

公告本

專利申請案第 94145421 號
ROC Patent Application No. 94145421
修正部之中文說明書替換頁 - 附件(三)
Amended Specification Page in Chinese - Encl. (III)
(民國 102 年 4 月 2 日送呈)
(Submitted on April 2, 2013)

發明專利說明書

102年4月2日修正替換頁

(本說明書格式、順序及粗體字，請勿任意更動，※記號部分請勿填寫)

※ 申請案號：94145421

C08K 5/205 (2006.01)

※ 申請日期：94.12.21

※IPC 分類：C08G 64/04 (2006.01)

5 一、發明名稱：(中文/英文)

C08L 69/00 (2006.01)

具良好可濕性之聚碳酸酯及其製造方法

G11B 7/2534 (2013.01)

POLYCARBONATES HAVING A GOOD WETTABILITY AND THE
PREPARATION PROCESS THEREOF

二、申請人：(共 1 人)

10 姓名或名稱：(中文/英文)

拜耳材料科學股份有限公司

BAYER MATERIALSCIENCE AG

代表人：(中文/英文)

1. 潘尼爾博士/PERCHENEK, NILS

15 2. 柯麥克博士/KLIMIUK-JAPADITA, MEIKE

住居所或營業所地址：(中文/英文)

德國利佛可生城 51368 號

51368 Leverkusen, Germany

國 籍：(中文/英文)

20 德國/GERMANY

三、發明人：(共 4 人)

姓 名：(中文/英文)

1. 麥伊爾/MEYER, ALEXANDER

2. 漢衛德/HAESE, WILFRIED

25 3. 史帝芬/KONRAD, STEPHAN

4. 史裘茲/SCHULTZ, CLAUS-LUDOLF

國 籍：(中文/英文)

1.-4. 均為德國/GERMANY

四、聲明事項：

☐ 主張專利法第二十二條第二項 ☐ 第一款或 ☐ 第二款規定之事實，其事實發生日期為： 年 月 日。

☒ 申請前已向下列國家（地區）申請專利：

【格式請依：受理國家（地區）、申請日、申請案號 順序註記】

☒ 有主張專利法第二十七條第一項國際優先權：

德國；西元 2004 年 12 月 22 日；10 2004 061 714.7

☐ 無主張專利法第二十七條第一項國際優先權：

☐ 主張專利法第二十九條第一項國內優先權：

【格式請依：申請日、申請案號 順序註記】

☐ 主張專利法第三十條生物材料：

☐ 須寄存生物材料者：

國內生物材料 【格式請依：寄存機構、日期、號碼 順序註記】

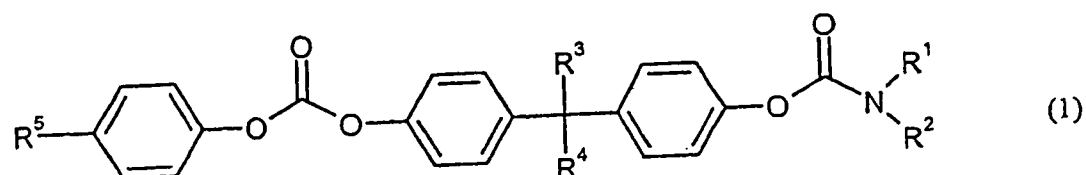
國外生物材料 【格式請依：寄存國家、機構、日期、號碼 順序註記】

☐ 不須寄存生物材料者：

所屬技術領域中具有通常知識者易於獲得時，不須寄存。

五、中文發明摘要：

本發明係揭示一種包含小量胺基甲酸酯化合物之聚碳酸酯樹脂，此樹脂包含至少一種化合物，其符合

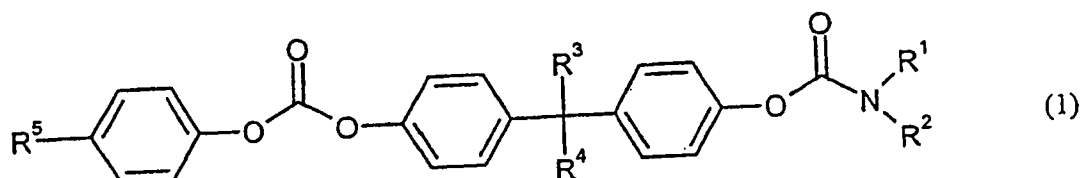


其中

10 R^1 與 R^2 各自獨立地代表：氫、或 C_1-C_{12} 烷基、或連同代表 C_4-C_{12} -亞烷基， R^3 與 R^4 各自獨立地代表：氫、 C_1-C_{12} 烷基、或苯基、或連同碳原子，其與之結合生成環己基或三甲基環己基，與 R^5 代表：氫、 C_1-C_{12} 烷基、 C_5-C_{12} 環烷基、苯基、或異丙苯基，其特徵在於其低靜電場，因此適合用於製造光學儲存媒體。

六、英文發明摘要：

Polycarbonate resin containing small amount of carbamate compounds is disclosed. The resin that contains at least one of compounds conforming to



Wherein

10 R^1 and R^2 independently of one another denote hydrogen or C_1 - C_{12} -alkyl, or together denote C_4 - C_{12} -alkylidene, R^3 and R^4 independently of one another represent hydrogen, C_1 - C_{12} -alkyl, or phenyl, or together with the carbon atom to which they are bonded form cyclohexyl or

15 trimethylcyclohexyl, and R^5 denotes hydrogen, C_1 - C_{12} -alkyl, C_5 - C_{12} -cycloalkyl, phenyl or cumyl, are characterized by their low electrostatic field and therefore suitable for making optical storage media.

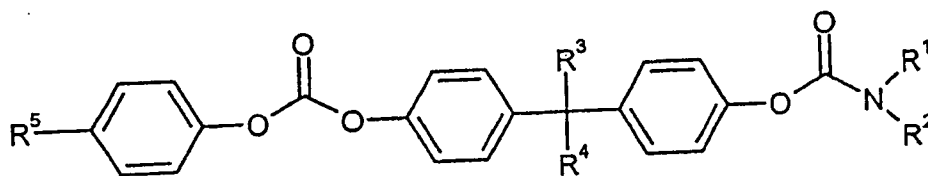
七、指定代表圖：

(一)本案指定代表圖為：第 (無) 圖。

(二)本代表圖之元件符號簡單說明：

無

八、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：



九、發明說明：

【發明所屬之技術領域】

本發明係有關於熱塑性模製組成物，特別是聚碳酸酯組成物。

【先前技術】

5 本發明提供聚碳酸酯作為一種基板材料，用於製造透明的注塑品，特別是用於製造待塗覆之注塑品，與可得自依本發明聚碳酸酯之模製品。模製品可為如：透明板片、鏡片、供光學儲存媒體用之光學儲存媒體或載體、或為汽車鑲嵌玻璃領域之物件，例如：光漫射嵌板。本發明特別提供用於光學儲存媒體之光學儲存媒體或載體，例如：可寫入之光學數據儲存物，其具有一良好的容量以供被塗覆，與濕潤的容量，並且適合例如：用於自溶液施加染料，特別
10 是自非極性之介質，此外，依本發明聚碳酸酯之光學注塑品，具有一相對低的玷污傾向。

