

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum
Internationales Büro



PCT

(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
13. Juli 2006 (13.07.2006)

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 2006/072352 A1

(51) Internationale Patentklassifikation:
G02B 1/04 (2006.01) **GIIB 7/253** (2006.01)

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP2005/013222

(22) Internationales Anmeldedatum:
9. Dezember 2005 (09.12.2005)

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:
10 2004 061 753.8
22. Dezember 2004 (22.12.2004) DE

(71) Anmelder (*für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von US*): **BAYER MATERIALSCIENCE AG** [DE/DE];
51368 Leverkusen (DE).

(72) Erfinder; und

(75) Erfinder/Anmelder (*nur für US*): **HAESE, Wilfried** [DE/DE]; Osenauer Strasse 32, 51519 Odenthal (DE).
REITZE, Burkhard [DE/DE]; Auf der Höhe 71, 51429 Bergisch Gladbach (DE). **MEYER, Alexander** [DE/DE]; Uhlandstr. 36, 40237 Düsseldorf (DE). **PREIN, Michael** [DE/DE]; Heinrich-Klausmann-Str. 1, 47809 Krefeld (DE). **BRUDER, Friedrich-Karl** [DE/DE]; En de Siep 34, 47800 Krefeld (DE). **ROPPEL, Michael** [DE/DE];

Hauptstr. 121, 51399 Burscheid (DE). **VOETZ, Matthias** [DE/DE]; An der Flora 25, 50735 Köln (DE). **RÜHLE, Dieter** [DE/DE]; Im Kerberich 29b, 51519 Odenthal (DE).

(74) Gemeinsamer Vertreter: **BAYER MATERIALSCIENCE AG**; Law and Patents, Patents and Licensing, 51368 Leverkusen (DE).

(81) Bestimmungsstaaten (*soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare nationale Schutzrechtsart*): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, LY, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

(84) Bestimmungsstaaten (*soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare regionale Schutzrechtsart*): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasisches (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

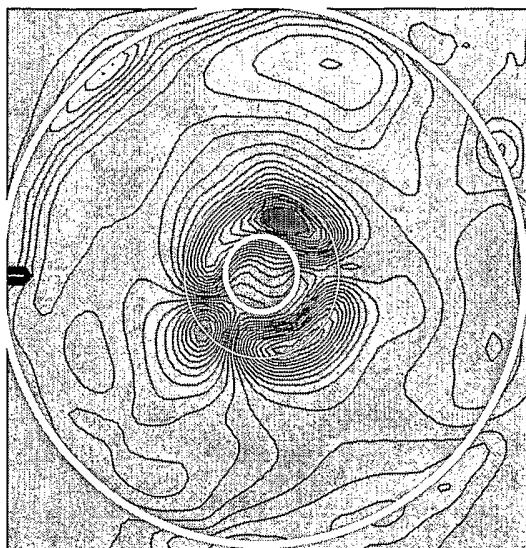
Veröffentlicht:

— mit internationalem Recherchenbericht

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

(54) Title: SUBSTRATE MATERIALS FOR TRANSPARENT INJECTION MOULDED PIECES

(54) Bezeichnung: SUBSTRATMATERIALIEN FÜR TRANSPARENTE SPRITZGUSSTEILE



(57) Abstract: The invention relates to a substrate material, characterised in that a charged region on the surface of the corresponding moulding piece with voltages of -1.5 to +1.5 kV, the proportion of the total surface of which is between 95 and 100 %, charged regions with voltages of -1.5 to -2.5 or +1.5 to +2.5, the proportion of which is 0 to 5 % and charged regions of <-2.5 kV or >+2.5 kV, the proportion of which is up to 1 % of the total surface of the disc are provided, whereby the potential measurement is achieved by means of a Monroe probe at a distance of 3.5 mm from the substrate surface, the scanning region measures 12 cm in both the X- and Y-direction and potentials are measured at each 2 mm in the X- and in the Y-direction.

(57) Zusammenfassung: Substratmaterial, dadurch gekennzeichnet, dass an der Oberfläche eines entsprechenden Formteils Potenzialbereiche mit Ladungen von -1.5 bis +1.5 kV vorhanden sind, deren Anteil an der Gesamtfläche zwischen 95 und 100% beträgt, und Potenzialbereiche zwischen -1.5 und -2.5 bzw. +1.5 bis +2.5 vorhanden sind, deren Anteil 0 bis 5% beträgt, und Potenzialbereiche <-2.5 kV bzw. >+2.5 kV vorhanden sind, deren Anteil bis zu 1% der Gesamtoberfläche der Disk beträgt, wobei die Potenzialmessung mittels einer Monroe-Sonde im Abstand von 3.5 mm von der Substratoberfläche erfolgt und der Abtastbereich jeweils 12 cm in X- und Y-Richtung beträgt und Potenzial in Schritten von jeweils 2 mm in X- und in Y-Richtung gemessen wird.

WO 2006/072352 A1



Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes und der anderen Abkürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Codes and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der PCT-Gazette verwiesen.

Substratmaterialien für transparente Spritzgussteile

Gegenstand der Erfindung sind Polycarbonate als Substratmaterial zur Herstellung transparenter Spritzgussteile, insbesondere zur Herstellung von zu beschichtenden Spritzgussteilen sowie Formteile erhältlich aus den erfindungsgemäßen Polycarbonaten. Formteile können z.B. transparente

- 5 Platten, Linsen, optische Speichermedien bzw. Träger für optische Speichermedien oder auch Artikel aus dem Bereich des Automotive Glazings wie z.B. Streulichtscheiben sein. Gegenstand der Erfindung sind insbesondere optische Speichermedien bzw. Träger für optische Speichermedien wie z.B. beschreibbare optische Datenspeicher, welche gute Beschichtbarkeit und Benetzungsfähigkeit aufweisen und z.B. für die Auftragung von Farbstoffen aus Lösung insbesondere
10 aus unpolaren Medien geeignet sind. Zudem weisen die optischen Spritzgussteile aus den erfindungsgemäßen Polycarbonaten eine geringere Verschmutzungsneigung auf.

Transparente Spritzgussteile sind vor allem im Bereich des Glazings und der Speichermedien von Bedeutung.

- Optische Datenaufzeichnungsmaterialien werden zunehmend als variables Aufzeichnungs-
15 und/oder Archivierungsmedium für große Datenmengen verwendet. Beispiele für diese Art von optischen Datenspeichern sind CD, Super- Audio-CD, CD -R, CD -RW, DVD, DVD – R, DVD+R, DVD – RW, DVD+RW und BD.

- Transparente thermoplastische Kunststoffe wie zum Beispiel Polycarbonat, Polymethylmethacrylat und chemische Modifikationen hiervon werden typischerweise für optische Speichermedien eingesetzt. Polycarbonat als Substratmaterial eignet sich insbesondere für einmal beschreibbare und mehrfach auslesbare sowie auch für mehrfach beschreibbare optische Disks sowie für die Herstellung von Formteilen aus dem Bereich des Automotive Glazings, wie z.B. von Streulichtscheiben.
20 Dieser thermoplastische Kunststoff verfügt über eine ausgezeichnete mechanische Stabilität, ist wenig anfällig gegenüber Dimensionsveränderungen und zeichnet sich durch eine hohe Transparenz und Schlagzähigkeit aus.

Gemäß DE-A 2 119 799 erfolgt die Herstellung von Polycarbonaten unter Beteiligung phenolischer Endgruppen, nach dem Phasengrenzflächenverfahren wie auch dem Verfahren in homogener Phase.

- Polycarbonat, hergestellt nach dem Phasengrenzflächenprozess, kann für die Herstellung von optischen Datenspeichern der oben beschriebenen Formate wie z.B. für Compact Disks (CD) oder Digital Versatile Disks (DVD) verwendet werden. Diese Disks haben oft die Eigenschaft während ihrer Herstellung im Spritzgussverfahren ein hohes elektrisches Feld aufzubauen. Diese hohe Feld-

stärke auf dem Substrat führt während der Herstellung der optischen Datenspeicher, z.B. zur Anziehung von Staub aus der Umgebung, bzw. zum Verkleben der Spritzgussartikel wie z.B. der Disks untereinander, was die Qualität der fertigen Spritzgussartikel mindert und das Spritzgussverfahren erschwert.

