



(19)



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 329 111**

(51) Int. Cl.:

C08K 5/1565 (2006.01)

C08K 5/103 (2006.01)

C08K 5/06 (2006.01)

C08K 5/13 (2006.01)

C08L 69/00 (2006.01)

G11B 7/00 (2006.01)

G02B 1/00 (2006.01)

(12)

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

(96) Número de solicitud europea: **00931538 .3**

(96) Fecha de presentación : **24.05.2000**

(97) Número de publicación de la solicitud: **1116751**

(97) Fecha de publicación de la solicitud: **18.07.2001**

(54) Título: **Composición de resina de policarbonato, medio de grabación óptica, y sustrato para el mismo.**

(30) Prioridad: **27.05.1999 JP 11-148048**
27.05.1999 JP 11-148049
21.12.1999 JP 11-362700
21.12.1999 JP 11-362701
21.12.1999 JP 11-362702

(45) Fecha de publicación de la mención BOPI:
23.11.2009

(45) Fecha de la publicación del folleto de la patente:
23.11.2009

(73) Titular/es: **TEIJIN LIMITED**
6-7, Minamihonmmachi 1-chome
Chuo-ku, Osaka-shi, Osaka 541-0054, JP

(72) Inventor/es: **Hirata, Masumi;**
Sawaki, Toru;
Funakoshi, Wataru;
Sasaki, Katsushi y
Matsuo, Jyuhou

(74) Agente: **Izquierdo Faces, José**

ES 2 329 111 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

Composición de resina de policarbonato, medio de grabación óptica, y sustrato para el mismo.

La presente invención hace referencia a una composición de resina de policarbonato, un medio óptico de grabación que está formada por la misma y un sustrato para el medio óptico de grabación. Más específicamente, se refiere a una composición nueva de resina de policarbonato que es satisfactoria en términos de estabilidad térmica como retención de color durante el moldeo y excelente en capacidad de moldeo, como capacidad de liberación y capacidad de transferencia, un medio óptico de grabación que comprende la composición y un sustrato para el medio óptico de grabación.

Técnicas anteriores

Los policarbonatos aromáticos se emplean con gran frecuencia en varios campos que incluyen partes ópticas, partes mecánicas y partes automovilísticas, gracias a sus excelentes propiedades mecánicas como resistencia a impacto, resistencia al calor y transparencia.

Los policarbonatos aromáticos han tenido una gran demanda recientemente como molduras ópticas debido a sus excelentes propiedades ópticas y se han empleado frecuentemente en discos ópticos, discos de información, lentes ópticas, prismas y similares. Junto con esto, los policarbonatos aromáticos han requerido mayor estabilidad térmica, capacidad de liberación y capacidad de transferencia.

Debido a que los discos ópticos, los discos informativos, las lentes ópticas y similares se producen principalmente a través de moldeo por inyección, si la resistencia de liberación de molde es grande cuando estas molduras se retiran del molde, se envuelven, provocando una deformación óptica. Por lo tanto, debe emplearse un agente de liberación. En particular, en la producción de un disco óptico de grabación, como un disco compacto (CD) o disco láser (LD), se moldea por inyección a una temperatura superior a 300°C para transferir de manera precisa 1 μm o menos de irregularidades finas de un estampador. Por lo tanto, también se requiere estabilidad térmica de una resina usada además de la capacidad de liberación.

La parafina, aceite de silicona, ácido graso, ésteres de ácido graso, ésteres parciales de ácido graso y similares han sido conocidos como agentes liberadores para resinas de policarbonato. Particularmente, los ésteres de ácido graso, específicamente ésteres parciales de alcoholes polihídricos se han usado recientemente para mejorar la capacidad de liberación de resina de policarbonato para discos ópticos.

JP-B 47-41092 (el término "JP-B" tal y como aquí se emplea significa "publicación de patente japonesa examinada") describe una composición con resina de policarbonato lubricadora preparada añadiendo 0.05 a 5% de peso de un éster o un éster parcial de un ácido monocarboxílico saturado alifático que tiene entre 12 y 30 átomos de carbono y un alcohol monohídrico saturado alifático o alcohol polihídrico que tiene 30 o menos átomos de carbono a una resina de policarbonato.

JP-B 2-48081 describe una composición con resina de policarbonato que contiene un monoglicérido de un ácido graso monovalente saturado que tiene entre 16 y 22 átomos de carbono en una cantidad de 0.01 a 0.2 partes por peso en base a 100 partes por peso de un policarbonato que tiene un peso medio molecular de viscosidad de aproximadamente 12,000 a aproximadamente 19,000 y proporciona molduras que tienen excelente capacidad de transferencia y una superficie sin marcas así como molduras ópticas de las mismas.

JP-A 8-73724 (el término "JP-A" tal y como aquí se emplea significa "publicación de patente japonesa no examinada") describe una composición con resina de policarbonato que contiene un éster parcial de un ácido monocarboxílico alifático y un alcohol polihídrico en una cantidad de 0.01 a 0.1 partes por peso en base a 100 partes por peso de una resina aromática de policarbonato que tiene una concentración de hidroxilo termina de 2 a 40 mol% y una distribución de peso molecular (Mw/Mn) de 2.0 a 2.8 y tiene una excelente capacidad de liberación, resistencia al calor y capacidad de transferencia.

JP-B 55-4141 describe una composición de policarbonato antiestática que contiene un monoglicérido alifático en una cantidad de 0.1 a 5 partes por peso en base a 100 partes por peso de un policarbonato para mejorar las propiedades antiestáticas del policarbonato.

El éster parcial de un ácido monocarboxílico alifático saturado y un alcohol polihídrico descrito por la técnica anterior fácilmente se descompone térmicamente o reacciona de manera sencilla con un polímero para provocar descomposición térmica o reacción con intercambio de éster. Por lo tanto, cuando un éster parcial convencional de un ácido monocarboxílico saturado y un alcohol polihídrico se añade a una resina de policarbonato, dicha inconveniencia puede ocurrir como un aumento en la cantidad de fenol residual, deterioro en la calidad del producto moldeado en el momento de moldeo fundido a una elevada temperatura, y la formación de una veta plateada como puede ser el caso.

Cuando se emplea otro agente de liberación, por ejemplo, un éster completo de un alcohol polihídrico, si la cantidad del agente de liberación es la misma que la del éster parcial de un ácido monocarboxílico saturado y un alcohol polihídrico, no habrá problemas en lo relativo a estabilidad térmica pero no se puede obtener una suficiente capacidad de liberación.

Debido a las razones expuestas, se han deseado una composición con resina de policarbonato que tenga una excelente estabilidad térmica y capacidad de liberación al tiempo de que una moldura fundida y un agente de liberación satisfactorio para uso con la composición de resina de policarbonato.

5 Resumen de la invención

Es un objeto principal de la presente invención proporcionar una composición de resina de policarbonato que solucione los problemas anteriormente mencionados de la técnica anterior y que tenga suficiente capacidad de liberación y estabilidad térmica.

Es otro objeto de la presente invención proporcionar una composición de resina de policarbonato que sea excelente tanto en estabilidad térmica como en retención de color, por ejemplo, prevención de amarillamiento en el momento del moldeo fundido y capacidad de moldeo como capacidad de liberación y transferencia y que sea adecuada para la producción de molduras ópticas de precisión como sustratos de discos ópticos y lentes.

Es incluso otro objeto de la presente invención proporcionar un sustrato par medio óptico de grabación hecho de la composición de resina de policarbonato de la presente invención.

Es un objeto adicional de la presente invención proporcionar un medio de grabación óptico que está formado por el sustrato de la presente invención.

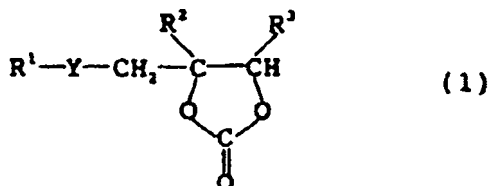
Es además otro objeto de la presente invención proporcionar un modificador nuevo de liberación para mejorar la capacidad liberadora de una resina de policarbonato.

Es además otro objeto de la presente invención proporcionar un nuevo inhibidor térmico de amarillamiento para prevenir el amarillamiento térmico de la resina de policarbonato.

Otros objetos y ventajas de la presente invención resultarán aparentes a partir de la siguiente descripción.

De acuerdo con la presente invención, en primer lugar, los objetos y ventajas anteriormente citados de la presente invención se consiguen por una composición de resina aromática de policarbonato (puede ser referida como “primera composición de la presente invención” de aquí en adelante) formada por:

- (A) 100 partes por peso de un policarbonato aromático; y
- (B) 5×10^{-4} a 0.5 partes por peso de un compuesto carbonato cíclico representado por la siguiente fórmula (1)



donde R¹ es un grupo lineal de alquilo que tiene entre 10 y 20 átomos de carbono, R² y R³ son iguales o diferentes y cada uno un átomo de hidrógeno o grupo de hidrocarburo monovalente que tiene de 1 a 10 átomos de carbono, e Y es un enlace sencillo, enlace de éter, enlace de éster o enlace de carbonato.

En segundo lugar, los objetos y ventajas anteriormente citados de la presente invención se consiguen por un sustrato para el medio óptico de grabación hecho de la primera composición de la presente invención.

En tercer lugar, los objetos y ventajas anteriormente citados de la presente invención se consiguen por un medio óptico de grabación que está formado por el sustrato para el medio óptico de grabación de la presente invención y una capa óptica de grabación formada sobre un lado del sustrato directamente o a través de una intercala.

En el cuarto lugar, los objetos y ventajas anteriormente citados de la presente invención se consiguen por un modificador de la capacidad liberadora para policarbonatos aromáticos que es el compuesto (B) que constituye la primera composición de la presente invención.

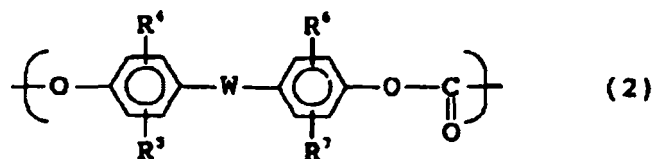
Descripción detallada de las realizaciones preferentes

Las realizaciones preferentes de la presente invención se describirán a continuación. En primer lugar, se da una descripción de la primera composición de la presente invención.

El policarbonato aromático (A) es un policarbonato termoplástico que está formado por un éster ácido carbónico de un compuesto diol aromático como primera unidad recurrente.

