



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 321 771**

51 Int. Cl.:
C08L 69/00 (2006.01)
C08G 64/20 (2006.01)
G11B 7/24 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **99937085 .1**
96 Fecha de presentación : **17.08.1999**
97 Número de publicación de la solicitud: **1138720**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **04.10.2001**

54 Título: **Material de moldeo de resina de policarbonato óptico y substrato de disco óptico.**

30 Prioridad: **18.08.1998 JP 10-231638**
21.12.1998 JP 10-362150

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
10.06.2009

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
10.06.2009

73 Titular/es: **Teijin Chemicals, Ltd.**
2-1, Kasumigaseki 3-chome
Chiyoda-ku, Tokyo 100-0013, JP

72 Inventor/es: **Dohi, Yutaka**

74 Agente: **Ungría López, Javier**

ES 2 321 771 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Material de moldeo de resina de policarbonato óptico y sustrato de disco óptico.

5 **Campo de la invención**

La presente invención se refiere a un material de moldeo de resina de policarbonato, para uso óptico, que se volatiliza durante el moldeo de un sustrato de disco óptico y mejora la productividad continua por reducción de la cantidad de sustancia (depósito) acumulada sobre el molde metálico y el negativo estampador, y a un sustrato de disco óptico. La presente invención se refiere además a un material de moldeo de resina de policarbonato para uso óptico que se volatiliza durante el moldeo de un sustrato de disco óptico, que puede mejorar la productividad continua por reducción de la cantidad de sustancia (depósito) acumulada sobre el molde metálico y el negativo estampador y que retiene una alta fiabilidad durante largo tiempo y a un sustrato de disco óptico hecho del material,

15 **Antecedentes de la invención**

Los discos ópticos para el registro son ya conocidos y ya ha sido desarrollada la reproducción de información por irradiación con rayos láser, como es el caso de discos audio digitales (llamados discos compactos), discos ópticos de vídeo (llamados así los discos de láser), diversos discos ópticos grabables una sola vez (Write Once Optical), discos optomagnéticos y discos de cambio de fase.

De éstos, los discos compactos y los discos de láser son discos ópticos ROM (Read Only Memory - Memoria solo de leer). En estos discos ópticos, los hoyos que corresponden a señales de información están formados en un sustrato transparente como forma dura y, sobre los hoyos, está formada una capa reflectante de Al de 40 nm o más de grosor. En estos discos ópticos, las señales de información son reproducidas por detección de cambios de reflectancia causados por interferencias ópticas generadas por los hoyos.

Al mismo tiempo, los discos ópticos grabables una sola vez son discos ópticos que se pueden registrar, en los cuales puede ser grabada cualquier información por un usuario, y los discos optomagnéticos y discos de cambio de fase son discos ópticos RAM (Memoria de acceso al azar) en los que puede grabarse cualquier información muchas veces.

Es decir, el disco óptico registrable comprende un sustrato transparente y una capa de registro grabable una sola vez cuyas características ópticas se cambian irreversiblemente o se forman formas duras por irradiación de rayos láser sobre el sustrato transparente. Esta capa de registro está hecha de un pigmento orgánico de base cianina, ftalocianina o base azoica que se descompone por calor, por ejemplo por irradiación de rayos láser, con lo que su constante óptica cambia y su volumen cambia también causando así la deformación del sustrato.

El disco optomagnético es un disco óptico que puede volverse a grabar en el que un usuario puede grabar y borrar información repetidamente y que comprende una película magnetizada verticalmente que tiene un efecto magneto-óptico (por ejemplo, efecto Kerr) tal como una película delgada de aleación amorfa de Tb-Fe-Co formada sobre un sustrato transparente. En este disco optomagnético, se forma un hoyo de registro por magnetización de una micro área de la película magnetizada verticalmente hacia arriba o hacia abajo según una señal de información. La señal de información se reproduce utilizando el hecho de que el ángulo de rotación $8k$ (ángulo de rotación de Kerr) de polarización lineal de la luz reflejada difiere según la dirección de magnetización de la película magnetizada verticalmente.

El disco de cambio de fase, que es un disco que puede volver a grabarse como el disco optomagnético, está hecho de un material de cambio de fase de Ge-Sb-Te que inicialmente asume el estado de cristal y cambia del estado del estado cristalino al estado amorfo por irradiación con rayos láser. En esta capa de registro, el hoyo de registro se forma por cambio de fase de una micro área según una señal de información y la señal de información se reproduce por detección de la diferencia en la reflectancia entre una porción amorfa que corresponde al hoyo y otra área del cristal.

El disco optomagnético y el disco de cambio de fase son en la mayoría de los casos discos que tienen una estructura de cuatro capas que consisten en una capa de registro, dos capas dieléctricas transparentes colocadas en sándwich a los dos lados de la capa de registro y una capa reflectante de Al formada sobre la capa de dieléctrico con el fin de evitar la oxidación de la capa de registro e incrementar el grado de modulación de la señal por interferencias múltiples. La capa de dieléctrico es una película de nitruro de silicio o una película de material compuesto de Zn-SiO₂.

Recientemente, se han realizado estudios exhaustivos sobre la utilización de los discos ópticos anteriores para el registro de imágenes digitales, y se ha desarrollado un disco versátil digital (DVD) como tal disco óptico.

Este DVD tiene el mismo diámetro que el CD (120 mm) pero puede registrar información de imagen equivalente a una película de cine y reproducir información de imagen de calidad tan alta como las actuales imágenes de TV.

Para registrar tal información de imagen sobre el disco óptico, se necesita una capacidad de registro de 6 a 8 veces mayor que la del CD. Por eso, en el DVD, la longitud de onda de los rayos láser se reduce a 635 a 650 nm comparada con los 780 nm para el CD y la apertura numérica (NA) de la lente objetivo se incrementa a 0,52 ó 0,6 comparado con 0,45 para el CD, con lo que se reduce el paso transversal o la longitud de la marca de registro más corta de un hoyo para incrementar la densidad del registro.

Un incremento en la apertura numérica (NA) de una lente objetivo da por resultado una reducción en la tolerancia de la deflexión de un substrato de disco. Por eso, comparado con 1,2 mm para el CD, el espesor de un substrato de DVD se reduce a 0.6 mm de manera que se acorta la distancia del substrato del disco a través de la cual pasa la luz láser, compensando así la reducción en la tolerancia de distorsión (Nikkei Electronics No. 630, publicado el 27 de febrero, 1995). Para compensar la reducción de la resistencia del disco causada por la reducción del espesor del substrato, se utiliza la estructura llamada de estratificado en la que se lamina otro substrato sobre la capa de registro formada sobre un substrato tal como se describe en la Patente japonesa JP-A-6-274940 (el término "JP-A", tal como aquí se usa, significa "solicitud de patente japonesa publicada sin examinar"). La capa de registro del disco óptico laminado es una capa de registro ROM, capa de registro registrable o capa de registro RAM en la estructura de substrato individual antes descrita.

Además, el disco óptico estratificado incluye un disco óptico estratificado por un solo lado utilizando solamente un lado del mismo y disco óptico estratificado por ambos lados utilizando los dos lados del mismo.

En la mayor parte de los anteriores substratos de disco óptico, se utiliza una resina de policarbonato que tiene una excelente moldeabilidad, resistencia, transmitancia de luz y resistencia a la humedad.

Sin embargo, cuando el substrato se moldea de forma continua, las propiedades características, tales como capacidad de transferencia y propiedades ópticas y mecánicas de los substratos se deterioran y se adhiere polvo a los substratos.

Se ha encontrado que la materia volátil generada por el policarbonato se adhiere al molde metálico o al negativo estampador, como causa de los anteriores problemas, dando lugar a problemas tales como el desprendimiento de gases con el resultado de que se deterioran las propiedades ópticas y mecánicas de los substratos y el depósito se desprende, cae sobre el negativo estampador y pasa al substrato.

Por lo tanto, hace falta tomar una medida para reducir la cantidad de compuestos de policarbonato de bajo peso molecular contenidos en la materia prima como agente causante. Por ejemplo, como se describe en JP-A-9-208684, se evita la formación de un depósito por reducción de la cantidad de compuesto policarbonato de bajo peso molecular, con un peso molecular de 1.000 o menos, contenido en el policarbonato. Ha sido confirmado, sin embargo que el agente de depósito no es solamente el compuesto policarbonato de bajo peso molecular y que este efecto no es suficiente.

La resina de policarbonato se hidroliza fácilmente a alta temperatura y alta humedad, lo que da lugar a reducciones del peso molecular y resistencia al impacto. Además, cuando se deja a alta temperatura y alta humedad durante largo tiempo, se forman unos pequeñísimos puntos blancos sobre el substrato lo que impide la fiabilidad a largo plazo.

Al mismo tiempo, una de las propiedades características requeridas en un substrato de disco óptico y un medio óptico de registro de información que lo comprende es la retención de una alta fiabilidad durante largo tiempo. Como la resina de policarbonato, sin embargo, se hidroliza fácilmente a alta temperatura y alta humedad, ha sido difícil satisfacer por completo este requerimiento.