- 5 Es ist ferner bekannt, dass die elektrostatische Aufladung insbesondere von Disk\$ (für optische Datenträger) zu einer mangelnden Benetzbarekeit vor allem mit unpolaren Medien, wie z.B. einem unpolaren Farbstoff oder einem Farbstoffauftrag aus Lösungsmitteln, wie z.B. Dibutylether, Ethylcyclohexan, Tetrafluorpropanol, Cyclohexan, Methylcyclohexan oder Octafluorpropanol, führt. So verursacht ein hohes elektrisches Feld an der Oberfläche des Substrates während des Farbstoffauftrags bei beschreibbaren Datenspeichern zum Beispiel eine unregelmäßige Beschichtung mit Farbstoff und führt damit zu Defekten in der Informationsschicht.
- 10

Das Maß der elektrostatischen Aufladung eines Substratmaterials kann z.B. durch Messung des elektrischen Feldes in einem bestimmten Abstand zur Substratoberfläche quantifiziert werden.

- 15 Im Falle eines optischen Datenspeichers bei dem ein beschreibbares Substrat auf der Oberfläche in einem Spin Coating Prozess aufgetragen wird, ist eine niedrige absolute elektrische Feldstärke erforderlich, um die gleichmäßige Auftragung der beschreibbaren Schicht zu gewährleisten und einen störungsfreien Produktionsprozess sicherzustellen.

- 20 Außerdem verursacht ein hohes elektrostatisches Feld aufgrund der oben beschriebenen Fakten Ausbeuteverluste hinsichtlich des Substratmaterials. Dies kann zum Stoppen des jeweiligen Produktionsschrittes führen und ist mit hohen Kosten verbunden.

Um dieses Problem einer hohen statischen Aufladung zu lösen, wurden mehrere Ansätze verfolgt. Im Allgemeinen werden Antistatika als Additive dem Substratmaterial zugesetzt. Antistatische Polycarbonat-Zusammensetzungen werden z.B. in JP 62 207 358-A beschrieben. Hier werden u. a. Phosphorsäurederivate als Antistatika dem Polycarbonat zugesetzt. EP 0922 728 beschreibt verschiedene Antistatika wie Polyalkylenglykolderivate, ethoxyliertes Sorbitanmonolaurat, Polysiloxanderivate, Phosphinoxide, sowie Distearylhydroxyamin, welche einzeln oder als Mischungen eingesetzt werden. Die japanische Anmeldung JP 62 207 358 beschreibt Ester der phosphorigen Säure als Additive. In US Patent 5,668,202 werden Sulfonsäurederivaten beschrieben. In US-A 6,262,218 und 6,022,943 wird der Einsatz von Phenylchlorformiat beschrieben, um den Endgruppengehalt in Schmelze-Polycarbonat zu erhöhen. Nach dieser Anmeldung soll sich ein Endgruppengehalt >90 % positiv auf die elektrostatischen Eigenschaften auswirken. In WO 00/50 488 wird 3,5-Di-tert-butylphenol als Kettenabbrecher im Phasengrenzflächenverfahren eingesetzt. Dieser Kettenabbrecher führt zu einer niedrigeren statischen Aufladung des entsprechenden Substratmate-

rials verglichen mit herkömmlichen Kettenabbrechern. JP 62 207 358-A beschreibt Polyethylen- bzw. Polypropylenederivate als Additive für Polycarbonat. In EP-A 1 304 358 wird der Einsatz kurzer Oligomere wie z.B. Bisphenol A-bis-(4-tert.-butylphenylcarbonat) in Polycarbonat aus dem Umesterungsprozess beschrieben.

- 5 Die beschriebenen Additive können sich jedoch auch nachteilig auf die Eigenschaften des Substratmaterials auswirken, da sie dazu neigen, aus dem Material auszutreten. Dies ist zwar für die Antistatik-Eigenschaften ein wünschenswerter Effekt kann aber zu Belagsbildung oder mangelhafter Abformung führen. Weiterhin kann auch der Gehalt an Oligomeren im Polycarbonat zu einem schlechteren mechanischen Eigenschaftsniveau und zu einer Absenkung der Glasübergangstemperatur führen. Ferner können diese Zusätze Nebenreaktionen verursachen. Das nachträgliche „Endcapping“ von Polycarbonat, welches aus dem Umesterungsprozess gewonnen wurde, ist aufwendig und die erreichten Resultate nicht optimal. Neue Endgruppen in das Material einzuführen ist mit hohen Kosten verbunden.
- 10

Somit stellt sich die Aufgabe eine Zusammensetzung bzw. ein Substratmaterial zur Verfügung zu stellen, welches den Anforderungen eines möglichst niedrigen Potenzials (Betrag) in Verbindung mit geringen Potenzialunterschieden an der Substratoberfläche genügt (gemessen in einem bestimmten Abstand zur Substratoberfläche) und die oben beschriebenen Nachteile vermeidet.

Vorteilhaft sind vor allem diejenigen Substratmaterialien, die keine oder möglichst wenige Additive enthalten. So sind z.B. die in EP-A 922 728 beschriebenen Antistatika wie Polyoxyethylensorbitanmonolaurat, Polyoxyethylenmonolaurat und Polyoxyethylenmonostearat in den zugesetzten Mengen von 50 – 200 ppm zwar wirksam bezüglich der antistatischen Eigenschaften, aber können wie oben beschrieben für die gesamte Performance des Spritzgusskörpers nachteilig sein.

Darüber hinaus können im Material noch zusätzliche Additive enthalten sein, wie z.B. Flammeschutzmittel, Entformungsmittel, UV-Stabilisatoren, Thermostabilisatoren, wie sie für aromatische Polycarbonate bekannt sind. Allerdings ist aus den oben beschriebenen Gründen die Menge der eingesetzten Additive möglichst gering zu halten. Beispiele für derartige Additive sind Entformungsmittel auf Basis von Stearinsäure und/oder Stearinalkohol, besonders bevorzugt Pentaeurythritstearat, Trimethylolpropantristearat, Pentaerytridistearat, Stearylstearat, und Glycerinmonostearat, sowie Thermostabilisatoren auf Basis von Phosphanen, Phosphiten und Phosphorsäure.

30 Die vorliegende Erfindung stellt ein Substratmaterial, welches insbesondere für wiederbeschreibbare optische Datenträger mit guter Beschicht- und Benetzbarkeit sowie geringer Verschmutzungsneigung verwendbar ist, bereit. Das erfindungsgemäße Substratmaterial führt im Produktionsprozess zu einer geringen Ausschussrate.

Überraschenderweise wurde gefunden, dass sich insbesondere solche Substratmaterialien für die Herstellung transparenter zu beschichtender Formteile eignen, die nach Verarbeitung zum Spritzgussteil eine bestimmte Potenzialverteilung auf der Oberfläche des Spritzgussteils aufweisen. Diese Potenzialverteilung kann durch bestimmte bildgebende Verfahren z.B. mit Hilfe einer sogenannten Monroe-Sonde mit gekoppelter Auswertung sichtbar gemacht werden. Hierbei zeigte sich, dass vor allem solche Spritzgussteile von Vorteil sind, welche einen niedrigen Betrag des Potenzials in Verbindung mit einer möglichst homogenen Potenzialverteilung auf der Oberfläche aufweisen. Dies war bislang nicht bekannt und ist ein wichtiges Kriterium für die Güte eines Formteils. So sind z.B. Disks, welche ein niedrigen Betrag des Potenzials in Kombination mit einer möglichst homogenen Potenzialverteilung auf der Oberfläche aufweisen für wiederbeschreibbare optische Datenspeicher von besonderem Vorteil.

Als entscheidendes Qualitätsmerkmal für die Beschichtung von Spritzgussteilen, insbesondere für die Beschichtung von transparenten optischen Disks oder von transparenten Streulightscheiben, wurde daher überraschenderweise gefunden, dass sich vor allem solche Substratmaterialien im Sinne der Erfindung als positiv erweisen, welche nach einem Spritzgussprozess zu solchen transparenten Formteilen führen, welche einen möglichst niedrigen Betrag des Potenzials in Kombination mit einer homogenen Potenzialverteilung, gemessen in einem definierten Abstand zur Substratoberfläche und bei definierter Temperatur und Luftfeuchtigkeit, aufweisen.

Gegenstand der Erfindung ist daher ein Substratmaterial, vorzugsweise Polycarbonat, zur Herstellung von transparenten zu beschichtenden Spritzgussteilen, wobei bis zu 95-100 % der Oberfläche des nach einem Spritzgussprozess erhaltene Formteil, Potenzialbereiche zwischen -1.5 und +1.5 kV, zu 0 bis 5% der Oberfläche Ladungsbereiche zwischen -1.5 und -2.5 bzw. zwischen +1.5 und +2.5 kV und bis zu 1% Bereiche <-2.5 bzw. >2.5 kV aufweisen.

Materialien mit diesen Eigenschaften lassen sich z.B. besonders gut mit unpolaren Medien, wie z.B. mit Farbstoffen gelöst in organischen Lösungsmitteln beschichten. Bevorzugt handelt es sich bei dem zu beschichtenden Spritzgussformteil um eine Streulightscheibe oder um Trägermaterial für einen optischen beschreibbaren Datenspeicher.