ES 2 329 111 T3

La unidad recurrente se representa por la siguiente fórmula (2):



donde R^4 , R^5 , R^6 y R^7 son independientemente un átomo de hidrógeno, grupo alquilo que tiene entre 1 y 10 átomos de carbono, grupo arilo que tiene entre 6 y 10 átomos de carbono o grupo aralquilo que tiene entre 7 y 10 átomos de carbono, y W es un grupo alquilenos que tiene entre 2 y 10 átomos de carbono, grupo cicloalquilenos que tiene entre 6 y 10 átomos de carbono, grupo cicloalquilideno que tiene entre 6 y 10 átomos de carbono, grupo alquilenos-arileno-alquilenos que tiene entre 8 y 15 átomos de carbono, átomo de oxígeno, átomo de sulfuro, grupo sulfóxido o grupo sulfona.

El grupo alquilo que tiene entre 1 y 10 átomos de carbono puede ser lineal o ramificado. Ejemplos de grupo alquilo incluyen metilo, etilo, propilo, butilo, octilo, decilo y similares. Ejemplos del grupo arilo que tiene entre 6 y 10 átomos de carbono incluyen fenilo, toliilo, cumilo, naftilo y similares. Ejemplos del grupo aralquilo que tiene entre 7 y 10 átomos de carbono incluyen bencilo, 2-fenitilo, 2-metilo, 2-fenietilo y similares.

Preferiblemente, R^4 , R^5 , R^6 y R^7 son independientemente un átomo de hidrógeno, grupo metilo o grupo t-butilo, en particular preferentemente un átomo de hidrógeno.

W es tal y como se ha definido anteriormente.

El grupo alquilenos que tiene entre 1 y 10 átomos de carbono puede ser lineal o ramificado. Ejemplos del grupo alquilenos incluyen metileno, 1,2-etileno, 2,2-propileno, 2,2-butileno, 1,1-decileno y similares.

Ejemplos del grupo alquilideno que tiene entre 2 y 10 átomos de carbono incluyen etilideno, propilideno, butilideno, hexilideno y similares.

Ejemplos del grupo cicloalquilenos que tiene entre 6 y 10 átomos de carbono incluyen 1,4-ciclohexileno, 2-isopropil-1,4-ciclohexileno y similares.

Ejemplos del grupo cicloalquilideno que tiene entre 6 y 10 átomos de carbono incluyen ciclohexilideno, isopropil-ciclohexilideno y similares.

Ejemplos del grupo alquilenos-arileno-alquilenos que tiene entre 8 y 15 átomos de carbono incluyen el grupo m-diisopropilfenileno y similares.

W es preferiblemente un grupo ciclohexilideno o grupo 2,2-propilideno, particularmente y de manera preferente un grupo 2,2-propilideno.

El policarbonato aromático contiene la unidad recurrente representada por la fórmula anterior (2) en una cantidad de 50 mol% o más, preferiblemente 7 mol% o más, particularmente y de manera preferentes 8 mol% o más en base al total de todas las unidades recurrentes. Un experto en la técnica entenderá que las unidades recurrentes pueden opcionalmente ser otras diferentes a la unidad recurrente representada por la fórmula anterior (2) a partir de la siguiente descripción.

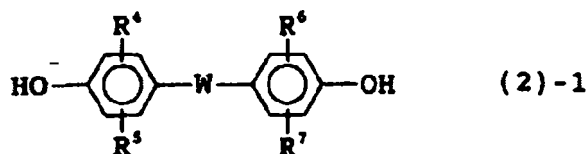
El policarbonato aromático empleado en la presente invención tiene un peso molecular medio de viscosidad de preferiblemente entre 5,000 y 100,000, más preferiblemente entre 7,000 y 50,000, mucho más preferiblemente entre 10,000 y 18,000.

El policarbonato aromático empleado en la presente invención está formado por un grupo ariloxi (a) y un grupo fenólico OH (b) como principal estructura del grupo terminal y el radio molar del componente (a) con el componente (b) es preferiblemente de 95/5 a 40/60. Es decir, la concentración del grupo terminal fenólico es preferiblemente 60 mol% o menos, más preferiblemente 40 mol% o menos, mucho más preferiblemente 30 mol% o menos.

El radio (M_w/M_n) de peso medio molecular (M_w) con el número de peso medio molecular (M_n) del policarbonato aromático es preferiblemente 3.6 o menos, más preferentemente 3 o menos.

El policarbonato aromático empleado en la presente invención puede producirse preferiblemente a partir de un compuesto aromático dihidroxilo y un enlace de carbonato que forma el compuesto por método convencionalmente conocidos como polimerización interfacial usando fosgeno, polimerización fundida y polimerización en fase sólida.

El compuesto aromático dihidroxi es preferiblemente un compuesto representado por la siguiente fórmula (2)-1.



donde R^4 , R^5 , R^6 y R^7 y W son como se han definido en la fórmula anterior (2).

Ejemplos del compuesto aromático dihidroxi (2)-1 incluyen bis(4-hidroxiarilo)alcanos como bis(4-hidroxifenilo) metano, 2,2-bis(4-hidroxifenilo)propano, 1,1-bis(4-hidroxifenilo)etano, 2,2-bis(4-hidroxi-3-metilfenilo)propano, 2,2-bis(4-hidroxifenilo)heptano, 2,2-bis(4-hidroxi-3,5-diclorofenilo)propano, bis(4-hidroxifenilo)fenilometano, 4,4'-dihidroxifenilo-1,1'-m-diisopropilbenceno y 4,4'-dihidroxifenilo-9,9-fluoreno; bis(hidroxiarilo)cicloalcanos como 1,1-bis(4-hidroxifenilo)ciclopentano, 1,1-bis(4-hidroxifenilo)ciclohexano, 1-metil-1-(4-hidroxifenilo)-4-(dimetil-4-hidroxifenilo)metil-ciclohexano, 4-[1-[3-(4-hidroxifenilo)-4-metilciclohexilo]-1-metiletilo]-fenol, 4,4'-[1-metil-4-(1-metiletilo)-1,3-ciclohexanodiil]bisfenol y 2,2,2',2'-tetrahidro-3,3,3',3'-tetrametil-1,1'-spirobis-[1H-indeno]-6,6'-diol; éteres dihidroxiarilo como bis(4-hidroxifenilo) éter, bis(4-hidroxi-3,5-diclorofenilo) éter y 4,4'-dihidroxi-3,3'-dimetilfenilo éter; dihidroxidiarilo sulfidos como 4,4'-dihidroxi-difenilo sulfide y 4,4'-dihidroxi-3,3'-dimetildifenilo sulfido; dihidroxidiarilo sulfóxidos como 4,4'-dihidroxi-difenil sulfóxido y 4,4'-dihidroxi-3,3'-dimetildifenilo sulfóxido; dihidroxidiarilo sulfonas como 4,4'-dihidroxi-difenilo sulfona y 4,4'-dihidroxi-3,3'-dimetildifenilo sulfona; dihidroxidiarilo isatinos como 4,4'-dihidroxi-difenilo-3,3'-isatina; dihidroxidiarilo xantenos como 3,6-dihidroxi-9,9-dimetil xanteno; dihidroxibencenos como resorcina, 5-metilresorcina, 5-etilresorcina, 5-t-butilresorcina, 5-fenilresorcina, 5-cumilresorcina, hidroquinona, 2-metilhidro-quinona, 2-etilhidroquinona, 2-t-butilhidroquinona, 2-fenilhidroquinona y 2-cumilhidroquinona; y dihidroxidifenilos como 4,4'-dihidroxi-difenilo y 3,3'-dicloro-4,4'-dihidroxi-difenilo.

De éstos, 2-bis(4-hidroxifenilo)propano es preferente porque tiene estabilidad como un monómero y un pequeño contenido de impurezas y se adquiere fácilmente.

En la presente invención, al menos un monómero puede estar opcionalmente contenido en la molécula del policarbonato aromático para controlar la temperatura de transición del cristal, mejorar la fluidez o controlar las propiedades ópticas como un aumento en el índice refractivo o una reducción de la birrefringencia.

Ejemplos del monómero incluyen compuestos dihidroxi alifáticos como glicol de etileno, 1,4-butanediol, 1,4-ciclohexano dimetanol, 2,2-dimetil-1,3-propanediol, 1,10-decanediol, glicol de dietileno, glicol de polietileno y glicol de politetrametileno; ácido dicarboxílicos como ácido succínico, ácido isoftálico, ácido 2,6-naftalenodicarboxílico, ácido adípico, ácido ciclohexanodicarboxílico y ácido tereftálico; y oxiácidos como p-hidroxibenzoico, ácido 6-hidroxi-2-naftoico, ácido 6-hidroxi-2-naftoico y ácido láctico.

Haluro carbonilo como un compuesto de fosgeno o haloformato se emplea como enlace de carbonato que forma el compuesto en el método fosgeno.

Un éster de ácido carbónico aromático como carbonato difenilo, carbonato ditolil, carbonato bis (2-clorofenilo) o carbonato m-cresil se emplea como enlace de carbonato que forma un compuesto en el método de polimerización fundidas. Así mismo, carbonato dietilo, carbonato dibutilo o carbonato dicitlohexilo también pueden usarse si así se desea.

De los mencionados, carbonato difenilo es particularmente preferente desde el punto de vista de la reactividad, estabilidad contra el desarrollo de color de la resina obtenido y los costos.

En el método de polimerización en fase sólida, un oligómero de carbonato aromático que tiene un bajo peso molecular producido por el método fosgeno o método de polimerización fundida se cristaliza y polimeriza en un estado sólido a una elevada temperatura y opcionalmente a una presión reducida para producir un policarbonato aromático que tiene una estructura de unidad recurrente representada por la fórmula (2).

En el método de producción de policarbonato aromático anteriormente citado, un carbonato de poliéster aromático puede producirse usando un ácido dicarboxílico o un derivado de ácido dicarboxílico como un haluro de ácido dicarboxílico o éster de ácido dicarboxílico junto con fosgeno o diéster de ácido carbónico. Este carbonato de poliéster aromático puede emplearse como policarbonato aromático en la presente invención.