Problemas para ser resueltos por la invención

Actualmente, el moldeo continuo de substratos de discos compactos, que es el generalmente utilizado, debe detenerse para limpiar el molde metálico y el negativo estampador para eliminar el depósito de los mismos. Se ha encontrado, por tanto, una limitación para la producción continua y que la productividad de un material substrato para discos ópticos de alta densidad de registro tipificados por CD-R, MO, MD-MO y también DVD-ROM, DVD-Vídeo, DVD-R y DVD-RAM no ha mejorado.

Para el moldeo de un substrato de disco óptico de alta densidad de registro para DVD-ROM y DVD-RAM, debe incrementarse la temperatura de moldeo a aproximadamente 380°C para mejorar la capacidad de fluir y de transferencia de una resina, lo que incrementa la cantidad de materia volátil de una resina de policarbonato y estrecha el hueco de escape de un molde metálico, promoviendo así la acumulación de materia volátil.

La presente invención se ha completado en vista de los anteriores problemas y se ha llegado, tras estudios exhaustivos sobre soluciones para los problemas anteriores, a que la cantidad de un depósito sobre un molde metálico y un negativo estampador durante el moldeo se reduce mucho y la productividad mejora sorprendentemente, reteniéndose al mismo tiempo las propiedades características del substrato, por reducción de la cantidad total de sustancias que tienen una temperatura de comienzo de reducción de 5% en peso de 400°C o menos, medida por análisis termogravimétrico, a 1% en peso o menos como media de reducción de materia volátil de un policarbonato.

Compendio de la invención

Según la presente invención, se proporciona (1) un material de moldeo de resina de policarbonato para uso óptico que contiene sustancias (A) que tienen una temperatura de comienzo de reducción del 5%, medida por análisis termogravimétrico, de 400°C o menos, a una cantidad total de 1% en peso o menos, y (2) substratos de disco óptico hechos de estos materiales de moldeo.

ES 2 321 771 T3

El término "depósito" tal como se emplea en esta memoria descriptiva significa una sustancia líquida o sólida acumulada en la periferia de un negativo estampador o en la porción del escape o hueco del molde metálico producida por el moldeo continuo de sustrato de disco óptico.

5 Se puede decir, por tanto que las sustancias (A) son sustancias que forman depósitos, en la presente invención.

Según la presente invención, para obtener suficiente fiabilidad en un sustrato para discos ópticos de alta densidad tales como discos digitales de vídeo, sustancias contenidas en un material de moldeo (resina de policarbonato aromático), el sustrato para moldeo debe tener una temperatura de comienzo de la reducción del 5%, medida por análisis termogravimétrico, de 400°, y el contenido de sustancias (A) debe ser de un total de 1% en peso o menos.

15 Substancias que tienen una temperatura de comienzo de la reducción del 5% de 400°C, o más, raramente se volatilizan desde el policarbonato, mientras que las sustancias que tienen una temperatura de comienzo de reducción de 5% en peso de 100°C o menos se volatilizan y se descargan al exterior y no se adhieren al negativo estampador o/y al molde metálico. Cuando se lleva a cabo el moldeo continuo utilizando un material que contiene sustancias que tienen una temperatura de comienzo de reducción de 5% en peso de 400°C o menos a una cantidad total de más de 1% en peso, se acumula un depósito sobre el molde metálico y el negativo estampador en una etapa relativamente temprana y no puede haber suficiente productividad.

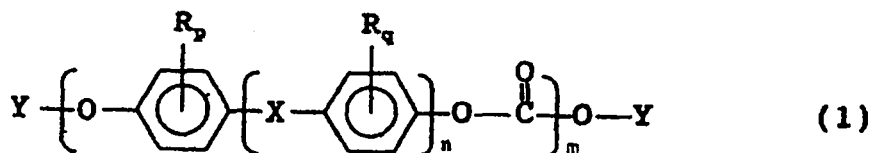
20 Cuando la cantidad total de las sustancias (A) que tienen temperatura de comienzo de reducción del 5% de 400°C o menos, preferiblemente 100 a 400°C, es de 1,0% o menos, preferiblemente 0,5% en peso o menos, más preferiblemente 0,3% en peso o menos, se puede obtener un efecto más estabilizado. Se prefiere reducir la cantidad total de sustancias lo más posible, pero es substancialmente imposible eliminar por completo estas sustancias. La cantidad mínima total de las sustancias es de 0,0001% en peso y, cuando la cantidad total es 0,001% en peso o más, el rendimiento económico se hace alto.

30 Las sustancias (A) contenidas en el policarbonato y que tienen una temperatura de reducción de 5% en peso de 400°C o menos incluyen productos sin reaccionar de un material de partida utilizado para la producción del policarbonato y un agente de rematado terminal y productos modificados del mismo, catalizador, desactivador, sustancias relacionadas con la producción del policarbonato tales como materiales de bajo peso molecular por ejemplo oligómeros de policarbonato (que pueden estar citadas como "sustancias derivadas de la producción de PC", de aquí en adelante), y estabilizantes que incluyen estabilizantes al calor, antioxidantes y absorbentes de luz ultravioleta, agente de desmoldeo, productos modificados de los mismos, todos los cuales son añadidos para mejorar las propiedades características de una resina de policarbonato (que pueden estar citadas de aquí en adelante como "sustancias derivadas de aditivos", de aquí en adelante).

40 Las sustancias derivadas de la producción de los policarbonatos (PC) se describen con detalle a continuación. Los materiales de bajo peso molecular cuyo ejemplo son oligómeros de policarbonato que incluyen oligómero de carbonato de bajo peso molecular que contiene de 1 a 5 esqueletos de difenol (o esqueletos de monómero de material de partida) son los utilizados como materia prima.

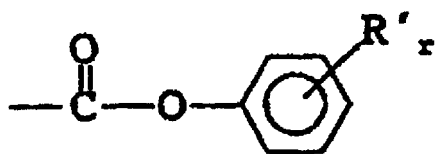
45 Entre los ejemplos de material de partida se incluyen difenoles tipificados por bisfenol A y ésteres carbonato tipificados por carbonato de difenilo. Entre los ejemplos de agente de rematado de terminal, se incluyen fenoles monofuncionales tales como p-terc-butilfenol y p-cumilfenol. Entre los ejemplos de productos modificados de los productos sin reaccionar de la materia prima y el agente de rematado de terminales se incluyen compuestos monocarbonato del monómero del material de partida y el agente de rematado de terminales y compuestos carbonato de agentes de rematado de terminales.

50 La mayoría de las sustancias derivadas de la producción de PC corresponden a un material de bajo peso molecular representado por la siguiente fórmula general (1):



60 donde X es un grupo para combinar dos fenoles cuando el difenol que forma el policarbonato es un compuesto que tiene un esqueleto de bisfenol, como por ejemplo grupo alquileo, grupo alquilideno, grupo cicloalquilideno que pueden estar sustituidos por grupo alquilo, -O-, -CO-, -OCO-, -S-, -SO- ó -SO₂., Y es un átomo de hidrógeno o un grupo representado por

65



5

(R' es un átomo de hidrógeno o grupo alquilo que tiene 1 a 25 átomos de carbono y r es un entero de 1 a 5), R es átomo de hidrógeno o grupo alquilo que tiene 1 a 4 átomos de carbono con la condición de que cuando hay dos o más R', éstos son iguales o diferentes, p y q son iguales o diferentes y cada uno representa un entero de 1 a 4, m es un entero de 1 a 5, y n es 0 ó 1.

10

El método de reducción de las cantidades de las sustancias derivadas de la producción de PC no está limitado en particular. Se han hecho varias propuestas para reducir la cantidad del material de bajo peso molecular de un policarbonato. Por ejemplo, las patentes JP-A 63-278929. JP-63-316313 y JP-A -1-146926 proponen estos métodos.

15

Como se establece específicamente, estos métodos se pueden llevar a cabo repetidamente, combinarse entre sí o combinarse con otros métodos.

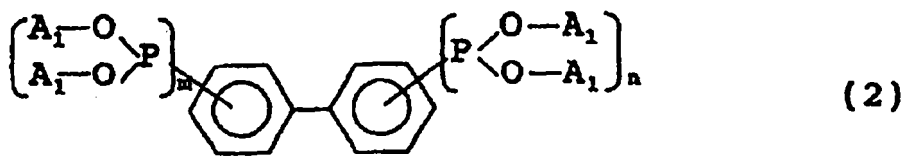
20

A continuación se hace una descripción de las sustancias derivadas de aditivos. Entre los ejemplos típicos de las sustancias derivadas de aditivos están un estabilizante y un agente de desmoldeo.

25

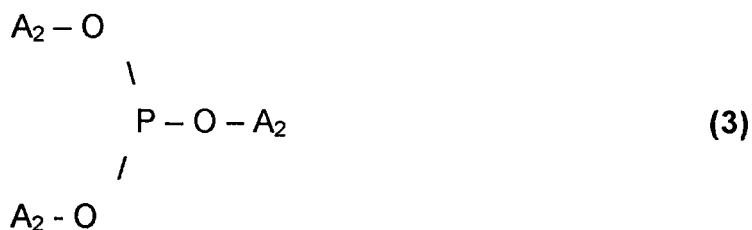
Se utiliza principalmente un antioxidante que contiene fósforo como estabilizante. Entre los ejemplos de antioxidantes que contienen fósforo se incluyen fosfatos, ácido fosforoso y fosfitos representados por las siguientes fórmulas (2) y (3). La mayoría de los antioxidantes que contienen fósforo tienen funciones de estabilizante al calor para resinas de policarbonato aromático.

