 aufgelistet.

Tabelle 6

Zylinderzonen-Temperatureinstellungen und die tatsächlichen Temperaturen, welche in den Compoundierbeispielen C2–C6 und 1–3 verwendet wurden.

Zone	Einstellpunkt (°C)	Tatsächliche Temperatur (°C)
Zylinder 1	283	282
Zylinder 2	289	289
Zylinder 3	289	288
Zylinder 4	292	292
Zylinder 5	276	280
Zylinder 6	281	281
Zylinder 7	275	290
Werkzeug	274	274

**[0052]** Etwa 10 Tafeln für jede Zusammensetzung bei einer 0,1"-Dicke wurden unter normalen Bedingungen mit einer Schmelztemperatur in der Nähe von 325°C geformt, und die Bedingungen wurden für alle Zusammensetzungen so identisch wie möglich gehalten. Das Spritzgießen wurde auf einer Arburg-75-Tonnenmaschine bei einer Temperatur von mindestens 100°C unter den in der Tabelle 7 aufgelisteten Bedingungen durchgeführt. Alle Mischungen wurden bei 150°C 4 Stunden lang vor dem Formen getrocknet.

Tabelle 7

Spritzgießbedingungen, die für die Herstellung der Proben der Beispiele C1–C6 und 1–3 verwendet wurden.

Formungsbedingungen:		
Drücke (psi)	Injektion	700
	Gehalten	300
U/min der Schnecke		200
Temperaturen		
Zone		Ablesung
Hinterer Teil (°C)		330
Mittlerer Teil (°C)		330
Vorderer Teil (°C)		328
Düse (°C)		325
Stationäre Form (°F)		290
Bewegende Form (°F)		300
Die während des Formens genommenen Schmelztemperaturen (°C): 330, 327, 328, 330, 326 und 324		
Timer (s)	Injektion	1,5
	Injektor, gehalten	14,0
	Kühlung	15,0

**[0053]** Ergebnisse aus diesem ersten Satz von Experimenten sind in der Tabelle 5 zusammengefasst. Aus den Daten wurden die folgenden Beobachtungen gemacht: 1) das einfache Compoundieren des Polysulfonharzes fügte etwa 35 Farbfaktoreinheiten (oder 59%) im Vergleich zu den jungfräulichen Harzen zu. 2) Zwei Phosphitstabilisatoroptionen (Weston 618™ und PEPQ™, jeweils zu 750 ppm verwendet) dämmten die Farbentwicklung während der Compoundierung und des Formens in starker Maße ein, wodurch Farbfaktoren erhalten wurden, welche niedriger als die der jungfräulichen Kontrolle waren. Lichtdurchlass- und Vergilbungsindezwerte entsprechen CF-Daten in einer voraussagbaren Weise. Trübungsergebnisse aus diesem Experiment

zeigten eine Erhöhung von etwa einer Trübungseinheit im Vergleich zu der extrudierten Kontrolle.

#### Kontrollen C7 und C8 und Beispiele 4–6

**[0054]** In dieser Reihe von Experimenten wurden anstelle der Compoundierung das angewendete Additive bzw. die angewendeten Additive auf die Pellets aufgestaubt, indem kräftig in Kunststoffkörben eine Taumelmischung durchgeführt wurde, um eine einheitliche Beschichtung der Pellets zu erreichen. Die bestaubten Pellets wurden dann geformt, und optische Messungen wurden bezüglich der geformten Tafeln durchgeführt. Diese Prozeduränderung wurde unter der Maßgabe implementiert, die Farbzunahme, die mit dem Compoundierungsschritt assoziiert ist, zu beseitigen und die niedrigsten Farbfaktoren zu ermöglichen, welche zu realisieren möglich sind.

**[0055]** Es wurde die direkte Stabilisatorzugabe zu Polysulfon während des Spritzgießens untersucht, um das Anfordernis nach einem Compoundierschritt zur Einbringung des Stabilisators zu vermeiden. Diese Herangehensweise senkt das gesamte Ausgesetztsein an Wärme des Harzes und könnte einem ermöglichen, die beabsichtigte Harzklarheit und Verfärbung in dem geformten oder erzeugten Gegenstand zu erreichen. Da das Zielniveau an Stabilisator so gering ist (< 1 000 ppm) wird erwartet, dass eine feinere Schicht des Stabilisators, die einheitlich die Pellets bedeckt, erhalten werden kann, ohne dass ein Verlust des Stabilisators oder ein übermäßiges Verstauben erhalten wird, wenn die Mischung in Feststoffhandhabungsgerätschaft (z. B. bei dem Geschäft eines Formers) gehandhabt wird. Die Wirksamkeit von dieser Herangehensweise bei UDEL<sup>®</sup> mit geringer Verfärbung, welches einen Farbfaktor in den 30ern aufweist, und die Zugabe von zwei Phosphitstabilisatoren wurden untersucht.

**[0056]** Es wurde für diese Reihen keine Compoundierung angewandt. Das Mischen wurde "in situ" in einer Arburg-75-Tonnen-Spritzgussmaschine während der Herstellung der Farbchips durchgeführt. Etwa 5 lb von jeder der Zusammensetzungen der Beispiele 4–6 erfuhr zuerst ein ausreichendes kräftiges Trockenmischen, um sicherzustellen, dass die Stabilisatoren, welche Pulver sind, sich zu einem feinen Staub auf der Oberfläche der Pellets bildeten. Die bestaubten Pellets wurden dann in einem Entwässerungssofen bei 150°C 4 Stunden lang getrocknet, und jede der bestaubten Zusammensetzungen und die Kontrollen wurden zu 2" × 3" × 0,1" großen Farbchips geformt. Milde Formungsbedingungen kamen zur Anwendung, um ein übermäßiges Erhitzen und eine Verfärbung in der Schmelze zu vermeiden. Eine Schmelztemperatur im Bereich von etwa 320–330°C wurde angewandt. Bei bestimmten Ausführungsformen der vorliegenden Gerätschaft wird die Schmelztemperatur auf 325°C gestellt. Der Rückdruck wurde bei etwa 50 psi gehalten, um eine übermäßige Bearbeitung des Harzes zu vermeiden, und eine Schneckengeschwindigkeit von etwa 50 U/min kam zur Anwendung. Die Zyklusgesamtzeit wurde bei etwa 30 Sekunden oder weniger gehalten. Dies entsprach einer mittleren Maschinenverweilzeit von etwa 2 Minuten.

**[0057]** Das Testen der optischen Eigenschaften wurde bezüglich der geformten Farbchips durchgeführt, und die Testdaten werden in der Tabelle 9 dargelegt.

Tabelle 8

Zusammensetzungen der Kontrollen C7 und C8 und der Beispiele 4–6.

Komponenten	Beispiele				
	C7	C8	4*	5*	6*
UDEL <sup>®</sup> P-3703 NT (Gew.-%)	100	100 (jungfräuliche Kontrolle; kein Formen)	99,925	99,925	99,85
Sandostab PEPQ <sup>™</sup> (Gew.-%)	-	-	0,075	-	0,075
WESTON 618 <sup>™</sup> (Gew.-%)	-	-	-	0,075	0,075

\* Referenzbeispiele.

**[0058]** In den obigen Beispielen besaß das UDEL<sup>®</sup> P-3703 NT-Polysulfon einen Farbfaktor von etwa 30 vor dem Bestauben.

**[0059]** Die Zusammensetzungen in der Tabelle 8 wurden bestäubt, getrocknet, dann zu Farbtafeln (2" × 3" × 0,10") unter Verwendung einer Arburg 75-Tonnen-Maschine und milden Prozessierungsbedingungen (Schmelztemperatur: ~325°C) spritzgegossen. Optische Eigenschaften wurden bezüglich der Farbtafeln gemessen, und diese schlossen die Folgenden ein: Farbfaktor, Trübung, Lichtdurchlassgrad, X-, Y-, Z-Tristimulus-Koordinaten, Vergilbungsindex und eine Lichtdurchlässigkeit vs. Wellenlängenprofil. Die Ergebnisse sind hierin vollständig dokumentiert.