15 透明的注塑品最重要為用於鑲嵌玻璃與儲存媒體之領域。

光學數據記錄材料日益增加地被用作一種對大量數據之可變的記錄與/或存檔媒體，此類型光學數據儲存物之實
20 例為：光碟、超頻光碟、唯讀光碟、可重複讀寫光碟、數位多功能光碟、唯讀數位多功能光碟、唯讀數位多功能光碟+R、可重複讀寫數位多功能光碟、數位多功能光碟+RW、與 BD。

透明的熱塑性塑料，例如：聚碳酸酯、聚甲基丙烯酸甲

5 酯、與其化學修飾物，典型地被使用於光學儲存媒體。聚碳酸酯作為一種基板材料特別適合用於可寫入一次與讀取數次之光碟、與用於可寫入數次之光碟、與用於製造汽車鑲嵌玻璃領域之模製物，例如：光漫射嵌板。此熱塑性塑料具有極佳的機械穩定性，不是非常容易改變尺寸，而且具有高透明度與衝擊強度之優點。

10 藉相界面法製得之聚碳酸酯可用於製造前述格式之光學數據儲存物，例如：光碟(CD)、或數位多功能光碟(DVD)。這些光碟於其注射模塑法之製造期間，常具有累積成一高電場之性能。於製造光學數據儲存物期間，此基材上之高電場強度導致例如：吸引來自環境中的灰塵，或者注塑物件，如：光碟，彼此間之黏附，其會降低完工注塑物件之品質，以及使注射模塑程序增添困難。

15 此外並習知：靜電電荷，特別是對光碟(供光學數據載體用)，導致一不足的濕潤性，主要係對於非極性介質，例如：一種非極性染料，或是對於一種自溶劑之染料應用，例如：二丁基醚、乙基環己烷、四氟丙醇、環己烷、甲基環己烷、或八氟丙醇。於施加染料至可寫入的數據儲存物期間，基材表面之高電場因此造成，例如：染料之不規則塗覆，
20 故導致於資訊層中之缺陷。

基質材料靜電電荷之程度可予定量，例如：藉於自其表面一段距離處測量電場。

於一光學數據儲存媒體之案例，其中以旋轉塗覆法將一染料組份施加至表面，則需為一低絕對電場強度，藉以

獲得可寫入層之均勻施加，以及獲得一無困難的製造程序。

此外，由於前述之事實，高靜電場對於基質材料之產量造成損失，此可能導致特殊製造步驟之停頓，連帶涉及高花費。

5 為解決此高靜電荷之難題，已有數個方案被追尋，通常抗靜電劑被作為添加劑加至基質材料，抗靜電的聚碳酸酯組成物已敘述於如：JP 62207358-A 中，此處，尤其是磷酸衍生物，被加至聚碳酸酯作為抗靜電劑。EP 0922728 敘述各種的抗靜電劑，如：聚伸烷基乙二醇衍生物、乙氧化之山梨糖醇酐單月桂酸酯、聚矽氧烷衍生物、膦氧化物、與二硬脂基羥基胺，其被個別地或於混合物使用。日本申請案 JP 62207358 敘述以磷酸之酯類作為添加劑，美國專利 5,668,202 則敘述磺酸衍生物。於 WO 00/50488 中，3,5-二-第三丁基苯酚於相界面法中被用作一種鏈終止劑，相較於傳統的鏈終止劑，此鏈終止劑導致對應的基質材料具有一較低的靜電電荷。JP 62207358-A 敘述聚乙烯衍生物與聚丙烯衍生物作為聚碳酸酯之添加劑。

20 然而，前述之添加劑對於基板材料之性能亦可能具有不利的影響，因為其傾向自材料移動，此對於抗靜電性能確實為一所欲之影響，但可能導致生成一種沉澱物或有缺陷的複製品。此外，聚碳酸酯中寡聚物之含量亦可能導致較差程度之機械性能與玻璃態轉移溫度之降低，再者這些添加劑可能引起副反應，而令得自轉酯化法之聚碳酸酯，其隨後的“端基封閉”十分昂貴，而且達成之結果並非最

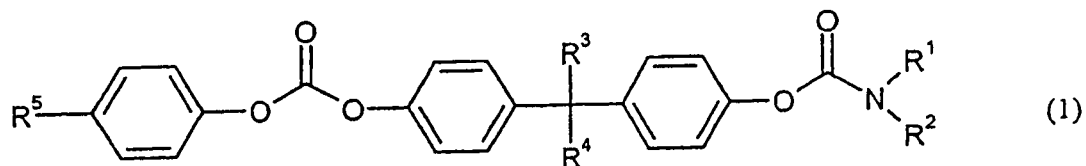
佳，引入新的終端基團至材料中涉及高花費。

因此本發明之目的為提供一種組成物或一種基板材料，其可符合基材表面場強度之要求，其為儘可能地低，並且避免前述之缺點。

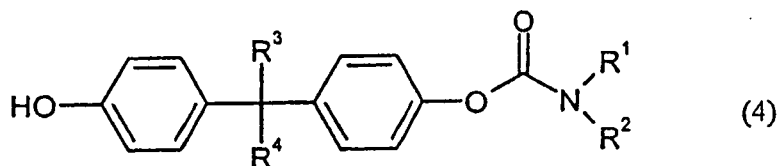
【發明內容】

發明概述

本發明係揭示一種包含小量胺基甲酸酯化合物之聚碳酸酯樹脂，此樹脂包含至少一種化合物，其符合



或



其中

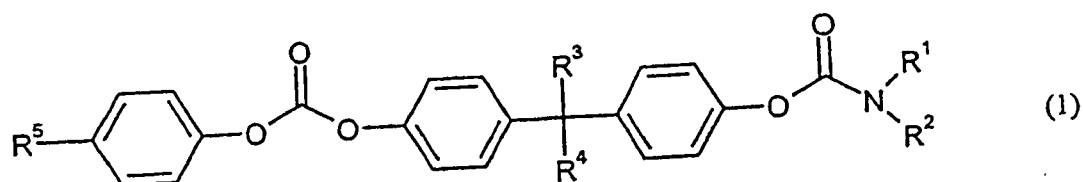
R^1 與 R^2 各自獨立地代表：氫、或 C_1 - C_{12} 烷基、或連同代表 C_4 - C_{12} -亞烷基， R^3 與 R^4 各自獨立地代表：氫、 C_1 - C_{12} 烷基、或苯基、或連同碳原子，其與之結合生成環己基或三甲基環己基，與 R^5 代表：氫、 C_1 - C_{12} 烷基、 C_5 - C_{12} 環烷基、苯基、或異丙苯基(cumyl)，其特徵在於其低靜電場，因此適合用於製造光學儲存媒體。