30



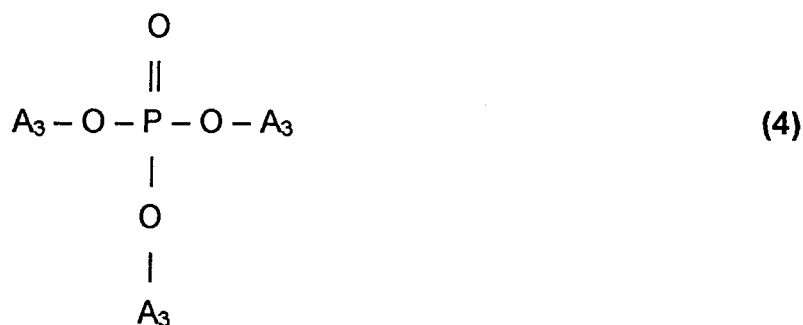
(2)

35



(3)

45



(4)

60

En las anteriores fórmulas (2) a (4), m y n son, independientemente, un entero de 0 a 2 y (m+n) es 1 ó 2.

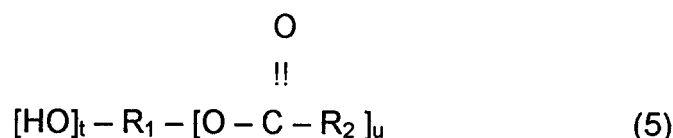
65

A₁ a A₃ son iguales o diferentes y, cada uno es un grupo alquilo que tiene 1 a 9 átomos de carbono, grupo fenilo, grupo fenilalquilo (la fracción alquilo tiene de 1 a 9 átomos de carbono) o grupo alquilfenilo (la fracción alquilo tiene 1 a 9 átomos de carbono). A₂ y/o A₃ pueden ser átomo de hidrógeno.

Entre los ejemplos ilustrativos del antioxidante que contiene fósforo representado por las anteriores fórmulas (2) a (4) se incluyen fosfito de tris(2,4-di-t-butil-fenilo), fosfito de tris(mono- y di-nonilfenilo), tetraquis(2,4-di-t-butilfenil) 4,4'-bifenileno-di-fosfonito y similares.

ES 2 321 771 T3

De las sustancias derivadas de aditivos, el agente de desmoldeo se puede representar por la siguiente fórmula (5)



En la anterior fórmula (5), R₁ es un grupo alquilo que tiene 1 a 22 átomos de carbono o grupo alquileo, R₂ es un grupo alquilo que tiene 12 a 22 átomos de carbono, t es 0 o un entero positivo, u es un entero positivo, y (y+u) es un entero de 1 a 6, preferiblemente 1 a 4.

Las sustancias derivadas de la producción de PC y las sustancias derivadas de aditivos que están representadas por las anteriores fórmulas (1) a (5) anteriores están dadas como ejemplos y se incluyen otras sustancias que tienen temperatura de comienzo de reducción del 5% en peso de 400°C o menos en la categoría de sustancias (A) como sustancias que forman depósitos de la presente invención.

La cantidad total de las anteriores sustancias que forman depósito contenidas en el material de moldeo de resina de policarbonato para uso óptico de la presente invención es 1% en peso o menos. La cantidad total es, preferiblemente, lo más pequeña posible.

Se midieron las temperaturas de comienzo de reducción de 5% en peso de algunas de las anteriores sustancias que forman depósito. Es decir, utilizando el aparato 951 TGA de DuPont Co., Ltd., se midió la temperatura de comienzo de reducción de 5% en peso bajo atmósfera de nitrógeno a una velocidad de elevación de temperatura de 10°C/minuto. Un oligómero de policarbonato de bajo peso molecular que contenía uno o dos esqueletos de bisfenol A tenía una temperatura de comienzo de reducción de 5% en peso de 370 ±10°C. Como para las sustancias relacionadas con el material de partida, el bisfenol A tenía una temperatura de comienzo de reducción de 5% en peso de 257± 5°C, el carbonato de difenilo tenía una temperatura de comienzo de reducción de 5% en peso de 139±5°C, el p-terc-butilfenol tenía una temperatura de comienzo de reducción de 5% de 145± 5°C, el p-cumilfenol tenía una temperatura de comienzo de reducción de 5% en peso de 170±5°C y el carbonato de di-t-butilfenilo que es un producto unido a carbonato de un agente de rematado de terminales tenía una temperatura de comienzo de reducción de 5% en peso de 240±5°C. Como para las sustancias relacionadas con los aditivos, el fosfito de tris(2.4-di-t-butilfenilo) que es un antioxidante, tenía una temperatura de comienzo de reducción de 5% en peso de 254±5°C, el fosfito de tris(mononilfenilo) tenía temperatura de comienzo de reducción de 5% de 218± 5°C, el estearato de estearilo que es un agente de desmoldeo tenía una temperatura de comienzo de reducción de 5% en peso de 276±5°C, el behenato de behenilo tenía una temperatura de comienzo de reducción de 5% de 302±5°C, el tetraestearato de pentaeritrita tenía una temperatura de comienzo de reducción de 5% en peso de 356±5°C, el triestearato de glicerina tenía temperatura de comienzo de reducción de 5% de 356± 5°C y el monoestearato de glicerina tenía una temperatura de comienzo de reducción de 5% de 245± 5°C.

Estos valores medidos cambian en unos 10°C según la pureza y cristalinidad del producto. Queda ilustrado solamente que todos los compuestos anteriores tienen una temperatura de comienzo de reducción de 5% en peso de 400°C o menos.

La resina de policarbonato contiene siempre sustancias derivadas de la producción de PC (A-1) tales como monómero del material de partida y un producto modificado del mismo y un policarbonato de bajo peso molecular y sustancias derivadas de aditivos (A-2) tales como estabilizantes del calor, agente de desmoldeo y productos modificados de los mismos como sustancias que forman depósito. La relación en peso de (A-1) a (A-2) es 10:90 a 90:10, preferiblemente 15:85 a 85:15, más preferiblemente 20:80 a 80:20 basado en 100% en peso del depósito recogido.

Las sustancias que forman depósito contienen siempre ambos, (A-1) y (A-2), y la relación de (A-1) a (A-2) cambia según la composición de la resina (las cantidades de aditivos y el contenido de oligómero) y condiciones de moldeo.

Según la presente invención antes descrita, cuando un sustrato de disco óptico se va a moldear a partir de material de moldeo de resina de policarbonato, la cantidad de depósito adherido al molde metálico o al negativo estampador se reduce mucho y se puede moldear un gran número de discos de manera continua por reducción de la cantidad total de las sustancias (A) que tienen una temperatura de comienzo de reducción de 5% de 400°C o menos contenida en el material de moldeo de 1% o menos.

Los autores de la presente invención han llevado a cabo estudios de investigación sobre una mayor mejora de un material de moldeo de una resina de policarbonato que permitiera un moldeado continuo durante un tiempo prolongado y que diera un sustrato de disco óptico de alta calidad.

Es decir, cuando un disco óptico (o su sustrato), hecho de resina de policarbonato, se mantiene a alta temperatura y a alta humedad durante un largo tiempo, se pueden formar pequeñísimos puntos blancos sobre la superficie del sustrato o en el sustrato, que se hacen mucho mayores con el paso del tiempo y afectan a la fiabilidad del medio de registro. Por esta razón los autores de la presente invención han llevado a cabo estudios de investigación para

encontrar la causa de la formación de puntos blancos. La influencia ejercida por la formación de los pequeñísimos puntos blancos es más marcada en discos versátiles digitales tales como DVD-ROM, DVD-Vídeo, DVD-R y DVD-RAM que tienen una densidad de almacenamiento de información extraordinariamente más alta que la de los discos compactos normales (CD).

5

Para encontrar la causa de la formación de los pequeñísimos puntos blancos sobre el sustrato de discos, los autores de la presente invención han llevado a cabo además posteriores estudios de investigación poniendo la atención en los compuestos metálicos contenidos en una resina de policarbonato. La resina de policarbonato se produce industrialmente utilizando muchos aparatos y un equipo. O sea, que se emplean muchos aparatos y un equipo tal como tanques la materia prima, polimerizador, purificador, aparato de granulación, tanques de almacenamiento del producto y tuberías de conducción que difieren según los procesos de producción. La mayoría de los aparatos y equipo se hacen de acero inoxidable y otros materiales de acero resistentes a la corrosión. Por lo tanto la resina de policarbonato producida industrialmente contiene muchos componentes metálicos derivados del catalizador, aditivos, disolvente y materiales de aparatos y equipo utilizados en el proceso de producción en no pequeñas cantidades.