**[0060]** Die Ergebnisse aus dem zweiten Satz von Experimenten sind in der Tabelle 9 gezeigt. Erneut wurden die vorteilhaften Wirkungen der Phosphite bei der Eindämmung der Farbentwicklung während des Formens gezeigt. In diesem Fall lagen die Farbfaktoren der stabilisierten Proben in den mittleren 20ern und 10 Farbfaktoreinheiten unterhalb der jungfräulichen Kontrolle. Dies führte zum UDEL®-Polysulfon mit geformten Faktoren in den 20ern, niedriger als früher erhalten. Die Trübungszahlen für die stabilisierten Proben waren nicht größer als jene für die Kontrolle.

Tabelle 9

Die bezüglich der Kontrolle C7 und den Beispielen 4–6 getesteten optischen Eigenschaften.

Testinformation:	Beispiele				
	C7	4*	5*	6*	C8
Probendicke (In.)	0,100	0,100	0,101	0,101	-
Farbfaktor bezüglich der Tafel	36,2	23,8	25,7	23,3	-
Lichtdurchlassgrad (Y)	86,66	87,26	86,94	87,17	-
X	84,60	85,29	84,98	85,21	-
Z	96,47	99,16	98,42	99,08	-
Vergilbungsindex [D-1925]	6,75	4,44	4,90	4,43	-
Trübung [D-1003] (%)	3,77	4,50	6,98	5,27	-

\* Referenzbeispiele.

#### Kontrollen C9 und C10 und Beispiele 7–12

**[0061]** Zusätzliche Fein-Tuning- und Multi-Komponenten-Additivsysteme wurden weiter in dem Versuch untersucht, die niedrigste mögliche Verfärbung zu erreichen. Phosphite wurden in Kombination entweder mit einem blauen oder violetten Farbstoff oder einem optischen Aufheller kombiniert, um die Vergilbung teilweise auszugleichen, welche nicht vollständig mit der Stabilisierung allein entfernt werden konnte. Diese Experimente sind in der Tabelle 10 zusammengefasst. Zusätzlich zu der beschriebenen Herangehensweise der Verbesserung der Zusammensetzung schlossen zusätzliche Verfahrensverbesserungen in diesem Satz an Experimenten das Umschalten der Formung zu einer "Mini-Spritzgussmaschine" mit kurzer Verweilzeit (Wasp Mini-jector™) ein, welcher im ursprünglichen Zustand in den Sulfonpolymeren R & D lab bei Solvay Advanced Polymers, LLC, gehalten wird. Eine andere Verfahrensverbesserung war die Bearbeitung einer Tafelendform mit optischer Qualität. Diese Oberflächenendform der "Klasse A" trug zu einer Verringerung der gemessenen Trübungswerte bei, und zwar aufgrund der Eliminierung der Rauheit der Tafel-Oberfläche, welche künstlich die Trübungswerte aufbauscht.

**[0062]** Niedrigere Vergilbungsindizes wurden mit dem Satz von Experimenten erreicht, die in der Tabelle 10 gezeigt sind. Die Zugabe von PEPQ™ bei 750 ppm mit dem beschriebenen verbesserten Formungsaufbau führte zu einem Farbfaktor von 21, wie in der Tabelle 11, was im Wesentlichen identisch zu dem Pelletlösungs-Farbfaktor der gleichen jungfräulichen Charge von Harz. Was dies bedeutet, ist, dass die Farberzeugung während des Formungsverfahrens vollständig durch die Verwendung von PEPQ in diesem Experiment eliminiert wurde, und der Farbfaktor eine 33%ige Reduktion gegenüber dem jungfräulichen Kontrollfall darstellte. Zwei Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung mit ausgezeichneten Eigenschaften wurden in den zwei letzten Einträgen in der Tabelle 11 dargestellt. In einer Ausführungsform wurde das PEPQ™ mit 2 ppm ZIRS Oil Violet™ kombiniert, und in einer anderen Ausführungsform wurde es mit 25 ppm optischem Eastobrite OB-3™-Aufheller kombiniert, welches ein Molekül ist, welches so entworfen ist, dass es Licht im nahen UV-Bereich absorbiert und es in den sichtbaren Bereich transmittiert. Gemäß ihrem Vertreter umfassen Eastobrite

OB-1™ und Eastobrite OB-3™ die gleiche optische Aufhellerverbindung, wie in der Tabelle 3 beschrieben, gleichwohl enthält die OB-3™-Zusammensetzung zusätzlich eine kleine Menge an einem blauen Farbstoff, welche in diese durch den Vertreiber vorher eingemischt wurde. Diese Zusammensetzungen wurden erneut unter Verwendung des "Aufstaubens" als ein Mittel der Einbringung der Additive in das Harz im Vergleich zu Compoundierung hergestellt. Dies geschah mit der Anstrengung, die Einführung einer intermediären Wärmegeschichte bei dem Harz, zwischen den jungfräulichen Pellets und dem Spritzgießen zu 2" x 3" x 0,10" großen Tafeln, zu vermeiden. In beiden Fällen waren die Farbfaktoren um zusätzliche 5 Einheiten von 21 zu 16 ohne eine signifikante Zunahme in der Trübung verringert. Obgleich die Farbfaktoren von diesen zwei Optionen identisch waren, waren die Lichtdurchlassprofile dieses nicht. Dies ist in der [Fig. 5](#) ersichtlich, wobei die Durchlasskurven der vier Proben von diesem Experiment übereinander gelegt sind. Die einzelnen Datenpunkte sind ebenfalls als Werte in der Tabelle 12 aufgelistet. Die ZIRS enthaltende Probe zeigt die charakteristische Absorptionsbande im Bereich von 540–640 nm, manifestiert als eine gedämpfte Abnahme in den Durchschnittswerten in der Region. Die Probe, welche den optischen Aufheller enthält, zeigt andererseits eine hohe und relativ flache Durchlässigkeit von 440 bis 700 nm, jedoch zerfällt die Durchlässigkeit scharf bei Wellenlängen von weniger als 440 nm. Visuell sehen beide Proben sehr klar und ansprechend aus.

Tabelle 10

## Zusammensetzung der Kontrollen C9 und C10 und der Beispiele 7–12

Zusammensetzungen	Beispiele							
	C 9	7*	8*	9*	10	11	12	C 10
UDEL® P-3703 NT (Gew.-%)	10 0	99,925	99,925	99,925	99,925	99,925	99,925	-
SANDOSTAB PEPQ™ (Gew.-%)	-	0,075	-	-	0,075	0,075	0,075	-
ULTRANOX 626™ (Gew.-%)	-	-	0,075	-	-	-	-	-
WEBTON TLP™ (Gew.-%)	-	-	-	0,075	-	-	-	-
ZIRS OIL VIOLET™ (ppm)	-	-	-	-	2	-	-	-
EASTOBRITE OB-1™ (ppm)	-	-	-	-	-	25	-	-
EASTOBRITE OB-3™ (ppm)	-	-	-	-	-	-	25	-
GE LEXAN® 104 (Gew.-%)	-	-	-	-	-	-	-	10 0

\* Referenzbeispiele.

**[0063]** Die Ergebnisse dieses Experiments und zusätzliche Details sind in der Tabelle 11 aufgeführt.

Tabelle 11

Optische und Schmelzstabilitätseigenschaften für die Kontrollen C9 und C10 und der Beispiele 7–12

Testinformation:	C9	7*	8*	9*	10	11	12	C10
Tafeldicke (In.)	0,102	0,106	0,106	0,103	0,104	0,106	0,104	0,115
Farbfaktor	31,2	20,6	21,4	26,5	15,7	19,6	16,1	3,5
Vergilbungsindex	5,91	4,00	4,19	5,03	3,03	3,80	2,99	0,66
Lichtdurchlässigkeit, Y	87,67	88,27	87,80	87,68	86,73	88,36	88,28	88,97
X	85,56	86,26	85,83	85,65	84,84	86,30	86,20	87,21
Z	98,25	100,7	100,0	99,09	99,80	100,9	101,4	104,6
Trübung (%)	1,77	1,76	6,37	6,05	2,09	2,18	2,05	0,47
VR40 bei 410°C	0,96	0,96	1,06	0,96	1,02	0,97	0,98	-
Vis 10 bei 410°C (Poise)	2 000	1 600	1 800	1 500	1 700	1 800	1 700	-

\* Referenzbeispiele.