發明詳述

令人驚訝地，此目的可藉下法達成：於製造光學數據儲存媒體時，使用那些物料，其包含儘可能較少特殊結構之胺基甲酸酯化合物者。

5 存在於聚碳酸酯中或於基質材料中之胺基甲酸酯化合物被追溯至：添加劑、前驅物之污染物、或製造程序之本身。

本發明提供一種聚碳酸酯，其包含 0.2 至 300 ppm，以 0.2 至 250 ppm 為較佳，以 0.2 至 200 ppm 為特佳，之一種或多種化合物，其結構符合式(I)



其中

15 R^1 與 R^2 各自獨立地代表：氫或 C_1 - C_{12} 烷基，以甲基、乙基、丙基、異丙基、或丁基為較佳，或

R^1 與 R^2 連同代表 C_4 - C_{12} -亞烷基，以 C_4 - C_8 -亞烷基為較佳，以 C_4 - C_5 -亞烷基為特佳，

20 R^3 與 R^4 各自獨立地代表：氫、 C_1 - C_{12} 烷基，以 C_1 - C_8 -烷基為較佳、或苯基、或 R^3 與 R^4 連同碳原子，其與之結合生成環己基或三甲基環己基，與

R^5 代表：氫、 C_1 - C_{12} 烷基、 C_5 - C_{12} 環烷基、苯基、或異丙苯基，以氫、第三丁基、或異丙苯基為較佳，

其中含量係於丙酮萃取物中以色譜法測量，使用高壓液體色譜法。

由本發明組成物注射模塑之物件，較佳者為光學儲存媒體，其具有低靜電電荷，此為製造此類媒體時之一項重要屬性。

依本發明之聚碳酸酯/基板材料可藉選擇適合的程序參數製得。

式 1 或 4 化合物之含量可能受到數種因素之影響，例如：析出物與助劑之純度十分重要，此外，程序參數，如：所使用二酚與光氣之莫耳比率、反應期間之溫度、反應與保壓時間，可能具有決定性。對精於此方面技藝者，目標為控制程序，以使基板材料中之胺基甲酸酯含量不超出依本發明之界限。

為獲得所欲之基板材料，一種適合的程序參數之選擇顯示於下：

於傳統的連續式聚碳酸酯合成中，當所使用光氣之過量，以所使用諸二酚之總量為基準，為介於 3 與 100 莫耳%之間時，較佳者為介於 5 與 50 莫耳%之間，依本發明基質材料之製備，所使用光氣之過量為 5 至 20 莫耳%，以 8 至 17 莫耳%為較佳。此程序中，於計量加入光氣之期間與其後，水相之 pH 值維持於鹼性範圍內，以介於 8.5 至 12 為較佳，藉隨後之計量加入氫氧化鈉溶液一次或數次，或者對應地隨後計量加入雙酚鹽溶液，而於添加催化劑後將其調整為 10 至 14。光氣反應期間之溫度為 0°C 至 40°C，以 5°C 至 36°C 為較佳。

依本發明聚碳酸酯係藉相界面法製得，此合成聚碳酸

酯之方法被敘述於文獻中的許多案例中，值得一提之參考文獻實例為：H. Schnell，聚碳酸酯之化學與物性，聚合物回顧，第 9 冊，Interscience 出版社，紐約，1964 年，第 33 頁起，聚合物回顧，第 10 冊，“縮合聚合物使用界面與溶液法”，Paul W. Morgan，Interscience 出版社，紐約，1965 年，第 VIII 章，第 325 頁，“Dres. U. Grigo，K. Kircher 與 P.R. Müller，“聚碳酸酯”於 Becker/Braun，合成材料手冊，第 3/1 冊，聚碳酸酯，聚縮醛，聚酯，纖維素-酯，Carl Hanser 出版社，慕尼黑，維也納，1992 年，第 118 至 145 頁”，與 EP-A 0517044。

依照此方法，一種二酚(或一種包含各種二酚之混合物)之二鈉鹽之光氣反應，其係被起始地引入一水性-鹼性溶液(或懸浮液)中，而於一種惰性有機溶劑或溶劑混合物，其生成第二相，之存在下進行。生成之寡碳酸酯，其主要存在於有機相中，於適合催化劑之輔助下進行縮合反應，以獲得溶解於有機相中之高分子量聚碳酸酯。最後分離有機相，並使用各種處理步驟自其中分離出聚碳酸酯。

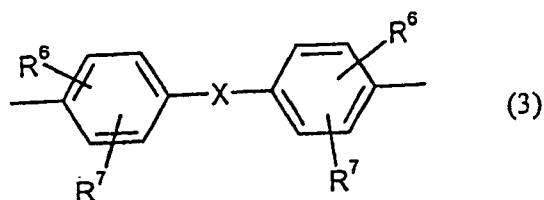
適合用於製備聚碳酸酯之二羥基芳基化合物為那些具式(2)者：



其中

Z 為一具有 6 至 30 個碳原子之芳族基團，其可包含一個或多個芳族環，可為經取代，與可包含脂肪族或環脂肪族基團、或烷基芳基、或雜原子，作為架橋之成員。

較佳者為：式(2)中之 Z 代表一具有式(3)之基團

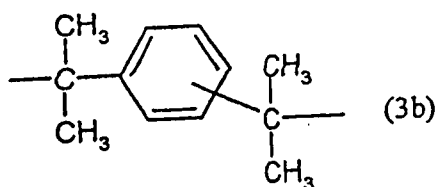
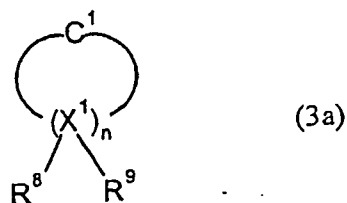


其中

R^6 與 R^7 各自獨立地代表：氫、 C_1 - C_{18} 烷基、 C_1 - C_{18} 烷氧基、鹵素，如：氯或溴、或於每個案例中，選擇地取代之芳基或芳烷基，以氫或 C_1 - C_{12} 烷基為較佳，以氫或 C_1 - C_8 -烷基為特佳，並以氫或甲基為非常特佳，與

X 代表一單鍵、 $-\text{SO}_2-$ 、 $-\text{CO}-$ 、 $-\text{O}-$ 、 $-\text{S}-$ 、 C_1 -至 C_6 -伸烷基、 C_2 -至 C_5 -亞烷基、或 C_5 -至 C_6 -環亞烷基，其可被 C_1 -至 C_6 -烷基所取代，以甲基或乙基為較佳、與 C_6 -至 C_{12} -芳烯基，其可選擇地與其他包含雜原子之芳族環相稠合。

較佳者為 X 代表：一單鍵、 C_1 至 C_5 -伸烷基、 C_2 -至 C_5 -亞烷基、 C_5 -至 C_6 -環亞烷基、 $-\text{O}-$ 、 $-\text{SO}-$ 、 $-\text{CO}-$ 、 $-\text{S}-$ 、 $-\text{SO}_2-$ 或者一具式(3a)或(3b)之基團