Als Maß für die Homogenität der elektrischen Ladungsverteilung auf der Diskoberfläche kann z.B. die Standardabweichung des aus der elektrischen Aufladung resultierenden Potenzials (von bestimmten Disksegmenten) dienen. Bevorzugt sollte die Standardabweichung des aus der elektrischen Aufladung resultierenden Potenzials in den Oberflächensegmenten 0.6 kV nicht überschreiten.

Insbesondere bevorzugt ist eine Oberfläche, die einen Potenzialbereich von -1.5 kV bis $+1.5$ kV aufweist, d.h. die keine oder nur geringe Potenziale hat. Hierbei ist nur die Oberfläche des Spritzgusskörpers relevant, d.h. bei beispielsweise einer CD oder DVD nur der Bereich bis zum Stapelring und nicht der Innenlochbereich.

- 5 Das elektrische Potenzial hervorgerufen durch Oberflächenladungen auf dem entsprechenden Substrat ist wesentlich von der Geometrie und den Dimensionen des Spritzgussartikels und Art des Spritzgussprozesses abhängig. Deshalb ist es wichtig, die Messung an dem zu beschichtenden Spritzgusskörper selbst, wie z.B. eine Disk für einen optischen Datenträger, durchzuführen.

- Alle oben beschriebenen und gemessenen Werte gelten für Formteile, die über einen prinzipiell
10 bekannten Spritzprozess bei bestimmter Luftfeuchtigkeit und Raumtemperatur ohne den Einsatz von Ionisatoren hergestellt wurden.

- Um eine gute Beschichtbarkeit der Disks im Produktionsprozess zu gewährleisten, werden häufig sogenannte Ionisatoren eingesetzt, welche einen ionisierten Luftstrom über die Disks leiten. Die oben genannten Messwerte für erfindungsgemäße Substratmaterialien wurden ohne den Einsatz
15 von Ionisatoren erzielt. Dies ist ein weiterer Vorteil der Erfindung, da der Einsatz von Ionisatoren den Produktionsprozess verteuert. Ionisatoren können allerdings zusätzlich eingesetzt werden.

Ebenfalls Gegenstand der Erfindung sind die aus den erfindungsgemäßen Substratmaterialien hergestellten Formteile wie z.B. Disks für beschreibbare optische Datenspeicher oder Materialien aus dem Bereich des Automotive Glazings wie z.B. Streulichtscheiben.

- 20 Zur Herstellung der beschichtbaren transparenten Spritzgussteile, bevorzugt optische Datenspeicher, sind geeignet:

Thermoplaste wie Polycarbonat auf Basis von Bisphenol-A (BPA-PC), Polycarbonat auf Basis von Trimethyl-Cyclohexyl-Bisphenol-Polycarbonat (TMC-PC), Fluorenyl-Polycarbonat, Polymethylmethacrylat, cyclisches Polyolefin-Copolymer, hydrierte Polystyrole (HPS) sowie amorphe Polyolefine und Polyester.
25

Die erfindungsgemäßen Substratmaterialien und daraus erhältliche Spritzgusskörper, insbesondere Disks, lassen sich durch Wahl geeigneter Prozessparameter herstellen.

- Die Ladungsverteilung auf einem Spritzgusskörper, die nach Verarbeitung des Substratmaterials erhalten wird, kann durch mehrere Faktoren beeinflusst werden. Beispielsweise ist die Reinheit der
30 Edukte und Hilfsstoffe von Bedeutung. Ferner können Prozessparameter wie das molare Verhältnis von eingesetztem Bisphenol und Phosgen, Temperaturen während der Reaktion, Reaktions- und

Verweilzeiten maßgebend sein. Für den Fachmann besteht die Aufgabe darin, den Prozess derart zu steuern, dass ein Substratmaterial zur Verfügung gestellt wird, welches die gewünschte Ladungsverteilung auf dem Spritzgusskörper erzeugt. Die beschriebene Messung der Ladungsverteilung ist für den Fachmann ein geeignetes Instrument den Prozess zu kontrollieren.

- 5 Eine geeignete Auswahl von Prozessparametern, um das gewünschte Substratmaterial zu erhalten, kann wie folgt aussehen:

Eine Möglichkeit zur Herstellung des erfindungsgemäßen Substratmaterials ist die Wahl bestimmter Prozessparameter während der Herstellung des Substratmaterials in einem kontinuierlichen Phasengrenzflächenprozess. Während der verwendete Überschuss an Phosgen, bezogen auf die

- 10 Summe der eingesetzten Bisphenole, bei der üblichen kontinuierlichen Polycarbonatsynthese zwischen 3 und 100 mol-%, bevorzugt zwischen 5 und 50 mol-% liegt, wird das erfindungsgemäße Substratmaterial bei Phosgenüberschüssen von 5 bis 20 mol-%, bevorzugt 8 bis 17 mol-% hergestellt. Dabei wird über einmalige oder mehrfache Nachdosierung von Natronlauge oder entsprechende Nachdosierung von Bisphenolatlösung der pH-Wert der wässrigen Phase während und
15 nach der Phosgendifosierung im alkalischen Bereich, bevorzugt zwischen 8,5 und 12 gehalten, während er nach der Katalysatorzugabe auf 10 bis 14 eingestellt wird. Die Temperatur während der Phosgenierung beträgt 0°C bis 40°C, bevorzugt 5°C bis 36°C.

Die Herstellung der erfindungsgemäßen Polycarbonate erfolgt nach dem Phasengrenzflächenverfahren. Dieses Verfahren zur Polycarbonatsynthese ist mannigfaltig in der Literatur beschrieben;

- 20 beispielhaft sei auf H. Schnell, Chemistry and Physics of Polycarbonates, Polymer Reviews, Vol. 9, Interscience Publishers, New York 1964 S. 33 ff., auf Polymer Reviews, Vol. 10, „Condensation Polymers by Interfacial and Solution Methods“, Paul W. Morgan, Interscience Publishers, New York 1965, Kap. VIII, S. 325, auf Dres. U. Grigo, K. Kircher und P. R. Müller "Polycarbonate" in Becker/Braun, Kunststoff-Handbuch, Band 3/1, Polycarbonate, Polyacetale, Polyester, Celluloseester, Carl Hanser Verlag München, Wien 1992, S. 118-145 sowie auf EP-A 0 517 044 verwiesen.

Gemäß diesem Verfahren erfolgt die Phosgenierung eines in wässrig-alkalischer Lösung (oder Suspension) vorgelegten Dinatriumsalzes eines Bisphenols (oder eines Gemisches verschiedener Bisphenole) in Gegenwart eines inerten organischen Lösungsmittels oder Lösungsmittelgemisches, welches eine zweite Phase ausbildet. Die entstehenden, hauptsächlich in der organischen Phase

- 30 vorliegenden, Oligocarbonate werden mit Hilfe geeigneter Katalysatoren zu hochmolekularen, in der organischen Phase gelösten, Polycarbonaten aufkondensiert. Die organische Phase wird schließlich abgetrennt und das Polycarbonat durch verschiedene Aufarbeitungsschritte daraus isoliert.

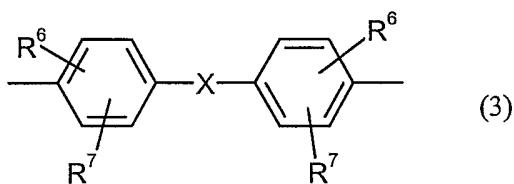
Für die Herstellung von Polycarbonaten sind geeignete Dihydroxyarylverbindungen solche der Formel (2)



in welcher

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

Bevorzugt steht Z in Formel (2) für einen Rest der Formel (3)



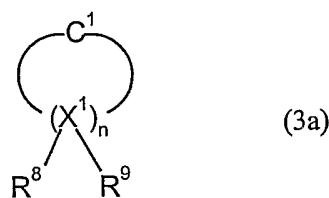
- 10 in der

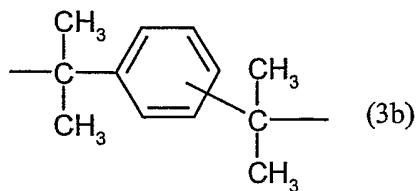
R⁶ und R⁷ unabhängig voneinander für H, C₁-C₁₈-Alkyl-, C₁-C₁₈-Alkoxy, Halogen wie Cl oder Br oder für jeweils gegebenenfalls substituiertes Aryl- oder Aralkyl, bevorzugt für H oder C₁-C₁₂-Alkyl, besonders bevorzugt für H oder C₁-C₈-Alkyl und ganz besonders bevorzugt für H oder Methyl stehen, und

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

- 20 Bevorzugt steht X für eine Einfachbindung, C₁ bis C₅-Alkylen, C₂ bis C₅-Alkyliden, C₅ bis C₆-Cycloalkyliden, -O-, -SO-, -CO-, -S-, -SO₂,

oder ein für einen Rest der Formel (3a) oder (3b)





wobei

R^8 und R^9 für jedes X^1 individuell wählbar, unabhängig voneinander Wasserstoff oder C_1 bis C_6 -Alkyl, vorzugsweise Wasserstoff, Methyl oder Ethyl bedeuten und

5 X^1 Kohlenstoff und

n eine ganze Zahl von 4 bis 7, bevorzugt 4 oder 5 bedeuten, mit der Maßgabe, dass an mindestens einem Atom X^1 , R^8 und R^9 gleichzeitig Alkyl sind.