**[0064]** Etwa 10 – 2" × 3" × 0,1" große Farbchips wurden aus jeder der oben stehenden Zusammensetzungen spritzgegossen. Die Zusammensetzungen umfassten Pellets, welche mit den Zielanteilen von jedem der pulverförmigen Additive bestäubt wurden.

**[0065]** Um erfolgreich sehr kleine Mengen (z. B. ppm-Anteilmengen) von Additiven in die PSU-Zusammensetzung einzubauen, wird ein Masterbatch von PSU und Additiv unter Verwendung eines herkömmlichen Compoundierungsextruders hergestellt, um Pellets aus PSU, die die Additive zu höheren als (z. B. 5- bis 10-fach) den gewünschten Konzentrationsanteilmengen gemäß dieser Erfindung enthielten herzustellen. Die Pellets des Masterbatches werden dann mit jungfräulichen PSU-Pellets taumelgemischt und spritzgegossen oder extrudiert oder in anderer Weise zu ihrer Endform schmelzverarbeitet. Um den violetten Farbstoff erfolgreich in die Zusammensetzung vom Beispiel 10 einzubringen, wurde eine 10 ppm Masterbatch-Mischung zuerst hergestellt, da dies viel leichter herzustellen/zu kontrollieren ist als eine 2-ppm-Zusammensetzung. Sobald die 10 ppm Masterbatch-Probe hergestellt worden war, wurde die Menge an Farbstoff auf den Mengen an Teil der Zusammensetzung von Beispiel 10 gesenkt unter Verwendung eines 20 gew.-%igen Masterbatches, und als Rest Polysulfon und was immer notwendig war, um die Zusammensetzung zu vervollständigen, einschließlich PEPQ™. Diese Herangehensweise stellte eine homogenere Einbringung des violetten Farbstoffs in das Harz vor dem Spritzgießen sicher. Es ist wichtig, dass die Harze mit bestäubtem Stabilisator gründlich in einem Entwässerungssofen vor dem Spritzgießen getrocknet werden. Die Spritzgussprozeduren, welche zu jenen ähnlich waren, die für das Formen der Beispiele C2–C7 und der Beispiele 1–6 verwendet wurden, wurden zum Formen der Beispiele 7–12 und der Kontrolle C9 eingesetzt. Die Kontrolle C10 wurde gemäß allgemein bekannten Richtlinien für das Spritzgießen von Polycarbonatharz geformt.

**[0066]** Optische Eastobrite OB-1- und OB-3™-Aufheller verbessern die Durchlässigkeit der Polysulfonzusammensetzungen. Die Kombination von PEPQ™ mit ZIRS Oil Violet™ oder Eastobrite OB-3™ verursacht eine zusätzliche Senkung um 5 Einheiten im Farbfaktor (von 21 zu 16), ohne eine signifikante Zunahme in der Trübung. Obgleich die Farbfaktoren der Beispiele 10 und 12 etwa die gleichen sind, sind die Lichtdurchlässigkeitsprofile unterschiedlich. Dies ist in der [Fig. 5](#) ersichtlich, bei der die Durchlässigkeitskurven der Kontrollen C9 und der Beispiele 7, 10 und 12 übereinander gelegt sind. Die individuellen Lichtdurchlasswerte sind in der Tabelle 12 aufgezeichnet.

Tabelle 12

Lichtdurchlässigkeit (%) der Kontrolle C9 und der Beispiele 7, 10 und 12 bei unterschiedlichen Wellenlängen.

Wellenlänge (nm)	Beispiele			
	C9	7*	10	12
400	73,9	78,3	77,6	11,4
420	78,4	81,9	81,5	74,3
440	81,7	84,2	83,8	87,0
460	84,3	85,9	85,2	87,2
480	85,2	86,7	86,0	87,6
500	86,2	87,4	86,3	87,8
520	86,7	87,8	86,6	87,9
540	87,3	88,2	86,7	88,2
560	87,9	88,5	86,7	88,3
580	88,1	88,7	86,7	88,3
600	88,1	88,7	87,0	88,4
620	88,6	89,0	87,4	88,5
640	88,6	89,0	87,9	88,7
660	88,6	89,0	88,4	89,0
680	88,8	89,1	88,6	89,1
700	88,7	89,1	88,9	89,2

\* Referenzbeispiel.

**[0067]** VR<sub>40</sub>-Schmelzstabilitätstests wurden laufen gelassen, um zu bestimmen, bis zu welchem Ausmaß die Schmelzstabilität des Polysulfons durch die Zugabe von angewandten Additiven gefährdet werden kann. Die Ergebnisse der VR<sub>40</sub>-Schmelzstabilitätstests waren allesamt günstig, wie in der Tabelle 11 ersichtlich ist, und zwar mit sehr kleiner Viskositätsänderung über eine 40-minütige Testdauer bei 410°C.

**[0068]** Die Experimente zeigen Folgendes:

1. Eine Stabilisierung von Polysulfon gegenüber einer Farbentwicklung während der Schmelzerzeugung ist für die Entwicklung von Polysulfon mit optischer Qualität wichtig.
2. Die Phosphit/Phosphonit-Mischung, PEPQ<sup>TM</sup>, inhibiert die thermisch induzierte Farbentwicklung in Polysulfon. Um die Farbstabilisierungsfunktion ohne Beeinflussung der Harztrübung, der Schmelzstabilität oder anderer Eigenschaften zu erreichen, ist ein Beladungsniveau an PEPQ<sup>TM</sup> von etwa 0,075 Gew.-% (750 ppm) ziemlich wirksam. Farbfaktoren werden üblicherweise um 30–35% in Gegenwart von PEPQ<sup>TM</sup> im Vergleich zu nicht-modifiziertem Harz gesenkt.
3. Die Verwendung eines violetten Farbstoffes (ZIRS Oil Violet<sup>TM</sup>) zu etwa 2 ppm hat sich als vorteilhaft bei der weiteren Reduktion des Farbfaktors herausgestellt, ohne die Lichtdurchlässigkeit, Trübung oder andere Eigenschaften zu gefährden. Mit vorliegendem ZIRS-Farbstoff wurde ein Farbfaktor von 16 zusammen mit Lichtdurchlässigkeitswerten > 85% im Vergleich zu einem CF von 21, wenn nur PEPQ<sup>TM</sup> hinzugesetzt worden war, erreicht.

**[0069]** Die Verwendung eines optischen Aufhellers, Eastobrite OB-3<sup>TM</sup>, hat sich ebenfalls als wirksam bei der Umkehrung der Harzvergilbung und der Herstellung einer ähnlichen Neutralisation der restlichen Gelbtönung des Harzes herausgestellt. Ein Farbfaktor von 16 wurde ebenfalls unter Verwendung der Kombination von PEPQ<sup>TM</sup> bei 750 ppm mit OB-3 bei 25 ppm erreicht. Das PEPQ<sup>TM</sup>, der ZIRS-Farbstoff und das OB-3<sup>TM</sup> können alle zusammen als eine ternäre Kombination verwendet werden, um synergistisch die Anteile zu senken, welche für jedes des ZIRS- und OB-3-Additivs erforderlich sind. Während der Vergilbung entgegengewirkt wurde, hat sich herausgestellt, dass der optische Eastobrite OB-3<sup>TM</sup>-Aufheller die Durchlässigkeit um etwa 2% im Wellenlängenbereich von 440–700 nm verstärkt, jedoch eine Absorption im Bereich von 400–440 nm verursacht.