Ejemplos de ácido dicarboxílico o derivado de ácido dicarboxílico incluyen ácidos dicarboxílicos aromáticos como ácido tereftálico, ácido isoftálico, cloruro de ácido tereftálico, cloruro de ácido isoftálico, tereftalato difenilo e isoftalato difenilo; ácido dicarboxil alifáticos como ácido succínico, ácido glutárico, ácido adípico, ácido subérico, ácido acelaico, ácido sebácico, diácido decano, diácido dodecano, cloruro de ácido adípico, cloruro de ácido subérico, cloruro de ácido acelaico, cloruro de ácido sebácico, acetoato difenilo, sebacato difenilo, difenil diácido decano y difenil diácido dodecano; y ácido dicarboxílicos alicíclicos como ácido ciclopropenodicarboxílico, ácido 1,3-

ciclobutanodicarboxílico, ácido 1,3-ciclopentanodicarboxílico, ácido 1,3-ciclobutanodicarboxílico, ácido 1,3-ciclohexanodicarboxílico, ácido 1,4-ciclohexanodicarboxílico, cloruro de ácido ciclopentanodicarboxílico, cloruro de ácido 1,3-ciclobutanodicarboxílico, cloruro de ácido 1,3-ciclopentanodicarboxílico, cloruro de ácido 1,3-ciclohexanodicarboxílico, cloruro de ácido 1,4-ciclohexanodicarboxílico, dicarboxilato difenil ciclopropano, difenil 1,3-ciclobutano dicarboxilato, difenil 1,3-ciclopentano dicarboxilato, difenil 1,3-ciclohexano dicarboxilato y difenil 1,4-ciclohexano dicarboxilato.

Para producir el policarbonato aromático que tiene la estructura con unidad recurrente representada por la fórmula anterior (2), puede emplearse un compuesto polifuncional que tiene tres o más grupos funcionales en la molécula junto con el compuesto hidroxil anterior. El compuesto funcional es preferiblemente un compuesto que tiene un grupo hidroxil) fenólico o un grupo carboxil.

Ejemplos de los compuestos polifuncionales incluyen 1,1,1-tris(4-hidroxifenilo)etano, 2,2',2''-tris(4-hidroxifenilo)-m-diisopropilobenceno, 2,2',2''-tris(4-hidroxifenilo)-p-diisopropilobenceno, α -metil- α,α',α'' -tris(4-hidroxifenilo)-1,4-dietilbenceno, α,α',α'' -tris(4-hidroxifenilo)-1,3,5-triisopropilobenceno, phloroglucin, 4,6-dimetil-2,4,6-tris(4-hidroxifenilo)-heptano, 1,3,5-tris(4-hidroxifenilo)benceno, 2,2-bis[4,4-(4-hidroxifenilo)-ciclohexil]-propano, ácido trimetílico, 1,3,5-tricarboxibenceno, ácido pirometilítico y similares.

De los mencionados, 1,1,1-tris(4-hidroxifenilo)etano y α,α',α'' -tris(4-hidroxifenilo)-1,3,5-triisopropilobenceno son preferentes.

Cuando un grupo polifuncional se emplea en combinación, se usa en una cantidad de 0.03 mol o menos, preferiblemente 0.00005 a 0.02 mol, más preferiblemente 0.001 a 0.01 en base a 1 mol del compuesto de hidroxil aromático para mejorar la viscosidad fundida del policarbonato.

En el método fosgeno anteriormente citado de entre los métodos para producir el policarbonato aromático que tiene la unidad recurrente representada por la fórmula mencionada (2), una amina terciaria, una sal de amonio cuaternario, fosfina terciaria, sal de fosfonio cuaternario, compuesto heterocíclico que contiene nitrógeno o sal del mismo, iminoéter o sal del mismo, o un compuesto que tiene un grupo amida se emplea como un catalizador.

Debido a que se emplea una gran cantidad de compuesto de metal alcali o un compuesto de metal terrestre de alcali como un agente para retener el haluro de hidrógeno como ácido hidrocloreico formado durante una reacción en este método fosgeno, es preferente llevar a cabo un lavado y una purificación profunda para prevenir que las impurezas se queden en el polímero tras la producción.

En los métodos de polimerización fundida y en polimerización en fase sólida, un catalizador de intercambio de éster que contenga un compuesto de metal alcali o un compuesto de metal terrestre de alcali se usa de manera preferente. El compuesto de metal alcali o un compuesto de metal terrestre de alcali empleado como catalizador se usa en una cantidad de 1×10^{-8} a 1×10^{-5} mol en base a 1 mol del compuesto de hidroxil aromático. Un diéster de ácido carbónico se emplea de manera preferente en una cantidad de 1.0 a 1.1 mol. Fuera del rango establecido, el compuesto de metal alcali o un compuesto de metal terrestre de alcali puede ejercer una mala influencia sobre las propiedades físicas del policarbonato aromático obtenido, la reacción de intercambio de éster puede no realizarse de modo completo, y un policarbonato aromático que tenga un elevado peso molecular podría no obtenerse, lo que supone una desventaja. Un compuesto de metal alcali es preferible como un catalizador de intercambio de éster.

Cuando el catalizador de intercambio de éster se usa en el rango anteriormente indicado, la producción de policarbonato aromático puede llevarse a cabo de modo eficiente a elevadas producciones, y las propiedades físicas del policarbonato aromático obtenido se convierten en preferentes por conseguir el objeto de la presente invención.

El compuesto de metal alcali se emplea como catalizador de intercambio de éster, por ejemplo, un hidróxido, compuesto de hidrocarbano, carbonato, acetato, nitrato, nitrito, sulfito, cianato, tiocianato, estearato, borohidrido, benzoato, hidrogenofosfato, bisfeno o sal de fenol de un metal alcali.

Ejemplos específicos del compuesto de metal alcali incluyen hidróxido de sodio, hidróxido de litio, bicarbonato sódico, bicarbonato potásico, carbonato sódico, carbonato de cesio, acetato sódico, acetato de litio, nitrato de rubidio, nitrito de sodio, nitrito de litio, sulfito de sodio, cianato de sodio, cianato de potasio, cianato de litio, tiocianato de sodio, tiocianato de potasio, tiocianato de cesio, estearato de sodio, borohidruo de sodio, borohidruo de potasio, borohidruo litio, fenil borato de sodio, benzoato de sodio, benzoato de litio, hidrogenofosfato disodio, sales disodio, sales dilitio, sales monosodio, sales monopotasio, sales de potasio sódico y sales de litio sódico de bisfenol A, y sales de sodio y sales de litio de fenol.

Un compuesto de nitrógeno básico y/o compuesto de fósforo básico son/es preferentemente usado(s) en combinación como un catalizador de intercambio de éster.

De los siguientes, ejemplos del compuesto de nitrógeno básico incluyen hidróxidos de amonio que tienen un grupo alquilo, arilo o alquilarilo como hidróxido de amonio tetrametilo (Me_4NOH), hidróxido de amonio tetraetilo (Et_4NOH), hidróxido de amonio tetrabutilo (Bu_4NOH), hidróxido de amonio benciltrimetilo ($\text{Ph-CH}_2(\text{Me})_3\text{NOH}$) e hidróxido de amonio hexadeciltrimetilo; sales de amonio básicas que tienen un grupo alquilo, arilo o alquilarilo como

acetato de amonio tetrametilo, fenóxido de amonio tetraetilo, carbonato de amonio tetrabutilo, benzoato de amonio benciltrimetilo y etóxido de amonio hexadeciltrimetilo; aminas terciarias como trietilamina, tributilamina, diemteíl-bencilamina y dimetilamanina hexadecil; y sales básicas como borohidruro de amonio tetrametilo (Me_4NBH_4), borohidruro de amonio tetrabutilo (Bu_4NBH_4), borato tetrafenilo de amonio de tetrabutilo (Bu_4NBPh_4), y borato tetrafenilo de amonio de tetrametilo (Me_4NBPh_4).

Ejemplos del compuesto de fósforo básico incluyen hidróxidos de fosfonio que tienen un grupo alquilo, arilo o alquilarilo como hidróxido de fosfonio tetrametilo (Me_4POH), hidróxido de fosfonio tetraetilo (Et_4POH), hidróxido de fosfonio tetrabutilo (Bu_4POH), hidróxido de fosfonio benciltrimetilo ($\text{Ph-CH}_2(\text{Me})_3\text{POH}$) e hidróxido de fosfonio hexadeciltrimetilo; y sales básicas como borohidruro de fosfonio tetrametilo (Me_4PBH_4), borohidruro de fosfonio tetrabutilo (Bu_4PBH_4), borato tetrafenilo de fosfonio de tetrabutilo (Bu_4PBPh_4), y borato tetrafenilo de fosfonio de tetrametilo (Me_4PBPh_4).

El compuesto de nitrógeno básico y/o compuesto de fósforo básico se usa(n) en tal cantidad que la cantidad del átomo de nitrógeno básico o átomo de fósforo básico se convierta en 1×10^{-5} a 5×10^{-4} en base a 1 mol del compuesto de hidroxi aromático. La cantidad del compuesto de nitrógeno básico y/o compuesto de fósforo básico es más preferiblemente aquellas en la que la cantidad del átomo de nitrógeno básico o átomo de fósforo básico se convierta en 2×10^{-5} a 5×10^{-4} , en particular preferentemente entre 5×10^{-5} a 5×10^{-4} en base al mismo estándar.

El compuesto alcali utilizado como catalizador puede ser una sal de metal alcali ate-complejo del elemento del grupo XIV de la tabla periódica o la sal de metal alcali del ácido oxo del elemento del grupo XIV de la tabla periódica, si así se desea. El elemento del grupo XIV de la tabla periódica es silicón, germanio y estaño. Usando el compuesto del metal alcali como catalizador de reacción de policondensación, puede producirse rápidamente y de manera completa una reacción de policondensación. Además, el compuesto de metal alcali puede controlar la reacción secundaria no deseada como una reacción de ramificación que se da durante la reacción de policondensación a un nivel bajo.

Lo que se enumera en JP-A 7-268091 puede usarse como sal de metal alcali ate-complejo del elemento del grupo XIV de la tabla periódica, tal y como se ejemplifica en $\text{NaGe}(\text{OMe})_5$, $\text{NaGe}(\text{OPh})_5$, $\text{LiGe}(\text{OMe})_5$, $\text{LiGe}(\text{OPh})_5$, $\text{NaSn}(\text{OMe})_3$, $\text{NaSn}(\text{OMe})_5$, $\text{NaSn}(\text{OPh})_5$ y similares.

La sal de metal alcali del ácido oxo del elemento del grupo XIV de la tabla periódica es preferiblemente la sal de metal alcali de ácido silícico, ácido estánnico, ácido de germanio (II) o ácido de germanio (IV).

Ejemplos de la sal de metal alcali anteriormente mencionada incluyen ortosilicato disodio, monoestannato disodio, monoestannato tetrasodio, germanato (II) monosodio (NaHGeO_2), ortogermanato disodio (IV), ortogermanato tetrasodio (IV) y similares.

En la reacción de policondensación, al menos un compuesto seleccionado del grupo consistente en ácidos oxo y óxidos de los elementos del grupo XIV de la tabla periódica y alcóxidos y fenóxidos de los mismos elementos pueden existir de manera opcional como co-catalizadores junto con el catalizador de compuesto de metal alcali anteriormente citado.