Beispiele für Dihydroxyarylverbindungen sind: Dihydroxybenzole, Dihydroxydiphenyle, Bis-(hydroxyphenyl)-alkane, Bis-(hydroxyphenyl)-cycloalkane, Bis-(hydroxyphenyl)-aryle, Bis-(hydroxyphenyl)-ether, Bis-(hydroxyphenyl)-ketone, Bis-(hydroxyphenyl)-sulfide, Bis-(hydroxyphenyl)-sulfone, Bis-(hydroxyphenyl)-sulfoxide, 1,1'-Bis-(hydroxyphenyl)-diisopropylbenzole, sowie deren kernalkylierte und kernhalogenierte Verbindungen.

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

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

Besonders bevorzugte Diphenole sind 4,4'-Dihydroxydiphenyl, 1,1-Bis-(4-hydroxyphenyl)-phenyl-ethan, 2,2-Bis-(4-hydroxyphenyl)-propan, 2,2-Bis(3,5-dimethyl-4-hydroxyphenyl)-propan, 1,1-Bis-

(4-hydroxyphenyl)-cyclohexan und 1,1-Bis-(4-hydroxyphenyl)-3,3,5-trimethylcyclohexan (Bisphe-nol TMC).

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

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

Die zur Regelung des Molekulargewichtes benötigten monofunktionellen Kettenabbrecher, wie Phenol oder Alkylphenole, insbesondere Phenol, p-tert. Butylphenol, iso-Octylphenol, Cumylphenol, deren Chlorkohlensäureester oder Säurechloride von Monocarbonsäuren bzw. Gemischen aus diesen Kettenabbrechern, werden entweder mit dem Bisphenolat bzw. den Bisphenolaten der Reaktion zugeführt oder aber zu jedem beliebigen Zeitpunkt der Synthese zugesetzt, solange im Reaktionsgemisch noch Phosgen oder Chlorkohlensäureendgruppen vorhanden sind bzw. im Falle der Säurechloride und Chlorkohlensäureester als Kettenabbrecher solange genügend phenolische Endgruppen des sich bildenden Polymers zur Verfügung stehen. Vorzugsweise werden der oder die Kettenabbrecher jedoch nach der Phosgenierung an einem Ort oder zu einem Zeitpunkt zugegeben, wenn kein Phosgen mehr vorliegt, aber der Katalysator noch nicht dosiert wurde, bzw. sie werden vor dem Katalysator, mit dem Katalysator zusammen oder parallel dazu dosiert.

In der gleichen Weise werden eventuell zu verwendende Verzweiger oder Verzweigermischungen der Synthese zugesetzt, üblicherweise jedoch vor den Kettenabbrechern. Üblicherweise werden Trisphenole, Quarterphenole oder Säurechloride von Tri- oder Tetracarbonsäuren verwendet, oder auch Gemische der Polyphenole oder der Säurechloride.

Einige der verwendbaren Verbindungen mit drei oder mehr als drei phenolischen Hydroxylgruppen sind beispielsweise

Phloroglucin,

4,6-Dimethyl-2,4,6-tri-(4-hydroxyphenyl)-hepten-2,

4,6-Dimethyl-2,4,6-tri-(4-hydroxyphenyl)-heptan,

1,3,5-Tri-(4-hydroxyphenyl)-benzol,

1,1,1-Tri-(4-hydroxyphenyl)-ethan,

Tri-(4-hydroxyphenyl)-phenylmethan,

5 2,2-Bis-(4,4-bis-(4-hydroxyphenyl)-cyclohexyl]-propan,

2,4-Bis-(4-hydroxyphenyl-isopropyl)-phenol,

Tetra-(4-hydroxyphenyl)-methan,

Einige der sonstigen trifunktionellen Verbindungen sind 2,4-Dihydroxybenzoësäure, Trimesinsäure, Cyanurchlorid und 3,3-Bis-(3-methyl-4-hydroxyphenyl)-2-oxo-2,3-dihydroindol.

10 Bevorzugte Verzweiger sind 3,3-Bis-(3-methyl-4-hydroxyphenyl)-2-oxo-2,3-dihydroindol und 1,1,1-Tri-(4-hydroxyphenyl)-ethan.

Die in der Phasengrenzflächensynthese verwendeten Katalysatoren sind tert. Amine, insbesondere Triethylamin, Tributylamin, Trioctylamin, N-Ethylpiperidin, N-Methylpiperidin, N-i/n-Propylpiperidin; quartäre Ammoniumsalze wie Tetrabutylammonium- / Tributylbenzylammonium-/ Tetraethylammonium- hydroxid / -chlorid / -bromid / -hydrogen-sulfat / -tetrafluoroborat; sowie die den Ammoniumverbindungen entsprechenden Phosphoniumverbindungen. Diese Verbindungen sind als typische Phasengrenzflächen-Katalysatoren in der Literatur beschrieben, kommerziell erhältlich und dem Fachmann geläufig. Die Katalysatoren können einzeln, im Gemisch oder auch neben- und nacheinander der Synthese zugesetzt werden, gegebenenfalls auch vor der Phosgenierung, bevorzugt sind jedoch Dosierungen nach der Phosgeneintragung, es sei denn, es wird eine Oniumverbindung oder Gemische aus Oniumverbindungen als Katalysatoren verwendet, dann ist eine Zugabe vor der Phosgendifosierung bevorzugt. Die Dosierung des Katalysators oder der Katalysatoren kann in Substanz, in einem inerten Lösungsmittel, vorzugsweise dem der Polycarbonatsynthese, oder auch als wässrige Lösung, im Falle der tert. Amine dann als deren Ammoniumsalze mit Säuren, bevorzugt Mineralsäuren, insbesondere Salzsäure, erfolgen. Bei Verwendung mehrerer Katalysatoren oder der Dosierung von Teilmengen der Katalysatorgesamtmenge können natürlich auch unterschiedliche Dosierungsweisen an verschiedenen Orten oder zu verschiedenen Zeiten vorgenommen werden. Die Gesamtmenge der verwendeten Katalysatoren liegt zwischen 0,001 bis 10 Mol % bezogen auf Mole eingesetzte Bisphenole, bevorzugt 0,01 bis 8 Mol %, besonders bevorzugt 0,05 bis 5 Mol %.

Den erfindungsgemäßen Polycarbonaten können noch die für Polycarbonate üblichen Additive in den üblichen Mengen zugesetzt werden. Der Zusatz von Additiven dient der Verlängerung der Nutzungsdauer oder der Farbe (Stabilisatoren), der Vereinfachung der Verarbeitung (z.B. Entformer, Fließhilfsmittel, Antistatika) oder der Anpassung der Polymereigenschaften an bestimmte 5 Belastungen (Schlagzähmodifikatoren, wie Kautschuke; Flammschutzmittel, Farbmittel, Glasfasern).

Diese Additive können einzeln oder in beliebigen Mischungen oder mehreren verschiedenen Mischungen der Polymerschmelze zugesetzt werden und zwar direkt bei der Isolierung des Polymeren oder aber nach Aufschmelzung von Granulat in einem sogenannten Compoundierungsschritt. Da-10 bei können die Additive beziehungsweise deren Mischungen als Feststoff, d.h. als Pulver oder als Schmelze der Polymerschmelze zugesetzt werden. Eine andere Art der Dosierung ist die Verwen- dung von Masterbatches oder Mischungen von Masterbatches der Additive oder Additivmischun- gen.

Geeignete Additive sind beispielsweise beschrieben in "Additives for Plastics Handbook, John 15 Murphy, Elsevier, Oxford 1999", im "Plastics Additives Handbook, Hans Zweifel, Hanser, München 2001"

Bevorzugte Thermostabilisatoren sind beispielsweise organische Phosphite, Phosphonate und Phosphane, meist solche bei denen die organischen Reste völlig oder teilweise aus gegebenenfalls substituierten aromatischen Resten bestehen. Als UV-Stabilisatoren werden z.B. substituierte 20 Benztriazole eingesetzt. Diese und andere Stabilisatoren können einzeln oder in Kombinationen verwendet werden und in den genannten Formen dem Polymer zugesetzt werden.

