

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 439 798**

51 Int. Cl.:

**C08K 5/49** (2006.01)

**C08K 5/50** (2006.01)

**C08K 5/526** (2006.01)

**C08K 5/5397** (2006.01)

12

## TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **17.09.2010 E 10759817 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **23.10.2013 EP 2483343**

54 Título: **Composiciones de policarbonato con propiedades ópticas mejoradas**

30 Prioridad:

**30.09.2009 DE 102009043513**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

**24.01.2014**

73 Titular/es:

**BAYER INTELLECTUAL PROPERTY GMBH  
(100.0%)  
Alfred-Nobel-Strasse 10  
40789 Monheim, DE**

72 Inventor/es:

**WEHRMANN, ROLF;  
HEUER, HELMUT-WERNER y  
BOUMANS, ANKE**

74 Agente/Representante:

**CARPINTERO LÓPEZ, Mario**

ES 2 439 798 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

Composiciones de policarbonato con propiedades ópticas mejoradas

La presente invención se refiere a composiciones de policarbonato y composiciones de copolicarbonato, por ejemplo mezclas, con propiedades ópticas mejoradas, así como a su preparación y a su uso para la fabricación de piezas moldeadas y a piezas moldeadas que pueden obtenerse a partir de las mismas.

Los policarbonatos pertenecen al grupo de los termoplásticos técnicos. Se usan en múltiples aplicaciones en el sector eléctrico y electrónico, como material de carcasas de lámparas y en aplicaciones en las que se precisan propiedades mecánicas particulares junto con unas buenas propiedades ópticas.

Otros sectores de uso amplios son, por lo tanto, dispositivos de almacenamiento de datos ópticos, por ejemplo CD, DVD, discos Blu-ray y HD-DVD, aplicaciones de extrusión para la fabricación de placas de policarbonato, vidrios de dispersión y otras aplicaciones de pantalla, aplicaciones ópticas en el sector del automóvil, por ejemplo acristalamientos, cubiertas de plástico, elementos conductores de la luz y fibras conductoras de la luz poliméricas y láminas difusoras para iluminaciones de fondo, aplicaciones LED, lentillas, colimadores, así como cubiertas de lámparas para luminarias de campo extenso, pero también la fabricación de botellas para agua.

En todos estos usos se precisan siempre buenas propiedades ópticas junto con propiedades mecánicas y propiedades reológicas buenas, por ejemplo, buena fluidez, con simultáneamente una alta capacidad de carga térmica, en particular en la fabricación o el procesamiento.

En los procedimientos de preparación en continuo de policarbonatos tales como, por ejemplo según el procedimiento en interfase o el procedimiento de policondensación en masa fundida, la masa fundida de policarbonato se somete a una tensión térmica fuerte y a una energía de cizallamiento alta en las unidades de procesamiento, con lo que pueden aparecer ya en este punto daños en el polímero, que se manifiestan en la reducción de las propiedades ópticas, frecuentemente en forma de transmisión más reducida y un índice de amarillez aumentado.

Por el documento EP0789053 A1 se conocen mezclas de fosfinas y compuestos de silicio para la estabilización a largo plazo de policarbonatos, pero no se describe ninguna mezcla para la estabilización de la composición durante el procesamiento.

En el documento WO 00/73386 se describen masas de moldeo de policarbonato para la fabricación de artículos con deposición de polvo reducida en las que se usan antioxidantes del grupo de las fosfinas, difosfonitos, hidroxifenilpropionatos y otros compuestos de fósforo comerciales. El problema de la estabilización de las propiedades ópticas de composiciones y el uso de mezclas de fosfina/óxido de fosfina, sin embargo, ni se menciona ni se describe.

En el documento EP 0625521. A1 se usan monómeros de bis(óxido de fosfina)dihidroxiarilo como componentes monoméricos para policarbonatos, para obtener policarbonatos con una temperatura de transición vítrea elevada, resistencia al choque elevada y buena ignifuguidad.

El documento EP 0346761 B1 describe un procedimiento para la preparación de policarbonatos según el procedimiento en interfase con la ayuda de fosfinas u óxidos de fosfina como catalizadores del procedimiento en la policondensación, retirándose los catalizadores del polímero en el procesamiento.

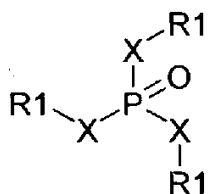
En ninguno de estos documentos caracterizadores del estado de la técnica se da una indicación de cómo pueden mejorarse las propiedades ópticas de composiciones de policarbonato obteniendo buenas propiedades mecánicas, aunque existe la necesidad de composiciones ópticamente sobresalientes en los sectores de uso mencionados anteriormente.

El objetivo de la presente invención era, por lo tanto, desarrollar composiciones de policarbonato y composiciones de copolicarbonato con propiedades ópticas mejoradas obteniendo unas buenas propiedades reológicas. En particular, en estas composiciones debería reducirse el índice de amarillez y aumentarse la transmisión.

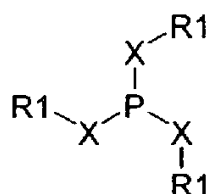
Sorprendentemente, se ha hallado que las mezclas de compuestos de fósforo en los estados de oxidación +3 y +5 que se producen in situ, o que se añaden a las composiciones de policarbonato, proporcionan a las composiciones preparadas en un proceso de preparación de policarbonato en continuo según el procedimiento en interfase o la policondensación en estado fundido un perfil de propiedades ópticas mejorado, conservando las propiedades reológicas.

Los pares de compuestos de fósforo de las formulas (1) a (6) en los estados de oxidación +5 y +3, tanto producidos in situ como también añadidos, que se añaden como aditivo en la preparación, reducen el índice de amarillez y aumentan la transmisión de las composiciones de polímeros. Como par de un compuesto de fósforo, a este respecto, se entiende compuestos del estado de oxidación +3 y +5, siendo el compuesto del estado de oxidación +5 el producto de la oxidación del compuesto del estado de oxidación +3.

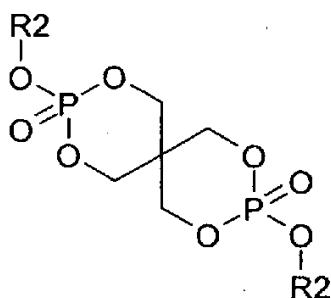
Un objeto de la presente invención son, por lo tanto, composiciones de policarbonato que contienen pares de compuestos de fósforo de las fórmulas (1) y (2) o (3) y (4) o (5) y (6) o mezclas de al menos dos pares de estas fórmulas.



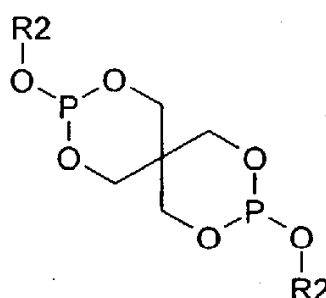
(1)



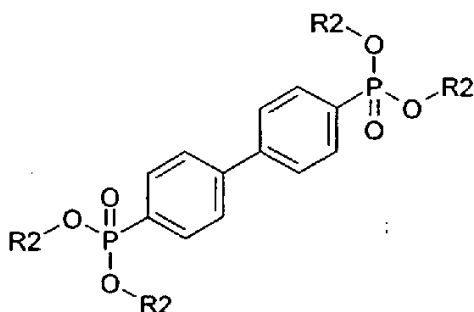
(2)



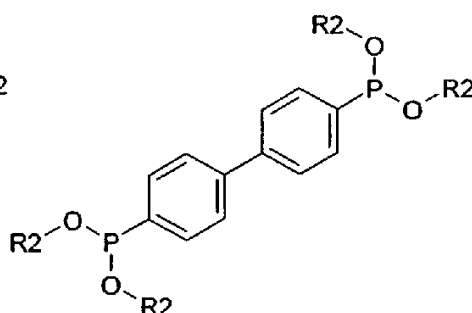
(3)



(4)



(5)



(6)

5 en las que

X puede representar un enlace químico sencillo o un átomo de oxígeno, y R1 y R2, independientemente uno de otro, pueden representar un resto fenilo o un resto fenilo sustituido. El resto fenilo está sustituido preferentemente con alquilo C<sub>1</sub> - C<sub>8</sub>, alquilo C<sub>1</sub> - C<sub>8</sub> ramificado o cumilo, pudiendo ser los sustituyentes iguales o distintos, siendo preferentes, no obstante, sustituyentes iguales.

10 Preferentemente los restos fenilo están sustituidos en las posiciones 2 y 4 o 2, 4 y 6.

Son muy particularmente preferente sustituyentes terc-butilo en estas posiciones.

El resto fenilo puede portar un máximo de 5 sustituyentes, siendo preferentes dos o tres sustituyentes y particularmente preferentes dos o tres sustituyentes.

15 Además, los restos R denominados igual en un compuesto en el marco de las definiciones dadas pueden ser diferentes, siendo preferentes, no obstante, restos iguales.

En una forma de realización preferente, los compuestos (1), (3) o (5) se producen in situ en un procedimiento en continuo, en el que los compuestos correspondientes (2), (4) o (6) se dosifican mediante una unidad lateral a una masa fundida de policarbonato, preferentemente en ausencia de aire, y los compuestos (1), (3) o (5) se forman en una reacción in situ dentro de la unidad de producción, siendo la concentración del compuesto (2), (4) o (6) en el granulado de policarbonato aislado posteriormente superior a la del compuesto (1), (3) o (5).

La transición del número de oxidación +3 a +5 también puede realizarse en los compuestos de fósforo (4) y (6) en etapas, es decir, en primer lugar solo se oxida uno de ambos átomos de fósforo de número de oxidación +3, de modo que pueden estar presentes compuestos de fósforo que poseen tanto un número de oxidación +3 como también +5, debiendo considerarse en este caso ambos grupos fósforo separados entre sí.

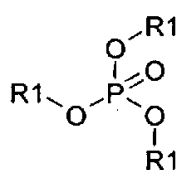
El contenido de compuestos de las fórmulas (2), (4) o (6) en la composición es preferentemente de 5 a 1500 ppm, preferentemente de 10 a 1200 ppm, más preferentemente de 30 a 1000 ppm, aún más preferentemente de 50 a 800 ppm, de modo particularmente preferente de 80 a 400 ppm y del modo más preferente de 100 a 325 ppm.