其中

R^8 與 R^9 可針對每個 X^1 個別地選取，並且各自獨立地代表：

氫、或 C_1 至 C_6 -烷基，以氫、甲基、或乙基為較佳，

X^1 代表碳，與

n 代表一自 4 至 7 之整數，以 4 或 5 為較佳，其條件為：

於至少一個原子上， X^1 ， R^8 與 R^9 同時為烷基。

二羥基芳基化合物之實例為：二羥基苯、二羥基二苯基、二-(羥基苯基)-鏈烷、二-(羥基苯基)-環鏈烷、二-(羥基苯基)-芳基、二-(羥基苯基)醚、二-(羥基苯基)酮、二-(羥基苯基)硫化物、二-(羥基苯基)碲、二-(羥基苯基)亞碲、1,1'-二-(羥基苯基)-二異丙基苯、與其環上烷化與環上鹵化之化合物。

適合用於製備依本發明聚碳酸酯之芳族二羥基化合物包括：氫醌、間苯二酚、二羥基二苯基、二-(羥基苯基)-鏈烷、二-(羥基苯基)-環鏈烷、二-(羥基苯基)硫化物、二-(羥基苯基)醚、二-(羥基苯基)酮、二-(羥基苯基)碲、二-(羥基苯基)亞碲、 α,α' -二-(羥基苯基)-二異丙基苯、與其烷化、環上烷化、與環上鹵化之化合物。

較佳之二酚為：4,4'-二羥基二苯基、2,2-二-(4-羥基苯基)-1-苯基-丙烷、1,1-二-(4-羥基苯基)-苯基-乙烷、2,2-二-(4-羥基苯基)-丙烷、2,4-二-(4-羥基苯基)-2-甲基丁烷、1,3-二-[2-(4-羥基苯基)-2-丙基]苯(雙酚 M)、2,2-二-(3-甲基-4-羥基苯基)-丙烷、二-(3,5-二甲基-4-羥基苯基)-甲烷、2,2-二-(3,5-二甲基-4-羥基苯基)-丙烷、二-(3,5-二甲基-4-羥基苯基)碲、2,4-二-(3,5-二甲基-4-羥基苯基)-2-甲基丁烷、1,3-二-[2-(3,5-二甲基-4-羥基苯基)-2-丙基]-苯、與 1,1-二-(4-

羥基苯基)-3,3,5-三甲基環己烷(雙酚 TMC)。

特佳之二酚為：4,4'-二羥基二苯基、1,1-二-(4-羥基苯基)-苯基-乙烷、2,2-二-(4-羥基苯基)-丙烷、2,2-二-(3,5-二甲基-4-羥基苯基)-丙烷、1,1-二-(4-羥基苯基)-環己烷、與
5 1,1-二-(4-羥基苯基)-3,3,5-三甲基環己烷(雙酚 TMC)。

這些與其他適合的二酚被敘述於如：US-A-2999835，
3148172，2991273，3271367，4982014，與 2999845，於
德國專利 1570703，2063050，2036052，2211956 與
3832396，法國專利說明書 1561518，於專題著作，H. Schnell
10 著，聚碳酸酯之化學與物性，Interscience 出版社，紐約，
1964 年，第 28 頁起，第 102 頁起，及於 D. G. Legrand，
J. T. Bendler 著，聚碳酸酯科學與技術手冊，Marcel Dekker
出版社，紐約，2000 年，第 72 頁起。

於均聚碳酸酯之案例中，僅使用一種二酚，而於共聚
15 碳酸酯之案例中，使用二種或多種二酚，其中所使用之二
酚，與所有加至合成反應中之其他化學品與助劑相同，可
能被源自其本身之合成反應、處理、與儲存之不純物所污
染，雖然意欲使用儘可能最純的原料。

用於調整分子所需之單官能性鏈終止劑為如：苯酚或
20 烷基苯酚，特別是苯酚、對-第三丁基苯酚、異-辛基苯酚、
異丙苯基苯酚、其氯羧酸酯、或單羧酸之酸氯化物、或這
些鏈終止劑之混合物，可與二酚鹽或諸二酚鹽一同餵送至
反應，或者於合成期間之任何所欲點加入，只要是光氣或
氯羧酸之終端基團仍然存在於反應混合物中，或者於酸氯

化物與氯羧酸酯作為鏈終止劑之案例中，只要是擁有足夠苯酚之終端基團可供生成聚合物。然而較佳者為：鏈終止劑或終止劑於光氣反應後添加，於一位置或於一時間點，當光氣不再存在，但催化劑尚未被計量加入時，或者其可於
5 添加催化劑之前，連同催化劑，或與催化劑平行地計量加入。

以相同方式將任何所使用之分支劑或分支劑混合物加至合成反應，但傳統地於添加鏈終止劑之前進行。傳統地使用三-或四羧酸之三苯酚，四苯酚，或酸氯化物，或者亦可為多苯酚或酸氯化物之混合物。
10

具有三或多個苯酚的羥基基團之適合化合物之實例包括：

間苯三酚，

4,6-二甲基-2,4,6-三-(4-羥基苯基)-2-庚烯，

15 4,6-二甲基-2,4,6-三-(4-羥基苯基)-庚烷，

1,3,5-三-(4-羥基苯基)-苯，

1,1,1-三-(4-羥基苯基)-乙烷，

三-(4-羥基苯基)-苯基甲烷，

2,2-二-[4,4-二-(4-羥基苯基)-環己基]-丙烷，

20 2,4-二-(4-羥基苯基-異丙基)-苯酚，與

四-(4-羥基苯基)-甲烷。

其他適合的三官能性化合物為：2,4-二羥基苯甲酸、苯均三酸、氰脲醯氯、與 3,3-二-(3-甲基-4-羥基苯基)-2-氧基

-2,3-二氫吡啶。

較佳之分支劑為：3,3-二-(3-甲基-4-羥基苯基)-2-氧基-2,3-二氫吡啶與 1,1,1-三-(4-羥基苯基)-乙烷。

於相界面合成反應中所使用之催化劑為三級胺，特別是：三乙胺、三丁胺、三辛胺、N-乙基哌啶、N-甲基哌啶、與 N-異/正-丙基哌啶；四級銨鹽類，如：四丁胺/三丁基苄銨/四乙基氫氧化銨/氯化物/溴化物/硫酸/四氟硼酸鹽；與對應於銨化合物之膦化合物。這些化合物被敘述於文獻中作為典型的相界面催化劑，其已有商品，並且對精於此方面技藝者為熟知。這些催化劑可個別地、於一混合物中、或一同地、與接續地加至合成反應，選擇地亦在光氣反應之前，雖然較佳者為於引入光氣之後計量加入，除非是使用一種鎘化合物或鎘化合物之混合物作為催化劑，於此案例中較佳者為於計量加入光氣前添加。計量加入催化劑或諸催化劑可於主體中，於一種惰性溶劑中進行，以聚碳酸酯合成反應所使用者為較佳，或者亦可為一種水溶液，於三級胺之案例中，則為其與酸之銨鹽，以無機酸為較佳，特別是鹽酸。若是使用數種催化劑，或者催化劑總量中之部份數量被計量加入，不同計量加入之方法當然亦可於不同的地方或於不同的時間進行。所使用催化劑之總量為介於 0.001 至 10 莫耳%之間，其係以所使用二酚之莫耳數為基準，以 0.01 至 8 莫耳%為較佳，以 0.05 至 5 莫耳%為特佳。