**[0070]** Zusätzlich zu den für die Ausführung dieser Erfindung erforderlichen Additiven können andere Additive eingebracht werden, um andere beabsichtigte Leistungs- und Verarbeitungseigenschaften zu erreichen. Diese können einschließen, sind jedoch nicht beschränkt auf: Gleitmittel, Formtrennmittel, antistatische Mittel, UV-Absorber, Flammenschutzmittel, Mittel gegen Schleierbildung und Mattierungsmittel.

#### Kontrolle C11, Vergleichsbeispiel C12 und Beispiel 13

**[0071]** Die folgenden Beispiele veranschaulichen die Ausführung dieser Erfindung, wobei sie zeigen, wie die Einbringung eines organischen phosphorhaltigen Schmelzstabilisators zusammen mit einer Spurenmenge an einem blauen bis violetten Farbstoff während der Schmelzverarbeitung des Materials zu einem Polysulfon führen kann, welcher die Vergilbungsindexanfordernisse von weniger als 2,0, oder in Abhängigkeit von der Probendicke, von weniger als 1,0, weniger als 0,5 und selbst weniger als 0,25 erfüllen. Diese Vergilbungs-Indexwerte werden erreicht, während annehmbare hohe Lichtdurchlässigkeitswerte (> 85%) und Trübungswerte aufrecht erhalten werden, welche ebenfalls annehmbar und geringer als 2,0% sind.

**[0072]** Eine Probe von im Handel verfügbarem UDEL<sup>®</sup> P-3703 NT-Polysulfonharz wurde aus einer kommerziellen Charge genommen und 3 Stunden lang in einem Entwässerungs-ofen bei 150°C getrocknet und dann auf einer 75-Tonnen-Arburg-Spritzgussmaschine unter Verwendung von typischen Formungsbedingungen für dieses Material zu Farbtafeln unterschiedlicher Dicken spritzgegossen. Tafeln mit vier unterschiedlichen Dicken wurden geformt: 0,05, 0,10, 0,125 und 0,20 Inch. Diese Probe repräsentiert die Kontrolle C11. Die Probe zeigte einen Farbfaktor von 47, wenn er bei 0,1" dicken geformten Tafeln gemessen wurde. Der Vergilbungsindex wurde per ASTM-Methode D1925 gemessen, und die Lichtdurchlässigkeit und die Trübungswerte wurden gemäß der ASTM-Methode D1003 für jede der Dicken gemessen. Die Daten sind in den Tabellen 13–15 zusammengefasst.

**[0073]** Während der Herstellung der oben stehenden Güteklasse vom UDEL<sup>®</sup> P-3703 NT-Harz, welches oben beschrieben wurde, wurde Sandostab PEPQ<sup>™</sup> zu einem Teil des Harzes in einer Chlorbenzol/Polysulfonlösung in einem Anteil von 0,075%, bezogen auf das Polymergewicht in der Lösung, hinzugesetzt. Die Polymerlösung wurde dann in einem Rotationsverdampfer konzentriert, um ein Teil des Chlorbenzollösungsmittels zu entfernen, dann vollständig mittels eines Vakuum-belüfteten Doppelschneckenextruders von flüchtigen Stoffen befreit unter Erhalt von Pellets. Diese Probe stellte das Vergleichsbeispiel C12 dar. Die so erhaltenen Pellets wurden getrocknet und spritzgeformt, wie es für die oben stehende Kontrolle C11 beschrieben ist, um Farbtafeln bei den vier unterschiedlichen Dicken, die unter C11 angegeben sind, herzustellen. Der Farbfaktor wurde bezüglich 0,1" dicken Tafeln gemessen, und ein Farbfaktor von 24 wurde aufgezeichnet, was eine fast 50%ige Verringerung im Vergleich zur Kontrolle darstellte. Der Vergilbungsindex, die Lichtdurchlässigkeit und die Trübung wurden bei allen vier Dicken gemessen, und die Werte sind in den Tabellen 13–15 angegeben.

**[0074]** Eine Probe des UDEL<sup>®</sup> P-3703 NT-Polysulfon-Harzes, das zur Herstellung der Kontrolle C11 verwendet wurde, wurde mit 0,075% Sandostab PEPQ<sup>™</sup> und 1,6 ppm Calco Oil Violet ZIRS<sup>™</sup>-Farbstoff, der im Handel von der BASF verfügbar ist, taumelgemischt. Die resultierende Mischung wurde getrocknet und spritzgegossen, wie beschrieben, um Farbtafeln mit vier unterschiedlichen Dicken herzustellen, wie es unter Kontrolle C11 erklärt ist. Diese Probe repräsentiert das Beispiel 13. Der Farbfaktor von dieser Zusammensetzung, wie bei den 0,1"-dicken Tafeln gemessen, stellte sich beachtlicherweise mit 11 heraus. Dies ist mehr als eine vierfache Verringerung im Vergleich zur Kontrolle. Der volle Satz an Vergilbungsindex-, Lichtdurchlässigkeits- und Trübungsdaten für dieses Beispiel sind ebenfalls in den Tabellen 13–15 gezeigt.

**[0075]** Wie es aus den in der Tabelle 13 dargelegten Daten ersichtlich ist, kann der Vergilbungsindex des Harzes im Wesentlichen durch die Verwendung der vorliegenden Erfindung gesenkt werden. Der Vergilbungsindex wird durch etwa einen Faktor von zwei gesenkt, wenn man von dem Kontrollfall zum Fall des Vergleichsbeispiels C12 geht, und es wird eine drei- bis vierfache Reduktion im Vergilbungsindex bei der Ausführung der Erfindung erreicht, wie es im Beispiel 13 veranschaulicht ist. Die Senkung im Vergilbungsindex wird ohne einen signifikanten Verlust in der Lichtdurchlässigkeit und ohne eine Zunahme in den Trübungswerten erreicht, wie es in den Tabellen 13–15 gezeigt ist. Dergestalt werden alle drei Aspekte eines Materials mit guter optischer Qualität: niedriger Vergilbungsindex, hohe Lichtdurchlässigkeit und niedrige Trübung, gleichzeitig erreicht.

**[0076]** Um die Abhängigkeit des Vergilbungsindex auf die Teiledicke zu veranschaulichen, werden die Vergilbungsindex(YI)-Daten der Kontrolle C11, des Vergleichsbeispiels C12 und des Beispiels 13 als eine Funktion der Dicke in der [Fig. 6](#) aufgetragen. Die YI-Daten, welche in dem Ursprung des Plots fallen, werden ebenfalls als ein Anfordernis und als eine Beschränkung bezüglich der YI-Dicken-Korrelation angesehen, und zwar aufgrund der Entfernung der gesamten Farbabsorbierqualität in den Materialien an der Grenze der verschwinden-

den Dicken. Die in der [Fig. 6](#) dargestellten YI-Daten zeigen, dass der YI-Wert mit der Dicke durch eine einfache Beziehung einer geraden Linie in Zusammenhang steht. Die Gleichungen einer geraden Linie, welche durch den Ursprung für jeden der drei veranschaulichten Fälle gilt, sind auf dem Graphen in der [Fig. 6](#) aufgelistet. Aus diesen proportionellen Beziehungen der geraden Linie können interpolierte Abschätzungen für die Dicken, entsprechend jedem angeführten YI-Wert, berechnet werden.

**[0077]** Die interpolierten Werte der Dicke bei selektierten YI-Werteniveaus von Interesse sind in der Tabelle 16 gezeigt. Diese Tabelle zeigt klar den Vorteil des im Beispiel 13 hergestellten Materials gegenüber jenen von C11 und C12 im Hinblick auf die minimale Dicke, welche erforderlich ist, um einen spezifizierten YI-Wert zu erhalten.

Tabelle 13

Vergilbungsindex der Kontrolle C11, des Vergleichsbeispiels C12 und des Beispiels 13.