Außerdem können Verarbeitungshilfsmittel wie Entformungsmittel, meist Derivate langkettiger Fettsäuren, zugesetzt werden. Bevorzugt sind z.B. Pentaerythrittriestearat und Glycerinmonostearat. Sie werden allein oder im Gemisch vorzugsweise in einer Menge von 0,02 bis 1 Gew.-%, be-25 zogen auf die Masse der Zusammensetzung eingesetzt.

Geeignete flammhemmende Additive sind Phosphatester, d.h. Triphenylphosphat, Resorcin-diphosphorsäureester, bromhaltige Verbindungen, wie bromierte Phosphorsäureester, bromierte Oligocarbonate und Polycarbonate, sowie bevorzugt Salze fluorierter organischer Sulfonsäuren.

Geeignete Schlagzähmodifikatoren sind beispielsweise Pfropfpolymere enthaltend eine oder meh-30 rere Pfropfgrundlagen ausgewählt aus mindestens einem Polybutadienkautschuk, Acrylatkautschuk (vorzugsweise Ethyl- oder Butylacrylatkautschuk), Ethylen-Propylen-Kautschuke und Pfropfmo- nomeren ausgewählt aus mindestens einem Monomer aus der Gruppe Styrol, Acrylnitril, Alkyl-

methacrylat (vorzugsweise Methylmethacrylat) oder interpenetrierende Siloxan- und Acrylat-Netzwerke mit aufgepropftem Methylmethacrylat oder Styrol-Acrylnitril.

Des Weiteren können Farbstoffe, wie organische Farbstoffe oder Pigmente oder anorganische Pigmente, IR-Absorber, einzeln, im Gemisch oder auch in Kombination mit Stabilisatoren, Glasfasern, Glas(hohl)kugeln, anorganischen Füllstoffen zugesetzt werden.
5

Gegenstand der vorliegenden Anmeldung sind weiterhin die aus den erfindungsgemäßen Substratmaterialien erhältlichen Extrudate und Formteile, insbesondere solchen zur Verwendung im transparenten Bereich, ganz besonders im Bereich optischer Anwendungen wie z.B. Platten, Stegplatten, Verglasungen, Streuscheiben, Lampenabdeckungen, oder optischer Datenspeicher, wie
10 Audio-CD, CD-R(W), DVD, DVD-R(W), Minidisks in ihren verschiedenen nur lesbaren oder aber einmalbeschreibbaren gegebenenfalls auch wiederholt beschreibbaren Ausführungsformen.

Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist weiterhin die Verwendung der erfindungsgemäßen Polycarbonate zur Herstellung von Extrudaten und Formteilen.

Das erfindungsgemäße Substratmaterial, vorzugsweise Polycarbonat, kann im Spritzguss nach
15 bekannten Verfahren verarbeitet werden. Eine so hergestellte Disk kann z.B. eine Audio-CD, eine Super-Audio-CD, CD-R, CD-RW, DVD, DVD-R, DVD+R, DVD-RW, DVD+RW oder BR sein.

So besteht die CD-R (write once, read many) aus einem Substrat mit konzentrisch geformten Führungsviertiefungen (Pregroove), die im Spritzgussprozess von einer Nickel-Matrize übertragen werden. Über eine Matrize, welche Vertiefungen im Submikrometermaßstab enthält, werden diese
20 im Spritzgussprozess genau auf die Oberfläche des Substrats übertragen. Die CD-R besteht aus dem oben erwähnten Substrat, aus einer Farbstoff-Aufzeichnungsschicht, einer Reflexionsschicht, sowie einer Schutzschicht welche in dieser Reihenfolge auf das Substrat aufgetragen bzw. auflaminert werden. Ein anderes Beispiel für eine einmal beschreibbare und mehrfache wiederauslesbare optische Disk ist die DVD-R, welche aus dem Substrat, einer Farbstoff-Aufzeichnungsschicht, einer Reflexionsschicht sowie optional aus einer Schutzschicht besteht und ebenfalls in
25 dieser Reihenfolge auf das oben beschriebene Substrat aufgetragen werden und mit einer zweiten Disk („Dummy Disk“) verklebt werden.

Der Auftrag der Farbstoffsenschicht erfolgt über einen „Spin-coating“ Prozess. In diesem Produktionsgeschritt wird der jeweilige Farbstoff, gelöst in einem organischen Lösungsmittel, auf die Informationsschicht des Substrats aufgetragen und durch Rotation der Disk in radialer Richtung gleichmäßig in die Vertiefungen des Substrats eingebracht. Nach diesem Schritt erfolgt die Trocknung der Farbstoffsenschicht.
30

Der zu verwendende Farbstoff für die oben beschriebene Anwendung besitzt einen Absorptionsbereich der im Bereich des verwendeten Lasers liegt (300 – 850 nm). Beispiele für Farbstofftypen sind z.B. Cyanine, Phthalocyanine, Squarylium-Farbstoffe, Polymethine, Pyrilium und Thiopyriliumpfarbstoffe, Indoaniline, Naphthochinone, Anthrachinone, verschiedene Metall-Chelatkomplexe wie z.B. Azo-Koordinationsverbindungen, Cyanine oder Phthalocyanine. Diese Farbstoffe besitzen eine gute Signalempfindlichkeit sowie gute Löslichkeit in organischen Lösungsmitteln und Lichtechtheit und sind somit bevorzugte Farbstoffe für oben beschriebene Anwendungen.

Beispiele für Lösungsmittel sind Ester wie Butylacetat, Ketone wie Methylethylketon, Cyclohexanon, Methyliosbutylketon und 2,4-Dimethyl-4-heptanon (DMH), chlorierte Kohlenwasserstoffe wie 1,2-Dichlorethan, und Chloroform, Amide wie Dimethylformamid, Kohlenwasserstoffe wie Cyclohexan, Methylcyclohexan oder Ethylcyclohexan, Ether wie THF und Dioxan, Alkohole wie Ethanol, Propanol, Isopropanol, n-Butanol, und Diacetonalkohol, fluorierte Lösungsmittel wie 2,2,3,3-Tetrafluorpropanol, und Glykolether wie Ethylenglykolmonomethylether, und Propylen-glykolmonomethylether. Diese können einzeln oder als Mischungen eingesetzt werden. Bevorzugte Lösungsmittel sind fluorierte Lösungsmittel wie 2,2,3,3-Tetrafluorpropanol, Octafluorpentanol und Dibutylether.

Über eine Sputtermethode kann auf die Farbstoffschicht eine Reflexionsschicht z.B. bestehend aus Gold oder Silber aufgebracht werden. Optional kann eine Schutzschicht auf die Reflexionsschicht aufgetragen werden.

Das erfindungsgemäße Disk-Substrat und die erfindungsgemäße optische Disk zeigen deutlich verbesserte Antistatikeigenschaften und verbesserte Beschichtbarkeit.

Das Spritzgussteil wird nach üblichen Spritzgussverfahren erhalten. Im Beispielteil der vorliegenden Anmeldung wird das Spritzgussteil wie folgt hergestellt:

Zur Herstellung der erfindungsgemäßen Formteile wird eine optische Disk gewählt; es werden folgende Spritzgussparameter und Bedingungen eingestellt:

Maschine: Netstal Discjet

Matritze: Audio-Stamper

Zykluszeit: 4,2 – 4,6 s (in den genannten Beispielen: 4,4 s)

Massetemperatur: 310 – 330°C Substratdimensionen : Audio-CD

Werkzeugtemperatur matrizenseitig: 60°C

Vor Beginn des Spritzgussprozesses wird ein neuer Audio-Stamper in die Maschine eingesetzt. Vor Einsetzen des neuen Stampers muss die gesamte Spritzgussanlage von vorangegangenem Material gereinigt sein, damit die Messwerte nicht verfälscht werden.