Usando el co-catalizador, el fenómeno no deseado de reacción con ramificación que fácilmente ocurre durante la reacción de policondensación, una reacción con división de la cadena principal, la formación de materia externa en el aparato durante el moldeo y amarillamiento pueden eliminarse de modo efectivo sin reducir la velocidad de la reacción de limitación de la terminal molecular y la velocidad de la reacción de policondensación.

Los ácidos oxo de los elementos del grupo XIV de la tabla periódica incluyen ácido silícico, ácido estánnico, ácido germánico.

Los óxidos de los elementos del grupo XIV de la tabla periódica incluyen dióxido de silicón, dióxido de estaño, monóxido de germanio, dióxido de germanio, tetrametóxido de silicón, tetrabutóxido de silicón, tetrafenóxido de silicón, estaño tetraetoxi, estaño tetranoniloxi, estaño tetrafenoxi, germanio tetrametoxi, germanio tetrabutoxi, germanio tetrafenoxi y condensados de los mismos.

El co-catalizador preferentemente existe en una proporción de modo que la cantidad de elementos del grupo XIV de la tabla periódica sea 50 átomos molares o menos en base a 1 átomo molar de un elemento de metal alcali contenido en el catalizador de la reacción de policondensación. Cuando el co-catalizador se usa en tal proporción que la cantidad de elementos del grupo XIV de la tabla periódica es más de 50 átomos molares, la reacción de policondensación se desacelera de manera desventajosa. El co-catalizador existe preferentemente en tal proporción que la cantidad de elementos del grupo XIV de la tabla periódica es entre 0.1 y 30 átomos molares en base a 1 átomo molar del elemento de metal alcali contenido en el catalizador de la reacción de policondensación.

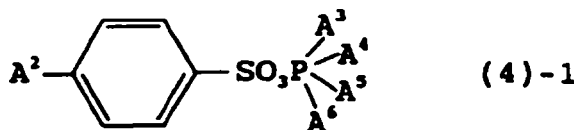
En la presente invención, cuando el policarbonato aromático es un polímero producido por el método de policondensación fundida, además contiene preferentemente un compuesto de ácido sulfónico representado por la siguiente fórmula (4):



ES 2 329 111 T3

donde A^1 es un grupo de hidrocarbano monovalente que tiene entre 1 y 30 átomos de carbono que pueden tener un sustituyente, y X^1 es un catión de amonio, catión de fosfonio o grupo de hidrocarbano monovalente que tiene entre 1 y 10 átomos de carbono.

Cuando el compuesto de ácido sulfónico se encuentra en el interior, la actividad del compuesto de metal alcali o metal terrestre alcali como catalizador en una policondensación fundida puede disminuir o desactivarse y puede obtenerse un policarbonato con una excelente calidad como color, resistencia al calor y resistencia a hidrólisis. El compuesto de ácido sulfónico es preferiblemente un sulfonato de fosfonio representado por la siguiente fórmula (A)-1 porque tiene un gran efecto:



donde A^2 , A^3 , A^4 , A^5 y A^6 son independientemente un grupo de hidrocarbano monovalente que tiene entre 1 y 20 átomos de carbono.

A^2 en la fórmula anterior (4)-1 es preferiblemente un grupo seleccionado de átomo de hidrógeno, grupo metilo, grupo hexilo y grupo dodecilo, y cada uno de A^3 a A^6 preferiblemente y de manera independiente son un grupo seleccionado del grupo metilo, grupo butilo y grupo octilo.

El compuesto de ácido sulfónico funciona como un desactivador para un catalizador de polimerización con intercambio de éster que permanece en un polímero. Los desactivadores de catalizador conocidos descritos, por ejemplo, por JP-A 8-59975 pueden emplearse de manera efectiva, de los cuales sales de amonio de ácido sulfónico y sales de fosfonio de ácido sulfónico son particularmente preferentes. Ejemplos específicos de compuesto de ácido sulfónico incluyen sales de amonio y sales de fosfonio de ácido dodecylbencenosulfónico, sales de amonio y sales de fosfonio de ácido paratoluenosulfónico y sales de amonio y sales de fosfonio de ácido bencenosulfónico.

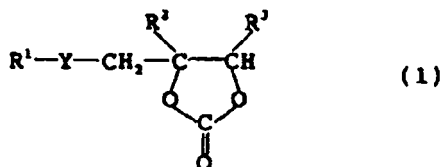
En la presente invención, los compuestos de ácido sulfónico representados por la fórmula anterior (4)-1 (en particular sulfonato dodecylbenceno de fosfonio tetrabutilo y paratoluenosulfonato de amonio tetrabutilo) son los preferentemente usados de estos desactivadores de catalizadores.

El desactivado del catalizador disminuye en gran medida la actividad de un catalizador. El desactivador del catalizador podría añadirse a una resina de policarbonato, o una solución mezclada de agua y el desactivador del catalizador pueden añadirse a la resina de policarbonato.

La cantidad del desactivador del catalizador añadida a la resina de policarbonato obtenida por la polimerización fundida es entre 0.5 y 50 moles, preferiblemente entre 0.5 y 10 moles, más preferiblemente entre 0.8 y 5 moles en base a 1 mol del principal catalizador de polimerización seleccionado del compuesto de metal alcali y compuesto de metal terrestre alcali. La cantidad es equivalente a 1×10^{-2} a 1×10^{-5} partes por peso en base a 100 partes por peso de la resina de policarbonato.

El compuesto (B) es un compuesto de carbonato cíclico.

El compuesto de carbonato cíclico se representa por la siguiente fórmula (1):

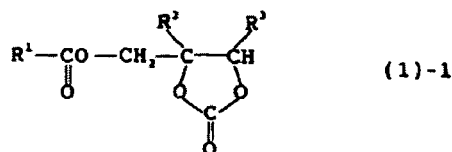


donde R^1 es un grupo lineal de alquilo que tiene entre 10 y 20 átomos, R^2 y R^3 son iguales o diferentes y cada uno es un átomo de hidrógeno o grupo de hidrocarbano monovalente que tiene entre 1 y 10 átomos de carbono, e Y es un enlace sencillo, enlace de éter, enlace de éster o enlace de carbonato.

Debido a que el compuesto cíclico no tiene un grupo hidroxilo en la molécula, puede suprimir en gran medida un incremento en la cantidad de fenol residual que se ve cuando se emplea un éster parcial de un ácido monocarboxílico saturado usando un compuesto cíclico y un alcohol polihídrico, o el amarillamiento en el momento en el que se aplican altas temperaturas de moldeo causado por la descomposición térmica debido a una reacción con un polímero o similares.

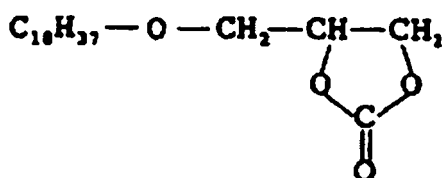
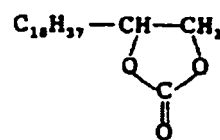
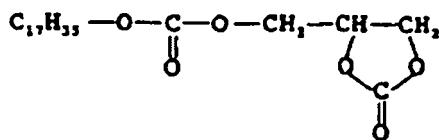
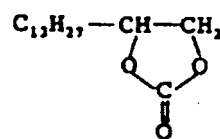
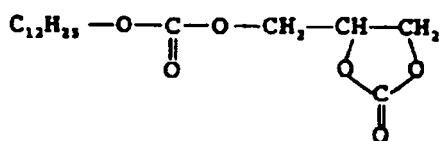
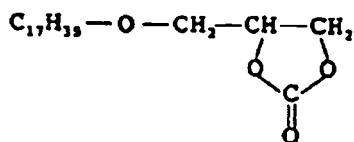
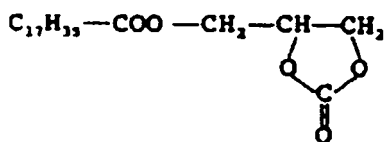
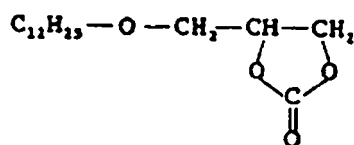
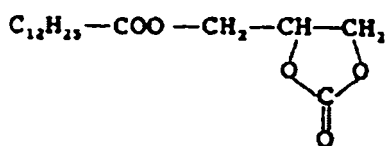
En la fórmula anterior (1), R^1 es un grupo lineal de alquilo que tiene entre 10 y 20 átomos, y R^2 y R^3 son preferentemente un átomo de hidrógeno o alquilo lineal o ramificado que tiene entre 1 y 6 átomos de carbono.

De los compuestos de la fórmula (1), los compuestos cíclicos representados por la siguiente fórmula (1)-1 son particularmente preferentes:



donde R^1, R^2 y R^3 son tal y como se han definido anteriormente.

Los compuestos cíclicos representados por la fórmula anterior (1) incluyen los siguientes compuestos:



Los compuestos cíclicos mostrados pueden obtenerse fácilmente a través de una reacción orgánica comúnmente usada.

El compuesto (B) se emplea en una cantidad de 5×10^{-4} partes por peso en base a 100 partes por peso del policarbonato aromático (A). Fuera del rango indicado, la resistencia al calor de la composición obtenida de policarbonato se deteriora y no se puede obtener una suficiente capacidad de liberación. La cantidad del compuesto (B) es preferiblemente entre 5×10^{-4} y 0.3 partes por peso, más preferiblemente entre 5×10^{-4} y 0.1 partes por peso, mucho más preferentemente entre 7×10^{-4} y 8×10^{-2} partes por peso, en particular preferentemente entre 1×10^{-3} y 7×10^{-2} partes por peso en base al mismo estándar.

El compuesto (B) usado en la primera composición de la presente invención mejora la capacidad liberadora del policarbonato aromático. El uso del compuesto (B) como un modificador de capacidad liberadora es nuevo y la presente invención lo proporciona por primera vez.

ES 2 329 111 T3

La primera composición de la presente invención puede además contener un compuesto de éster parcial (D) de un alcohol alifático que tiene una valencia de 2 a 6 y de 2 a 14 átomos de carbono y un ácido monocarboxílico alifático que tiene de 12 a 24 átomos de carbono como un componente opcional.

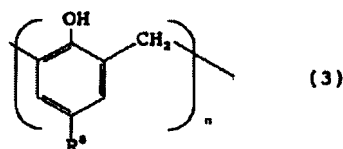
Ejemplos de alcohol alifático que tiene una valencia de 2 a 6 y de 2 a 14 átomos de carbono incluyen glicol de etileno, glicerina, trimetilolpropano y pentaeritritol. De los señalados, los alcoholes alifáticos que tienen una valencia de 3 a 6 y de 3 a 14 átomos de carbono son preferentes y glicerina es particularmente preferente.