Dicke (In.)	Vergilbungsindex		
	C11	C12	13
0,05	4,6	2,8	1,6
0,10	9,0	4,5	2,0
0,125	14,7	6,0	2,8
0,20	16,5	7,9	3,8

Tabelle 14

Lichtdurchlässigkeit von Kontrolle C11, Vergleichsbeispiel C12 und Beispiel 13.

Dicke (In.)	Lichtdurchlässigkeit (%)		
	C11	C12	13
0,05	88,1	88,7	87,9
0,10	86,3	88,2	86,1
0,125	85,8	87,9	85,6
0,20	83,4	87,2	83,4

Tabelle 15

Trübung von Kontrolle C11, Vergleichsbeispiel C12 und Beispiel 13

Dicke (In.)	Trübung (%)		
	C11	C12	13
0,05	1,0	0,9	1,0
0,10	1,8	1,6	1,7
0,125	3,9	1,5	1,8
0,20	2,5	2,3	2,7

Tabelle 16

Selektierte interpolierte Vergilbungsindexwerte für Kontrolle C11, Vergleichsbeispiel C12 und Beispiel 13, entsprechend den verschiedenen Dicken

Vergilbungsindex	Dicke (In.)		
	C11	C12	13
2,00	0,022	0,047	0,099
1,00	0,011	0,023	0,049
0,50	0,005	0,012	0,025
0,25	0,003	0,006	0,012

**[0078]** Wie es in der [Fig. 6](#) gezeigt ist, steht der Vergilbungsindex mit der Dicke des geformten Gegenstandes in linearer Beziehung. Wie in der Tabelle 16 gezeigt, sind transparente, geformte Polysulfongegenstände mit Vergilbungsindizes von weniger als 1,00, 0,75 und 0,50 innerhalb des Umfangs dieser Erfindung eingeschlossen. Bestimmte Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung schließen ebenfalls geformte optische Komponenten ein, wie ophthalmische Linsen, und zwar mit Vergilbungsindizes von weniger als 1,00, 0,75 und 0,50. Darüber hinaus sind transparente Schichten von Polysulfon mit Vergilbungsindizes von weniger als 1,00, 0,75 und 0,50 innerhalb des Umfangs dieser Erfindung eingeschlossen. Ferner sind geformte Polysulfonartikel mit Farbfaktoren weniger als 5, 4 und 3 innerhalb des Umfangs dieser Erfindung eingeschlossen. Bestimmte Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung schließen ebenfalls geformte optische Komponenten, wie ophthalmische Linsen, mit Farbfaktoren von weniger als 5, 4 und 3 ein. Darüber hinaus sind transparente Schichten von Polysulfon mit Farbfaktoren von weniger als 5, 4 und 3 innerhalb des Umfangs dieser Erfindung eingeschlossen.

**[0079]** Um die Eigenschaften der geformten Polysulfongegenstände zu verbessern, ist Polysulfon mit hoher Reinheit wünschenswert. Die Verwendung von Monomeren mit hoher Reinheit ist vorteilhaft zum Bilden von Polymeren mit hoher Reinheit. Polysulfon wird herkömmlicherweise gebildet durch die Reaktion von 2,2-Bis(4-hydroxyphenyl)propan (ebenfalls als Bisphenol A bekannt) mit mindestens einer Diarylsulfonverbindung. Bisphenol A der Polycarbonatklasse ist eine hochreine Güteklasse von Bisphenol A und ist im Handel von mehreren Herstellern verfügbar. Bisphenol A der Polycarbonatgüteklasse wird verwendet, um Polysulfon und Polycarbonat optischer Qualität herzustellen. Im Handel verfügbares Bisphenol A der Polycarbonatgüteklasse umfasst typischerweise Spurenelemente an isomeren Verunreinigungen, wie 2-(4-Hydroxyphenyl)-2-(2-hydroxyphenyl)propan (das Ortho/Para-Isomer) und 2,2-Bis(2-hydroxyphenyl)propan (das Ortho/Ortho-Isomer). Im Handel verfügbares Bisphenol A der Polycarbonatgüteklasse enthält typischerweise weniger als 0,27%, bezogen auf das Gesamtgewicht, der Ortho/Para- und Ortho/Ortho-Isomere. Typischerweise enthält das im Handel verfügbare Bisphenol A der Polycarbonatgüteklasse weniger als 0,15%, bezogen auf das Gesamtgewicht, der Ortho/Para- und Ortho/Ortho-Isomere. Ferner ist das Bisphenol A der Polycarbonatgüteklasse, welches weniger als 200 ppm der Ortho/Para- und Ortho/Ortho-Isomere enthält, im Handel verfügbar.

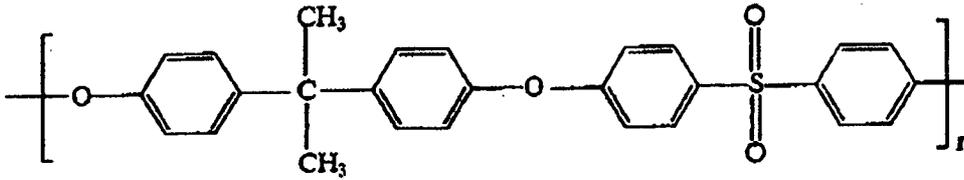
**[0080]** Obgleich ophthalmische Linsen und Zusammensetzungen, die zum Bilden von ophthalmischen Linsen geeignet sind, hierin explizit offenbart sind, liegen eine große Vielzahl von optischen Komponenten innerhalb des Umfangs dieser Erfindung. Optische Komponenten innerhalb des Umfangs dieser Erfindung schließen nicht-ophthalmische Linsen, Prismen, Wellenleiter, optische Fasern, Beleuchtungsbefestigungen und elektronische Gerätschaften ein.

### Patentansprüche

1. Polysulfonzusammensetzung, umfassend:  
ein Polysulfon,  
einen organischen phosphorhaltigen Schmelzestabilisator, und  
wenigstens eines der folgenden Additive:  
einen blauen bis violetten Farbstoff, und einen organischen optischen Aufheller.

2. Polysulfonzusammensetzung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass sie 30 ppm bis 3000 ppm, bezogen auf das Gewicht, eines organischen phosphorhaltigen Schmelzestabilisators, ausgewählt von der aus Phosphiten, Phosphoniten und Gemischen hievon bestehenden Gruppe, enthält.

3. Polysulfonzusammensetzung nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass das Polysulfon ein Bisphenol-A-polysulfon mit der folgenden Struktur:



ist.

4. Polysulfonzusammensetzung nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass das Polysulfon ein Copolymer ist, welches wenigstens 75 Mol-% Bisphenol A und bis zu 25 Mol-% von einem anderen Bisphenol, ausgewählt von der aus Bisphenol S, Bisphenol O, Biphenol, und Hydrochinon bestehenden Gruppe, enthält.

5. Polysulfonzusammensetzung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass sie einen Gesamtlichtdurchlassgrad ("total luminous light transmittance") von 84% oder darüber, gemessen an einer 0,1 Inch starken Probe unter Verwendung von ASTM D-1003, aufweist, und auch wenigstens eine der folgenden beiden Bedingungen erfüllt: 1) einen Vergilbungsindex (YI) von weniger als 5,0, gemessen nach ASTM D-1925 an einer 0,1 Inch starken Probe, oder 2) einen Farbfaktor (CF) von weniger als 24, wobei der CF durch folgende Gleichung definiert ist:

$$CF = 270[(x + y)_{\text{Probe}} - (x + y)_{\text{Luft}}]/t,$$

worin x und y Chromazitätskoordinaten sind, gemessen im Durchlässigkeitsmodus, und t die Probenstärke in Inch ist.

6. Polysulfonzusammensetzung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass sie einen organischen optischen Aufheller umfasst.

7. Polysulfonzusammensetzung nach Anspruch 1 oder 6, dadurch gekennzeichnet, dass sie einen blauen bis violetten Farbstoff umfasst.

8. Schmelzgeformter Gegenstand, dadurch gekennzeichnet, dass er aus einer Polysulfonzusammensetzung nach einem der Ansprüche 1 bis 7 hergestellt wird.