15

Según la presente invención, se ha encontrado que, para obtener suficiente fiabilidad a largo plazo para un sustrato de disco que se va a utilizar para un disco óptico de alta densidad tal como un disco de vídeo digital, el contenido de sodio o de compuesto de sodio en un material de moldeo (resina de policarbonato aromático) utilizado para moldeo del sustrato debe reducirse a 1 ppm o menos en términos de metal Na así como ha de haber una reducción de la cantidad total de sustancias que forman depósito.

20

Se ha visto que cuando el contenido de Na es mayor de 1 ppm, el número de pequeñísimos puntos blancos aumenta, causando problemas en la lectura de señales y ejerciendo una mala influencia sobre la fiabilidad.

25

Por consiguiente, según la presente invención, se proporciona un material de moldeo de resina de policarbonato para utilización óptica que contiene sustancias (A) que tienen una temperatura de comienzo de reducción de 5%, medida por análisis termogravimétrico, de 400°C o menos en una cantidad total de 1% en peso o menos y un compuesto de sodio en una cantidad de 1 ppm o menos en cuanto a sodio metal.

30

Por tanto, es deseable emplear medios de prevención de la elución o mezclado de Na lo más posible en el proceso de producción de una resina de policarbonato. Como uno de los medios, se recomienda la utilización de material de acero que tiene un pequeño contenido de Na y seleccionar un material pequeña cantidad de Na de elución. Se puede emplear también un método de eliminación del compuesto de sodio. Este medio es la filtración de precisión, lavado en agua pura que tiene una alta pureza que no contiene iones metálicos o impurezas solubles en agua, o similares.

35

Es deseable también reducir el contenido de metales del Grupo VIII distintos a Na, tales como Al, Si, Ca, Mg y Cr, como otros componentes metálicos a 1 ppm o menos.

40

El contenido del compuesto de sodio en la resina de policarbonato es, preferiblemente, 0,6 ppm o menos, preferiblemente en particular 0,5 ppm o menos en términos de sodio metálico.

45

Según la presente invención, se pueden obtener tales ventajas cuando se emplea una resina de policarbonato que contiene sustancias que forman depósitos y un compuesto de sodio en las pequeñas cantidades antes señaladas, para moldear sustratos de disco óptico, siendo la cantidad del depósito sobre el molde metálico y el negativo estampador extremadamente pequeña incluso en el caso de moldeo continuo prolongado, haciendo así posible moldear discos ópticos con alto rendimiento, y además que cuando el disco óptico obtenido (o el sustrato) se mantiene a alta temperatura y alta humedad durante largo tiempo, el número de puntos blancos formados sobre la superficie del sustrato, o en el sustrato, es extremadamente pequeño, haciendo así posible obtener un disco óptico que es capaz de retener la fiabilidad durante largo tiempo.

50

A continuación se hace una descripción de la resina de policarbonato y método de producción de la misma de la presente invención.

55

La resina de policarbonato utilizado en la presente invención se obtiene por lo general de la reacción entre un difenol y un precursor de carbonato por un método en solución o método de fusión. Entre los ejemplos típicos de difenol aquí utilizado se incluyen hidroquinona, resorcina, 4,4'-dihidroxi-difenilo, bis((4-hidroxifenil)metano, bis((4-hidroxi-3,5-dimetil)fenil)metano, 1,1-bis(4-hidroxifenil)-etano, 1,1-bis(4-hidroxifenil)-1-feniletano, 2,2-bis(4-hidroxifenil)propano (llamado bisfenol A), 2,2-bis((4-hidroxi-3-metil)fenil)propano, 2,2-bis{(4-hidroxi-3,5-dimetil)fenil}propano, 2,2-bis{(3,5-dibromo-4-hidroxi)fenil}propano, 2,2-bis{(3-isopropil-4-hidroxi)fenil}propano, 2,2-bis{(4-hidroxi-3-fenil)fenil}propano, 2,2-bis(4-hidroxifenil)butano, 2,2-bis(4-hidroxifenil)-3-metilbutano, 2,2-bis(4-hidroxifenil)-3,3-dimetilbutano, 2,4-bis(4-hidroxifenil)-2-metilbutano, 2,2-bis(4-hidroxifenil)pentano, 2,2-bis(4-hidroxifenil)-4-metilpentano, 1,1-bis(4-hidroxifenil)ciclohexano, 1,1-bis(4-hidroxifenil)-4-isopropilciclohexano, 1,1-bis(4-hidroxifenil)-3,3,5-trimetilciclohexano, 9,9-bis(4-hidroxifenil)fluoreno, 9,9-bis{(4-hidroxi-3-metil)fenil}fluoreno, α,α' -bis(4-hidroxifenil)-*o*-diisopropilbenceno, α,α' -bis(4-hidroxifenil)-*m*-diisopropilbenceno, α,α' -bis(4-hidroxifenil)-*p*-diisopropilbenceno, 1,3-bis(4-hidroxifenil)-5,7-dimetiladamantano, 4,4'-dihidroxi-difenil sulfona, 4,4'-dihidroxi-difenil sulfóxido, sulfuro de 4,4'-dihidroxi-difenilo, 4,4'-dihidroxi-difenil cetona, éter 4,4'-dihidroxi-difenílico, éster 4,4'-dihidroxi-difenílico y similares. Se pueden utilizar solos o en mezcla de dos o más.

65

ES 2 321 771 T3

De estos, son preferidos en particular homopolímeros y copolímeros obtenidos de al menos un bisfenol seleccionado del grupo consistente en bisfenol A, 2,2-bis((4-hidroxi-3-metil)fenil)propano, 2,2-bis(4-hidroxifenil)butano, 2,2-bis(4-hidroxifenil)-3-metilbutano, 2,2-bis(4-hidroxifenil)-3,3-dimetilbutano, 2,2-bis(4-hidroxifenil)-4-metilpentano, 1,1-bis(4-hidroxifenil)-3,3,5-trimetilciclohexano y α, α' -bis(4-hidroxifenil)-*m*-diisopropilbenceno y son particularmente preferidos un homopolímero de bisfenol A, y un copolímero de 1,1-bis(4-hidroxifenil)-3,3,5-trimetilciclohexano y bisfenol A, 2,2-bis((4-hidroxi-3-metil)fenil)propano ó α, α' -bis(4-hidroxifenil)-*m*-diisopropilbenceno.

Se utiliza un haluro de carbonilo, éster carbonato o haloformiato como precursor de carbonato, y ejemplos de ellos son fosgeno, carbonato de difenilo y dihaloformiatos de difenoles.

Para producir una resina de halocarbonato por reacción del anterior difenol con el precursor de carbonato por un método de polimerización interfásica o el método de polimerización de fundido, se puede utilizar un catalizador, un agente de rematado de terminales y antioxidante para el difenol y similares, si se requieren. La resina de policarbonato puede ser una resina de policarbonato ramificado que contiene un compuesto aromático polifuncional que tiene una funcionalidad de 3 o más, una resina de poli carbonato de éster que contiene un ácido dicarboxílico aromático o alifático, o una mezcla de dos o más resinas de policarbonato obtenidas.

La reacción, llevada a cabo por el método de polimerización interfásica, es por lo general una reacción entre un difenol y fosgeno en presencia de un aglutinante de ácidos y un disolvente orgánico. Entre los ejemplos de aglutinante de ácidos se incluyen hidróxidos de metal alcalino tales como hidróxido de sodio, hidróxido de potasio y compuestos de amina tales como piridina. Entre los ejemplos de disolvente orgánico se incluyen haluros de hidrocarburo tales como cloruro de metileno y clorobenceno. Se puede utilizar un catalizador tal como amina terciaria, compuesto de amonio cuaternario, o compuesto de fosfonio cuaternario, de los que son ejemplo la trietilamina, el bromuro de tetra-*n*-bitilamonio y tetra-*n*-butilfosfonio para promover la reacción. La temperatura de reacción es, generalmente, 0 a 40°C, el tiempo de reacción es de aproximadamente 10 minutos a 5 horas, y el pH durante la reacción se mantiene preferiblemente a 9 o más.

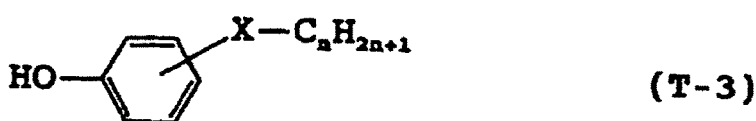
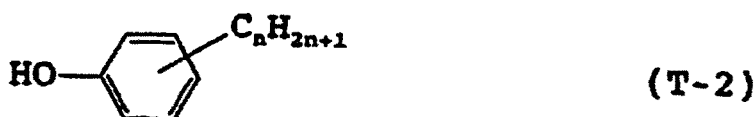
En la anterior reacción de polimerización, se emplea por lo general un agente de rematado de terminales, Se puede utilizar un fenol monofuncional como agente de rematado de terminal. El fenol monofuncional se utiliza generalmente como agente de rematado de terminales para ajustar el peso molecular y la resina de policarbonato obtenida es rematada por un grupo derivado del fenol monofuncional para que sea superior en estabilidad térmica a una resina de policarbonato cuyo terminal no está rematado. El fenol monofuncional es un fenol o un fenol sustituido con alquilo inferior cuyos ejemplos son los fenoles monofuncionales representados por la siguiente fórmula general (T-1)



donde A es un átomo de hidrógeno, un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene 1 a 9 átomos de carbono o grupo alquilo sustituido con grupo fenilo, y r es un entero de 1 a 5, preferiblemente 1 a 3.