El contenido en compuestos de las fórmulas (1), (3) o (5) en la composición es preferentemente de 5 a 300 ppm, preferentemente de 10 a 200 ppm, más preferentemente de 15 a 100 ppm y de modo particularmente preferente de 20 a 60 ppm.

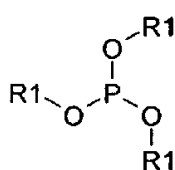
La cantidad de compuestos según una de las fórmulas (1), (3) o (5) es del 2 % al 49 %, preferentemente del 2 % al 45 %, de modo particularmente preferente del 3 % al 40 %, de modo muy particularmente preferente del 4 % al 35 % con respecto a la masa total de los compuestos de las fórmulas (1) - (6).

En una forma de realización alternativa, se añaden los compuestos correspondientes de estados de oxidación +3 y +5 a la masa fundida de policarbonato, siendo la proporción de compuestos del estado de oxidación +3 superior a la proporción de los compuestos de estado de oxidación +5.

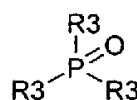
Son particularmente preferentes composiciones de policarbonato que contienen pares de fórmulas (7) y (8) o bien (9) y (10) o bien (11) y (12) o bien (13) y (14) derivadas de las fórmulas (1) - (6)



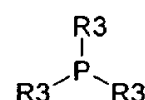
(7)



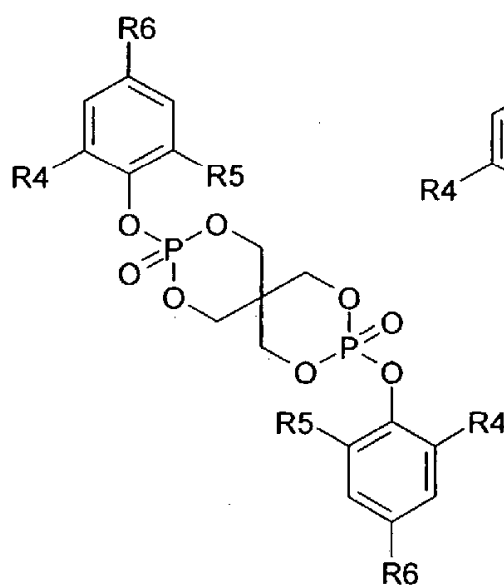
(8)



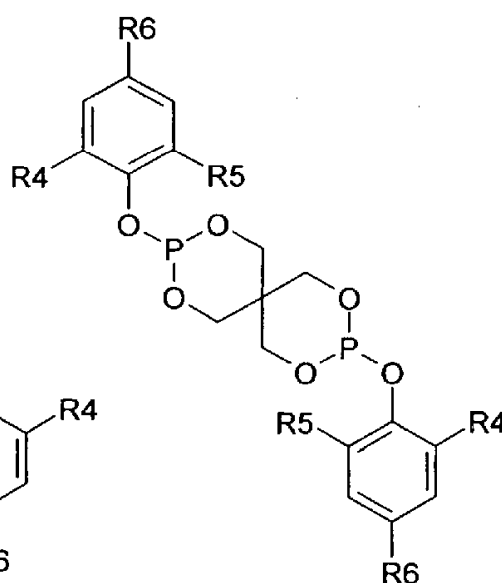
(9)



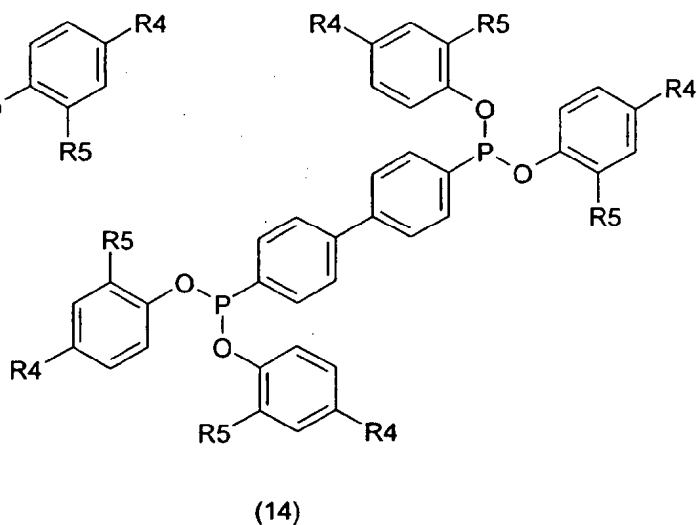
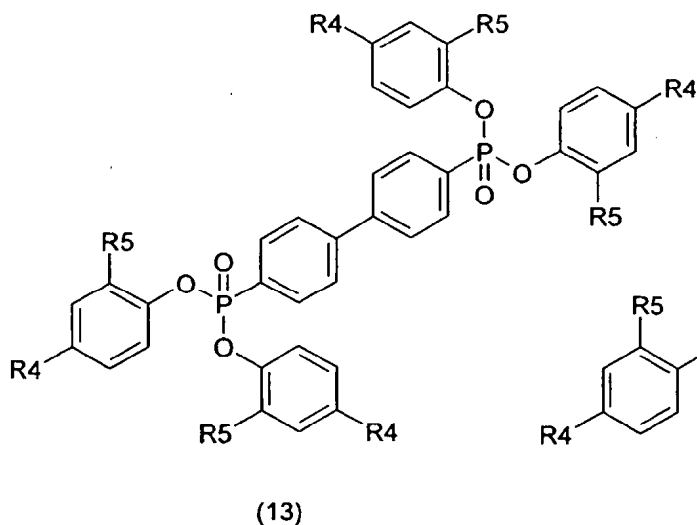
(10)



(11)



(12)

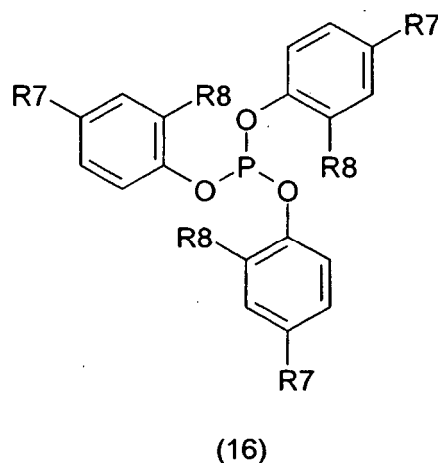
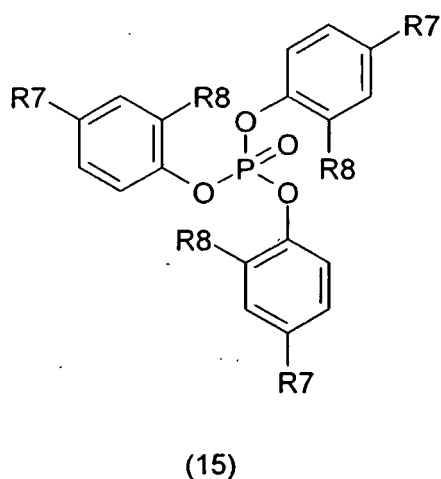


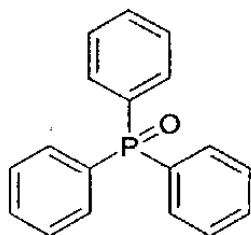
en las que R1 y R3, independientemente uno de otro, pueden representar un resto fenilo o un resto fenilo sustituido. El resto fenilo está sustituido preferentemente con alquilo C<sub>1</sub> - C<sub>8</sub>, alquilo C<sub>1</sub> - C<sub>8</sub> ramificado o cumilo, pudiendo ser los sustituyentes iguales o diferentes, siendo preferentes, no obstante, sustituyentes iguales, y R4, R5 y R6 representan H, alquilo C<sub>1</sub> - C<sub>8</sub> ramificado o cumilo, preferentemente terc-butilo o cumilo.

Preferentemente también los compuestos (7), (9), (11) y (13) se producen como se ha descrito anteriormente in situ en un proceso en continuo, en el que el compuesto (8), (10), (12) o (14) se dosifica mediante una unidad lateral a una masa fundida de policarbonato, preferentemente en ausencia de aire, y los compuestos (7), (9), (11) y (13) se forman en una reacción in situ dentro de la unidad de producción, siendo la concentración de los compuestos (7), (9), (11) y (13) en el granulado aislado posteriormente inferior a la de los compuestos (8), (10), (12) o (14).

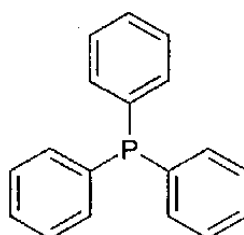
Como alternativa, también pueden añadirse, no obstante, pares de estos compuestos o mezclas de pares.

Además, son particularmente preferentes composiciones de policarbonato que contienen pares de las fórmulas (15) y (16) o (17) y (18) o (19) y (20) o (21) y (22) así como mezclas de estos pares.