9. Spritzguss- oder Druckgussgegenstand, dadurch gekennzeichnet, dass aus der Polysulfonzusammensetzung nach einem der Ansprüche 1 bis 7 hergestellt wird.

10. Hybrid-Spritzguss-Druckgussgegenstand, dadurch gekennzeichnet, dass der aus der Polysulfonzusammensetzung nach einem der Ansprüche 1 bis 7 hergestellt wird.

11. Extrudierter Gegenstand, dadurch gekennzeichnet, dass er aus der Polysulfonzusammensetzung nach einem der Ansprüche 1 bis 7 hergestellt wird.

12. Blasgeformter Gegenstand, dadurch gekennzeichnet, dass er aus der Polysulfonzusammensetzung nach einem der Ansprüche 1 bis 7 hergestellt wird.

13. Warmgeformter Gegenstand, dadurch gekennzeichnet, dass er aus der Polysulfonzusammensetzung nach einem der Ansprüche 1 bis 7 hergestellt wird.

14. Transparenter, geformter Polysulfongegenstand, dadurch gekennzeichnet, dass er aus der Polysulfonzusammensetzung nach einem der Ansprüche 1 bis 7 hergestellt wird, und einen Vergilbungsindex von weniger als 1,00, gemessen nach ASTM D-1925 an 0,1 Inch starken Proben, aufweist.

15. Transparenter, geformter Polysulfongegenstand nach Anspruch 14, dadurch gekennzeichnet, dass sein Vergilbungsindex weniger als 0,75 beträgt.

16. Transparenter, geformter Polysulfongegenstand nach Anspruch 15, dadurch gekennzeichnet, dass

sein Vergilbungsindex weniger als 0,50 beträgt.

17. Transparenter, geformter Polysulfongegenstand, dadurch gekennzeichnet, dass er aus der Polysulfonzusammensetzung nach einem der Ansprüche 1 bis 7 hergestellt wird, und einen Farbfaktor (CF) von weniger als 5 aufweist, wobei der CF durch die folgende Gleichung definiert ist:

$$CF = 270[(x + y)_{\text{Probe}} - (x + y)_{\text{Luft}}]/t,$$

worin x und y die Chromazitätskoordinaten, gemessen im Durchlässigkeitsmodus, sind und t die Probenstärke in Inch ist.

18. Transparenter, geformter Polysulfongegenstand nach Anspruch 17, dadurch gekennzeichnet, dass ein Farbfaktor weniger als 4 beträgt.

19. Transparenter, geformter Polysulfongegenstand nach Anspruch 18, dadurch gekennzeichnet, dass sein Farbfaktor weniger als 3 beträgt.

20. Transparenter, geformter Gegenstand nach einem der Ansprüche 14 bis 19, dadurch gekennzeichnet, dass er eine optische Komponente ist.

21. Transparente, geformte optische Komponente nach Anspruch 20, dadurch gekennzeichnet, dass es sich um eine Linse handelt.

22. Transparente, geformte Linse nach Anspruch 21, dadurch gekennzeichnet, dass es eine ophthalmische Linse ist.

23. Transparente Schicht aus Polysulfon, dadurch gekennzeichnet, dass sie aus der Polysulfonzusammensetzung nach einem der Ansprüche 1 bis 7 hergestellt wird, und einen Vergilbungsindex von weniger als 1,00, gemessen nach ASTM D-1925 an 0,1 Inch starken Proben, aufweist.

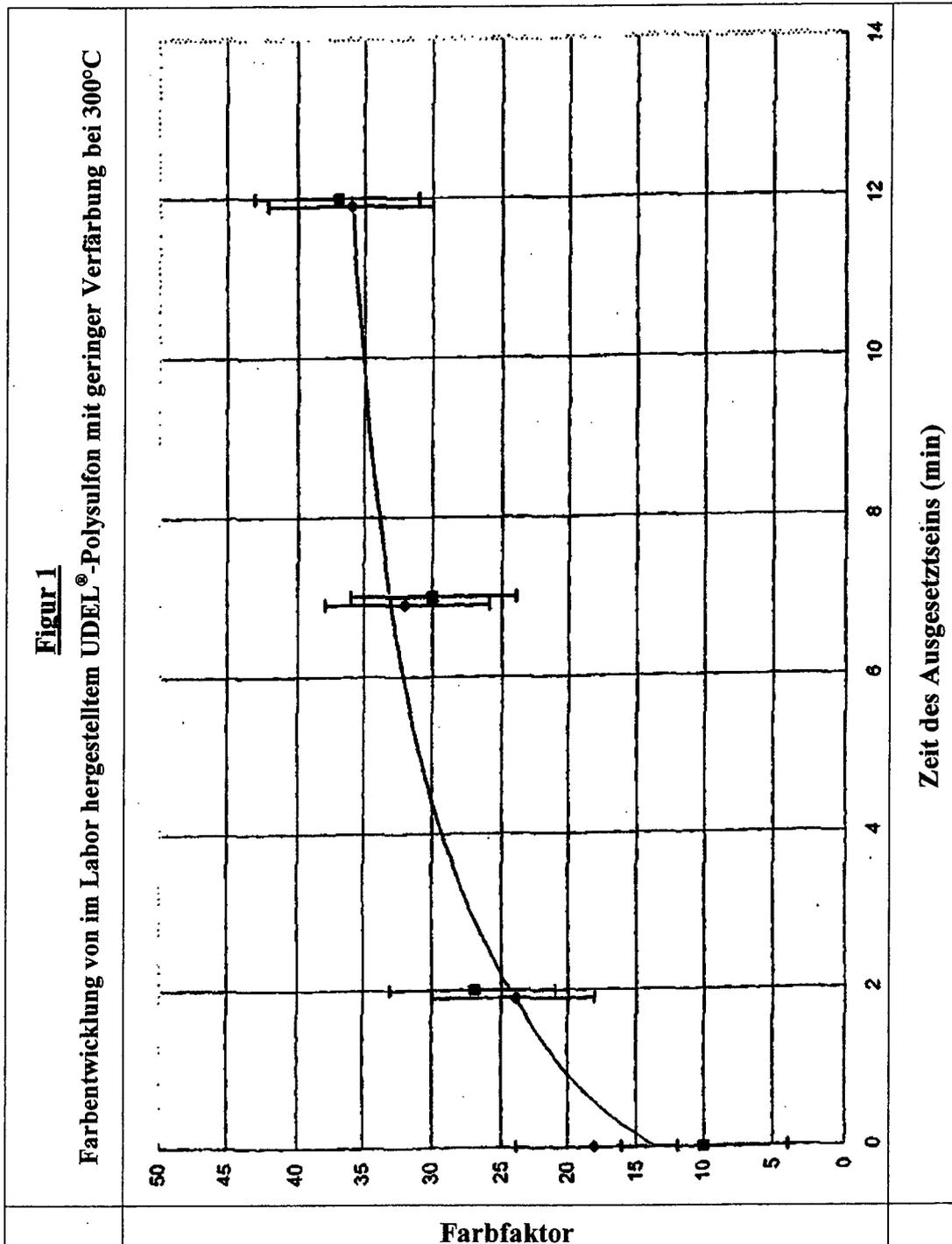
24. Transparente Schicht aus Polysulfon, dadurch gekennzeichnet, dass sie aus der Polysulfonzusammensetzung nach einem der Ansprüche 1 bis 7 hergestellt wird, und einen Farbfaktor (CF) von weniger als 5 aufweist, wobei der CF durch die folgende Gleichung definiert ist:

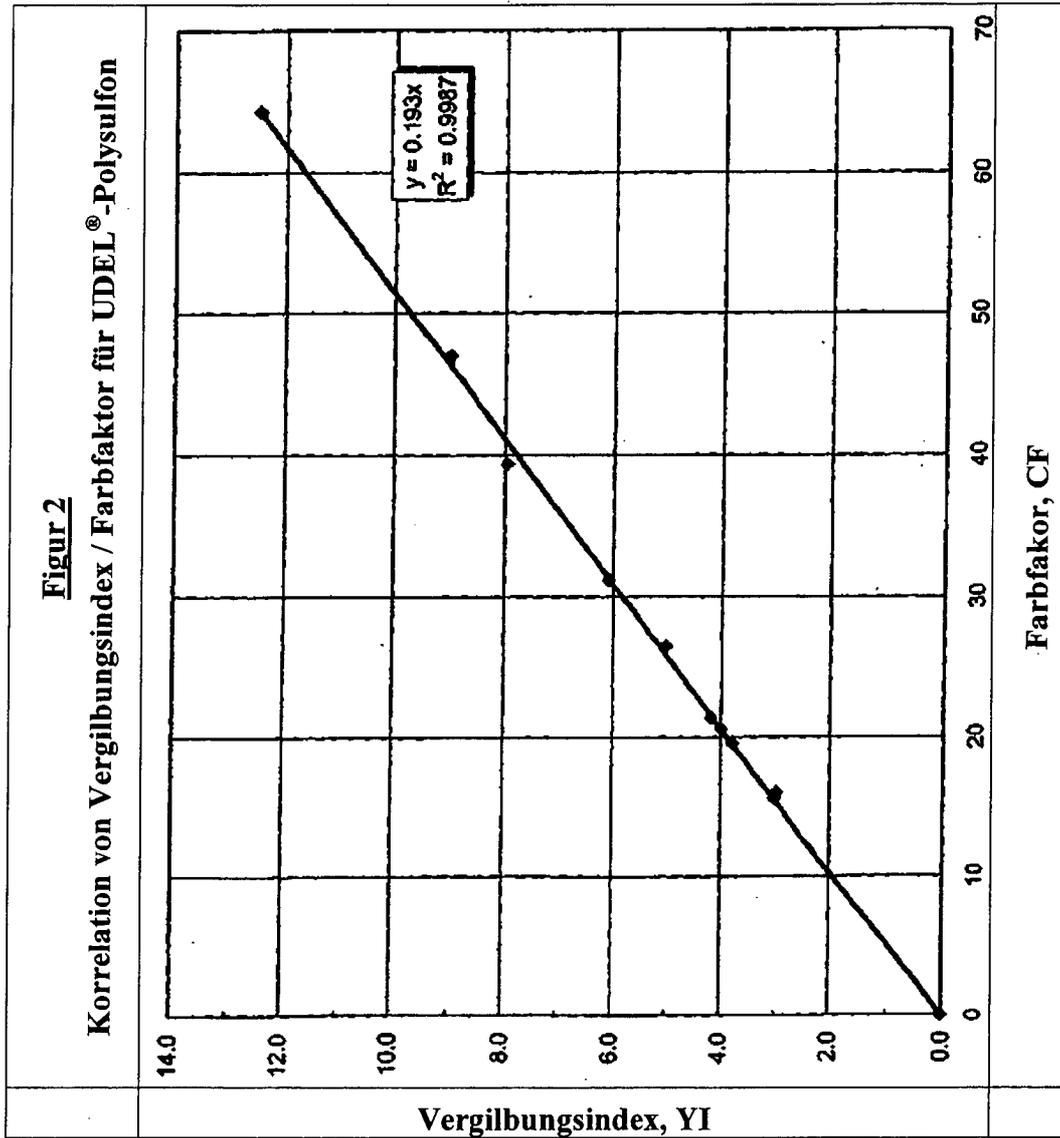
$$CF = 270[(x + y)_{\text{Probe}} - (x + y)_{\text{Luft}}]/t,$$

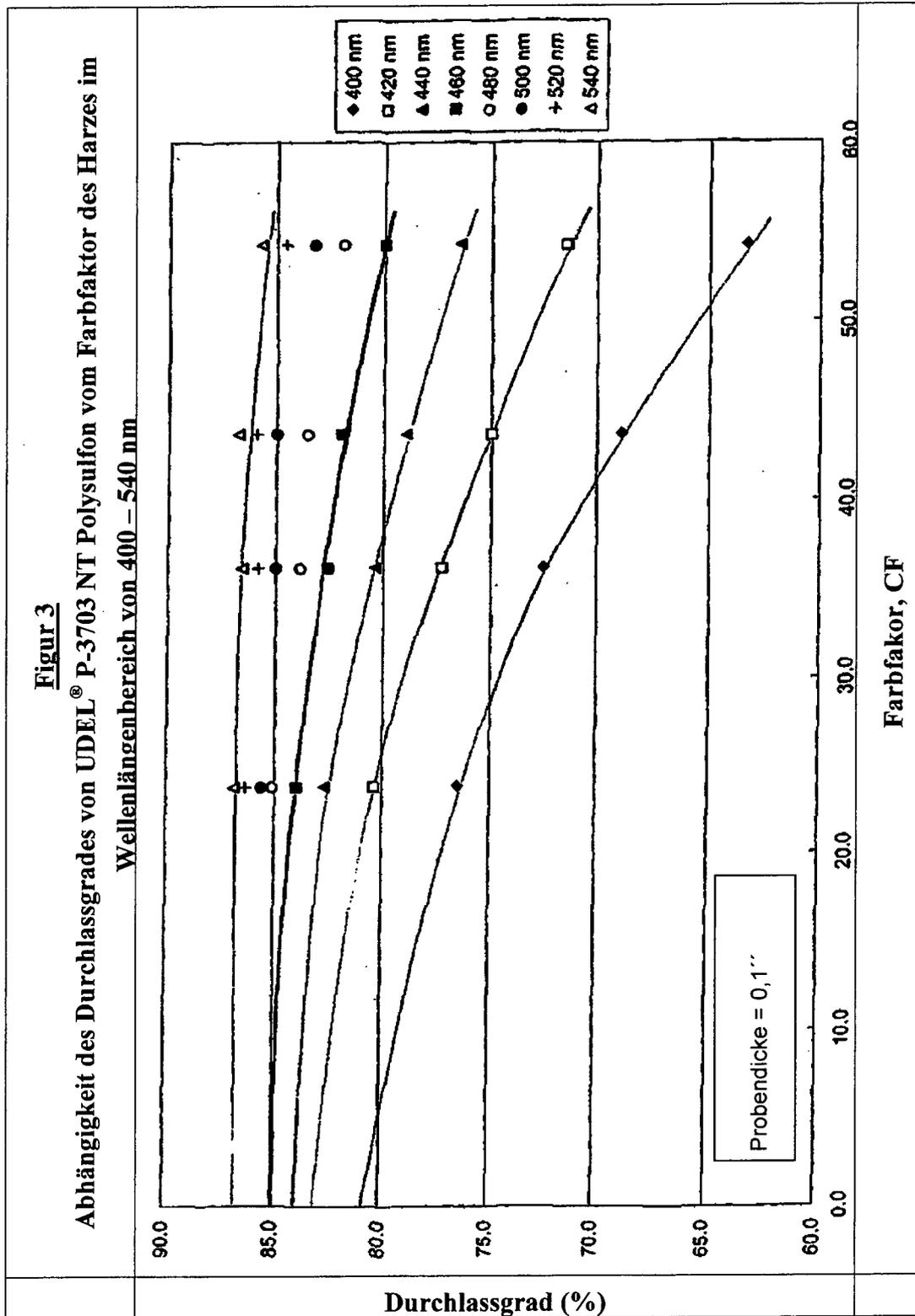
worin x und y die Chromazitätskoordinaten, gemessen im Durchlässigkeitsmodus, sind und t die Probenstärke in Inch ist.