Das Verfahren zur Messung des Oberflächenpotenzials erfolgt über eine Monroe-Sonde der Firma
5 MONROE ELECTRONICS, INC., Lyndonville, NY 14098, USA welche zur Messung von elektrischen Potenzialen geeignet ist. Die Messung erfolgt im Abstand von 3.5 mm von der Substratoberfläche. Der Abtastbereich beträgt jeweils 12 cm in X- und Y- Richtung. Das Oberflächenpotenzial wird in Schritten von jeweils 2 mm in X- und Y- Richtung gemessen. Die Potenzialwerte werden an dem Analogausgang des Messverstärkers der Monroe- Sonde in einen äquivalenten Spannungswert umgesetzt. Diese Spannungswerte werden von dem Analogeingang einer PC-
10 Interfacekarte der Firma BurrBrown mittels einer eigenentwickelten Software (TurboPascal) unter Verwendung von TurboPascal- Routinen der Firma BurrBrown zunächst in einem PC gespeichert und nach erfolgter Abtastung werden die gesamten Daten als Textfile auf Diskette gespeichert. Zur besseren visuellen Darstellung der Messwerte, werden die Werte mittels der Software Origin in ein
15 Falschfarbenbild umgerechnet. Dabei wird der Potenziabereich von -3500 V bis +3500 V in 32 Farbbereiche unterteilt. Die Farben gehen von blau über grün und gelb nach rot. Z.B. wird dem negativsten Potenzialbereich -3500 V bis -3281 V die Farbe dunkelblau zugeordnet und dem positivsten Potenzialbereich +3281 V bis +3500 V die Farbe dunkelrot.

Zur Berechnung der Ladungssegmente werden die Messwerte (Rohdaten) in kartesische Koordinaten
20 in einem Wertebereich von -30 bis +30 umgewandelt. Diese Werte werden dann in ebene Polarkoordinaten umgewandelt. Um nur die relevante Fläche zu erfassen, werden alle Werte mit $r < 12$ mm (Innenlochbereich) bzw. $r > 29$ mm eliminiert. Die dann resultierenden Werte werden in die entsprechenden Ladungsbereiche sortiert und ausgezählt.

Die Disks werden innerhalb der ersten 24 Stunden nach Herstellung hinsichtlich der Potenzialverteilung
25 gemessen. Dabei darf die Disk nicht mit Metall in Berührung kommen, da sonst die Potenzialmessung beeinträchtigt wird. Ferner müssen evtl. vorhandene Ionisatoren abgeschaltet sein.

Bei der Durchführung der Messung ist darauf zu achten, dass die Luftfeuchtigkeit während der Messung 30 bis 60 %, vorzugsweise 35 bis 50 % und die Raumtemperatur 25 bis 28°C beträgt.

Der Farbstoffauftrag kann wie oben dargestellt über „Spin coating“ erfolgen. Als Farbstoff wird
30 vorzugsweise ein Phthalocyanin und als Lösungsmittel vorzugsweise Dibutylether verwendet. Die Rotationsgeschwindigkeit bei Auftrag des Farbstoffs beträgt 200 U/min. Zur Verteilung der Lösung über die gesamte Disk wird die Geschwindigkeit auf 5000 U/min gesteigert.

Die Messung der Beschichtbarkeit mit Farbstoff kann z.B. durch visuelle Untersuchung, durch Kamerascanner oder durch lichtmikroskopische Untersuchung des Innenbereichs der mit Farbstoff beschichteten Disk erfolgen. Wenn an einer Stelle des äußeren Farbstoffrandes eine Abweichung vom Farbrand von 0.5 mm oder höher festgestellt wird, so gilt das Benetzungsverhalten dieser
5 Disk als ungenügend.

Eine weitere indirekte Möglichkeit die Beschichtbarkeit zu messen, ist die Überprüfung der z.B. mit Farbstoff beschichteten Disk mit einem Kamera- oder Lasersystem. Dabei werden die aufgenommenen Informationen über eine Bildverarbeitungssoftware ausgewertet und auftretende Benetzungsfehler erkannt („In-line“-Detektion). Defekte Disks werden automatisch aussortiert.

- 10 Die Fig. 1 und 2 zeigen die Ladungsverteilung einer Disk (Schwarz-weiß-Kopie der Falschfarbendarstellung).

Beispiele**Beispiel 1:**

Die Herstellung des Polycarbonats erfolgt nach dem bekannten Phasengrenzflächenverfahren. Es wird nach einem Konti-Verfahren gearbeitet.

- 5 Es werden die Bisphenolatlösung (Bisphenol A; Alkalgehalt 2,12 mol NaOH/mol BPA) mit 750 kg/h (14,93 Gew.-%), das Lösungsmittel (Dichlormethan/Chlorbenzol 1:1) mit 646 kg/h und das Phosgen mit 56,4 kg/h eingespeist und zur Reaktion gebracht. Die Temperatur im Reaktor beträgt 35°C. Ferner wird Natronlauge (32 Gew.-%) mit 9,97 kg/h ebenfalls zudosiert. Im Verlauf der Aufkondensation wird eine zweite Menge Natronlauge (32 Gew.-%) mit 29,27 kg/h sowie einer
 10 Lösung von Kettenabbrechern (11,7 Gew.-% tert. Butylphenol in Methylenchlorid/Chlorbenzol 1:1) und 34,18 kg/h dosiert. Danach wird N-Ethylpiperidin gelöst in Methylenchlorid/Chlorbenzol (1:1; 2,95 Gew.-% N-Ethylpiperidin) mit 33,0 kg/h als Katalysator eingespeist. Die Phasen werden getrennt, die organische Phase wird einmal mit verdünnter Salzsäure und fünfmal mit Wasser gewaschen. Anschließend wird die Polycarbonatlösung eingeengt, in einem Eindampfkessel aufkonzentriert und die Polymerschmelze über einen Ausdampfextruder abgesponnen und granuliert.
 15

Das erhaltene Granulat wird dann über eine Netstal Discjet Spritzgussmaschine (siehe vorne) bei einer Zykluszeit von 4.4 Sekunden unter oben angegebenen Parametern zu Disks verarbeitet. Als Matritze wird ein Audiostamper verwendet.

- Das Ergebnis der Potenzialmessung einer Disk nach 2 Stunden kontinuierlichen Spritzgussprozess
 20 ist in Fig. 1 dargestellt.

Tabelle 1 (Auswertung der Fig. 1)

Ladungssegmente	Anzahl Ladungssegmente	%-Anteil der Ladungssegmente bezogen auf Gesamtfläche
>+2.5	0	0.00
+1.5 bis +2.5 kV	0	0.00
+0.5 bis +1.5 kV	112	5.28
-0.5 bis +0.5 kV	1569	74.01
-1.5 bis -0.5 kV	434	20.47
-2.5 bis -1.5 kV	5	0.24
< -2.5	0	0.00

Man erkennt, dass die Ladungsverteilung sehr einheitlich ist.

Die Disks werden wie oben beschrieben mit einem Phthalocyanin gelöst in Dibutylether im Spin-coatprozess beschichtet. Die Rotationsgeschwindigkeit bei Auftrag des Farbstoffs beträgt 200 U/min. Zur Verteilung der Lösung über die gesamte Disk wird die Geschwindigkeit auf 5 5000 U/min gesteigert. Die visuelle Begutachtung ergibt keine Defekte der Farbstoffschicht.

Beispiel 2 (Vergleichsbeispiel):

Die Herstellung des Polycarbonats erfolgt wie in Beispiel 1 beschrieben. Allerdings werden in den Reaktor die Bisphenolatlösung (Bisphenol A) mit 750 kg/h (14,93 Gew.-%), das Lösungsmittel (Dichlormethan/Chlorbenzol 1:1) mit 646 kg/h und das Phosgen mit 58,25 kg/h eingespeist. Ferner 10 wird Natronlauge (32 Gew.-%) mit 12,34 kg/h ebenfalls zudosiert. Die zweite Menge Natronlauge beträgt 36,20 kg/h; die Menge an Kettenabbrecher 34,18 kg/h bei den in Beispiel 5 angegebenen Konzentrationen. Die Menge an Katalysator beträgt 33 kg/h. Die Aufarbeitung erfolgt wie in Beispiel 1 angegeben.

Das erhaltene Granulat wird dann über eine Netstal Discjet Spritzgussmaschine (siehe vorne) bei 15 einer Zykluszeit von 4.4 Sekunden unter oben angegebenen Parametern zu Disks verarbeitet. Als Matrize wird ein Audiostamper verwendet.

Bei mit Farbstoff beschichteten Disks zeigen sich deutliche Defekte in der Farbstoffschicht.

Tabelle 2 (Auswertung von Fig. 2)

Ladungssegmente	Anzahl Ladungssegmente	%-Anteil der Ladungssegmente bezogen auf Gesamtfläche
> +2.5	395	18.70
+1.5 bis +2.5 kV	692	32.77
+0.5 bis +1.5 kV	728	34.47
-0.5 bis +0.5 kV	200	9.47
-1.5 bis -0.5 kV	31	1.47
-2.5 bis -1.5 kV	15	0.71
< -2.5	51	2.41

Tabelle 3

Bsp-Nr.:	Ladungshomogenität (Standardabweichung)	Oberflächenpotenzial Ladungsspitzen (pos. und negativ)	Defekte am Innenrand
1	0.41	+1.5 / -2.5	nein
2 (Vergl.)	1.21	>+3.5 / <-3.5	ja

Standardabweichung ist die Varianz der einzelnen Ladungssegmente.