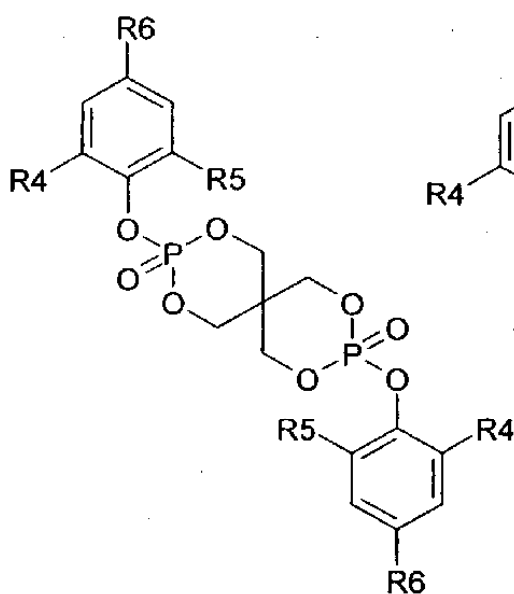




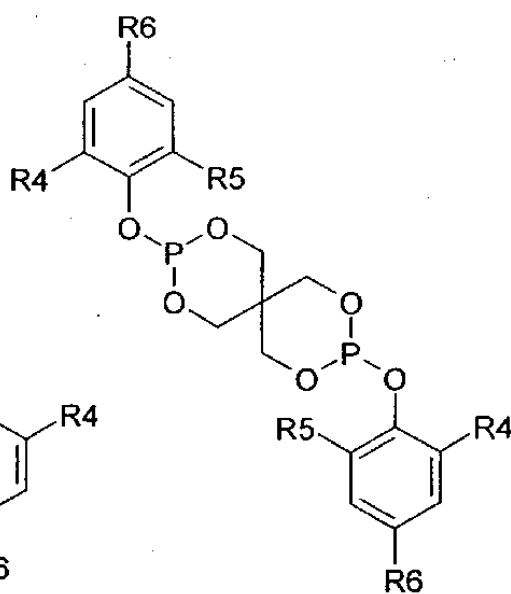
(17)



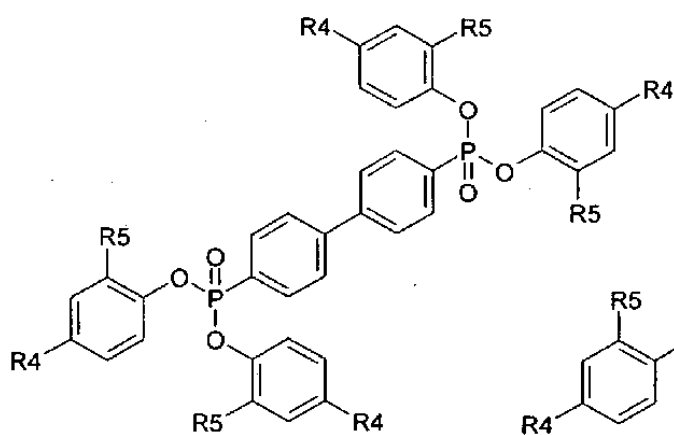
(18)



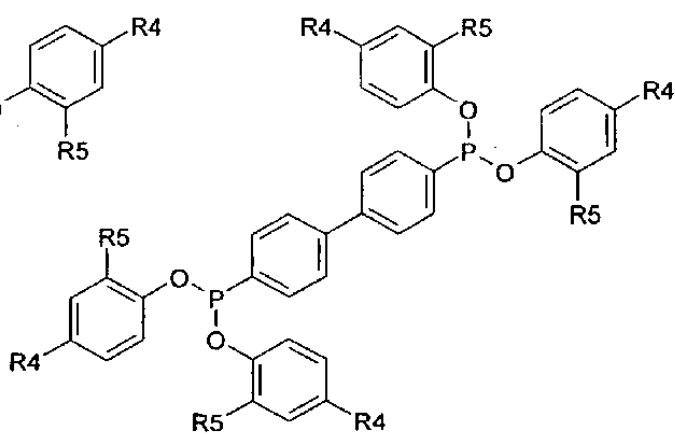
(19)



(20)



(21)



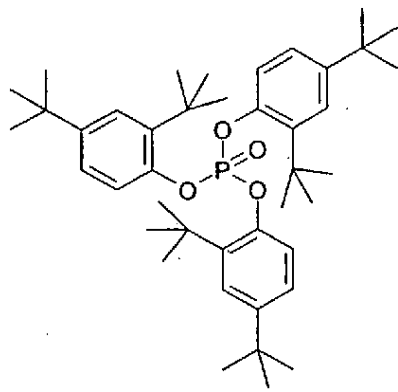
(22)

en las que R4, R5, R6, R7 y R8 representan H, alquilo C<sub>1</sub> - C<sub>8</sub> ramificado o cumilo, preferentemente terc-butilo o cumilo.

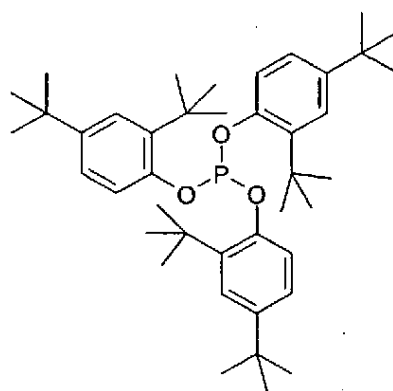
5 Como anteriormente, los compuestos (15), (17), (19) y (21) se producen preferentemente in situ en un procedimiento en continuo, en el que el compuesto (16), (18), (20) y (22) se dosifica mediante una unidad lateral a una masa fundida de policarbonato en ausencia de aire y los compuestos (15), (17), (19) y (21) se forman en una reacción in situ dentro de la unidad de producción, siendo la concentración de (15), (17), (19) y (21) en el granulado de policarbonato aislado posteriormente inferior a la de los compuestos (16), (18), (20) y (22).

Como alternativa, también pueden añadirse, no obstante, pares de estos compuestos o mezclas de pares.

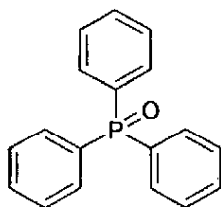
Además, son muy particularmente preferentes composiciones de policarbonato que contienen mezclas de las fórmulas (23) y (24) o (17) y (18) o (25) y (26) o (27) y (28), así como mezclas de estos pares, siendo la más preferente una mezcla de las fórmulas 17 y 18.



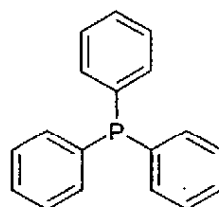
(23)



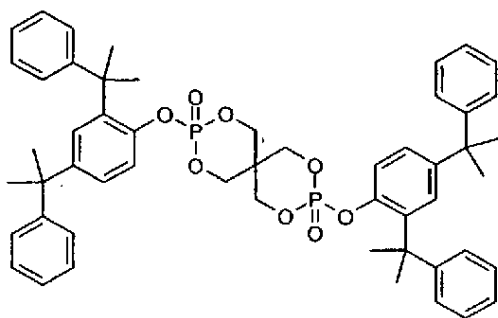
(24)



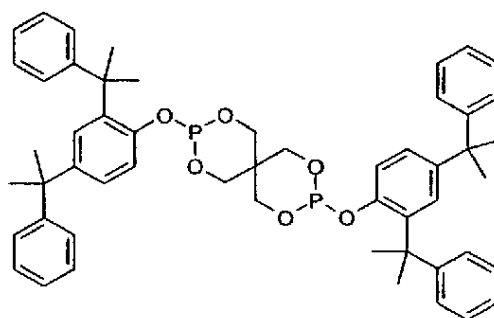
(17)



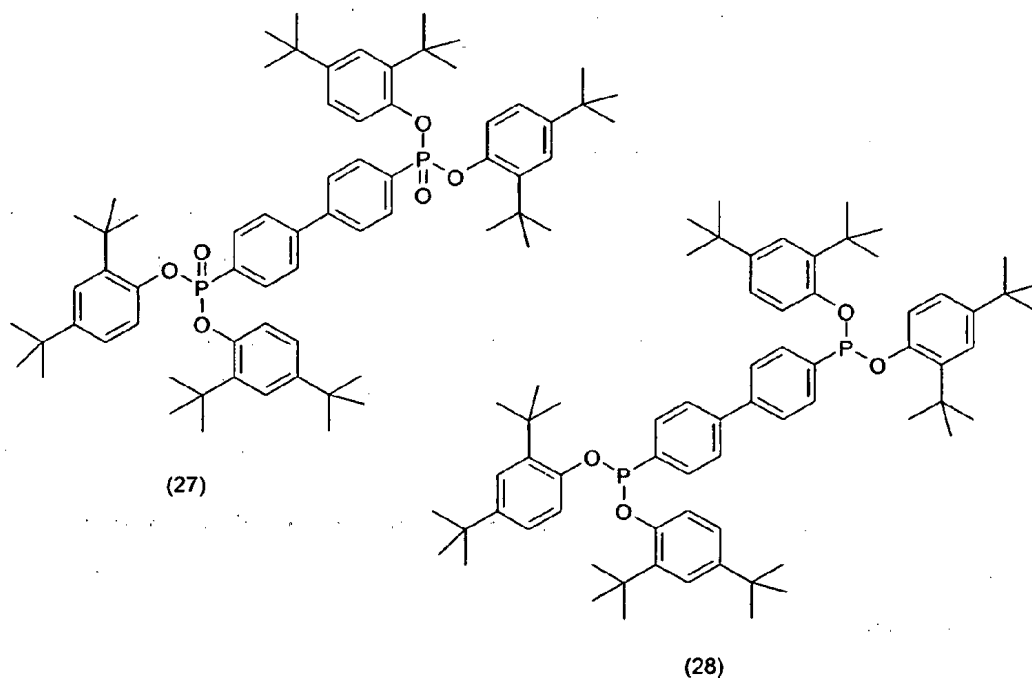
(18)



(25)



(26)



También estos compuestos pueden prepararse como se ha descrito anteriormente y/o añadirse como aditivo.

Los compuestos con elementos estructurales de las fórmulas (1) a (28) se denominan antioxidantes secundarios (descomponedores de hidroperóxidos) o sus productos derivados (Plastics Additives Handbook, 5ª edición, Hanser Verlag München, 2001).

A las composiciones según la invención también se puede añadir, opcionalmente, otros antioxidantes primarios (por ejemplo captadores de radicales), tales como fenoles estéricamente impedidos o estabilizantes HALS (Plastics Additives Handbook, 5ª edición, Hanser Verlag München, 2001).

La proporción de antioxidantes secundarios con respecto a los primarios puede ser de 6:1 a 1:6, preferentemente de 5:1 a 1:5, de modo particularmente preferente de 4:1 a 1:4 y de modo muy particularmente preferente de 3:1 a 1:3.

Los policarbonatos aromáticos termoplásticos, en el sentido de la presente invención, son tanto homopolicarbonatos como también copolicarbonatos; los policarbonatos pueden ser, de modo conocido, lineales o ramificados.