Entre los ejemplos del fenol monofuncional se incluyen fenol, p-terc-butilfenol, p-cumilfenol e isoocilfenol.

Otros fenoles monofuncionales incluyen fenoles y cloruros de ácido benzoico que tienen un grupo alquilo de cadena larga o grupo poliéster alifático como sustituyente, y cloruros de ácido alquil carboxílico de alquilo de cadena larga. Cuando se utilizan para rematar el terminal de un copolímero de policarbonato, no solamente sirven como agente de rematado de terminal o modificador del peso molecular sino que sirven también para mejorar la fluidez de fundido de una resina, haciendo así fácil el moldeado, y tienen el efecto de mejorar las propiedades físicas del sustrato, reduciendo especialmente la absorción de agua de la resina y el efecto de suprimir la birrefringencia del sustrato. De ellos, se prefieren los fenoles que comprenden grupo alquilo de cadena larga como sustituyente y que están representados por las siguientes fórmulas generales (T-2) y (T-3)



donde X es -R-O-, -R-CO-O- ó -R-O-CO- (R es un enlace sencillo o grupo hidrocarburo alifático divalente que tiene 1 a 10 átomos de carbono, preferiblemente 1 a 5 átomos de carbono) y n es un entero de 10 a 50.

ES 2 321 771 T3

El fenol sustituido, de la fórmula general (T-2) es, preferiblemente, un fenol en el que n es un entero de, preferiblemente, 10 a 30, preferiblemente en particular 10 a 26, cuyo ejemplo es decil fenol, dodecil fenol, tetradecil fenol, hexadecil fenol, octadecil fenol, eicosil fenol, dicosil fenol y triacontil fenol.

5 El fenol sustituido de la fórmula general (T-3) es, preferiblemente, un compuesto en el que X es -R-CO-O-, R es un enlace sencillo y n es un entero de preferiblemente 10 a 30, particularmente preferiblemente 10 a 26, como es el ejemplo hidroxibenzoato de decilo, hidroxibenzoato de dodecilo, hidroxibenzoato de tetradecilo, hidroxibenzoato de hexadecilo, hidroxibenzoato de eicosilo, hidroxibenzoato de docosilo e hidroxibenzoato de triacontilo.

10 El agente de rematado terminal se introduce en una cantidad de al menos 5% en moles, preferiblemente al menos 10% en moles basado en el total de todos los terminales de la resina de policarbonato obtenida. Los anteriores agentes de rematado de terminal se pueden emplear solos o en mezcla de dos o más.

15 La reacción llevada a cabo por el método de fusión es por lo general una reacción de intercambio de éster entre un difenol y un éster carbonato que se lleva a cabo en la presencia de un gas inerte mezclando juntos el difenol y el éster carbonato bajo calentamiento y eliminación por destilación del alcohol o fenol formado. La temperatura de reacción, que cambia según el punto de ebullición o similar del alcohol o fenol formado, es por lo general 120° a 350°C. En la última etapa de la reacción, la presión del sistema de reacción se reduce a 10 a 0,1 Torr (aproximadamente 1.330 Pa a 1313 Pa) para facilitar la eliminación por destilación del alcohol o fenol formado. El tiempo de reacción es
20 generalmente de aproximadamente 1 a 4 horas.

El éster carbonato es un éster de grupo arilo, por ejemplo, que tiene 6 a 10 átomos de carbono, grupo aralquilo o grupo alquilo que tiene 1 a 4 átomos de carbono que puede estar sustituido. Entre los ejemplos del éster carbonato se incluyen carbonato de difenilo, carbonato de ditolilo, carbonato de bis(clorofenilo), carbonato de m-cresilo, carbonato
25 de dinaftilo, carbonato de bis(difenillo), carbonato de dimetilo, carbonato de dietilo, carbonato de dibutilo y similares. De éstos, se prefiere el carbonato de difenilo.

Para acelerar la velocidad de polimerización, se puede utilizar un catalizador de polimerización. Entre los ejemplos del catalizador de polimerización se incluyen compuestos de metal alcalino tales como hidróxido de sodio, hidróxido
30 de potasio, y sales de sodio y sales de potasio de difenoles; compuestos de metal alcalino-térreo tales como hidróxido de calcio, hidróxido de bario, e hidróxido de magnesio; compuestos básicos que contienen nitrógeno, tales como hidróxido de tetrametilamonio, hidróxido de tetraetilamonio, trimetilamina y trietilamina; alcóxidos de metales alcalinos y metales alcalino-térreos; sales de ácido orgánico de metales alcalinos y metales alcalino-térreos; compuestos de zinc; compuestos de boro; compuestos de aluminio; compuestos de silicio; compuestos de germanio, compuestos
35 orgánicos de estaño; compuestos de plomo; compuestos de osmio; compuestos de antimonio; compuestos de manganeso; compuestos de titanio, y compuestos de zirconio, todos los cuales se utilizan generalmente para una reacción de esterificación o reacción de intercambio de éster. Estos catalizadores se pueden utilizar solos o en combinación de dos o más. La cantidad de catalizador de polimerización es preferiblemente de 1×10^{-8} a 1×10^{-3} equivalentes, más preferiblemente 1×10^{-7} a 5×10^{-4} equivalentes basado en 1 mol del difenol como materia prima.
40

Para reducir el número de grupos terminales fenólicos en la reacción de polimerización, se añade preferiblemente un compuesto tal como carbonato de bis(clorofenilo), carbonato de bis(bromofenilo), carbonato de bis(nitrofenilo), carbonato de bis(fenilfenilo), carbonato de clorofenilfenilo, carbonato de bromo fenilfenilo, carbonato de nitrofenilfenilo, carbonato de fenilfenilo, carbonato de metoxicarbonilfenilfenilo o carbonato de etoxicarbonilfenilfenilo, en
45 la última etapa de la reacción de polimerización o después de terminar la reacción de polimerización. De estos, se prefieren carbonato de 2-clorofenilfenilo, carbonato de 2-metoxicarbonilfenilfenilo y carbonato de 2-etoxicarbonilfenilfenilo, y en particular carbonato de 2-metoxicarbonilfenilfenilo.

El peso molecular de media (M), por viscosidad, de la resina de policarbonato es preferiblemente 10.000 a 22.000, más preferiblemente 12.000 a 20.000, preferiblemente en particular 13.000 a 18.000. La resina de policarbonato que tiene el anterior peso molecular medio por viscosidad tiene suficiente resistencia como material óptico y excelente fluidez de fundido en el tiempo del moledado y está libre de distorsión de moldeado. Por lo tanto, de manera ventajosa, no hay distorsión de moldeado. El peso molecular medio por viscosidad viscosidad, tal como aquí se emplea, se obtiene por inserción de una viscosidad específica (η_{sp}) obtenida de una solución de 0,7 g de una resina de policarbonato disuelta en 100 ml de cloruro de metileno a 20°C en la siguiente expresión.
55

$$\eta_{sp}/c = [\eta] + 0,45 \times [\eta]^2 c \quad ([\eta] \text{ es la viscosidad intrínseca})$$

$$[\eta] = 1,23 \times 10^{-4} M^{0,83}$$

$$c = 0,7$$

60 Se prefiere que las impurezas y materia extraña, tal como componentes de bajo peso molecular y componentes sin reaccionar sean separados por filtración de la resina de policarbonato en el estado de solución después de que se produce, por el anterior método utilizado comúnmente conocido convencionalmente (tal como polimerización interfacial o polimerización de fundido) o lavando un material de partida granular después de la granulación (el disolvente ha sido separado) con un disolvente pobre tal como acetona, bajo calentamiento. En la etapa de extrusión (etapa de obtención de aglomerados) para obtener un aglomerado de la resina de policarbonato para el moldeo por inyección, la materia

ES 2 321 771 T3

extraña se elimina preferiblemente haciendo pasar la resina de policarbonato a través de un filtro de metal sinterizado que tiene una precisión de filtración de 10 μm mientras está fundido. Se añade preferiblemente un aditivo tal como un antioxidante basado en fósforo si se requiere. En cualquier caso, es necesario reducir las cantidades de materia extraña, impurezas y disolvente lo más posible para una resina tal como un material de partida antes del moldeo por inyección.

5 La máquina de moldeo por inyección (que incluye una máquina de moldeo de inyección de compresión) se emplea para producir un sustrato de disco óptico de la resina de policarbonato anterior. Se puede emplear la máquina de moldeo por inyección utilizada generalmente, pero se prefiere una máquina que incluye cilindros y tornillos hechos de un material que tiene una baja adherencia a resinas, tiene resistencia a la corrosión y resistencia a la abrasión para suprimir la formación de un carburo y mejorar la fiabilidad del sustrato de disco. Como condiciones de moldeo de inyección, la temperatura del cilindro es preferiblemente 300 a 400°C y la temperatura del molde es, preferiblemente, 50 a 140°C, con lo que se puede obtener un sustrato de disco óptico que es ópticamente excelente. El entorno de la etapa de moldeo estará lo más limpio posible teniendo en consideración el objeto de la presente invención. Es importante también eliminar el agua por secado del material que se va a moldear, de una forma completa, y eliminar su residencia que podría causar descomposición de la resina fundida.