用於聚碳酸酯之傳統添加劑亦可加至依本發明之聚碳酸酯中，使用習知的數量。加入添加劑藉以：延長使用之持續時間或顏色(穩定劑)、簡化程序(如：脫模劑、流動助

劑、抗靜電劑)、或使聚合物性能適應特殊的應力(衝擊修飾劑, 如: 橡膠、防燃劑、著色劑、玻璃纖維)。

這些添加劑可個別地、或於任何所欲之混合物或數種不同的混合物中加至聚合物熔體, 特別是直接地於分離聚合物時, 或在熔解細粒之後, 於一所謂的混料步驟中進行。於本說明書中, 添加劑或其混合物可於一固體, 亦即: 為一種粉末, 或於一熔體, 加至聚合物熔體。另一形式之計量加入為使用添加劑或添加劑混合物之母料或母料混合物。適合的添加劑被敘述於如: “塑料添加劑手冊, John Murphy 著, Elsevier 出版社, 牛津, 1999 年”, 及於“塑料添加劑手冊, Hans Zweifel 著, Hanser 出版社, 慕尼黑, 2001 年”。

較佳之熱穩定劑包括: 有機亞磷酸鹽、膦酸鹽、與膦(phosphanes), 通常為那些, 其中有機基團整體地或部份地組成自選擇地經取代之芳族基團。適合的紫外線穩定劑包括經取代之苯並三唑。這些與其他的穩定劑可個別地或併同地使用, 及於前述之形態加至聚合物。

此外, 可加入加工助劑, 如: 脫模劑, 一般為長鏈脂肪酸之衍生物, 例如較佳者為: 四硬脂酸季戊四醇酯與單硬脂酸丙三醇酯, 可就其本身或於一種混合物中使用, 較佳者於一數量為 0.02 至 1 重量%, 其係以組成物之重量為基準。

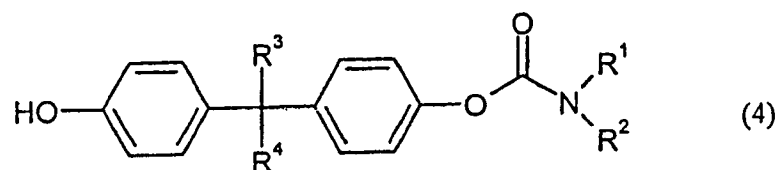
適合的阻燃添加劑包括: 磷酸酯類, 亦即: 磷酸三苯酯、間苯二酚二磷酸酯、含溴化合物, 如: 溴化之磷酸酯、

溴化之寡碳酸酯、與聚碳酸酯、與較佳者為氟化的有機磺酸鹽類。

適合的衝擊修飾劑包括接枝聚合物，其包括一個或多個接枝基底，選自下者中之至少一種：聚丁二烯橡膠、丙烯酸酯橡膠(較佳者為丙烯酸乙酯或丙烯酸丁酯橡膠)、乙烯/丙烯橡膠，與接枝單體，選自至少一種單體，得自群組包括：苯乙烯、丙烯腈、或甲基丙烯酸烷基酯(較佳者為甲基丙烯酸甲酯)、或者具有甲基丙烯酸甲酯或苯乙烯/丙烯腈接枝於其上之相互貫穿之矽氧烷與丙烯酸酯網絡。

此外，可添加著色劑，如：有機染料、或顏料、或無機顏料、或紅外線吸收劑，其加入可為個別地、於一種混合物中、或併同穩定劑、玻璃纖維、玻璃(中空)珠、或無機填料。

依本發明聚碳酸酯可另外包括 0.2 至 500 ppm，以 0.2 至 400 ppm 為較佳，以 0.2 至 300 ppm 為特佳，之符合式(4)之化合物



其中 R¹，R²，R³，與 R⁴ 具有式(1)中賦予之意義，其中含量係在與氫氧化鈉溶液進行鹼解後，於丙酮萃取物中使用高壓液體色譜法測量。

本申請案另外提供可得自依本發明聚碳酸酯之擠塑物

與模製物，特別是那些用於透明產品之領域者，非常特別為於光學用途之領域者，例如：板片、多壁板片、鑲嵌玻璃、光漫射嵌板、燈罩、或光學數據儲存物，如：音響-光碟、光碟-讀(寫)、數位多功能光碟、數位多功能光碟-讀(寫)、與微型光碟，於其各種的唯讀、或一次-可寫入、與選擇地可重複地寫入之實體。

本發明另外提供使用依本發明聚碳酸酯於製造擠塑物與模製物。

其他的用途，例如，但不限制本發明內容：

1. 安全窗格，其習知需用於許多領域，包括：建築物、車輛與飛機、以及作為頭盔之面甲。
2. 膜。
3. 吹塑-模製物件(參見 US-A 2964794)，例如：1 至 5 加崙之水瓶。
4. 透明板片，如：實心板片，或者特別是具中空室之板片，例如：用於供作遮蔽之建築物，如：火車站、溫室、與照明裝置。
5. 光學數據儲存物，例如：音響光碟、光碟-讀(寫)、數位多功能光碟、數位多功能光碟-讀(寫)、微型光碟，與隨後發展之產品。
6. 紅綠燈之外罩或交通標示。
7. 泡沫塑料，其具有一開啟或關閉的，選擇地可印刷之表面
8. 線與電纜(參見 DE-A 1137167)。

9. 供照明用，選擇地使用玻璃纖維，作為半透明產品領域之用途。
10. 半透明之配方，其包含硫酸鋇、與/或二氧化鈦、與/或氧化鋅、或有機的聚丙烯酸酯橡膠(EP-A 634445，EP-A 0269324)，用於製造透明與光散射模製物。
11. 精準注射模製物，如：支架，例如：鏡片支架；聚碳酸酯於此選擇地與玻璃纖維，與一選擇地額外含量為 1 至 10 重量%之二硫化鋇(以模製組成物之總重為基準)一同使用。
12. 光學設備之組件，特別是攝影與影片相機之鏡頭(DE-A 2701173)。
13. 光穿透載體，特別是光傳導纜線(EP-A 0089801)與照明罩蓋之條片。
14. 電氣絕緣材料，用於導電體、與插頭罩蓋、與插頭連接器、以及電容器。
15. 手機罩蓋。
16. 網絡介面裝置。
17. 有機光導體之載體材料。
18. 燈、頭燈、光漫射之嵌板或內部鏡片。
19. 醫療之用途，如：和氧器與透析器。
20. 食品之用途，如：瓶子、器皿、與巧克力模子。
21. 於汽車領域之用途，例如：鑲嵌玻璃、或為與 ABS 摻合之形態，用作保險桿。
22. 運動物件，如：迴旋賽之用竿、滑雪鞋之鞋釘。