Los policarbonatos, copolicarbonatos termoplásticos, incluidos los poliester carbonatos aromáticos termoplásticos, ambos comprendidos por el término policarbonato, tienen pesos moleculares  $M_w$  (PM promedio en peso, determinado mediante medición por cromatografía de permeación en gel (GPC), calibración con policarbonato) de 10.000 a 200.000, preferentemente de 15.000 a 100.000 y de modo particularmente preferente de 17.000 - 70.000 g/mol.

Las composiciones de la presente invención contienen, además, al menos un aditivo seleccionado del grupo constituido por estabilizantes frente a UV, agentes de desmoldeo y, dado el caso, colorantes.

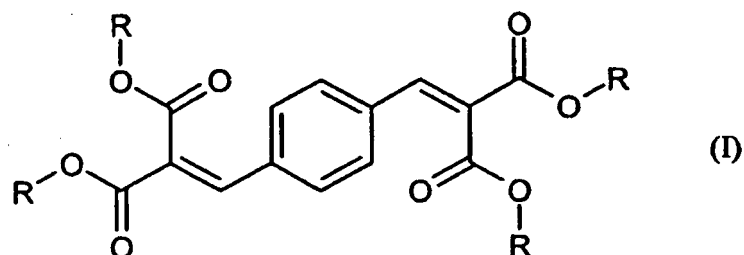
La proporción de estos aditivos en la composición es, en general, del 0,001 al 1,000, preferentemente del 0,005 al 0,800, de modo particularmente preferente del 0,04 al 0,50 % en peso (con respecto a la composición total).

Como estabilizantes frente a UV son adecuados estabilizantes frente a UV orgánicos. Los estabilizantes frente a UV se seleccionan preferentemente del grupo que comprende los benzotriazoles (por ejemplo Tinuvin de la empresa Ciba), triazinas CGX-06 de la empresa Ciba, benzofenonas (Uvinul de la empresa BASF), cianoacrilatos (Uvinul de la empresa BASF), ésteres de ácido cinámico y oxalanilidas, así como mezclas de estos estabilizantes frente a UV.

Ejemplos de absorbentes de UV adecuados son:

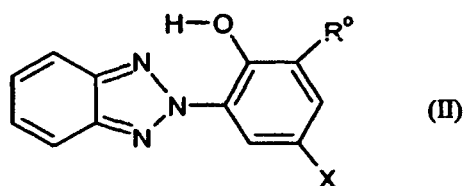
a) ésteres malónicos de la fórmula (I)





en la que R significa alquilo. R representa preferentemente alquilo C1-C6, en particular alquilo C1-C4 y de modo particularmente preferente etilo.

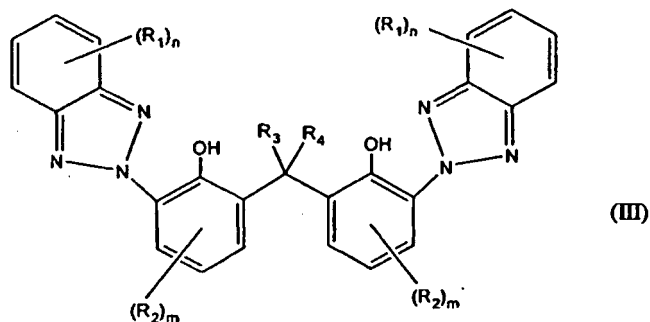
b) derivados de benzotriazol según la fórmula (II):



5

En la fórmula (II) son el R° contenido y X iguales o distintos y significan H o alquilo o alquilarilo. A este respecto, son preferentes Tinuvin® 329 con X = 1,1,3,3-tetrametilbutilo y R° = H, Tinuvin® 350 con X = terc-butilo y R° = 2-butilo y Tinuvin® 234 con X y R° = 1,1-dimetil-1-fenilo

c) derivados de benzotriazol diméricos según la fórmula (III):



10

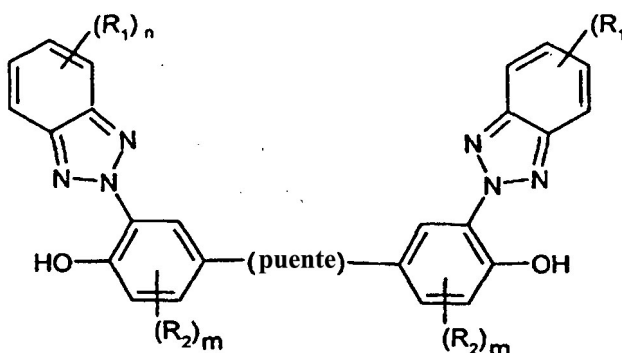
En la fórmula (III) R1 y R2 son iguales o distintos y significan H, halógeno, alquilo C1-C10, cicloalquilo C5-C10, aralquilo C7-C13, arilo C6-C14, -OR5 o -(CO)-O-R5 con R5 = H o alquilo C1-C4.

En la fórmula (III) R3 y R4 también son iguales o distintos y significan H, alquilo C1-C4, cicloalquilo C5-C6, bencilo o arilo C6-C14.

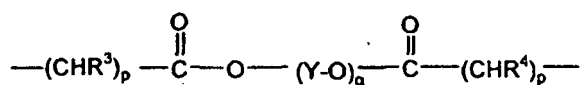
15 En la fórmula (III) m significa 1, 2 o 3 y n significa 1, 2, 3 o 4.

A este respecto, es preferente Tinuvin® 360 con R1 = R3 = R4 = H; n = 4; R2 = 1,1,3,3-tetrametilbutilo; m = 1

d) derivados de benzotriazol diméricos según la fórmula (IV):



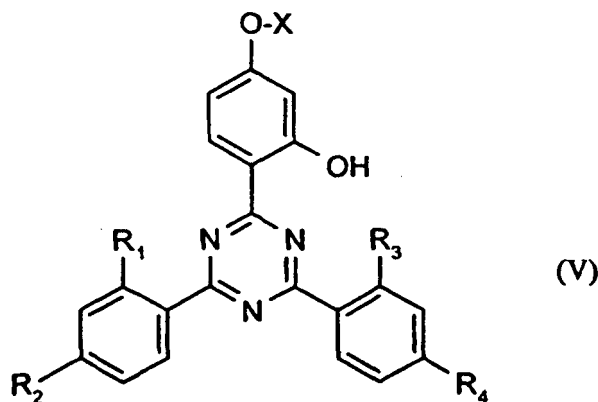
en la que el puente significa



- 5 R1, R2, m y n tienen el significado mencionado para la fórmula (III) y en el que p es un número entero de 0 a 3, q es un número entero de 1 a 10, Y es -CH2-CH2-, -(CH2)3-, -(CH2)4-, -(CH2)5-, -(CH2)6- o CH(CH3)-CH2- y R3 y R4 tienen los significados mencionados para la fórmula (III).

A este respecto, es preferente Tinuvin® 840 con R1 = H; n = 4; R2 = terc-butilo; m = 1; R2 está dispuesto en posición orto respecto al grupo OH; R3 = R4 = H; p = 2; Y = -(CH2)5-; q = 1

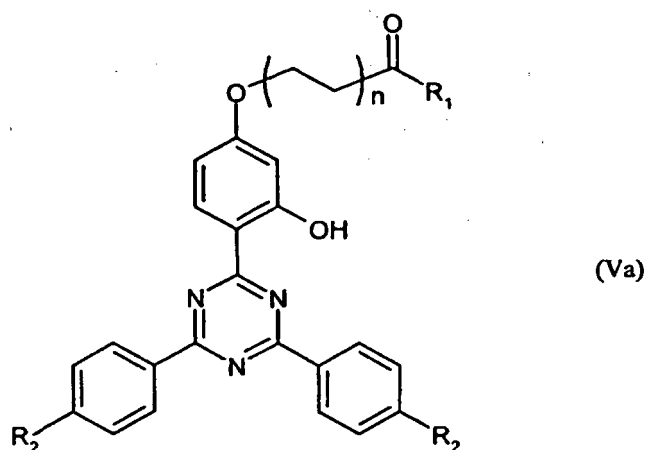
e) derivados de triazina según la fórmula (V):



- 10 en la que R1, R2, R3, R4 son iguales o distintos y son H, alquilo, arilo, CN o halógeno y X es igual a alquilo, preferentemente isoctilo.

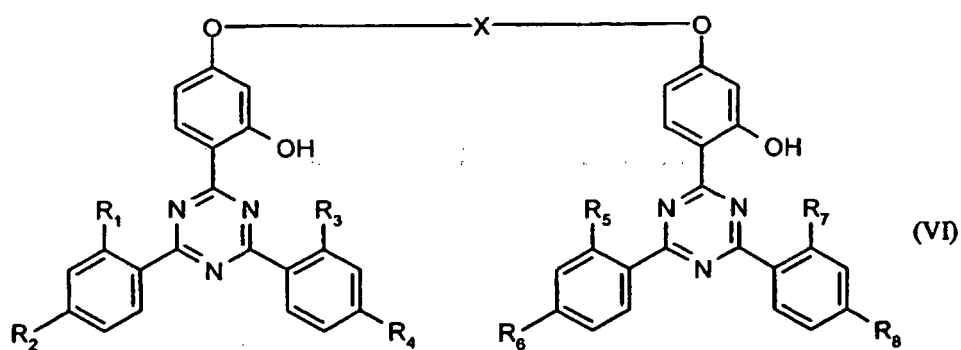
A este respecto, es preferente Tinuvin® 1577 con R1 = R2 = R3 = R4 = H; X = hexilo y Cyasorb® UV-1 164 con R1 = R2 = R3 = R4 = metilo; X octilo

- 15 f) derivados de triazina de la fórmula (Va) siguiente:



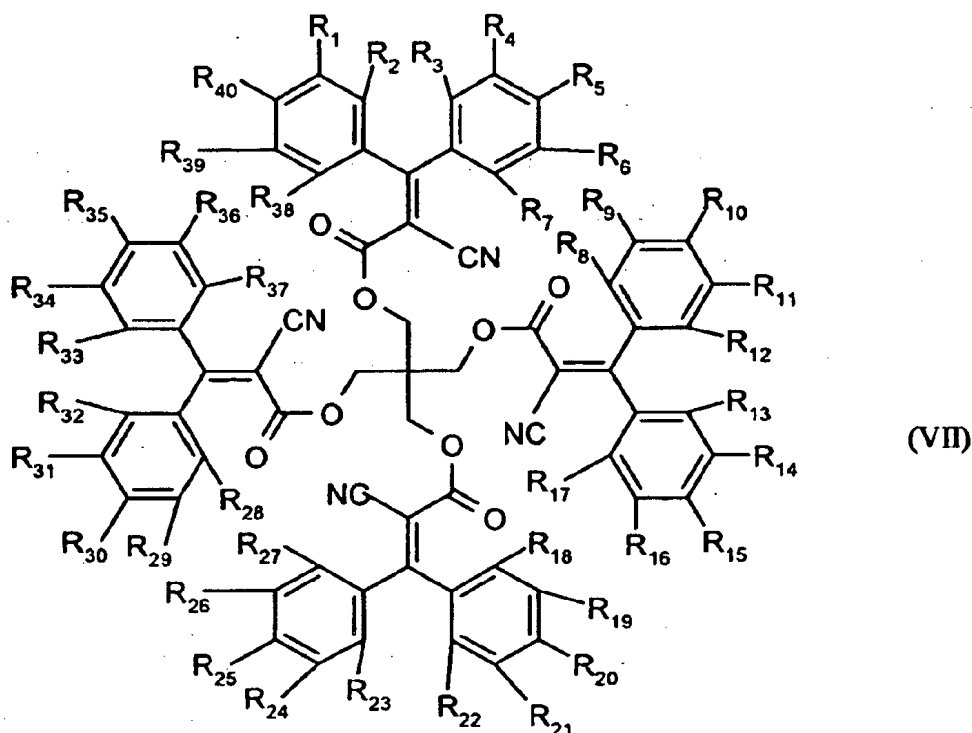
en la que R1 significa alquilo C1 a alquilo C17, R2 significa H o alquilo C1 a alquilo C4 y n es 0 a 20.

g) derivados de triazina diméricos de la fórmula (VI):



- 5 en la que R1, R2, R3, R4, R5, R6, R7, R8 pueden ser iguales o diferentes y significan H, alquilo, CN o halógeno y X es alquilideno, preferentemente metilideno o es -(CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>-O)-<sub>n</sub>-C(=O)- y n representa 1 a 10, preferentemente 1 a 5, particularmente 1 a 3.

h) cianoacrilatos de diarilo de la fórmula (VII):



en la que R1 a R40 pueden ser iguales o distintos y significan H, alquilo, CN o halógeno.

A este respecto, es preferente Uvinul® 3030 con R1 a R40 = H.

5 Estabilizantes frente a UV particularmente preferentes para las masas de moldeo según la invención son compuestos del grupo que está constituido por los benzotriazoles (b) y benzotriazoles diméricos (c y d), los ésteres malónicos (a) y los cianoacrilatos (h), así como mezclas de estos compuestos.

10 Los estabilizantes frente a UV se usan en cantidades del 0,01 % en peso al 15,00 % en peso, con respecto a la masa de moldeo, preferentemente en cantidades del 0,05 % en peso al 1,00 % en peso, de modo particularmente preferente en cantidades del 0,08 % en peso al 0,5 % en peso y de modo muy particularmente preferente en cantidades del 0,1 % en peso al 0,4 % en peso, con respecto a la composición total.

15 Los agentes de desmoldeo añadidos dado el caso a las composiciones según la invención están seleccionados preferentemente del grupo que comprende tetraestearato de pentaeritritol, monoestearato de glicerina, estearato de estearilo y estearato de propanodiol y sus mezclas. Los agentes de desmoldeo se usan en cantidades del 0,05 % en peso al 2,00 % en peso, con respecto a la masa de moldeo, preferentemente en cantidades del 0,1 % en peso al 1,0 % en peso, de modo particularmente preferente del 0,15 % en peso al 0,60 % en peso y de modo muy particularmente preferente del 0,2 % en peso al 0,5 % en peso, con respecto a la composición total.

20 Como antioxidantes primarios se usan preferentemente fenoles estéricamente impedidos (por ejemplo tipos de Irganox de la empresa Ciba, por ejemplo Irganox 1076 (3-(3,5-di-terc-butil-4-hidroxifenil)-propionato de octadecilo), Irganox 1010 (tetraquis(3-(3,5-di-terc-butil-4-hidroxifenil)-propionato de pentaeritritol) o Irganox 1035 (bis(3-(3,5-di-terc-butil-4-hidroxifenil)-propionato de tiodietileno)).

Además, las composiciones según la invención pueden contener aditivos habituales tales como otros termoestabilizantes, antiestáticos, colorantes, coadyuvantes de la fluidez y agentes ignífugos.

La preparación de los policarbonatos que se van a usar según la invención se realiza, en principio, de modo conocido a partir de difenoles, derivados de ácido carbónico y dado el caso ramificantes.

25 En general, los procedimientos de síntesis de policarbonatos son conocidos y se describen en numerosas publicaciones. Los documentos EP-A 0 517 044, WO 2006/072344, EP-A 1 609 818, WO 2006/072344 y EP-A 1 609 818 y los documentos citados en los mismos describen, por ejemplo, el procedimiento en interfase y en masa fundida para la preparación de policarbonato.

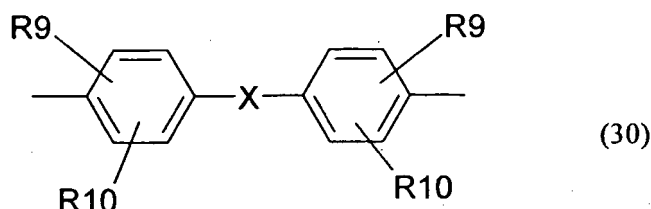
Son compuestos de dihidroxiarilo adecuados para la preparación de policarbonatos los de la fórmula (29)

30 
$$\text{HO-Z-OH} \quad (29)$$

en la que

Z es un resto aromático de 6 a 30 átomos de C, que puede contener uno o varios núcleos aromáticos, puede estar sustituido y puede contener restos alifáticos o cicloalifáticos, o alquilarios o heteroátomos como elementos puente.

Preferentemente, Z representa en la fórmula (29) un resto de la fórmula (30)



en la que

R<sub>9</sub> y R<sub>10</sub>, independientemente uno de otro, representan H, alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>18</sub>, alcoxi C<sub>1</sub>-C<sub>18</sub>, halógeno tal como Cl o Br o representa arilo o aralquilo dado el caso respectivamente sustituidos, preferentemente representa H o alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>12</sub>, de modo particularmente preferente representa H o alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub> y de modo muy particularmente preferente representa H o metilo, y

X (fórmula 30) representa un enlace sencillo, -SO<sub>2</sub>-, CO-, -O-, -S-, alquilenos C<sub>1</sub> a C<sub>6</sub>, alquilideno C<sub>2</sub> a C<sub>5</sub> o representa arileno C<sub>6</sub> a C<sub>12</sub>, que dado el caso puede estar condensado con otros anillos aromáticos que contienen heteroátomos.

Preferentemente, X representa un enlace sencillo, alquilenos C<sub>1</sub> a C<sub>5</sub>, alquilideno C<sub>2</sub> a C<sub>5</sub>, cicloalquilideno C<sub>5</sub> a C<sub>12</sub>, -O-, -SO-, -CO-, -S-, -SO<sub>2</sub>-, de modo particularmente preferente X representa un enlace sencillo, isopropilideno, cicloalquilideno C<sub>5</sub> a C<sub>12</sub> u oxígeno.

Para la preparación de los policarbonatos que se van a usar según la invención son adecuados difenoles, por ejemplo hidroquinona, resorcina, dihidroxidifenilo, bis-(hidroxifenil)-alcanos, bis(hidroxifenil)-cicloalcanos, bis-(hidroxifenil)-sulfuros, bis-(hidroxifenil)-éteres, bis-(hidroxifenil)-cetonas, bis-(hidroxifenil)-sulfonas, bis-(hidroxifenil)-sulfóxidos, α,α'-bis-(hidroxifenil)-diisopropilbencenos, así como sus compuestos alquilados, alquilados en el núcleo y halogenados en el núcleo.

Difenoles preferentes son 4,4'-dihidroxidifenilo, 2,2-bis-(4-hidroxifenil)-1-fenil-propano, 1,1-bis-(4-hidroxifenil)-fenil-etano, 2,2-bis-(4-hidroxifenil)propano, 2,2-bis-(3-metil-4-hidroxifenil)-propano, 2,4-bis-(4-hidroxifenil)-2-metilbutano, 1,3-bis-[2-(4-hidroxifenil)-2-propil]benceno(bisfenol M), 2,2-bis-(3-metil-4-hidroxifenil)-propano, bis-(3,5-dimetil-4-hidroxifenil)-metano, 2,2-bis-(3,5-dimetil-4-hidroxifenil)-propano, bis-(3,5-dimetil-4-hidroxifenil)-sulfona, 2,4-bis-(3,5-dimetil-4-hidroxifenil)-2-metilbutano, 1,3-bis-[2-(3,5-dimetil-4-hidroxifenil)-2-propil]-benceno, 1,1-bis-(4-hidroxifenil)-3,3,5-trimetilciclohexano.

Difenoles particularmente preferentes son 2,2-bis-(4-hidroxifenil)-propano (BPA), 4,4'-dihidroxidifenilo (DOD) y 2,2-bis-(3-metil-4-hidroxifenil)-propano, 1,1-bis-(4-hidroxifenil)-3,3,5-trimetilciclohexano (TMC).

Estos y otros difenoles adecuados se describen, por ejemplo, en los documentos US-A -PS 2 999 835, 3 148 172, 2 991 273, 3 271 367, 4 982 014 y 2 999 846, en las solicitudes de patente alemanas abiertas a inspección pública 1 570 703, 2 063 050, 2 036 052, 2 211 956 y 3 832 396, en la publicación de patente francesa 1 561 518, en la monografía "H. Schnell, Chemistry and Physics of Polycarbonates, Interscience Publishers, Nueva York 1964, p. 28 y sig.; p.102 y sig. y en "D.G. Legrand, J.T. Bendler, Handbook of Polycarbonate Science and Technology, Marcel Dekker Nueva York 2000, p. 72 y sig.".