El sustrato de disco óptico así moldeado se emplea como sustrato para un disco óptico de alta densidad cuyos ejemplos son discos compactos (abreviadamente CD de aquí en adelante), CD-R, MO, MD-MO y además discos de vídeo digitales (que pueden citarse abreviados como DVD en adelante), DVD-ROM, DVD-vídeo, DVD-R y DVD-RAM.

Ejemplos

Los siguientes ejemplos se dan con el propósito de ilustrar la presente invención pero no son en modo alguno limitativos de la misma. Las evaluaciones se hicieron según los siguientes métodos.

(a) *Ensayo de la medida de adherencia*

Se insertó un molde metálico de CD en la máquina de moldeo por inyección DISK3 M III de Sumitomo Heavy Industries, Ltd., se insertó un negativo estampador de CD, con hoyo, en este molde metálico, se inyectó un material de moldeo en la tolva de la máquina de moldeo automáticamente, y se moldearon de manera continua 10.000 sustratos de disco óptico que tenían un diámetro de 120 mm y de un espesor de 1,2 mm a una temperatura de cilindros de 340°C, una temperatura del molde de 70°C, una velocidad de inyección de 100 mm/segundo y una presión de mantenimiento de 40 kgf/cm². Se inserta asimismo un molde metálico de DVD en una máquina de moldeo similar, se inserta un negativo estampador de DVD de níquel que incluye información tal como una señal de dirección en el molde metálico y se moldean de manera continua 10.000 sustratos de disco óptico que tienen un diámetro de 120 mm y un espesor de 0,6 mm a una temperatura del cilindro de 380°C, una temperatura del molde de 115°C, una velocidad de inyección de 300 mm/segundo y una presión de mantenimiento de 40 kgf/cm².

Después se moldean 10.000 sustratos de disco óptico de manera continua, se extrae el depósito sobre el negativo estampador y se seca solidificado con cloroformo para medir la cantidad del depósito.

Se evalúa la cantidad del depósito según los siguientes criterios.

45 *Criterios de evaluación*

A: 1 a 7 mg de depósito después de moldeo de 10.000 sustratos

B: 8 a 15 mg de depósito después de moldeo de 10.000 sustratos

50 C: 16 mg o más de depósito después del moldeo de 10.000 sustratos

D: el depósito se transfiere a sustratos antes del moldeo de 10.000 sustratos

55 (b) *Determinación cuantitativa de sustratos derivados de la producción de PC*

El contenido total de las sustancias según la reivindicación 1 derivadas de la producción de policarbonato (PC), tal como un policarbonato de bajo peso molecular, materia prima del policarbonato, agente de rematado de terminales y producto modificado del mismo se obtiene de las áreas de los picos de las sustancias del diagrama de la muestra de policarbonato obtenida y el depósito empleando sistema GPC (relleno de columna: gel TSK G2000HXL + 3000HXL de TOSOH Corporation) de Waters Co, Ltd.

(c) *Determinación cuantitativa de sustancias derivadas de aditivos*

65 El contenido total de sustancias derivadas de aditivos se obtiene de la línea de calibrado de sustancias derivadas de aditivos contenidos en el depósito empleando el aparato de RMN UNITY300 de Varian Co., Ltd. (300 MHz).

ES 2 321 771 T3

(d) Cantidad de Na

El contenido de Na metal se obtiene empleando análisis de espectros de emisión de plasma conectado inductivamente.

(e) El número de puntos blancos después de tratamiento con calor húmedo

Para comprobar la formación de puntos blancos cuando se deja un disco en una atmósfera extrema durante un largo tiempo, el disco se mantiene en un termo-higrostat a una temperatura de 80°C y una humedad relativa de 85% durante 1.000 horas y se cuenta el número de puntos blancos de un tamaño de 20 μm o más utilizando un microscopio de polarización. Esto se lleva a cabo sobre 25 substratos de CD (diámetro de 120 mm, 1,2 mm de espesor) y 25 substratos de DVD (diámetro de 120 mm, espesor de 0,6 mm) para obtener un valor medio que se toma como número de puntos blancos.

Ejemplo 1

Se inyectaron 219,4 partes de agua de intercambio de iones y 40,2 partes de una solución acuosa al 48% de hidróxido de sodio en un reactor equipado con termómetro, agitador y refrigerante de reflujo. Se disolvieron 57,5 partes (0,252 moles) de 2,2-bis(4-hidroxifenil)propano y se disolvieron 0,12 partes de hidrosulfito en esta solución, se añadieron 181 partes de cloruro de metileno y se insuflaron 28,3 partes de fosgeno en la solución resultante a 15 a 25°C, bajo agitación, a lo largo de 40 minutos. Después de insuflar fosgeno, se añadieron 7,2 partes de una solución acuosa al 48% de hidróxido de sodio y 2,42 partes de p-terc-butilfenol, se agitó y se emulsionó, se añadió 0,06 parte de trietilamina y se agitó entre 28 y 33°C durante 1 hora para completar la reacción. Después de acabada la reacción se diluyó el producto de reacción con cloruro de metileno, se lavó con agua, se aciduló con ácido clorhídrico y se volvió a lavar con agua. Cuando la conductividad de la fase acuosa se hace casi igual a la del agua de intercambio de iones, la solución de policarbonato se añade gota a gota a agua caliente en una amasadora que incluye una cámara de sellado que tiene un portillo de extracción del material extraño en su unidad de apoyo, para producir una resina de policarbonato en copos mientras se elimina el cloruro de metileno por destilación. Se trituró después esta resina de policarbonato en copos que contenía agua y se secó para obtener un polvo que tenía un peso molecular de media de viscosidad de 15.000. Se añadieron un estabilizador de calor y un agente de desmoldeo al polvo como aditivos en las cantidades mostradas en la Tabla 1 y se amasaron juntos los fundidos a una temperatura del cilindro de 240°C por una extrusora de doble tornillo y con escape (KTX-46 de Kobe Steel, Ltd.) bajo desgasificación para obtener el aglomerado mostrado en el Ejemplo 1. El contenido total de sustancias derivadas de la producción de PC en este aglomerado se muestra en la Tabla 2.

El aglomerado se utilizó para moldear 10.000 substratos de CD para medir el peso y relación de composición de los depósitos del negativo estampador. Los resultados se muestran en la Tabla 2.

Ejemplo 2

Se produjo un aglomerado que tenía la composición mostrada en la Tabla 1, de la misma manera que en el Ejemplo 1. El contenido total de las sustancias derivadas de la producción de PC en este aglomerado se muestra en la Tabla 2.

El aglomerado se utilizó para moldear 10.000 substratos de DVD para medir el peso y relación de composición de depósitos sobre el negativo estampador. Los resultados se muestran en la Tabla 2.

Ejemplo 3

Se produjo un aglomerado que tiene la composición mostrada en la Tabla 1 de la misma manera que en el Ejemplo 1 excepto en que se añadieron 10 litros de acetona por kilogramo del polvo de policarbonato obtenido en el Ejemplo 1, se agitó a temperatura ambiente durante 2 horas, se filtró y secó al vacío para obtener un policarbonato purificado. El contenido total de las sustancias derivadas de la producción de PC en este aglomerado se muestra en la Tabla 2. Después, se moldearon 10.000 substratos de CD de la misma manera que en el Ejemplo 1 para evaluar un depósito. Los resultados se muestran en la Tabla 2.

Ejemplo 4

Se obtuvo un polvo de policarbonato purificado de la misma manera que en el Ejemplo 3 para producir un aglomerado de la misma manera que en el Ejemplo 1 utilizando el polvo en la cantidad mostrada en la Tabla 1. El contenido total de sustancias derivadas de la producción del PC en este aglomerado se muestra en la Tabla 2.

Los substratos de DVD se moldearon utilizando este aglomerado de la misma manera que en el Ejemplo 2 y se evaluaron. Los resultados se muestran en la Tabla 2.

Ejemplo 5

Se produjo un aglomerado que tenía la composición mostrada en la Tabla 1 de la misma manera que en el Ejemplo 1 excepto en que se añadieron 2.72 partes de p-terc-butilfenol para obtener un polvo con un peso molecular medio de

ES 2 321 771 T3

viscosidad de 14.000. El contenido total de sustancias derivadas de producción de PC en este aglomerado se muestra en la Tabla 2. Los substratos de CD se moldearon de la misma manera que en el Ejemplo 1 y se evaluaron. Los resultados se muestran en la Tabla 2.