Ejemplos de ácido monocarboxílico alifático que tiene de 12 a 24 átomos de carbono son ácido (áurico, ácido dodecílico, ácido pentadecílico, ácido palmítico, ácido heptadecílico, ácido esteárico, ácido nonadecanoico, ácido aráquico, ácido behénico y ácido lignocérico.

El compuesto de éster parcial como un componente opcional se usa en una cantidad de preferentemente de 5×10^{-4} a 0.5 partes por peso, más preferiblemente de 5×10^{-4} a 0.3 partes por peso en base a 100 partes por peso del policarbonato aromático (A).

El compuesto de éster parcial (D) se emplea en tal cantidad que la cantidad total del compuesto (D) y el compuesto mencionado (B) sea 1×10^{-3} a 0.7 partes por peso. En este caso, el ratio del peso del compuesto anterior (B) con el compuesto de éster parcial (D) como componente opcional es preferiblemente de 80/20 a 20/80, más preferiblemente de 50/50 a 30/70.

La primera composición de la presente invención puede contener además un compuesto cíclico representado por la siguiente fórmula (3) como un componente óptico:



donde R^8 es un átomo de hidrógeno o grupo de hidrocarburo que tiene de 1 a 4 átomos de carbono, y n es un número entre 4 y 20, en una cantidad de 1×10^{-5} a 1×10^{-2} partes por peso en base a 100 partes por peso del policarbonato aromático.

El uso de este compuesto cíclico es efectivo en la eliminación de tal inconveniencia como un aumento en la cantidad del fenol residual en la primera composición, desarrollo de color o deterioro de calidad en el momento del moldeo fundido a una elevada temperatura, en particular a una temperatura superior a 300°C , la formación de una veta plateada.

El uso del compuesto cíclico como agente para la prevención de desarrollo de color, es decir, un inhibidor del amarillamiento es nuevo y la presente invención lo proporciona por primera vez.

R^8 en la fórmula anterior (3) es un grupo de hidrocarburo que tiene de 1 a 4 átomos de carbono tipificados por un átomo de hidrógeno o grupo alquilo, como metilo, etilo, n-propilo, n-butilo o t-butilo. De los mencionados, un átomo de hidrógeno y un grupo t-butilo son preferentes. n es el número de repeticiones de la unidad representada por la fórmula (3) como un número entero de 4 a 20, preferiblemente de 4 a 10. En el compuesto cíclico, se forma un aro conectando un número “ n ” de las unidades de la fórmula anterior (3) en ambos extremos de los enlaces.

El compuesto cíclico señalado usado en la presente invención es preferiblemente un calixareno, como calix [4] areno de la fórmula anterior (3) en la cual R^8 es un átomo de hidrógeno y n es 4 o calix [6] areno de la fórmula (3) en la cual R^8 es un átomo de hidrógeno y n es 6. Estos compuestos cíclicos pueden usarse solos o en combinación de dos o más.

El compuesto cíclico anterior puede obtenerse a través de una reacción orgánica comúnmente usada.

La cantidad del compuesto cíclico anterior es preferiblemente de 1×10^{-4} a 1×10^{-3} partes por peso en base a 100 partes por peso del policarbonato aromático (A). Dentro de este rango, el compuesto cíclico puede mostrar el efecto de reducir la cantidad de fenol residual en el polímero y mejorar la estabilidad térmica al máximo.

La primera composición de la presente invención puede además contener al menos un compuesto seleccionado del grupo consistente en ácido hidrocórico, ácido fosfórico, ácido fosforoso, ácido bórico y sales de amina y sales de amonio de los mismos como un componente opcional en una cantidad de 1×10^{-5} a 1×10^{-2} partes por peso en base a 100 partes por peso del policarbonato aromático (A).

Estos componentes opcionales muestran la misma función que el compuesto cíclico anterior.

ES 2 329 111 T3

Las aminas que constituyen las sales de amina mencionadas son aminas secundarias como dimetilamina, dieteilamina, dibutilamina, dioctilamina; y aminas terciarias como trimetilamina, trietilamina, tributilamina y piridina.

5 El compuesto como un componente opcional se emplea en una cantidad de 1×10^{-4} a 1×10^{-3} partes por peso en base a 100 partes por peso del policarbonato aromático (A). La primera composición de la presente invención puede además contener un éster de ácido fosforoso aromático en una cantidad de 1×10^{-4} a 0.1 partes por peso en base a 100 partes por peso del policarbonato aromático (A).

10 Ejemplos del éster de ácido fosforoso aromático incluyen fosfitos de triarilo como fosfito trifenilo, fosfito tricresilo, fosfito tris(etilfenilo), fosfito tris (2,4-di-t-butilfenilo), fosfito tris(nonilfenilo) y fosfito tris (hidroxifenilo); y fosfitos de arilalquilo como fosfito fenildidecilo, fosfito difenildidecilo, fosfito difenilisooctilo, fosfito fenilisooctilo y fosfito 2-etilhexildifenilo.

15 El éster de ácido de fósforo aromático está preferiblemente contenido en una cantidad de 1×10^{-3} a 5×10^{-2} partes por peso en base a 100 partes por peso del policarbonato aromático (A).

20 La primera composición de la presente invención puede contener otros aditivos como estabilizador de procesos, estabilizador resistente al calor, antioxidante, estabilizador óptico, absorbente de luz ultravioleta, agente inactivador metálico, jabón metálico, agente nuclear, agente antiestático, lubricante, retardante de llama, agente liberador, agente a prueba de moho, colorante, agente contra el empañamiento, aceite natural, aceite sintético, cera, relleno orgánico, relleno inorgánico, y similares siempre y cuando no afecten el objeto de la presente invención.

25 Ejemplos ilustrativos de algunos de estos aditivos se dan a continuación. Ejemplos del estabilizador de procesos incluyen 2-t-butil-6-(3-t-butil-2-hidroxi-5-metilbencilo)-4-metilfenilo acrilato y 2-[1-(2-hidroxi-3,5-di-t-pentilfenil)etilo]4-6,di-t-pentilfenilo acrilato.

30 Ejemplos del estabilizador óptico incluyen compuestos con base de benzotriazola como 2-(3-t-butil-2-hidroxi-5-metilfenilo)-5-clorobenzotriazola, 2-(3,5-di-t-butil-2-hidroxifenilo) benzotriazola, 2-(2-hidroxi-5-metilfenilo)benzotriazola, 2-(2-hidroxi-5-t-octilfenilo)benzotriazola, 2-(3,5-di-t-pentil-2-hidroxifenilo)benzotriazola, 2-[2-hidroxi-3-(3,4,5,6-tetrahidroftalimidemetilo)fenilo]benzotriazola y 2-[2-hidroxi-3,5-bis(α,α -dimetilbencilo)fenilo]benzotriazola; compuestos con base de benzofenona como 2-hidroxi-4-octiloxibenzofenona y 2-hidroxi-4-metoxibenzofenona; compuestos con base de hidroxibenzoato como 2,4-di-t-butilfenilo y 3,5-di-t-butil-4-hidroxibenzoato; absorbentes de luz ultravioleta como compuestos con base de cianocrilato que incluyen etil-2-ciano-3,3-difenil acrilato; y enfriadores con base de níquel como dibutilditiocarbamato de níquel y [2,2'-tiobis(4-t-octilfenolato)]-2-etilhexilamina níquel.

35 Ejemplos del agente inactivador de metal incluyen N,N'-[3,5-di-t-butil-4-hidroxifenil]propionil]hidracina y similares. Ejemplos de jabón metálico incluyen estearato de calcio, estearato de níquel y similares.

40 Ejemplos del agente nuclear incluyen compuestos con base de sorbitol y con base de fosfato como fosfonato de sodio di(4-t-butilfenilo), sorbitol de dibencilidina y sal sólida de fosfato ácido metilenebis (2,4-di-t-butilfenol).

Ejemplos de agente antiestático incluyen compuestos con base de sal de amonio cuaternario como (β -lauramido-propil)trimetil amonio metil sulfato y compuestos con base de fosfato de alquilo.

45 Ejemplos del retardante de llamas incluyen fosfatos que contienen halógeno como tris (2-cloroetilo)fosfato; haluros como óxido de hexabromociclododecano y decabromofenilo; compuestos inorgánicos de metal como trióxido de antimonio, pentóxido de antimonio e hidróxido de aluminio, y mezclas de los mismos.

50 El método para producir la composición de resina de la presente invención a partir de los componentes mencionados no es particularmente limitado. El orden de mezcla de los componentes citados es arbitrario. Por ejemplo, los ingredientes esenciales y los ingredientes opcionales pueden añadirse y trabajarse con el policarbonato aromático en un estado fundido, o pueden añadirse y trabajarse con una solución del policarbonato aromático. Dicho de manera más específica, puede emplearse un método en el que los ingredientes esenciales y los ingredientes opcionales se añaden y trabajan directamente con el policarbonato aromático que es el producto de reacción en un reactor o en un extrusor obtenido en un estado fundido después de finalizar una reacción de polimerización de modo separado o de modo simultáneo, un método en el que el policarbonato aromático obtenido es dividido en bolitas y las bolitas se suministran a un extrusor con una sola hélice o con doble hélice junto con los ingredientes esenciales y los ingredientes opcionales que serán fundidos y trabajados, y un método en el que el policarbonato aromático obtenido se disuelve en un disolvente apropiado (por ejemplo, cloruro de metileno, cloroformo, tolueno, tetrahidrofurano, etc.) y los ingredientes esenciales y los ingredientes opcionales se añaden a esta solución por separado o simultáneamente y se agitan. El método en el que el compuesto de ácido sulfónico y los ingredientes esenciales se añaden y trabajan con un policarbonato aromático obtenido en un estado fundido por polimerización fundida y la composición resultante preferiblemente se divide en bolitas para reducir el tiempo de calor en el estado fundido y el número de veces de re-fundición.

65 Por lo tanto, debido a que la composición de policarbonato obtenida es excelente en términos de estabilidad al calor como en reducción de peso molecular en el momento de fundición y retención de color así como de capacidad de moldeo y capacidad de liberación y transferencia, se puede emplear preferiblemente en materiales ópticos, particularmente en sustratos para discos grabadores ópticos. Es decir, ya que la composición de policarbonato obtenida por

la presente invención tiene excelente estabilidad térmica y capacidad liberadora cuando se moldea en un disco, puede usarse de manera preferentes en sustratos para discos grabadores ópticos.