En el caso de los homopolicarbonatos se usa solo un difenol, en el caso de copolicarbonatos se usan dos o más difenoles. Los difenoles usados, como también todos los demás productos químicos y coadyuvantes usados en la síntesis, pueden estar contaminados con impurezas procedentes de su propia síntesis, manipulación y almacenamiento. Es deseable, no obstante, trabajar con materias primas lo más puras posible.

La realización de la síntesis de policarbonato se realiza en continuo. La reacción en la interfase (procedimiento LPC) puede llevarse a cabo en reactores de bombeo, reactores tubulares o cascadas de tanques agitados o sus combinaciones, debiendo asegurar mediante el uso de los órganos de mezclado mencionados que la fase acuosa y la orgánica se separen en lo posible solo después de que la mezcla de síntesis haya acabado de reaccionar, es decir, que no contenga más cloro saponificable de fosgeno o ésteres de ácidos clorocarbónicos.

La cantidad de interruptores de cadena en forma de monofenoles tales como fenol, terc-butilfenol o cumilfenol es del 0,5 % en moles al 10,0 % en moles, preferentemente del 1,0 % en moles al 8,0 % en moles, de modo

particularmente preferente del 2,0 % en moles al 6,0 % en moles con respecto a los moles de los difenoles usados en cada caso. La adición de interruptores de cadena puede realizarse antes, durante o después de la fosgenación, preferentemente como solución en una mezcla de disolventes de cloruro de metileno y clorobenceno (al 8-15 % en peso).

- 5 Los catalizadores usados en la síntesis en interfase son aminas terciarias, en particular trietilamina, tributilamina, trioetilamina, N-etilpiperidina, N-metilpiperidina, N-i/n-propilpiperidina, de modo particularmente preferente trietilamina y N-etilpiperidina. Los catalizadores pueden añadirse a la síntesis individualmente, en mezcla o también en paralelo o sucesivamente, dado el caso también antes de la fosgenación, siendo preferentes, no obstante, dosificaciones después de la alimentación de fosgeno. La dosificación del catalizador o de los catalizadores puede  
10 realizarse sin disolvente, en un disolvente inerte, preferentemente el de la síntesis de policarbonato, o también como solución acuosa, en el caso de aminas terciarias como sus sales de amonio con ácidos, preferentemente ácidos minerales, en particular ácido clorhídrico. En caso de uso de varios catalizadores o de dosificación de cantidades parciales de la cantidad total del catalizador, pueden realizarse, naturalmente, también, distintos modos de dosificación en diferentes sitios o distintos momentos. La cantidad total de los catalizadores usados se encuentra  
15 entre el 0,001 y el 10,000 % en moles con respecto a los moles de bisfenoles usados, preferentemente del 0,01 al 8,00 % en moles, de modo particularmente preferente del 0,05 al 5,00 % en moles.

La fase orgánica se lava repetidas veces con agua demineralizada o destilada. La separación de la fase orgánica, dado el caso con partes de la fase acuosa dispersadas, se realizó después de las etapas individuales de lavado mediante recipiente de sedimentación, recipiente con agitación, coalescedor o separadores o combinaciones de  
20 estas etapas, pudiendo dosificarse el agua de lavado entre las etapas de lavado, dado el caso usando órganos de mezclado activos o pasivos.

El aislamiento del polímero de la solución puede realizarse evaporando el disolvente por medio de temperatura, vacío o un gas de arrastre calentado.

- 25 A partir de las masas fundidas de polímero altamente concentradas obtenidas de este modo pueden eliminarse los restos de disolvente bien directamente a partir de la masa fundida con extrusoras con evaporación, evaporadoras de capa fina, evaporadores moleculares por gravedad, evaporadores con extrusión o bien mediante compactación por fricción, dado el caso también usando un agente de arrastre, tal como nitrógeno o dióxido de carbono, o usando vacío, alternativamente también mediante cristalización posterior y calentamiento de los restos del disolvente en la fase sólida.

- 30 La reacción en la masa fundida (procedimiento de policondensación en masa fundida, procedimiento SPC) puede diseñarse después del procedimiento de transesterificación en forma discontinua o también continua. Una vez que estén presentes como masa fundida los compuestos de dihidroxiarilo y carbonatos de diarilo, dado el caso con otros compuestos, se inicia en presencia de un catalizador adecuado la transesterificación. La conversión o el peso molecular se aumenta a temperaturas crecientes y presiones decrecientes en aparatos y dispositivos adecuados  
35 mediante eliminación del compuesto de monohidroxiarilo disociado hasta que se alcance el estado final deseado. Mediante la elección de la relación de compuestos de hidroxiarilo con respecto al carbonato de diarilo, la tasa de pérdida indicada del carbonato de diarilo mediante la elección del modo de procedimiento o de la instalación para la preparación del policarbonato, por medio del vapor desprendido y dado el caso compuestos añadidos, como por ejemplo un compuesto de monohidroxiarilo de punto de fusión más elevado, se determina el tipo y la concentración  
40 de los grupos terminales.

- Preferentemente, el procedimiento en continuo para la fabricación de policarbonatos se caracteriza porque uno o más compuestos de dihidroxiarilo se funden con el carbonato de diarilo, dado el caso también con otros reactantes añadidos usando los catalizadores y después de una condensación previa sin separación del compuesto de monohidroxiarilo formado en varias etapas de reacción-evaporador posteriores a temperaturas gradualmente  
45 crecientes y presiones gradualmente decrecientes se aumenta el peso molecular hasta el nivel deseado.

- Los dispositivos, aparatos y reactores adecuados para las etapas individuales de reacción-evaporador son, según el transcurso del procedimiento, intercambiadores de calor, aparatos reductores de la presión, separadores, columnas, evaporadores, recipientes con agitación y reactores u otros aparatos comerciales que proporcionen el periodo de residencia necesario a temperaturas y presiones seleccionadas. Los dispositivos elegidos deben posibilitar la  
50 introducción de calor necesaria y estar contruidos de modo que se calculen las viscosidades crecientes de la masa fundida en continuo.

- Todos los dispositivos tienen acopladas bombas, conducciones tubulares y válvulas entre sí. Las conducciones tubulares entre todos los dispositivos deben ser, por supuesto, lo más cortas posibles y debe mantenerse la curvatura de las conducciones lo más reducida posible para evitar periodos de residencia innecesariamente  
55 prolongados. A este respecto, se consideran las condiciones generales y las disposiciones para montajes de instalaciones químicas exteriores, es decir, técnicas.

Para la realización del procedimiento según un modo de procedimiento en continuo preferente, los reactantes pueden o bien fundirse conjuntamente o, si no, disolver el compuesto de dihidroxiarilo sólido en la masa fundida de

carbonato de diarilo o el carbonato de diarilo sólido en la masa fundida del compuesto de dihidroxiarilo o ambas materias primas se juntan como masa fundida, de modo preferente directamente desde la fabricación. Los periodos de permanencia de las masas fundidas separadas de las materias primas, en particular la de la masa fundida del compuesto de dihidroxarilo se ajustan para que sean lo más cortos posible. La mezcla en estado fundido puede permanecer más tiempo, por el contrario, debido al punto de fusión reducido de la mezcla de materias primas en comparación con las materias primas individuales a temperaturas correspondientemente más reducidas sin pérdidas de calidad.

Después se añade el catalizador, preferentemente disuelto en fenol, y la masa fundida se calienta a la temperatura de reacción. Esta es al comienzo del proceso industrialmente importante para la preparación de policarbonato a partir de 2,2-bis-(4-hidroxifenil)-propano y carbonato de difenilo de 180 a 220 °C, preferentemente de 190 a 210 °C, de modo muy particularmente preferente de 190 °C. A periodos de permanencia de 15 a 90 min, preferentemente de 30 a 60 min, se ajusta el equilibrio de reacción sin que se extraiga el compuesto de hidroxiarilo formado. La reacción puede realizarse a presión atmosférica, pero por motivos técnicos también a sobrepresión. La presión preferente en instalaciones industriales es de 2000 a 15000 hPa absolutos.

La mezcla en masa fundida se somete a presión reducida en una primera cámara de vacío, cuya presión se ajusta a 100 a 400 hPa, preferentemente a 150 a 300 hPa, y directamente después se calienta en un dispositivo a la misma presión de nuevo a la temperatura de entrada. En el proceso de reducción de la presión se evapora el compuesto de hidroxiarilo generado con monómeros aún presentes. Después de un periodo de permanencia de 5 a 30 min en un recipiente de decantación, dado el caso con recirculación por bomba a la misma presión y la misma temperatura, la mezcla de reacción se somete a una reducción de la presión en una segunda cámara de vacío, cuya presión es de 50 a 200 hPa, preferentemente de 80 a 150 hPa, y se calienta directamente después en un dispositivo adecuado a la misma presión a una temperatura de 190 a 250 °C, preferentemente de 210 a 240 °C, de modo particularmente preferente de 210 a 230 °C. A este respecto también se evapora el compuesto de hidroxiarilo generado con monómeros aún presentes. Después de un periodo de permanencia de 5 a 30 min en un recipiente de decantación, dado el caso con recirculación por bomba a la misma presión y la misma temperatura, la mezcla de reacción se somete a una reducción de la presión en una tercera cámara de vacío, cuya presión es de 30 a 150 hPa, preferentemente de 50 a 120 hPa, y se calienta directamente después en un dispositivo adecuado a la misma presión a una temperatura de 220 a 280 °C, preferentemente de 240 a 270 °C, de modo particularmente preferente de 240 a 260 °C. A este respecto también se evapora el compuesto de hidroxiarilo generado con monómeros aún presentes. Después de un periodo de permanencia de 5 a 20 min en un recipiente de decantación, dado el caso con recirculación por bomba a la misma presión y la misma temperatura, la mezcla de reacción se somete a una reducción de la presión en otra cámara de vacío, cuya presión es de 5 a 100 hPa, preferentemente de 15 a 100 hPa, de modo particularmente preferente de 20 a 80 hPa y se calienta directamente después en un dispositivo adecuado a la misma presión a una temperatura de 250 a 300 °C, preferentemente de 260 a 290 °C, de modo particularmente preferente de 260 a 280 °C. A este respecto también se evapora el compuesto de hidroxiarilo generado con monómeros aún presentes.