5 Ejemplo 6

Se inyectaron 50,2 partes (0,22 moles) de 2,2-bis(4-hidroxifenil)propano, 49,2 (0,23 moles) de carbonato de difenilo (de Bayer AG) y 0,000005 parte de hidróxido de sodio y 0,0016 parte de hidróxido de tetrametilamonio, como catalizadores, en un reactor equipado con agitador y columna de fraccionamiento y el interior del reactor se sustituyó con nitrógeno. La mezcla se disolvió por calentamiento a 200°C bajo agitación. Después, se eliminó por destilación la mayor parte del fenol formado, a presión reducida de 30 Torr (aproximadamente 4.000 Pa) bajo calentamiento 1 hora y se llevó a cabo una reacción de polimerización elevando más la temperatura a 270°C a presión reducida de 1 Torr (133 Pa) durante 2 horas, y se añadió después 0,51 partes de carbonato de 2-metoxicarbonilfenilfenilo como agente de rematado de terminales. Se llevó a cabo entonces una reacción de rematado de terminales a 270°C y 1 Torr (133 Pa) o menos durante 5 minutos. Se añadió 0,00051 parte (4×10^{-5} moles/1 mol de bisfenol) de dodecibenceno sulfonato de tetrabutilfosfonio como agente de neutralización para continuar la reacción a 270°C y 10 Torr (aproximadamente 1,330 Pa), o menos, durante 10 minutos, para obtener un polímero que tiene un peso molecular de media por viscosidad de 15.100. Se introdujo este polímero en la extrusora empleando una bomba de engranajes. Se añadieron un estabilizador de calor y un agente de desmoldeo como aditivos antes de la extrusora en las cantidades mostradas en la Tabla 1 para obtener el aglomerado mostrado en el Ejemplo 6.

El contenido total de sustancias derivadas de la producción de PC en el aglomerado obtenido se muestra en la Tabla 2. Los substratos de CD se moldearon de la misma manera que en el Ejemplo 1 y se evaluaron. Los resultados se muestran en la Tabla 2.

25 Ejemplo Comparativo 1

Se produjo un polvo de la misma manera que en el Ejemplo 1, excepto en que la reacción se terminó al cabo de 2 horas de agitación sin adición de trietilamina y se lavó solamente con agua. A este polvo, se le añadieron los aditivos mostrados en la Tabla 1 para obtener el aglomerado mostrado en el Ejemplo Comparativo 1 de la misma manera que en el Ejemplo 1. El contenido total de sustancias derivadas de la producción del PC en este aglomerado se muestra en la Tabla 2. Los substratos de CD se moldearon de la misma manera que en el Ejemplo 1 y se evaluaron. Los resultados se muestran en la Tabla 2.

35 Ejemplo Comparativo 2

Se produjo un aglomerado de la misma manera que en el Ejemplo Comparativo 1 excepto en que se añadieron un estabilizante del calor y un agente de desmoldeo como aditivos en las cantidades mostradas en la Tabla 1. El contenido total de sustancias derivadas de la producción del PC en este aglomerado se muestra en la Tabla 2. Se moldearon los substratos DVD de la misma manera que en el Ejemplo 2 y se evaluaron. Los resultados se muestran en la Tabla 2.

Ejemplo Comparativo 3

Se obtuvo un polvo de policarbonato de la misma manera que la del Ejemplo 5 y se añadieron aditivos a este polvo en las cantidades mostradas en la Tabla 1 para producir un aglomerado de la misma manera que en el Ejemplo 1. El contenido total de sustancias derivadas de la producción de PC en este aglomerado se muestra en la Tabla 2. Se moldearon substratos de CD de la misma manera que en el Ejemplo 1 y se evaluaron. Los resultados se muestran en la Tabla 2.

Se llevaron a cabo los siguientes experimentos para encontrar la relación entre el contenido de Na y la formación de puntos blancos después del tratamiento con calor.

Ejemplo 7

Se obtuvo un polvo de policarbonato de la misma manera que en el Ejemplo 1 y se añadieron aditivos a este polvo en las cantidades mostradas en la Tabla 3 para producir un aglomerado de la misma manera que en el Ejemplo 1. El contenido total de las sustancias derivadas de la producción del PC y el contenido de Na en este aglomerado se muestra en la Tabla 4. Los substratos de CD se moldearon de la misma manera que en el Ejemplo 1 y se determinó el número de puntos blancos después del tratamiento con calor húmedo de cada substrato de CD y se evaluó. Los resultados se muestran en la Tabla 4.

Ejemplo 8

Se obtuvo un polvo de policarbonato de la misma manera que en el Ejemplo 1 y se añadieron aditivos a este polvo en las cantidades mostradas en la Tabla 3 para producir un aglomerado de la misma manera que en el Ejemplo 1. El contenido total de sustancias derivadas de la producción y el contenido de Na en este aglomerado se muestran en la Tabla 4. Se moldearon los substratos de DVD de la misma manera que en el Ejemplo 2 y se midieron el peso y la relación de composición de los depósitos sobre el negativo estampador. Se midió además el número de puntos

ES 2 321 771 T3

blancos después del tratamiento con calor húmedo de cada sustrato de DVD moldeados a partir de este material. Los resultados se muestran en la Tabla 4.

Ejemplo 9

5 Se obtuvo un polvo de policarbonato purificado de la misma manera que en el Ejemplo 3 y se produjo un aglomerado de la misma manera que en el Ejemplo 1 utilizando el polvo en la cantidad mostrada en la Tabla 3. En la Tabla 4 se muestran el contenido total de sustancias derivadas de la producción de PC y el contenido de Na en este aglomerado. Los sustratos de CD se moldearon utilizando este aglomerado de la misma manera que en el Ejemplo 1 y se evaluaron. Los resultados se muestran en la Tabla 4.

Ejemplo 10

15 Se obtuvo un polvo de policarbonato purificado de la misma manera que en el Ejemplo 3 y se produjo un aglomerado de la misma manera que en el Ejemplo 1 utilizando el polvo en la cantidad mostrada en la Tabla 3. El contenido total de sustancia derivada de la producción de PC y el contenido de Na de este aglomerado se muestra en la Tabla 4. Se moldearon sustratos de DVD de la misma manera que en el Ejemplo 2 utilizando este aglomerado y se evaluaron. Los resultados se muestran en la Tabla 4.

Ejemplo 11

20 Se obtuvo un polvo de policarbonato de la misma manera que en el Ejemplo 5 y se produjo un aglomerado de la misma manera que en el Ejemplo 1 utilizando el polvo en la cantidad mostrada en la Tabla 3. El contenido total de sustancias derivadas de la producción de PC y el contenido de Na de este aglomerado se muestran en la Tabla 4. Los sustratos de CD se moldearon de la misma manera que en el Ejemplo 1 utilizando este aglomerado y se evaluaron. Los resultados se muestran en la Tabla 4.

Ejemplo 12

30 Se obtuvo un polvo de policarbonato purificado de la misma manera que la del Ejemplo 6 y se produjo un aglomerado de la misma manera que la del Ejemplo 1 utilizando el polvo en la cantidad mostrada en la Tabla 3. El contenido total de sustancias derivadas de la producción de PC y el contenido de Na en este aglomerado se muestran en la Tabla 4. Se moldearon los sustratos de CD de la misma manera que en el Ejemplo 1 empleando este aglomerado y se evaluaron. Los resultados se muestran en la Tabla 4.

Ejemplo Comparativo 4

35 Se obtuvo un polvo de policarbonato de la misma manera que en el Ejemplo Comparativo 1 y se produjo un aglomerado de la misma manera que en el Ejemplo 1 empleando el polvo en la cantidad mostrada en la Tabla 3. El contenido total de sustancias derivadas de producción de PC y el contenido de Na en este aglomerado se muestran en la Tabla 4. Los sustratos de CD se moldearon de la misma manera que en el Ejemplo 1 empleando este aglomerado y se evaluaron. Los resultados se muestran en la Tabla 4.

Ejemplo Comparativo 5

45 Se obtuvo un polvo de policarbonato de la misma manera que el Ejemplo Comparativo 1 y se produjo un aglomerado de la misma manera que en el Ejemplo 1 utilizando el polvo en la cantidad mostrada en la Tabla 3. El contenido total de sustancias derivadas de producción de PC y el contenido total de Na de este aglomerado se muestran en la Tabla 4. Los resultados se muestran en la Tabla 4. Se obtuvo un polvo de policarbonato purificado de la misma manera que en el Ejemplo 5 y se produjo un aglomerado de la misma manera que en el Ejemplo 1 utilizando el polvo en la cantidad mostrada en la Tabla 3. El contenido total de sustancias derivadas de la producción del PC y el contenido de Na en este aglomerado se muestran en la Tabla 4. Los sustratos de CD se moldearon de la misma manera que en el Ejemplo 1 utilizando este aglomerado y se evaluaron. Los resultados se muestran en la Tabla 4.

Ejemplo Comparativo 6

55 Se obtuvo un polvo de policarbonato de la misma manera que la del Ejemplo 1 y se añadieron los aditivos a este polvo en las cantidades mostradas en la Tabla 3 para producir un aglomerado de la misma manera que la del Ejemplo 1. En la Tabla 4 se muestran el contenido total de sustancias derivadas de la producción de PC y el contenido de Na en este aglomerado. Los sustratos de CD se moldearon de la misma manera que la del Ejemplo 1 y se evaluaron. Los resultados se muestran en la Tabla 4.