De acuerdo con la presente invención, también se proporciona un sustrato para medio de grabación óptica hecho de la composición de policarbonato de la presente invención y un medio de grabación óptica que está formado por el sustrato mencionado para medio de grabación óptica y una capa de grabación óptica formada en un lado del sustrato directamente o a través de una intercapa.

Este medio de grabación óptica puede tener una capa dieléctrica y una capa reflectora tal y como se requiera como un medio conocido de grabación óptica.

Ejemplos

Los siguientes ejemplos se proporcionan con el fin de ilustrar de manera más completa la presente invención pero no deben considerarse en ningún momento como limitativos.

Ejemplos 1 a 13 y Ejemplos Comparativos 1 y 2

Se cargaron 228 partes por peso de bisfenol A (para abreviar, BPA a partir de ahora), 223 partes por peso de carbonato difenil (para abreviar DPC a partir de ahora), 0.009 partes por peso de hidróxido de amonio tetrametilo y 0.0014 partes por peso de sal de disodio bisfenol A en un reactor equipado con agitador, columna de destilación y descompresor, el interior del reactor se sustituyó por nitrógeno, y los ingredientes anteriormente mencionados se disolvieron a 140°C. Después de 30 minutos de agitación, la temperatura interna se elevó a 180°C, se llevó a cabo una reacción a una presión interna de 100 mmHg durante 30 minutos, y el fenol generado se destiló.

A continuación, la reacción continuó mientras el fenol se destilaba durante 30 minutos elevando la temperatura interna a 200°C y gradualmente reduciendo la presión a 50 mmHg. La reacción continuó elevando la temperatura a 0°C y reduciendo la presión a 30 mmHg, manteniendo esa temperatura y presión durante 30 minutos, elevando la temperatura a 240°C y reduciendo la presión a 10 mmHg y a continuación a 260°C y 1 mmHg de manera repetida. Finalmente, la policondensación de un policarbonato continuó a una temperatura de 270°C. El peso molecular medio de la viscosidad del policarbonato obtenido fue 15,500.

Este polímero se insertó en un extrusor con doble hélice (L/D de 17.5, temperatura de barril de 270°C) por una bomba con engranaje en un estado fundido, un compuesto de monoéster, compuesto de éter, compuesto cíclico, sal de amina de ácido/ácido, compuesto de éster parcial, compuesto de ácido sulfónico y éster ácido de fósforo aromático mostrados en la Tabla 1 se añadieron y trabajaron con el polímero en cantidades predeterminadas, y la composición resultante pasó a través de un troquel para formarse en un filamento que a continuación se cortó por acción de una cortadora para producir bolitas.

Evaluación de las piezas obtenidas

Las piezas obtenidas en los Ejemplos anteriores 1 y 13 y los Ejemplos Comparativos 1 y 2 se evaluaron del siguiente modo. Los resultados de la evaluación se muestran en las Tablas 1 a 3.

(1) *fenol residual*

Éste se mide por una cromatografía líquida a elevada velocidad (Sistema HPLC8020 de Toso Corporation).

(2) *capacidad de liberación*

Se moldean cien sustratos de disco compacto de 120 mm de diámetro de manera continua con una máquina de moldeo de CD usando un estampador de níquel a una temperatura cilíndrica de 340°C, una temperatura de moldeo de 80°C y un tiempo de ciclo de 7 segundos. El residuo de la composición sobre el molde un disco u orificio de colada se evaluó como radio defectuoso (%).

(3) *capacidad de transferencia*

Los hoyos transferidos al sustrato del disco obtenido por el método (2) se observan a través de un microscopio óptico (800X) y se evalúan. 10 sustratos de discos se evalúan para cada uno de los Ejemplos y de los Ejemplos Comparativos.

(4) *estabilidad térmica*

Las piezas obtenidas son provocadas para que residan en una máquina de moldeo por inyección (temperatura cilíndrica de 340°C, temperatura de moldeo de 80°C) durante 12 minutos para producir una placa moldeada gruesa de 2 mm. La diferencia de color (ΔE) antes y después de la residencia se midió con el Metro de Diferencia Color y Color ND1001DP de Nipón Denshoku Kogyo Co., Ltd. La diferencia de color (ΔE) se midió de acuerdo con JIS8722 y Z8730.

Tabla 1

			Ej. 1 (B1)	Ej. 2 (B2)	Ej. Referencial 1
(B) compuesto de carbonato cíclico	tipo cantidad	(ppm)	450	450	-
(B) compuesto monoéster	tipo		-	-	monoestearato de glicol de propileno 450
(B) compuesto éter	cantidad tipo	(ppm)	-	-	-
(C) compuesto cíclico	cantidad tipo	(ppm)	-	-	-
(C) sal amina de ácido/ácido	cantidad tipo	(ppm)	-	-	-
(D) compuesto de éster parcial	cantidad tipo	(ppm)	-	-	-
compuesto de ácido sulfúrico	cantidad tipo	(ppm)	DBSTBP 10	DBSTBP 10	DBSTBP 10
éster ácido de fósforo aromático	cantidad fenol residual	(ppm) (ppm)	TTBPP 100 30	TTBPP 100 25	TTBPP 100 20
propiedades características de las piezas	capacidad de liberación transferecia	(radio defectuoso %)	0	1	0
propiedades de moldeo de CD	capacidad de transferecia		todo satisfactorio	todo satisfactorio	todo satisfactorio
	estabilidad térmica	ΔE	0.2	0.1	0.1

Ej: Ejemplo C. Ej: Ejemplo Comparativo
 DBSTBP: Sulfonato de tetrabutilo fosfonio dodecibenceno
 TTBPP: tris (2, 4-di-t- butilfenil) fosfito

$$(B1) C_{11}H_{23}-COO-CH_2-CH-CH_2-(B2) C_{12}H_{25}-O-CH_2-CH-CH_2-$$


$$-O-CH_2-CH-CH_2-$$


$$\text{CH}-\text{CH}_2 \quad (\text{B2}) \text{C}_6\text{H}_5, -\text{O}-\text{CH}_2-\text{CH}-\text{CH}_2-$$
CC1OC(=O)OC1
$$\text{---CH}_2\text{---}$$

1-000-

$$C_1 H_2$$

(B)

nceno

decilber

tivo
fonio do
to

Compara
utilo fos
(mil) fosfit

empleado C
e tetrab
- butilfer

2, 4-di-t

BP: Sullivan
P: tris ()

Ej: Eje
DBST
TTBPI

Tabla 1 (continuación)

			Ej. Referencial 2	Ej. Referencial 3	Ej. Referencial 4
(B) compuesto de carbonato cíclico	tipo cantidad	(ppm)	-	-	-
(B) compuesto monoéster	tipo		monopalmitato de glicol de propileno	monopalmitato de glicol de propileno	monobehenato de glicol de propileno
	cantidad	(ppm)	450	200	500
(B) compuesto éter	tipo		-	-	-
	cantidad	(ppm)	-	-	-
(C) compuesto cíclico	tipo		-	-	-
	cantidad	(ppm)	-	-	-
(C) sal amina de ácido/ ácido	tipo		-	-	-
	cantidad	(ppm)	-	-	-
(D) compuesto de éster parcial	tipo		-	-	-
	cantidad	(ppm)	-	-	-
compuesto de ácido sulfúrico	tipo		DBSTBP	DBSTBP	DBSTBP
	cantidad	(ppm)	10	10	10
éster ácido de fósforo aromático	tipo		TTBPP	TTBPP	TTBPP
	cantidad	(ppm)	100	50	100
propiedades características de las piezas	fenol residual	(ppm)	25	20	30
	capacidad de liberación de defectuosos %		0	0	0
Propiedades de moldeo CD	capacidad de transferencia estabilidad térmica		todo satisfactorio	todo satisfactorio	todo satisfactorio
		ΔE	0.1	0.1	0.2

Tabla 1 (continuación)

		Ej. Referencial 5	Ej. 3	Ej. 4
(B) compuesto de carbonato cíclico	tipo	-	(B2)	(B1)
	cantidad (ppm)	-	315	200
(B) compuesto monoéster	tipo	-	-	-
	cantidad (ppm)	-	-	-
(B) compuesto éter	tipo	alcohol batio	-	-
	cantidad (ppm)	450	-	-
(C) compuesto cíclico	tipo	-	-	-
	cantidad (ppm)	-	-	-
(C) sal amina de ácido/ácido	tipo	-	-	hidrocloruro tributil amina
	cantidad (ppm)	-	-	10
(D) compuesto de éster parcial	tipo	-	estearato monoglicérido	estearato monoglicérido
	cantidad (ppm)	-	135	200
compuesto de ácido sulfónico	tipo	DBSTBP	DBSTBP	DBSTBP
	cantidad (ppm)	10	10	11
éster ácido de fósforo aromático	tipo	TTBPP	TTBPP	TTBPP
	cantidad (ppm)	100	100	100
propiedades características de las piezas	fenol residual	20	35	35
	capacidad de liberación de capacidad de transferencia	(radio defectuoso %)	-	-
propiedades de moldeo de CD	estabilidad térmica	0	0	0
	ΔE	todo satisfactorio	todo satisfactorio	todo satisfactorio
		0.1	0.2	0.2

Tabla 1 (continuación)

			Ej. Referencial 6	Ej. Referencial 7	Ej. Referencial 8
(B) compuesto de carbonato cíclico	tipo		-	-	-
	cantidad	(ppm)	-	-	-
(B) compuesto monoéster	tipo		-	-	-
	cantidad	(ppm)	-	-	-
(B) compuesto éter	tipo		-	-	-
	cantidad	(ppm)	-	-	-
(C) compuesto cíclico	tipo		calix [4] arena	calix [6] arena	-
	cantidad	(ppm)	10	10	-
(C) sal amina de ácido/ácido	tipo		-	-	fosfato trietilamina
	cantidad	(ppm)	-	-	5
(D) compuesto de éster parcial	tipo		estearato monoglicérido	estearato monoglicérido	estearato monoglicérido
	cantidad	(ppm)	450	450	450
compuesto de ácido sulfónico	tipo		DBSTBP	DBSTBP	DBSTBP
	cantidad	(ppm)	10	10	10
éster ácido de fósforo aromático	tipo		TTBPP	TTBPP	TTBPP
	cantidad	(ppm)	100	100	100
propiedades características de las piezas	fenol residual	(ppm)	35	30	35
	capacidad de liberación	(radio defectuoso %)	0	0	0
propiedades de moldeo de CD	capacidad de transferencia		todo	todo	todo
	estabilidad térmica	ΔS	0.1	0.1	0.1

Tabla 1 (continuación)