- 23.家用物件，如：廚房水槽、洗滌盆、信箱。
- 24.外罩，如：電之分配箱。
- 25.電器設備之外罩，如：牙刷、吹風機、泡咖啡機、與機械工具，如：鑽孔、研磨、與刨平之機器與鋸子。
- 5 26.洗衣機之舷窗。
- 27.安全眼鏡、太陽眼鏡、矯正用眼鏡、與其鏡片。
- 28.燈罩。
- 29.包裝膜。
- 30.晶片盒、晶片支架、矽晶圓盒。
- 10 31.其他用途，如：用於養肥禽畜之牢固的門、或動物之牢籠。

【實施方式】

實例

15 用於測量聚碳酸酯之丙酮萃取物中胺基甲酸酯含量之方法敘述於下：

於丙酮萃取物中具式(1)之胺基甲酸酯雙酚 A 寡聚物之濃度測定如下：

20 50 毫克萃取物溶解於 50 毫升丙烯腈中，將 10 微升之此溶液注射至高壓液體色譜儀中，偵測之進行係依所欲使用一只二極管列陣偵測器(DAD)，螢光偵測器(FLD)，或使用質譜儀(MS)，校準係以外部標準法進行(多點校準)。

對應之注射模塑光碟上之場強度，其測量方法如下：

使用一台得自 Eltec 公司之場儀錶(EMF 581320)，測

量電場強度。緊接注射模塑程序結束後，立即經由一機械手臂將模製品(光碟)取出並放置，於此程序期間光碟必須不與金屬接觸，因為否則會使測量遭到破壞，此外，任何存在之離子化器必須予以關閉。

5 將場儀錶置放於光碟之上方，自水平的光碟表面距離為 100 毫米，場儀錶之中心以下列方式安置：其對實際被測量光碟上之投射，為自光碟之中心延伸 39 毫米，於此程序期間，不可移動光碟，完成注射模塑程序後，測量場約 3 至 10 秒鐘。

10 測量裝置連接至一 x/y 記錄器，由此印出特別的數值，每只經測量之光碟因此被派定一特別的電場整數。為限制數據之數量，於開始此程序後，進行 100 次測量，亦即：記錄最初 100 只光碟之對應電場。於每個案例中經 60 分鐘後，另外進行 100 次測量，於第 4 系列之測量後，亦即：於約 3 小時後，停止測量。

15 當進行測量時，需確認測量期間之大氣溼度為 30 至 60%，以 35 至 50% 為較佳，以及室溫為 25 至 28°C。

於此方法中，光碟表面之電場係使用一探測器，緊接著注射模塑程序之後測量，若電場超過 18 千伏/米之數值
20 時，此光碟即被視為不易被塗覆(例如：染料塗覆)。

實例 1

製備 1-(4-第三丁基苯基氧基羰基氧基)-1'-(哌啶羧酸)4,4'-異亞丙基二苯基酯

起始時於氬氣下，將 9.30 公克(0.025 莫耳)異亞丙基二苯基二氯碳酸酯加入 150 毫升二氯甲烷中，混合物冷卻至 0°C。溶解 48.49 公克(0.428 莫耳)N-乙基哌啶於 20 毫升二氯甲烷中，於 0°C 下將此溶液滴加至二氯碳酸酯溶液，
5 隨後於 0°C 下將溶解於 10 毫升二氯甲烷中之 3.76 公克(0.025 莫耳)第三丁基苯酚滴加至此溶液。使混合物熱至室溫，並且攪拌 3 小時，而後於真空中將溶劑移除，殘餘物於 500 毫升甲苯中煮沸，趁熱予以濾除。於冷卻時，母液中沉澱出結晶，將母液過濾與濃縮(95°C，25 毫巴)，獲得
10 13.2 公克一種高黏度之紅油。此油溶解於 100 毫升乙酸乙酯中，經添加 10 公克矽膠後(矽膠 60; 0.04 至 0.063 微米，Merck 109385/Lt: 948785203)，將混合物濃縮，並加至一矽膠管柱(管柱直徑 5 公分，充填高度約 25 公分)。使用一正己烷/乙酸乙酯(9:1)之溶劑混合物進行色譜分離後，獲得
15 2.3 公克之一種玻璃體的固體。

$^1\text{H-NMR}$ (400 MHz, CDCl_3) δ = 7.4-7.38(m, 2H), 7.28-7.23(m, 2H), 7.22-7.13(m, 6H), 7.03-6.98(m, 2H), 3.65-3.45(m, 4H), 1.70-1.55(m, 6H), 1.66(s, 6H), 1.32(s, 9H)。

實例 2

製備 1-(4-第三丁基苯基氧基羰基氧基)-1'-(4,4'-異亞丙基二苯基)N,N'-二乙基胺基甲酸酯

起始時於 0°C 在氬氣下，將 5.0 公克(0.013 莫耳)異亞

丙基二苯基二氯碳酸酯加入 100 毫升二氯甲烷中。溶解 4.29 公克(0.042 莫耳)三乙胺於 30 毫升二氯甲烷中，於 0°C 下滴加至此溶液，隨後將溶解於 30 毫升二氯甲烷中之 2.02 公克(0.013 莫耳)第三丁基苯酚滴加至此溶液。使混合物熱至室溫，並且攪拌 3 小時，而後於真空中將溶劑移除，殘餘物於 500 毫升甲苯中煮沸，趁熱予以濾除。

於真空中將溶劑移除，粗產物以矽膠進行色譜分離(高度:16 公分，直徑 5 公分，流動相為:正己烷/乙酸乙酯=9:1)。

獲得 2.1 公克之一種黃色高黏度樹脂。

$^1\text{H-NMR}$ (400 MHz, CDCl_3) δ = 7.45-7.38(m, 2H), 7.28-7.15(m, 8H), 7.05-6.98(m, 2H), 3.50-3.30(m, 4H), 1.67(s, 6H), 1.32(s, 9H), 1.28-1.15(m, 6H)。

實例 3

製備哌啶羧酸 4-[1-(4-羥基苯基)-1-甲基乙基]-苯基酯

溶解 0.5 公克 1-(4-第三丁基苯基氧基羰基氧基)-1'-(哌啶羧酸)4,4'-異亞丙基二苯基酯於 20 公克四氫呋喃中，加入 0.5 公克 32%強度之氫氧化鈉溶液與 5 公克之水，於攪拌下徹夜(至少 15 小時)進行水解。

處理:

分離去除四氫呋喃溶液之水相，並且濃縮有機相，將殘餘物溶於二乙醚中，以水清洗此混合物數次。有機相使用硫酸鎂予以乾燥，濾除乾燥劑，並於真空下移除溶劑，獲得 1.46 公克粗產物，此產物使用一正己烷/乙酸乙酯(9:1)

之溶劑混合物，以矽膠(矽膠 60; 0.04 至 0.063 微米，Merck 109385/Lt: 948785203)(管柱直徑 5 公分，充填高度約 25 公分)進行色譜分離，於隨後之程序中，使用己烷/乙酸乙酯(5:1)作為溶劑混合物，獲得 1.0 公克之一種白色固體。