El número de estas etapas, en este caso por ejemplo 4, puede variar entre 2 y 6. Las temperaturas y presiones se deben adaptar a la variación del número de etapas correspondientemente, para obtener resultados comparables.

La viscosidad relativa alcanzada en estas etapas de condensación previa del carbonato oligomérico se encuentra entre 1,04 y 1,20, preferentemente entre 1,05 y aproximadamente 1,15, de modo particularmente preferente entre 1,06 y 1,10.

En una forma de realización preferente, el oligocarbonato obtenido de este modo después de un periodo de permanencia de 5 a 20 min se alimenta a un recipiente de decantación dado el caso con recirculación por bomba a la misma presión y la misma temperatura que en la última etapa de evaporación ultrarrápida en un reactor de discos o de tambor perforado y se condensa de nuevo a 250 a 310 °C, preferentemente a 250 a 290 °C, de modo particularmente preferente de 250 a 280 °C, a presiones de 1 a 15 hPa, preferentemente de 2 a 10 hPa, a periodos de permanencia de 30 a 90 min, preferentemente de 30 a 60 min. El producto alcanza una viscosidad relativa de 1,12 a 1,28, preferentemente de 1,13 a 1,26, de modo particularmente preferente de 1,13 a 1,24. La masa fundida que abandona este reactor (reactor de viscosidad media) se llevan a otro reactor de discos o de tambor perforado (reactor de alta viscosidad) a la viscosidad final o al peso molecular final deseados mediante la separación del producto de condensación fenol. A este respecto, las temperaturas son de 270 a 330 °C, preferentemente de 280 a 320 °C, de modo particularmente preferente de 280 a 310 °C, la presión es de 0,01 a 3,00 hPa, preferentemente de 0,2 a 2,0 hPa, para periodos de permanencia de 60 a 180 min, preferentemente de 75 a 150 min. Las viscosidades relativas se ajustan al nivel necesario para el uso previsto y son de 1,18 a 1,40, preferentemente de 1,18 a 1,36, de modo particularmente preferente de 1,18 a 1,34.

La función de ambos reactores de tambor perforado puede agruparse en un reactor de tambor perforado.

Los vapores procedentes de todas las etapas del procedimiento se derivan inmediatamente, se agrupan y se procesan. Este procesamiento se realiza generalmente de forma destilativa para obtener purezas mayores de los productos.

En el procedimiento de la presente invención se añaden a la masa fundida presente en la extrusora mediante una extrusora lateral los compuestos de fósforo III y fósforo V descritos anteriormente, así como opcionalmente otros aditivos.

5 Para ello se alimentan a la masa fundida de policarbonato antes de la granulación mediante un equipo lateral (extrusora lateral) los compuestos del grupo que comprende las fórmulas (2), (4) y (6), así como sus mezclas, como sustancias puras o como mezclas maestras (máximo 10 % en peso) en policarbonato. Estas mezclas maestras pueden contener otros aditivos tales como estabilizantes frente a UV, agentes de desmoldeo o aditivos colorantes.

10 Preferentemente, posteriormente a la adición del compuesto o los compuestos de fósforo se determina en una etapa posterior el contenido de compuestos de fósforo de los estados de oxidación +3 y +5 según las fórmulas (1) - (6), siendo el contenido en compuestos de fósforo de estado de oxidación +3 superior al de compuestos de fósforo de estado de oxidación +5. Siempre que el contenido de compuestos de fósforo de estados de oxidación +3 sea inferior al de compuestos de fósforo de estados de oxidación +5 se dosifica en otra etapa compuestos de fósforo de estado de oxidación +3 adicionales a la masa fundida de policarbonato.

15 La adición de aditivos sirve para prolongar la vida útil de la composición de policarbonato mediante estabilizantes que impiden una degradación de componentes de la composición, la coloración del producto final, la simplificación del procesamiento (por ejemplo, agentes de desmoldeo, coadyuvantes de fluidez, antiestáticos) o la adaptación de las propiedades del polímero a determinadas cargas (modificadores de la resistencia al choque, tales como cauchos, agentes ignífugos, colorantes, fibras de vidrio).

20 Estos aditivos pueden añadirse individualmente o en mezclas discrecionales o varias mezclas diferentes a la masa fundida de polímeros y, concretamente, directamente en el aislamiento de polímero o si no también tras la fusión de granulado en una denominada etapa de formación de material compuesto. A este respecto, los aditivos o sus mezclas pueden añadirse como sólidos, es decir como polvo, o como masa fundida a la masa fundida de polímeros. Un tipo de dosificación es el uso de mezclas maestras o mezclas de mezclas maestras de los aditivos o mezclas de aditivos.

25 Aditivos habituales adecuados para composiciones de policarbonato se describen, por ejemplo, en "Additives for Plastics Handbook, John Murphy, Elsevier, Oxford 1999", en "Plastics Additives Handbook, Hans Zweifel, Hanser, Múnich 2001" o en el documento WO 99/55772, páginas 15-25.

30 También pueden añadirse colorantes, tales como colorantes o pigmentos orgánicos o pigmentos inorgánicos, absorbentes de IR, individualmente, en mezcla o también en combinación con estabilizantes, bolas (huecas) de vidrio, cargas inorgánicas o pigmentos de dispersión orgánicos o inorgánicos.

Las composiciones de policarbonato según la invención pueden procesarse en máquinas habituales, por ejemplo en extrusoras o máquinas de moldeo por inyección, dando cuerpos moldeados discrecionales, o piezas moldeadas dando láminas, planchas o recipientes, de modo habitual.

35 Las composiciones de policarbonato obtenidas de este modo con propiedades ópticas mejoradas según la presente invención pueden usarse para la fabricación de productos extrudidos (placas, láminas y sus laminados, por ejemplo para aplicaciones de tarjetas y para tubos) y cuerpos moldeados (recipientes), en particular aquellos para usar en sectores de transparencia, en particular en el sector de aplicaciones ópticas tales como, por ejemplo, placas, placas con nervios, acristalamientos, vidrios de dispersión y de cubierta, cubiertas de lámparas, vidrios de cubierta de plástico, elementos de conducción de la luz o dispositivos de almacenamiento de datos ópticos, tales como CD de audio, CDR (W), DVD, DVD-R (W), minidiscos en sus distintas formas de realización solo de lectura o, si no, de una única escritura, dado el caso también escribible, así como soportes de datos para productos ópticos de campo cercano. También para la fabricación de artículos para el sector eléctrico/electrónico y el sector de la tecnología de la información.

45 Otro sector de uso amplio de las composiciones de policarbonato según la invención son vidrios de dispersión y otros usos de pantalla, pero también usos ópticos en el sector del automóvil tales como acristalamientos, cubiertas de plástico, vidrios de dispersión o elementos de conducción de luz, colimadores, lentillas, aplicaciones LED, fibras de conducción de la luz poliméricas, láminas difusoras para iluminaciones de fondo, así como cubiertas de lámparas para luminarias de campo extenso.

50 Las composiciones de policarbonato de la presente invención pueden usarse también para la fabricación de materiales compuestos, mezclas, como por ejemplo PC/ABS, PCASA, PC/SAN, PC/PBT, PC/PET o PC/PETG y componentes que se ajusten a requerimientos particulares de propiedades ópticas y mecánicas tales como, por ejemplo, aplicaciones LED, lentillas, colimadores, diodos emisores de luz, conductores de la luz, cubiertas de lámparas, el sector del automóvil tales como faros delanteros y acristalamientos, el sector de la medicina tales como aparatos de diálisis, conectores, grifos, envases tales como frascos, recipientes.

55 Los productos extrudidos y cuerpos moldeados o piezas moldeadas a partir de los polímeros según la invención también son objeto de la presente solicitud.



## Ejemplos

### Materias primas usadas:

**PC 1** es un policarbonato a base de bisfenol A y fosgeno con un índice de fusión (MVR, Melt Volume Rate) de la masa fundida de 14,5 cm<sup>3</sup>/10 min (260 °C/2,16 kg).

5 **PC 2** es un policarbonato a base de bisfenol A y fosgeno con un MVR de 15,7 cm<sup>3</sup>/10 min (260 °C/2,16 kg).

**PC 3** es un policarbonato a base de bisfenol A y fosgeno con un MVR de 15,5 cm<sup>3</sup>/10 min (260 °C/2,16 kg).

**PC 4** es un policarbonato a base de bisfenol A y fosgeno con un MVR de 8,9 cm<sup>3</sup>/10 min (260 °C/2,16 kg).

TPP:               trifenilfosfina

Irgafos 168:     Fosfito de la empresa BASF/ Ciba (fosfito de tris-(2,4-di-terc- butil)fenilo)

### 10 Caracterización de las masas de moldeo según la invención (procedimientos de ensayo):

Medida del color:

Determinación del índice de amarillez YI en cuerpos moldeados mediante la medición de cuerpos de ensayo normalizados (4 mm de espesor) según la norma ASTM E313.

15 Determinación de la transmisión en cuerpos moldeados normalizados mediante la medición de cuerpos de ensayo normalizados (4 mm de espesor) según la norma ASTM E313.

La determinación del índice defusión (MVR) de la masa fundida se realiza a 300 °C y 1,2 kg de carga o a 260 °C y 2,16 kg de carga con un aparato de ensayo de índice de fusión según la norma ISO 1133.

La determinación de I-MVR se realiza de forma análoga a los descritos anteriormente (ISO 1133), de todas las maneras solo después de una carga duradera térmica de 20 minutos.

20 La tabla 1 muestra el efecto según la invención de las propiedades ópticas mejoradas, especialmente la transmisión aumentada y el índice de amarilleo reducido a temperatura de procesamiento elevada.