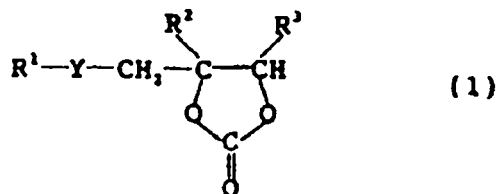
			Ej. Referencial 9	C. Ej. 1	C. Ej. 2
(B) compuesto de carbonato cíclico	tipo		-	-	-
	cantidad	(ppm)	-	-	-
(B) compuesto monoéster	tipo		-	-	-
	cantidad	(ppm)	-	-	-
(B) compuesto éter	tipo		-	-	-
	cantidad	(ppm)	-	-	-
(C) compuesto cíclico	tipo		-	-	-
	cantidad	(ppm)	-	-	-
(C) sal amina de ácido/ácido	tipo		hidrocloruro tributíl amina	-	-
	cantidad	(ppm)	10	-	-
(D) compuesto de éster parcial	tipo		estearato monoglicérido	-	estearato monoglicérido
	cantidad	(ppm)	450	-	450
compuesto de ácido sulfónico	tipo		DBSTBP	DBSTBP	DBSTBP
	cantidad	(ppm)	10	10	10
éster ácido de fosforo aromático	tipo		TTBPP	TTBPP	TTBPP
	cantidad	(ppm)	100	100	100
propiedades características de las piezas	fenol residual	(ppm)	25	20	55
	capacidad de liberación	(radio defectuoso %)	0	imposible producción continua	0
propiedades de moldeo de CD	capacidad de transferencia		todo satisfactorio	sin uniformidad en la forma	todo satisfactorio
	estabilidad térmica	ΔE	0.2	0.1	0.7

REIVINDICACIONES

1. Una composición de resina de policarbonato que está formada por:

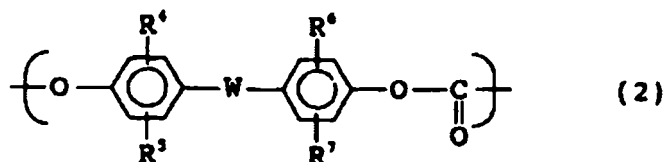
(A) 100 partes por peso de un policarbonato aromático; y

(B) 5×10^{-4} a 0.5 partes por peso de un compuesto carbonato cíclico representado por la siguiente fórmula (1)



donde R^1 es un grupo lineal de alquilo que tiene entre 10 y 20 átomos de carbono, R^2 y R^3 son iguales o diferentes y cada uno un átomo de hidrógeno o grupo de hidrocarburo monovalente que tiene de 1 a 10 átomos de carbono, e Y es un enlace sencillo, enlace de éter, enlace de éster o enlace de carbonato.

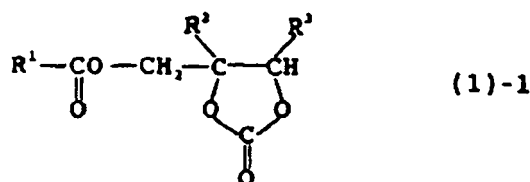
2. La composición de resina de policarbonato de la reivindicación 1, donde el policarbonato aromático (A) está formado principalmente por una unidad recurrente representada por la siguiente fórmula (2):



donde R^4 , R^5 , R^6 y R^7 son independientemente un átomo de hidrógeno, grupo alquilo que tiene entre 1 y 10 átomos de carbono, grupo arilo que tiene entre 6 y 10 átomos de carbono o grupo aralquilo que tiene entre 7 y 10 átomos de carbono, y W es un grupo alquileno que tiene entre 2 y 10 átomos de carbono, grupo cicloalquileno que tiene entre 6 y 10 átomos de carbono, grupo cicloalquilideno que tiene entre 6 y 10 átomos de carbono, grupo alquileno-arileno-alquileno que tiene entre 8 y 15 átomos de carbono, átomo de oxígeno, átomo de sulfuro, grupo sulfóxido o grupo sulfona.

3. La composición de resina de policarbonato de la reivindicación 1 o 2, donde el policarbonato aromático (A) se obtiene haciendo reaccionar un compuesto dihidroxi aromático con un diéster de ácido carbónico en una cantidad de 1.0 a 1.1 moles en base a 1 mol del compuesto dihidroxi aromático en la presencia de 1×10^{-8} a 1×10^{-5} moles de al menos un catalizador de intercambio de éster seleccionado del grupo consistente en compuestos de metal alcali y compuesto de metal terrestre alcali.

4. La composición de resina de policarbonato de la reivindicación 1, donde el compuesto de carbonato cíclico representado por la fórmula anterior (1) está representado por la siguiente fórmula (1)-1:

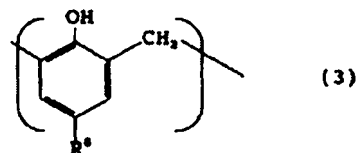


donde R^1 , R^2 y R^3 son tal y como se han definido anteriormente.

5. La composición de resina de policarbonato de la reivindicación 1 que además contiene (D) 5×10^{-4} a 0.5 partes por peso de un compuesto de éster parcial de un alcohol alifático que tiene una valencia de 2 a 6 y de 2 a 14 átomos de carbono y un ácido monocarboxílico alifático que tiene de 12 a 24 átomos de carbono.

6. (corregida) La composición de resina de policarbonato de la reivindicación 9 que además contiene el compuesto de éster parcial y el compuesto anterior (B) en una cantidad total de 1×10^{-3} a 0.7 partes por peso.

7. La composición de resina de policarbonato de la reivindicación 1 o 5, que además comprende 1×10^{-5} a 1×10^{-2} partes por peso de un compuesto cíclico representado por la siguiente fórmula (3):



donde R^8 es un átomo de hidrógeno o grupo de hidrocarburo que tiene de 1 a 4 átomos de carbono, y n es un número entre 4 y 20.

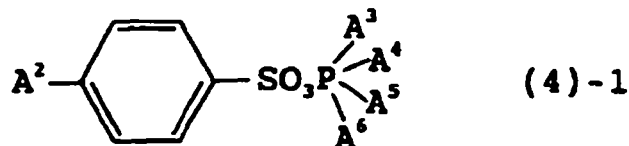
8. La composición de resina de policarbonato de la reivindicación 1 o 5, que además comprende 1×10^{-5} a 1×10^{-2} partes por peso de un compuesto seleccionado del grupo consistente en ácido hidrocórico, ácido fosfórico, ácido fosforoso, ácido bórico y sales de amina y sales de amonio de los mismos.

9. La composición de resina de policarbonato de la reivindicación 3, que además comprende 1×10^{-5} a 1×10^{-2} partes por peso de un compuesto de ácido sulfónico representado por la siguiente fórmula:



donde A^1 es un grupo de hidrocarburo monovalente que tiene entre 1 y 30 átomos de carbono que pueden tener un sustituyente, y X^1 es un catión de amonio, catión de fosfonio o grupo de hidrocarburo monovalente que tiene entre 1 y 10 átomos de carbono.

10. La composición de resina de policarbonato de la reivindicación 9, donde el compuesto de ácido sulfónico de la fórmula anterior (4) se representa por la siguiente fórmula (4)-1:



donde A^2 , A^3 , A^4 , A^5 y A^6 son independientemente un grupo de hidrocarburo monovalente que tiene entre 1 y 20 átomos de carbono.

11. La composición de resina de policarbonato de la reivindicación 1, que contiene además un éter de ácido fosforoso aromático en una cantidad de 1×10^{-4} a 0.1 partes por peso.

12. Uso del compuesto anterior (B) para mejorar la capacidad de liberación de un policarbonato aromático mezclándolo con el policarbonato aromático.

13. Un modificador para la capacidad de liberación para policarbonatos aromáticos que está formado por el compuesto anterior (B).

14. Un sustrato para medio de grabación óptica que está hecho a partir de la composición de resina de policarbonato de la reivindicación 1.

15. Un medio de grabación óptica formado por el sustrato de la reivindicación 14 y una capa de grabación óptica formada sobre un lado del sustrato directamente o a través de una intercapa.