65 De estos resultados se deduce claramente que es necesario reducir la cantidad total de sustancias que tienen una temperatura de comienzo de la reducción de peso del 5%, medida por análisis termogravimétrico, de 400°C o menos y que está contenida en un material de moldeo de resina de policarbonato para uso óptico que se utiliza para moldear sustratos a 1% en peso o menos, para obtener sustratos de disco óptico de alta densidad que retengan fiabilidad a largo plazo de manera económica y eficaz y es deseable reducir el contenido de Na en el anterior material de moldeo de resina de policarbonato a 1 ppm o menos.

ES 2 321 771 T3

TABLA 1

	Ejemplo 1	Ejemplo 2	Ejemplo 3	Ejemplo 4	Ejemplo 5
5 Fosfato de trimetilo	0,005			0,005	
Acido fosforoso					
10 Fosfito de tris-nonol-fenilo	0,003			0,003	
15 Fosfito de tris-(2,4-di-t-butilfenilo)			0,010		0,005
Difosfonito de (2.4-di-t-butilfenil)-4,4-bifenileno		0,003			
20 Monoestearato de glicerina	0,045	0,030	0,080	0,045	0,025
25 Tetraestearato de pentaeritrita					
Total (% en peso)	0,048	0,033	0,090	0,048	0,030

TABLA 1 (continuación)

	Ejemplo 6	Ej. C. 1	Ej. C. 2	Ej. C. 3
40 Fosfato de trimetilo				0,005
Acido fosforoso			0,002	
45 Fosfito de tris-nonol-fenilo				0,003
Fosfito de tris-(2,4-di-t-butilfenilo)	0,005	0,010		
50 Difosfonito de (2.4-di-t-butilfenil)-4,4-bifenileno			0,010	
55 Monoestearato de glicerina	0,025	0,080		0,150
Tetraestearato de pentaeritrita			0,080	
60 Total (% en peso)	0,030	0,090	0,092	0,153

Ej. = Ejemplo Ej. C = Ejemplo comparativo

ES 2 321 771 T3

TABLA 2

	Ejemplo 1	Ejemplo 2	Ejemplo 3	Ejemplo 4	Ejemplo 5
Mv	15.000	15.000	15.000	15-000	14.000
(A) Substancias derivadas de la producción de PC (% en peso)	0,520	0,510	0.260	0,220	0,860
(b) Substancias derivadas de aditivos (% en peso)	0,048	0.033	0,090	0,048	0,030
Total (% en peso)	0,568	0,543	0,350	0,268	0,890
Producto moldeado	CD	DVD	CD	DVD	CD
Evaluación de depósito	B	B	A	A	B
Relación de (A) a (B)	32,68	46,54	25:75	30:70	48:52

TABLA 2 (continuación)

	Ejemplo 6	Ej. C. 1	Ej. C. 2	Ej. C. 3
Mv	15.000	15.000	15.000	14-000
(A) Substancias derivadas de la producción de PC (% en peso)	0,410	0,200	1,220	0,910
(b) Substancias derivadas de aditivos (% en peso)	0,030	0.090	0,092	0,153
Total (% en peso)	0,440	1,290	1,312	1,063
Producto moldeado	CD	CD	DVD	CD
Evaluación de depósito	A	C	C	D
Relación de (A) a (B)	40:60	39:61	42:58	20:80

Ej. : Ejemplo Ej. C = Ejemplo Comparativo

ES 2 321 771 T3

TABLA 3

	Ejemplo 7	Ejemplo 8	Ejemplo 9	Ejemplo 10	Ejemplo 11
5	Acido fosforoso	0,001			
10	Fosfito de tris-nonil-fenilo		0,005		0,003
15	Fosfito de tris-(2,4-di-t-butilfenilo)	0,005		0,003	0,002
20	Difosfonito de (2.4-di-t-butilfenil)-4,4'-bifenileno			0,003	
25	Monoestearato de glicerina	0,050	0,040	0,030	
	Tetraestearato de pentaeritrita			0,030	0,010
	Total (% en peso)	0,056	0,045	0,033	0,015

TABLA 3 (continuación)

	Ejemplo 12	Ej. C. 4	Ej, C. 5	Ej. C. 6
35	Acido fosforoso			
40	Fosfito de tris-nonil-fenilo		0,004	
45	Fosfito de tris-(2,4-di-t-butilfenilo)		0,003	
50	Difosfonito de (2.4-di-t-butilfenil)-4,4'-bifenileno	0,005		0,005
55	Monoestearato de glicerina		0.200	
	Tetraestearato de pentaeritrita	0,020	0,040	0,030
	Total (% en peso)	0,025	0,045	0,035

Ej. = Ejemplo Ej. C. Ejemplo comparativo

ES 2 321 771 T3

TABLA 4

	Ejemplo 7	Ejemplo 8	Ejemplo 9	Ej. 10	Ej. 11	
5	Mv	15.100	15.000	15.200	14.300	
10	(A) Substancias derivadas de la producción de PC (% en peso)	0,56	0,54	0,23	0,20	0,85
15	(b) Substancias derivadas de aditivos (% en peso)	0,056	0,045	0,033	0,033	0,015
	Total (% en peso)	0,616	0,585	0,263	0,233	0,865
20	Producto moldeado	CD	DVD	CD	DVD	CD
	Evaluación de depósito	A	B	A	A	B
25	Relación de depósitos (A) a (B)	28,72	35,65	24:76	31:69	46:54
	Contenido de Na	0,3	0,4	0,3	0,1	0,5
30	Número de puntos blancos	0,0	0,6	0,3	0,1	0,4

TABLA 4 (continuación)

	Ejemplo 12	Rj. C. 4	Ej. C. 5	Ej. C. 6	
40	Mv	15.100	15.200	14.300	15.100
45	(A) Substancias derivadas de la producción de PC (% en peso)	0,42	1,22	0,85	0,55
50	(b) Substancias derivadas de aditivos (% en peso)	0,025	0,045	0,204	0,035
	Total (% en peso)	0,445	1,265	1,054	0,585
	Producto moldeado	CD	CD	CD	CD
55	Evaluación de depósito	A	C	D	A
60	Relación de depósitos (A) a (B)	50:50	35:45	14:86	33:67
	Contenido de Na	0,3	0,3	0,2	2,3
65	Número de puntos blancos	0,2	0,5	0,3	6,5

Ej. = Ejemplo Ej. C. Ejemplo comparativo

ES 2 321 771 T3

El material de moldeo según la presente invención, permite reducir la cantidad de depósito, mejorar la productividad continua y obtener un sustrato que puede retener una alta fiabilidad durante largo tiempo por reducción del contenido total de sustancias que tienen una temperatura de comienzo de reducción de peso de 5%, medida por análisis termogravimétrico, de 400°C o menos a 1% en peso o menos en el material de moldeo y por reducción preferiblemente del contenido de Na a 1 ppm o menos en el material de moldeo. El efecto así obtenido es excepcional.

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

ES 2 321 771 T3

REIVINDICACIONES

- 5 1. Un material de moldeo de resina de policarbonato para uso óptico que contiene sustancias (A) que tienen una temperatura de comienzo de reducción de 5% en peso, medida por análisis termogravimétrico, de 400°C o menos a una cantidad total de 1% en peso o menos.
2. El material de moldeo de resina de policarbonato según la reivindicación 1, donde la cantidad total de las sustancias (A) es 0,5% en peso o menos.
- 10 3. El material de moldeo de la resina de policarbonato según la reivindicación 1 que tiene un peso molecular de media por viscosidad de 10.000 a 22.000.
4. Un sustrato de disco óptico formado a partir de material de moldeo de resina de policarbonato para utilizarlo según la reivindicación 1.
- 15 5. El sustrato de disco óptico según la reivindicación 4 que se emplea para discos versátiles digitales.
6. Un material de moldeo de resina de polixarbonato para uso óptico que contiene sustancias (A) que tiene una temperatura de comienzo de reducción del 5% en peso, medida por análisis gravimétrico, de 400°C o menos a una cantidad total de 1% o menos y un compuesto de sodio en una cantidad de 1 ppm o menos y un compuesto de sodio en una cantidad de 1 ppm o menos en términos de sodio metal.
- 20 7. El material de moldeo de resina de policarbonato para uso óptico según la reivindicación 6, donde la cantidad total de las sustancias (A) es igual a 0,5% en peso o menos.
8. El material de moldeo de resina de policarbonato para uso óptico según la reivindicación 6, donde la cantidad del compuesto de sodio es 0,6 ppm o menos en términos de sodio metal.
- 30 9. El material de moldeo de resina de policarbonato para uso óptico de la reivindicación 6 que tiene un peso molecular de media por viscosidad de 10.000 a 22.000.
10. Un sustrato de disco óptico formado por el material de moldeo de resina de policarbonato para uso óptico según la reivindicación 6.
- 35 11. El sustrato de disco óptico según la reivindicación 10 que se utiliza para discos versátiles digitales.
12. Utilización de un material de moldeo de resina de policarbonato según la reivindicación 1 para un sustrato de disco óptico.
- 40 13. Utilización del material de moldeo de resina de policarbonato según la reivindicación 6 para un sustrato de disco óptico.

45

50

55

60

65