Patentansprüche

1. Substratmaterial, dadurch gekennzeichnet, dass an der Oberfläche eines entsprechenden Formteils Potenzialbereiche mit Ladungen von -1.5 bis +1.5 kV vorhanden sind, deren Anteil an der Gesamtfläche zwischen 95 und 100% beträgt, und Potenzialbereiche zwischen -1.5 und -2.5 bzw. +1.5 bis +2.5 vorhanden sind, deren Anteil 0 bis 5% beträgt, und Potenzialbereiche <-2.5 kV bzw. >+2.5 kV vorhanden sind, deren Anteil bis zu 1% der Gesamtoberfläche der Disk beträgt, wobei die Potenzialmessung mittels einer Monroe-Sonde im Abstand von 3.5 mm von der Substratoberfläche erfolgt und der Abtastbereich jeweils 12 cm in X- und Y-Richtung beträgt und Potenzial in Schritten von jeweils 2 mm in X- und in Y-Richtung gemessen wird.
10
2. Substratmaterial gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das Potenzial an der Oberfläche eines entsprechenden Formteils Potenzialbereiche zwischen -1.5 kV und +1.5 kV nicht über- bzw. unterschreitet, wobei der Innenlochbereich nicht berücksichtigt wird.
3. Substratmaterial nach Anspruch 1 und/oder 2 dadurch gekennzeichnet, dass am entsprechenden Formteil die Standardabweichung des aus der elektrischen Aufladung resultierenden Potentials in den Ladungssegmenten 0.6 kV nicht überschreitet.
15
4. Substratmaterial gemäß Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass das Formteil zur messung der Potenzialbereiche eine Disk ist.
5. Substratmaterial gemäß Anprüche 1 bis 4 für transparente zu beschichtende Formteile.
20
6. Polycarbonat als Substratmaterial gemäß Ansprüche 1 bis 5.
7. Verwendung des Substratmaterials gemäß der Ansprüche 1 bis 6 zur Herstellung von Formteilen und Extrudaten.
8. Formteile und Extrudate, erhältlich aus den Substratmaterialien nach Ansprüchen 1 bis 6.
9. Optische Datenspeicher oder Streuscheibe, erhältlich aus den Substratmaterialien nach
25 Ansprüchen 1 bis 6.

Fig. 1

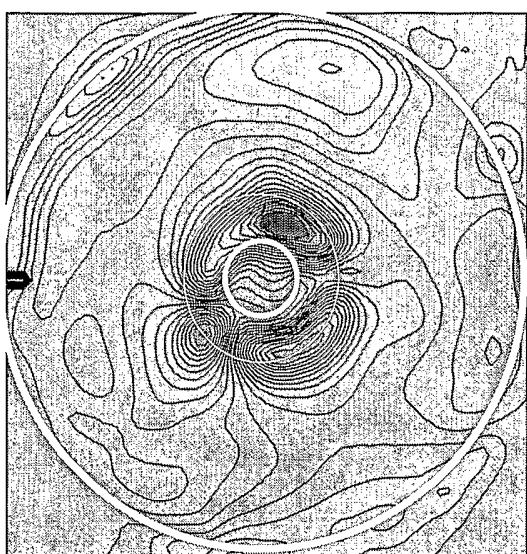
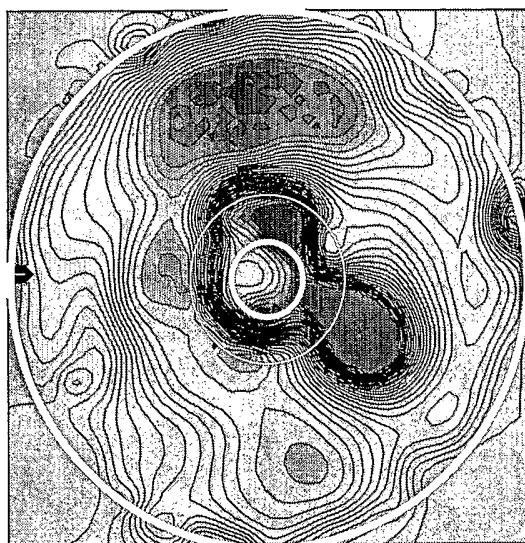


Fig. 2



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/EP2005/013222

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER G02B1/04 G11B7/253		
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
B. FIELDS SEARCHED Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) G02B G11B		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used) EPO-Internal, WPI Data		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	EP 0 922 728 A (GENERAL ELECTRIC COMPANY) 16 June 1999 (1999-06-16) page 2, line 3 - line 16; tables 2-5 ----- US 6 140 457 A (LEGRAND ET AL) 31 October 2000 (2000-10-31) column 1, line 6 - line 26; table -----	6,9
X		6,9
<input type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C.		<input checked="" type="checkbox"/> See patent family annex.
* Special categories of cited documents : "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier document but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority, claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed		
Date of the actual completion of the international search 16 March 2006		Date of mailing of the international search report 23/03/2006
Name and mailing address of the ISA/ European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016		Authorized officer Lohner, P

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/EP2005/013222

Box I Observations where certain claims were found unsearchable (Continuation of item 1 of first sheet)

This international search report has not been established in respect of certain claims under Article 17(2)(a) for the following reasons:

1. Claims Nos.: because they relate to subject matter not required to be searched by this Authority, namely:

2. Claims Nos.: 1-5, 7, 8
because they relate to parts of the international application that do not comply with the prescribed requirements to such an extent that no meaningful international search can be carried out, specifically:

see FURTHER INFORMATION sheet PCT/ISA/210

3. Claims Nos.:
because they are dependent claims and are not drafted in accordance with the second and third sentences of Rule 6.4(a).

Box II Observations where unity of invention is lacking (Continuation of item 2 of first sheet)

This International Searching Authority found multiple inventions in this international application, as follows:

1. As all required additional search fees were timely paid by the applicant, this international search report covers all searchable claims.

2. As all searchable claims could be searched without effort justifying an additional fee, this Authority did not invite payment of any additional fee.

3. As only some of the required additional search fees were timely paid by the applicant, this international search report covers only those claims for which fees were paid, specifically claims Nos.:

4. No required additional search fees were timely paid by the applicant. Consequently, this international search report is restricted to the invention first mentioned in the claims; it is covered by claims Nos.:

Remark on Protest

The additional search fees were accompanied by the applicant's protest.



No protest accompanied the payment of additional search fees.

Continuation of Box II.2

Claims 1 to 5, 7 and 8

Claims 1 to 5, 7 and 8 relate to products characterised by a particular desired property, namely surface charge distribution on a disc. However, the description does not provide the requisite support or disclosure (PCT Articles 6 and 5) for products having the claimed property, and there is no common general knowledge of this kind available to those skilled in the art. The degree of non-compliance with the relevant requirements is such that it was taken into account when determining the extent of the search (PCT Guidelines 9.19 and 9.20).

Claims 1 to 5, 7 and 8 also relate to products characterised by reference to the following unusual parameter:

- surface charge distribution on a disc.

The use of this unusual parameter in this context results in a lack of clarity. The claims do not provide a clear definition of the products falling within the scope of protection because the parameter cannot be reliably and unambiguously determined on the basis of the information given in the application or using objective methods as normally applied in the prior art. Consequently it is not possible to make a comparison between what is claimed and the prior art. The claim therefore fails to meet the requirement of clarity (PCT Article 6).

Moreover, claims 1 to 5, 7 and 8 relate to an extremely large number of possible products, and yet the requisite support and disclosure (PCT Articles 6 and 5) are provided for only a very small proportion of the claimed products, namely optical data storage media made of polycarbonates. The degree of non-compliance with the relevant requirements is such that it was taken into account when determining the extent of the search (PCT Guidelines 9.19 and 9.23).

Consequently no search was carried out in respect of claims 1 to 5, 7 and 8.