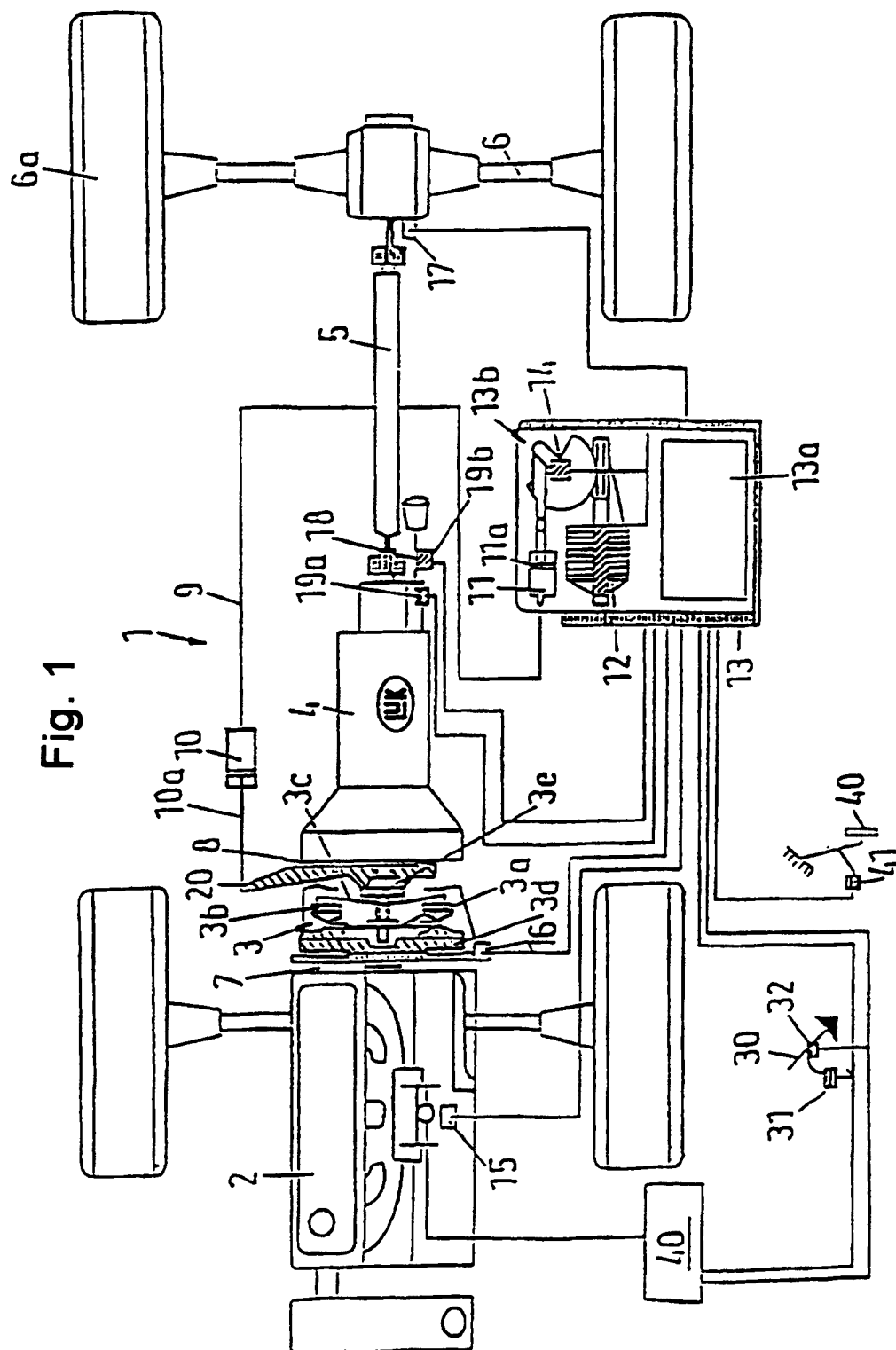


Fig. 2

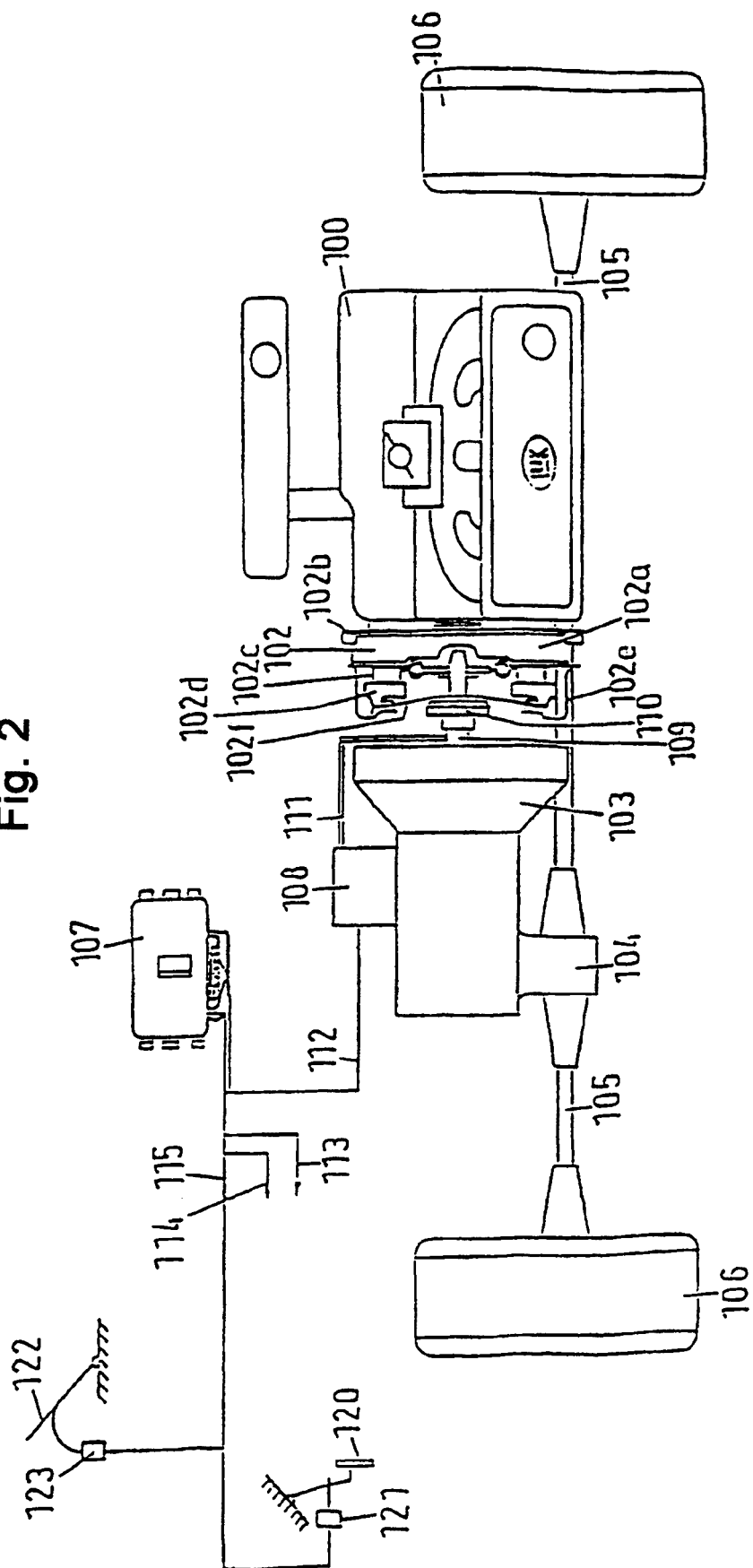


Fig. 3

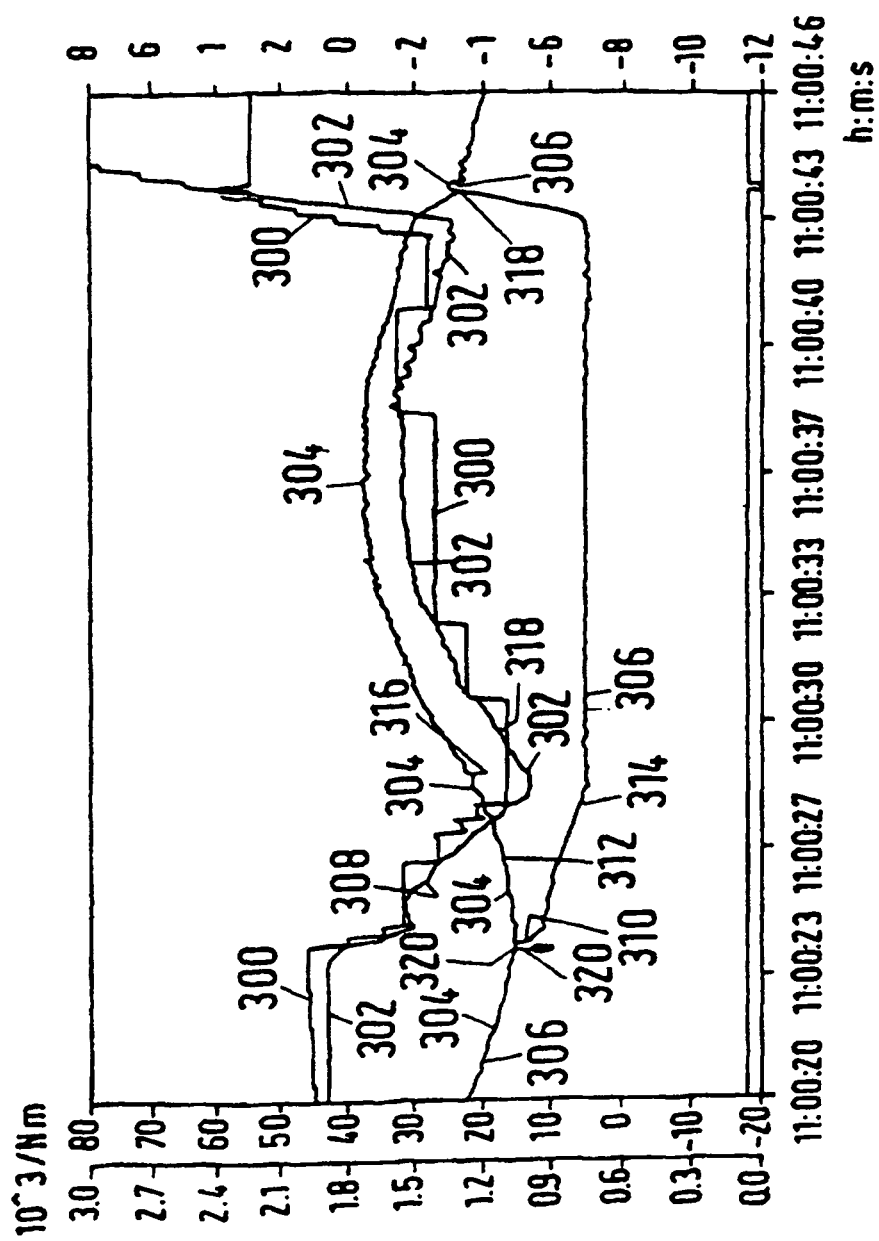


Fig. 4

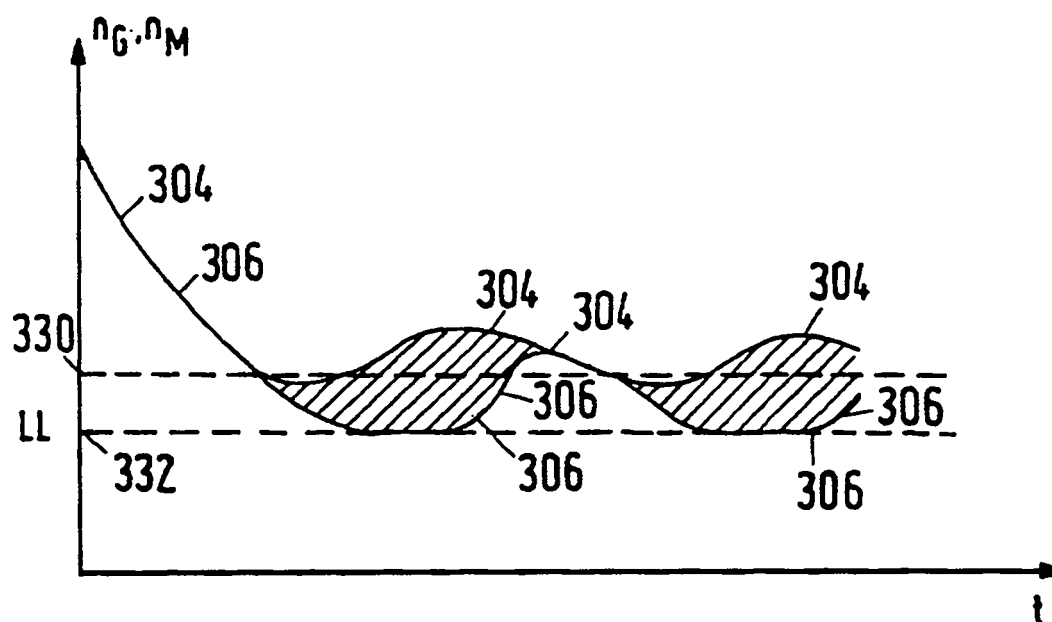


Fig. 5