¹H-NMR (400 MHz, CDCl₃) δ = 7.20-7.15(m, 2H), 7.10-7.05(m, 2H), 7.02-6.95(m, 2H), 6.75-6.68(m, 2H), 3.65-3.45(m, 4H), 1.63(s, 6H)。

實例 4

製備二乙基胺甲酸 4-[1-(4-羥基苯基)-1-甲基乙基]-苯基酯

溶解 0.5 公克 1-(4-第三丁基苯基氧基羰基氧基)-1'-(4,4'-異亞丙基二苯基)N,N-二乙基胺基甲酸酯於 20 公克四氫呋喃中，加入 0.5 公克 32%強度之氫氧化鈉溶液與 5 公克之水，混合物於攪拌下徹夜(至少 15 小時)進行水解。

處理：

分離去除四氫呋喃溶液之水相，並且濃縮有機相，將殘餘物溶於二乙醚中，以水清洗此混合物數次。有機相使用硫酸鎂予以乾燥，濾除乾燥劑，並於真空下移除溶劑，粗產物使用一正己烷/乙酸乙酯(9:1)之溶劑混合物，以矽膠(矽膠 60; 0.04 至 0.063 微米，Merck 109385/Lt: 948785203)(管柱直徑 3 公分，充填高度約 25 公分)進行色譜分離，於隨後之程序中，使用己烷/乙酸乙酯(1:1)作為溶劑混合物，獲得 0.29 公克之一種白色固體。

$^1\text{H-NMR}$ (400 MHz, CDCl_3) δ = 7.26-7.22(m, 2H), 7.12-7.08(m, 2H), 7.04-6.98(m, 2H), 6.72-6.68(m, 2H), 3.55-3.35(m, 4H), 1.67(s, 6H), 1.35-1.15(m, 6H)。

5 實例 5

使用習知之相界面法進行聚碳酸酯之製備，以連續方式操作。

將雙酚鹽溶液(雙酚 A;鹼含量 2.12 莫耳氫氧化鈉/莫耳雙酚 A)於 750 公斤/小時(14.93 重量%)，溶劑(二氯甲烷/氯苯 1:1)於 646 公斤/小時，與光氣於 56.4 公斤/小時餵入反應器並進行反應，反應器中之溫度為 35°C 。另外於 9.97 公斤/小時計量加入氫氧化鈉溶液(32 重量%)，於縮合反應之過程中，計量加入於 29.27 公斤/小時之第二數量的氫氧化鈉溶液(32 重量%)，與一鏈終止劑溶液(11.7 重量%第三丁基苯酚於二氯甲烷/氯苯 1:1)於 34.18 公斤/小時。而後於 33.0 公斤/小時餵入溶解於二氯甲烷/氯苯(1:1, 2.95 重量% N-乙基哌啶)中之 N-乙基哌啶，作為催化劑。將相分離，有機相以稀鹽酸清洗 1 次，與以水清洗 5 次，隨後濃縮聚碳酸酯溶液，於一蒸發容器中進一步地濃縮，聚合物熔體經由一排氣擠塑機旋轉分離，並予以造粒。

將 300 公克以此方法製得之聚碳酸酯(參見表 1)使用 500 毫升丙酮(Fluka 公司用於紫外線光譜法之 ACS 等級)進行索格利特萃取，萃取物含量為約 5 公克。將 50 毫克萃取物溶解於 50 毫升之乙腈中，取 10 微升之此溶液注射至

高壓液體色譜儀中，偵測之進行係使用質譜儀，校準係以外部標準法進行(多點校準)，使用得自實例 1 者作為參考物質。

於此聚碳酸酯樣品中，實例 1 胺基甲酸酯化合物之含量為 160 毫克/公斤(160 ppm)。

實例 6

比較實例

如實例 5 中所述進行聚碳酸酯之製備，但是將雙酚鹽溶液(雙酚 A)於 750 公斤/小時(14.93 重量%)，溶劑(二氯甲烷/氯苯 1:1)於 646 公斤/小時，與光氣於 58.25 公斤/小時餵入反應器。另外於 12.34 公斤/小時計量加入氫氧化鈉溶液(32 重量%)，第二數量的氫氧化鈉溶液為 36.20 公斤/小時，鏈終止劑之數量為 34.18 公斤/小時，於實例 5 中所述之濃度，依實例 5 中所述進行處理。

將 300 公克之此聚碳酸酯(參見表 1)使用 500 毫升丙酮(Fluka 公司用於紫外線光譜法之 ACS 等級)進行索格利特萃取，萃取物含量為約 5 公克。將 50 毫克萃取物溶解於 50 毫升之乙腈中，取 10 微升之此溶液注射至高壓液體色譜儀中，偵測之進行係使用質譜儀，校準係以外部標準法進行(多點校準)，使用得自實例 1 者作為參考物質。

於此聚碳酸酯樣品中，實例 1 胺基甲酸酯化合物之含量為 600 毫克/公斤(600 ppm)。

實例 7

使用習知之相界面法進行聚碳酸酯之製備，以連續方式操作。

將雙酚鹽溶液(雙酚 A;鹼含量 2.12 莫耳氫氧化鈉/莫耳雙酚 A)於 750 公斤/小時(14.93 重量%)，溶劑(二氯甲烷/氯苯 1:1)於 646 公斤/小時，與光氣於 56.4 公斤/小時餵入反應器並進行反應，反應器中之溫度為 35°C。另外於 9.97 公斤/小時計量加入氫氧化鈉溶液(32 重量%)，於縮合反應之過程中，計量加入於 29.27 公斤/小時之第二數量的氫氧化鈉溶液(32 重量%)，與一鏈終止劑溶液(11.7 重量%第三丁基苯酚於二氯甲烷/氯苯 1:1)於 34.18 公斤/小時。而後於 33.0 公斤/小時餵入溶解於二氯甲烷/氯苯(1:1，2.95 重量% N-乙基哌啶)中之 N-乙基哌啶，作為催化劑。將相分離，有機相以稀鹽酸清洗 1 次，與以水清洗 5 次，隨後濃縮聚碳酸酯溶液，於一蒸發容器中進一步地濃縮，聚合物熔體經由一排氣擠塑機旋轉分離，並予以造粒。

將 300 公克以此方法製得之聚碳酸酯(參見表 1)使用 500 毫升丙酮(Fluka 公司用於紫外線光譜法之 ACS 等級)進行索格利特萃取，獲得約 5 公克萃取物。將 50 毫克萃取物溶解於 2 公克之四氫呋喃中，加入 0.19 毫克 32%強度之氫氧化鈉溶液與 0.5 公克之水，於攪拌下徹夜(至少 15 小時)進行水解。水解後，溶液使用鹽酸予以酸化，並且使用四氫呋喃裝滿至 5 毫升，取 15 微升之此溶液注射至高壓液體色譜儀中，偵測之進行係使用螢光偵測器。