The applicant is advised that claims relating to inventions in respect of which no international search report has been established cannot normally be the subject of an international preliminary examination (PCT Rule 66.1(e)). In its capacity as International Preliminary Examining Authority the EPO generally will not carry out a preliminary examination for subject matter that has not been searched. This also applies in cases where the claims were amended after receipt of the international search report (PCT Article 19) or where the applicant submits new claims in the course of the procedure under PCT Chapter II. However, after entry into the regional phase before the EPO an additional search may be carried out in the course of the examination (cf. EPO Guidelines, C-VI, 8.5) if the deficiencies that led to the declaration under PCT Article 17(2) have been corrected.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/EP2005/013222

Patent document cited in search report	Publication date		Patent family member(s)		Publication date
EP 0922728	A 16-06-1999	AU AU BR CN DE JP	753948 B2 9702698 A 9805395 A 1226581 A 69831122 D1 11279396 A		31-10-2002 01-07-1999 23-11-1999 25-08-1999 15-09-2005 12-10-1999
US 6140457	A 31-10-2000	AT CN DE DE EP JP WO	269877 T 1341136 A 60011753 D1 60011753 T2 1163285 A1 2002537457 A 0050488 A1		15-07-2004 20-03-2002 29-07-2004 07-07-2005 19-12-2001 05-11-2002 31-08-2000

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP2005/013222

A. KLASIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES
G02B1/04 G11B7/253

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPC) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPC

B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierte Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)
G02B G11B

Recherchierte, aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

EPO-Internal, WPI Data

C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	EP 0 922 728 A (GENERAL ELECTRIC COMPANY) 16. Juni 1999 (1999-06-16) Seite 2, Zeile 3 - Zeile 16; Tabellen 2-5 -----	6,9
X	US 6 140 457 A (LEGRAND ET AL) 31. Oktober 2000 (2000-10-31) Spalte 1, Zeile 6 - Zeile 26; Tabelle -----	6,9



Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen



Siehe Anhang Patentfamilie

* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :

A Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist

E älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist

L Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)

O Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht

P Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

T Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist

X Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden

Y Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist

& Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der Internationalen Recherche

16. März 2006

Absendedatum des internationalen Recherchenberichts

23/03/2006

Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde

Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Lohner, P

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Feld II Bemerkungen zu den Ansprüchen, die sich als nicht recherchierbar erwiesen haben (Fortsetzung von Punkt 2 auf Blatt)

Gemäß Artikel 17(2)a) wurde aus folgenden Gründen für bestimmte Ansprüche kein Recherchenbericht erstellt:

1. Ansprüche Nr. _____ weil sie sich auf Gegenstände beziehen, zu deren Recherche die Behörde nicht verpflichtet ist, nämlich

2. Ansprüche Nr. 1-5, 7, 8
weil sie sich auf Teile der internationalen Anmeldung beziehen, die den vorgeschriebenen Anforderungen so wenig entsprechen, daß eine sinnvolle internationale Recherche nicht durchgeführt werden kann, nämlich
siehe BEIBLATT PCT/ISA/210

3. Ansprüche Nr. _____
weil es sich dabei um abhängige Ansprüche handelt, die nicht entsprechend Satz 2 und 3 der Regel 6.4 a) abgefaßt sind.

Feld III Bemerkungen bei mangelnder Einheitlichkeit der Erfindung (Fortsetzung von Punkt 3 auf Blatt 1)

Die internationale Recherchenbehörde hat festgestellt, daß diese internationale Anmeldung mehrere Erfindungen enthält:

1. Da der Anmelder alle erforderlichen zusätzlichen Recherchengebühren rechtzeitig entrichtet hat, erstreckt sich dieser internationale Recherchenbericht auf alle recherchierbaren Ansprüche.

2. Da für alle recherchierbaren Ansprüche die Recherche ohne einen Arbeitsaufwand durchgeführt werden konnte, der eine zusätzliche Recherchengebühr gerechtfertigt hätte, hat die Behörde nicht zur Zahlung einer solchen Gebühr aufgefordert.

3. Da der Anmelder nur einige der erforderlichen zusätzlichen Recherchengebühren rechtzeitig entrichtet hat, erstreckt sich dieser internationale Recherchenbericht nur auf die Ansprüche, für die Gebühren entrichtet worden sind, nämlich auf die Ansprüche Nr. _____

4. Der Anmelder hat die erforderlichen zusätzlichen Recherchengebühren nicht rechtzeitig entrichtet. Der internationale Recherchenbericht beschränkt sich daher auf die in den Ansprüchen zuerst erwähnte Erfindung; diese ist in folgenden Ansprüchen erfaßt:

Bemerkungen hinsichtlich eines Widerspruchs

- Die zusätzlichen Gebühren wurden vom Anmelder unter Widerspruch gezahlt.
 Die Zahlung zusätzlicher Recherchengebühren erfolgte ohne Widerspruch.

WEITERE ANGABEN

PCT/ISA/ 210

Fortsetzung von Feld II.2

Ansprüche Nr.: 1-5,7,8

Die vorliegenden Ansprüche 1-5, 7 und 8 beziehen sich auf Produkte, charakterisiert durch eine bestimmte gewünschte Eigenschaft, nämlich die Oberflächenladungsverteilung eines Disks. Die Beschreibung gibt jedoch keine Unterstützung und Offenbarung im Sinne von Artikel 6 und 5 PCT für die Produkte als solche, die die obengenannte Eigenschaft haben, und dem Fachmann ist kein allgemeines Fachwissen solcher Art zugänglich. Die Verletzung der einschlägigen Erfordernisse ist so schwerwiegend, dass sie bei der Bestimmung des Recherchenumfangs berücksichtigt wurde (PCT Richtlinien 9.19 und 9.20).

Ausserdem beziehen sich die vorliegenden Ansprüche 1-5, 7 und 8 auf Produkte, charakterisiert durch Bezugnahme auf den folgenden unüblichen Parameter:

die Oberflächenladungsverteilung eines Disks.

Die Verwendung dieses unüblichen Parameters im vorliegenden

Zusammenhang führt zu einem Mangel an Klarheit. Die Ansprüche definieren die

Produkte, welche unter ihren Schutzmfang fallen, nicht klar, da der Parameter

mit den in der Anmeldung genannten Angaben oder durch objektive Verfahren,

welche im Stand der Technik üblich sind, nicht eindeutig und zuverlässig

bestimmt werden kann. Dadurch ist ein Vergleich des beanspruchten Gegenstandes mit dem Stand der Technik nicht möglich. Aus diesem Grund

erfüllt der Anspruch die Erfordernisse der Klarheit nach Artikel 6 PCT nicht.

Dazu beziehen sich die Ansprüche 1-5, 7 und 8 auf eine extrem großen Anzahl von möglichen

Produkte. Stützung und Offenbarung im Sinne von Artikel 6 und 5 PCT kann jedoch nur für einen sehr kleinen Teil der

beanspruchten Produkte gefunden

werden, nämlich optische Datenspeicher aus Polycarbonat. Die Verletzung der einschlägigen Erfordernisse ist so schwerwiegend, dass sie bei der Bestimmung des Recherchenumfangs berücksichtigt

wurde (PCT Richtlinien 9.19 und 9.23).

WEITERE ANGABEN	PCT/ISA/ 210
	Deshalb wurde keine Recherche für Ansprüche 1-5, 7 und 8 gemacht.
	<p>Der Anmelder wird darauf hingewiesen, dass Patentansprüche auf Erfindungen, für die kein internationaler Recherchenbericht erstellt wurde, normalerweise nicht Gegenstand einer internationalen vorläufigen Prüfung sein können (Regel 66.1(e) PCT). In seiner Eigenschaft als mit, der internationalen vorläufigen Prüfung beauftragte Behörde wird das EPA also in der Regel keine vorläufige Prüfung für Gegenstände durchführen, zu denen keine Recherche vorliegt. Dies gilt auch für den Fall, dass die Patentansprüche nach Erhalt des internationalen Recherchenberichtes geändert wurden (Art. 19 PCT), oder für den Fall, dass der Anmelder im Zuge des Verfahrens gemäss Kapitel II PCT neue Patentanprüche vorlegt. Nach Eintritt in die regionale Phase vor dem EPA kann jedoch im Zuge der Prüfung eine weitere Recherche durchgeführt werden (Vgl. EPA-Richtlinien C-VI, 8.5), sollten die Mängel behoben sein, die zu der Erklärung gemäss Art. 17 (2) PCT geführt haben.</p>

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP2005/013222

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument		Datum der Veröffentlichung		Mitglied(er) der Patentfamilie		Datum der Veröffentlichung
EP 0922728	A	16-06-1999	AU	753948 B2		31-10-2002
			AU	9702698 A		01-07-1999
			BR	9805395 A		23-11-1999
			CN	1226581 A		25-08-1999
			DE	69831122 D1		15-09-2005
			JP	11279396 A		12-10-1999
US 6140457	A	31-10-2000	AT	269877 T		15-07-2004
			CN	1341136 A		20-03-2002
			DE	60011753 D1		29-07-2004
			DE	60011753 T2		07-07-2005
			EP	1163285 A1		19-12-2001
			JP	2002537457 A		05-11-2002
			WO	0050488 A1		31-08-2000