Es folgen 6 Blatt Zeichnungen

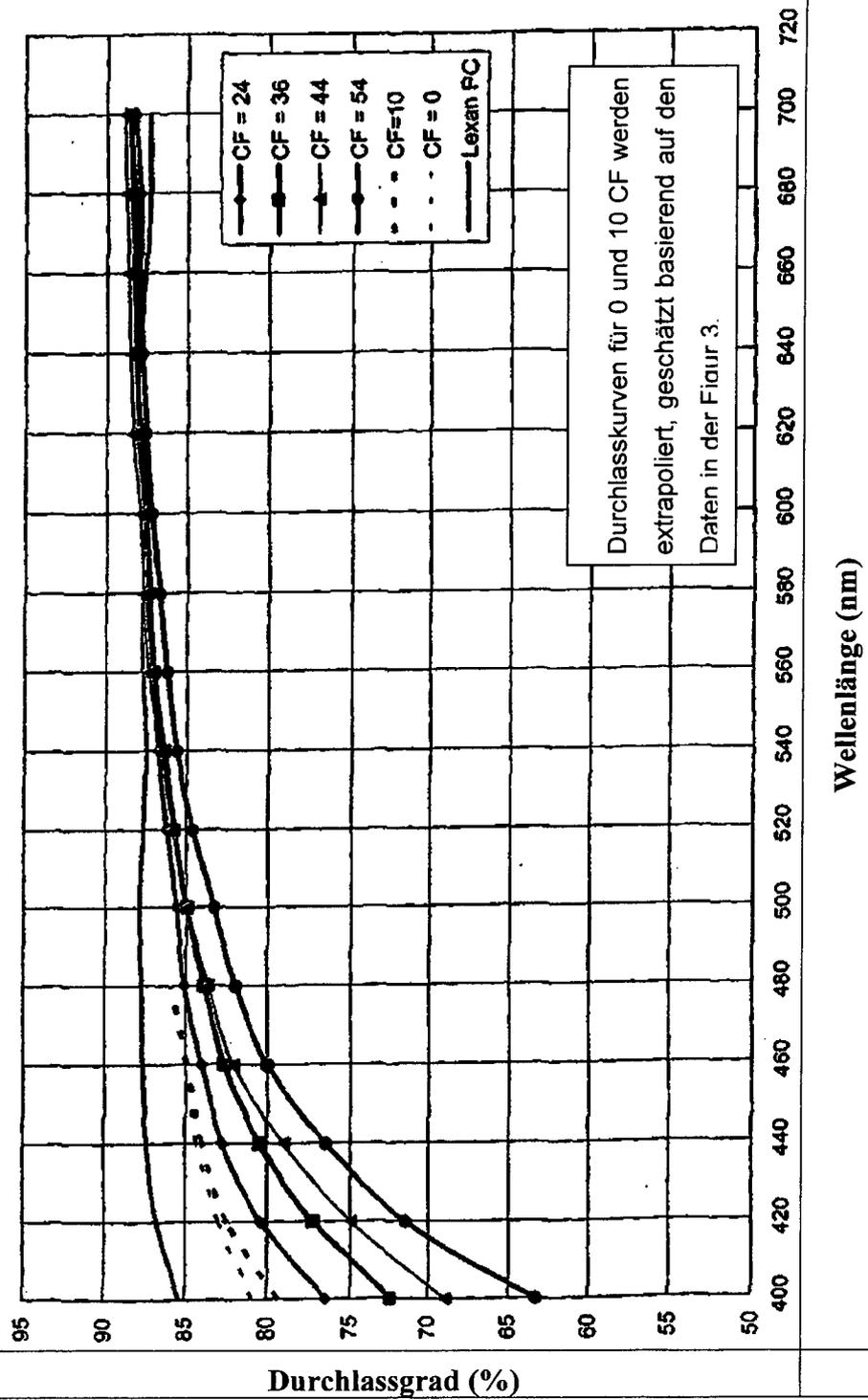
## Anhängende Zeichnungen





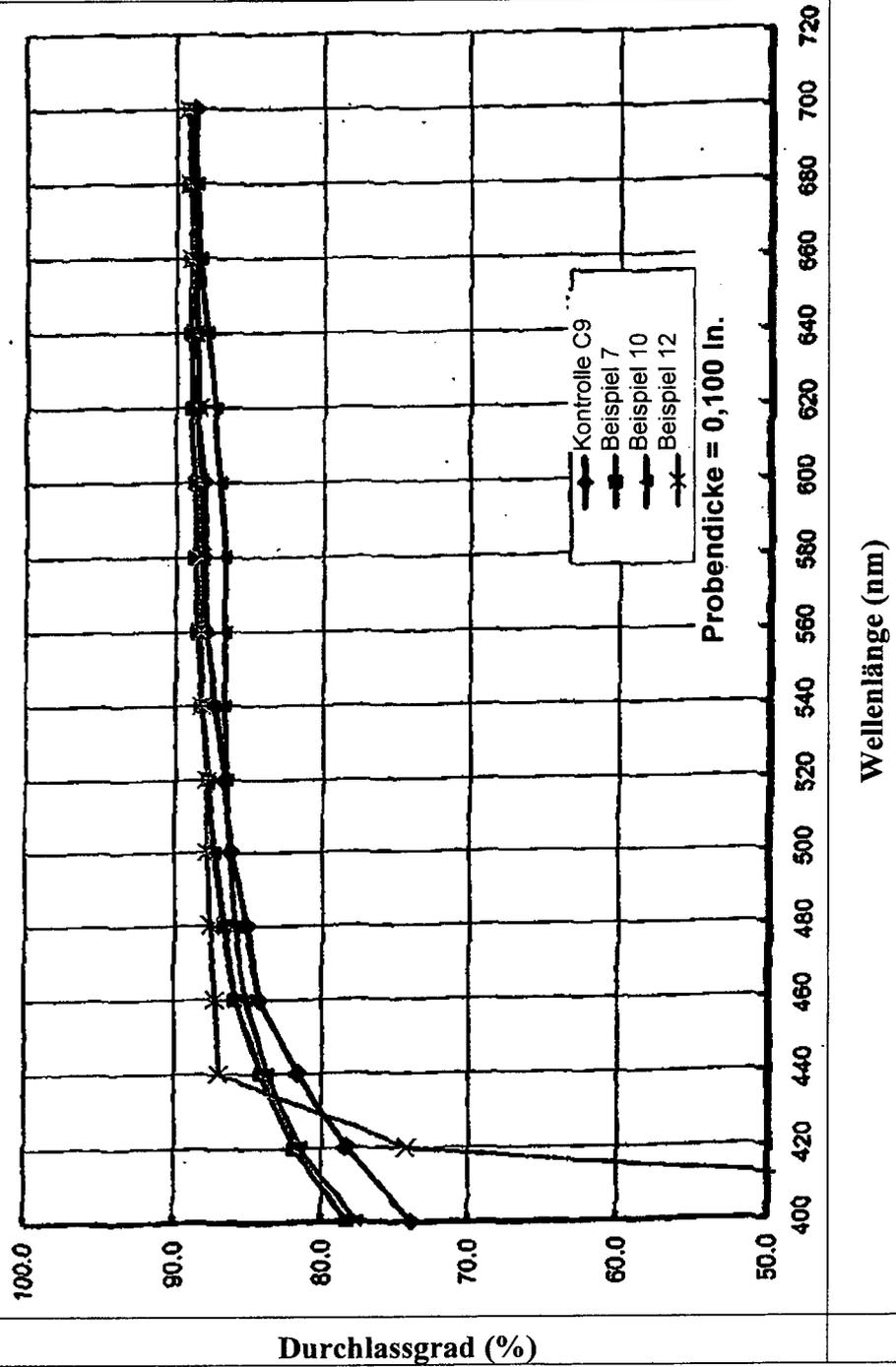


**Figur 4**  
**Durchlassgrad von sichtbarem Licht von UDEL® -Polysulfon versus der Wellenlänge für verschiedene Farbfaktoren im Vergleich zu LEXAN® 104-Polycarbonat**



**Figur 5**

Durchlassgrade für das sichtbare Spektrum von Polysulfon geringer Verfärbung mit verschiedenen Verfärbungsstabilisierungsadditionen



**Figur 6**  
 Abhängigkeit des Vergilbungsindex von der Dicke