校準係以外部標準法進行(多點校準),使用得自實例 3 者作為參考物質。

於此聚碳酸酯樣品中,實例 3 胺基甲酸酯化合物之含量為 220 毫克/公斤(220 ppm)。

5

實例 8

比較實例

10

如實例 7 中所述進行聚碳酸酯之製備,但是將雙酚鹽溶液(雙酚 A)於 750 公斤/小時(14.93 重量%),溶劑(二氯甲烷/氯苯 1:1)於 646 公斤/小時,與光氣於 58.25 公斤/小時餵入反應器。另外於 12.34 公斤/小時計量加入氫氧化鈉溶液(32 重量%),第二數量的氫氧化鈉溶液為 36.20 公斤/小時,鏈終止劑之數量為 34.18 公斤/小時,於實例 5 中所述之濃度,催化劑之數量為 33 公斤/小時,依實例 7 中所述進行處理。

15

20

將 300 公克之此聚碳酸酯(參見表 1)使用 500 毫升丙酮(用於紫外線光譜法之 ACS 等級,Fluka 公司,德國)進行索格利特萃取,萃取物含量為約 5 公克。將 50 毫克萃取物溶解於 2 公克之四氫呋喃中,加入 0.19 公克 32%強度之氫氧化鈉溶液與 0.5 公克之水,於攪拌下徹夜(至少 15 小時)進行水解。水解後,溶液使用鹽酸予以酸化,並且使用四氫呋喃裝滿至 5 毫升,取 15 微升注射至高壓液體色譜儀中,偵測之進行係使用螢光偵測器。

校準係以外部標準法進行(多點校準),使用得自實例 3

者作為參考物質。

於此聚碳酸酯樣品中，實例 3 胺基甲酸酯化合物之含量為 1,200 毫克/公斤(1,200 ppm)。

表 1

實例 編號	分子量	玻璃態轉 移溫度 [°C]	水解後實例 3 之胺基甲酸酯 衍生物 [毫克/公斤]	實例 1 之胺基 甲酸酯衍生物 [毫克/公斤]	光碟於 3 小時 後之電場 [千伏/公尺]
5	17,500	145	-	160	<18
6(比較)	17,500	145	-	600	>18
7	17,500	145	220	-	<18
8(比較)	17,500	145	1,200	-	>18

((“比較”)表示比較實例)

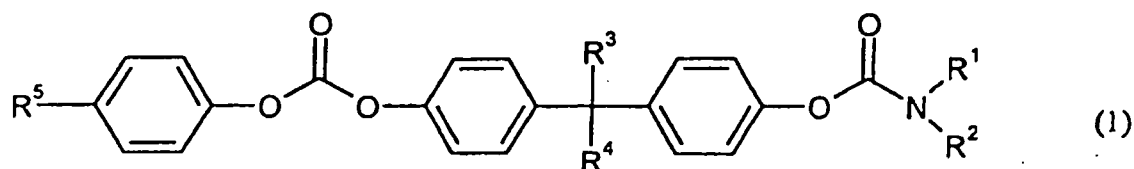
由表可知：並連帶具有良好的靜電性能。

雖然本發明為了解說之目的已詳述於前，但需明瞭此細節僅為達此目的，其可被精於此方面技藝者，在不偏離本發明之精義，與可能受限於申請專利範圍之範疇下，而作改變。

十、申請專利範圍：

1. 一種聚碳酸酯樹脂，其包含

0.2 至 300 ppm 之一種或多種化合物，其結構符合式(1)



其中

R^1 與 R^2 各自獨立地代表：氫或 C_1 - C_{12} 烷基，或連同代表 C_4 - C_{12} -亞烷基，

R^3 與 R^4 各自獨立地代表：氫、 C_1 - C_{12} 烷基、或苯基、或連同碳原子，其與之結合生成環己基或三甲基環己基，與

R^5 代表：氫、 C_1 - C_{12} 烷基、 C_5 - C_{12} 環烷基、苯基、或異丙苯基，且

該聚碳酸酯樹脂係藉由連續式相界面法製造，其中該方法包含使至少一種二酚與以所使用二酚之總量為基準為過量之 8 至 17 莫耳%的光氣反應，且

其中含量係於丙酮萃取物中以色譜法測量，使用高壓液體色譜法。

2. 根據申請專利範圍第 1 項之聚碳酸酯樹脂，其中符合式(1)化合物之存在量為 0.2 至 250 ppm。

3. 根據申請專利範圍第 1 項之聚碳酸酯樹脂，其中符合式(1)化合物之含量為 0.2 至 200 ppm。

4. 根據申請專利範圍第 1 項之聚碳酸酯樹脂，其中於式(1)

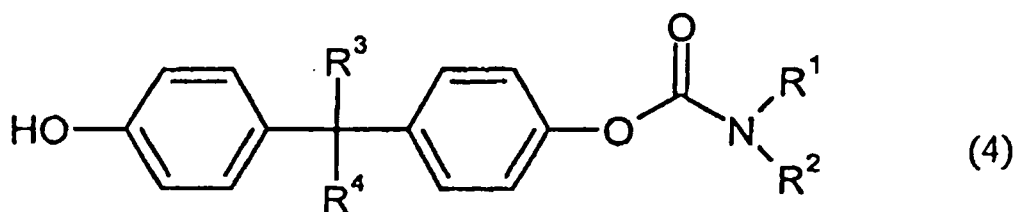
中

R^1 與 R^2 各自獨立地代表：氫、甲基、乙基、丙基、或丁基、或連同代表 C_4-C_5 -亞烷基，

R^3 與 R^4 各自獨立地代表：氫、 C_1-C_8 -烷基、或苯基、或連同碳原子，其與之結合生成環己基或三甲基環己基，與

R^5 代表：氫、第三丁基、或異丙苯基。

5. 一種模製物件，其包括根據申請專利範圍第 1 項之聚碳酸酯樹脂。
6. 一種注射模塑物件，其包括根據申請專利範圍第 1 項之聚碳酸酯樹脂，其中靜電場，於距離為 100 毫米處測量，不多於 18 千伏/公尺。
7. 一種用於光碟之載體，其包括根據申請專利範圍第 1 項之聚碳酸酯樹脂。
8. 一種光碟，其包括根據申請專利範圍第 1 項之聚碳酸酯樹脂。
9. 一種聚碳酸酯樹脂，其藉由連續式相界面法製造，其中該方法包含使至少一種二酚與以所使用二酚之總量為基準為過量之 8 至 17 莫耳%的光氣反應，且其包含 0.2 至 500 ppm 之化合物，其結構符合式(4)



其中

R^1 , R^2 , R^3 與 R^4 具有式(1)中賦予之意義，其含量係在與氫氧化鈉溶液進行鹼解後，於丙酮萃取物中，使用高壓液體色譜儀測量。

10. 一種製備根據申請專利範圍第 1 項之聚碳酸酯樹脂之方法，其係藉由連續式相界面法，且其中該方法包含使至少一種二酚與以所使用二酚之總量為基準為過量之 8 至 17 莫耳%的光氣反應。