<b>Resultados:</b>		<b>Comparativo 1</b>	<b>PC 1</b>	<b>PC 2</b>	<b>PC 3</b>	<b>PC 4</b>
Contenido en TPP	ppm	-	168	321	310	192
Contenido en TPPO	ppm	-	32	26	55	23
MVR 260 °C (2,16 kg)	ml/10 min	13,2	14,5	15,7	15,5	8,9
IMVR20' 260 °C (2,16 kg)	ml/10 min	13,3	13,9	15,0	15,0	8,8
<b>Delta MVR/IMVR20'</b>		<b>0,1</b>	<b>-0,6</b>	<b>-0,7</b>	<b>-0,5</b>	<b>-0,1</b>
<b>Datos ópticos 280 °C/80 °C</b>						
Transmisión	%	89,97	90,02	89,96	90,0	90,0
Y.I.		1,19	0,91	1	0,9	0,9
<b>Datos ópticos 300 °C/80 °C</b>						
Transmisión	%	90	89,99	89,99	90	-
Y.I.		1,17	0,96	0,44	0,9	-
<b>Datos ópticos 320 °C/80 °C</b>						
Transmisión	%	89,98	90,03	89,96	89,9	-
Y.I.		1,28	0,98	1,02	1,0	-
<b>Datos ópticos 320 °C/80 °C Periodo de permanencia: 5 veces</b>						
Transmisión	%	89,94	90,01	89,92	89,9	-
Y.I.		1,37	1,1	1,05	1,1	-
<b>Datos ópticos 340 °C/80 °C</b>						
Transmisión	%	89,84	89,93	89,79	89,8	-
Y.I.		1,72	1,25	1,18	1,1	-
<b>Datos ópticos 340 °C/80 °C Periodo de permanencia: 5 veces</b>						
Transmisión	%	89,83	89,89	89,7	89,7	-
Y.I.		1,69	1,48	1,53	1,3	-

Como se deduce claramente de la Tabla 1, la composición según la invención presenta una termoestabilidad claramente mejorada con respecto a las composiciones de policarbonato no sustituidas. El Y.I. se reduce significativamente, mientras que la transmisión y el comportamiento de flujo en estado fundido permanecen prácticamente inalterados, siendo este efecto a temperaturas de procesamiento altas y periodos de permanencia más prolongados particularmente notable.

En los ensayos de la Tabla 2 se mostró que la introducción directa de compuestos de fósforo según la invención en la preparación de los policarbonatos es esencial (PC 5 y PC 6), mientras que la no presencia de los pares de compuestos de fósforo de estados de oxidación +3 y +5 en la composición de policarbonato conduce a un Y.I. claramente superior y a una transmisión más reducida.

El PC 5 según la invención es un policarbonato BPA con un MVR de 10,0 cm<sup>3</sup>/10 min (1,2 kg, 300 °C según la norma ISO 1133)

El PC 6 según la invención es un policarbonato BPA con un MVR de 13,2 cm<sup>3</sup>/10 min (1,2 kg, 300 °C según la norma ISO 1133)

El ejemplo comparativo PC 7 es un policarbonato BPA con un MVR de 13,0 cm<sup>3</sup>/10 min (1,2 kg, 300 °C según la norma ISO 1133)

Tabla 2

		PC5 según la invención	PC6 según la invención	PC7 comparativo 2
Contenido en TPP	ppm	191		
Contenido en TPPO	ppm	27		
Contenido en Irgafos 168	ppm		129	
Contenido en óxido de Irgafos 168	ppm		6	
Transmisión a 4 mm	%	89,74	89,74	89,36
YI	-	1,24	1,36	1,75

Se aprecia que las composiciones de policarbonato PC 5 y PC 6 según la invención presentan una transmisión claramente más alta con un índice de amarillez simultáneamente reducido.

En los ensayos de la Tabla 3 se mostró que la introducción directa de los compuestos de fósforo según la invención en la preparación de los policarbonatos es esencial (PC 5), mientras que una formación posterior de material compuesto de la mezcla de fosfina/óxido de fosfina produce una composición con un Y.I. claramente superior y una transmisión más reducida.

El PC 8 según la invención es un policarbonato BPA con un MVR de 12,5 cm<sup>3</sup>/10min (1,2 kg, 300 °C según la norma ISO 1133)

El ejemplo comparativo PC 9 es un policarbonato BPA con un MVR de 12,5 cm<sup>3</sup>/10 min (1,2 kg, 300 °C según la norma ISO 1133), en el que se han introducido en una etapa de formación de material compuesto 250 ppm de TPP.

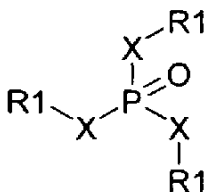
Tabla 3

		PC8 según la invención	PC9 comparativo 3
Contenido en TPP	ppm	190	41
Contenido en TPPO	ppm	27	84
Transmisión a 4 mm	%	89,81	89,05
YI	-	1,29	1,48

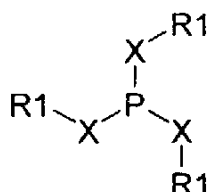
Se aprecia que la composición de policarbonato según la invención PC 8 presenta una transmisión más elevada con un índice de amarillez simultáneamente reducido frente al PC 9 compuesto posteriormente.

## REIVINDICACIONES

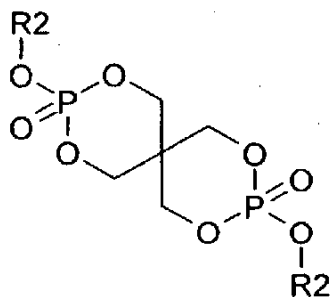
1. Composición que contiene un policarbonato o copolicarbonato que contiene bisfenol-A y al menos un par de un compuesto de fósforo con el número de oxidación +3 y un compuesto de fósforo con el número de oxidación +5 según una de las fórmulas (1) - (6)



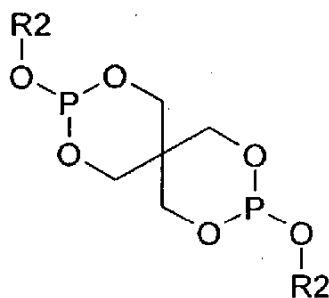
(1)



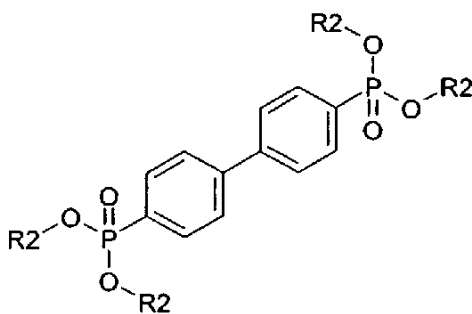
(2)



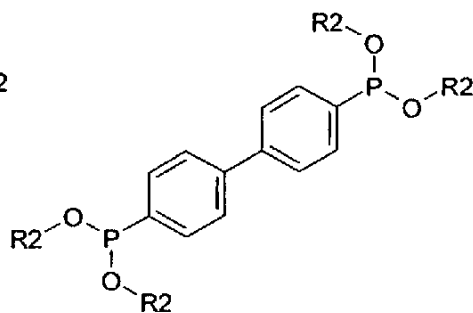
(3)



(4)



(5)



(6)

5

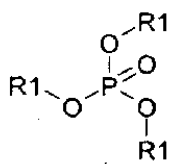
con

X = un enlace químico sencillo o un átomo de oxígeno, y

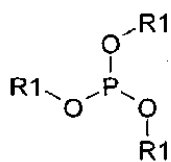
R1 y R2, independientemente uno de otro y entre sí, un resto fenilo o un resto fenilo sustituido, en la que en un par, en cada caso, el compuesto de fósforo con el número de oxidación +5 corresponde a la forma oxidada del compuesto de fósforo del número de oxidación +3 y el contenido del compuesto con el estado de oxidación más elevado es inferior al del compuesto con el número de oxidación inferior.

10

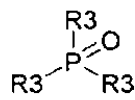
2. Composición según la reivindicación 1, **caracterizada porque** el par de compuestos de los compuestos de fósforo se selecciona de los compuestos según las fórmulas (7) a (28)



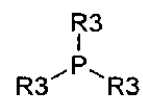
(7)



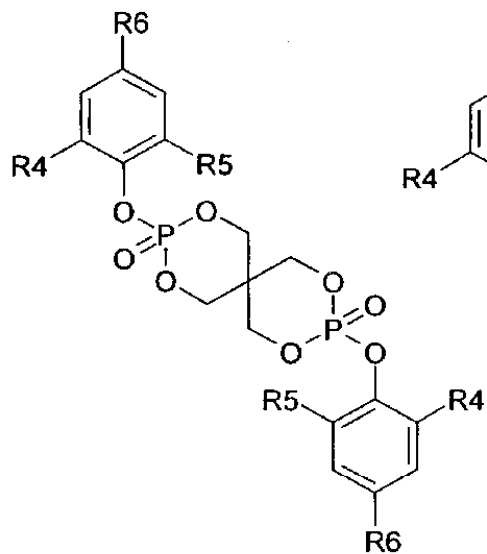
(8)



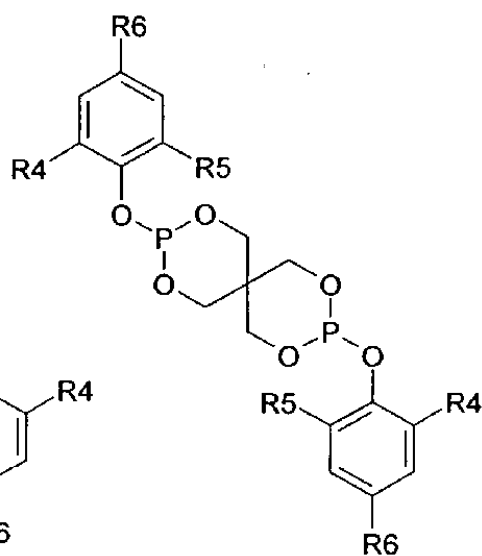
(9)



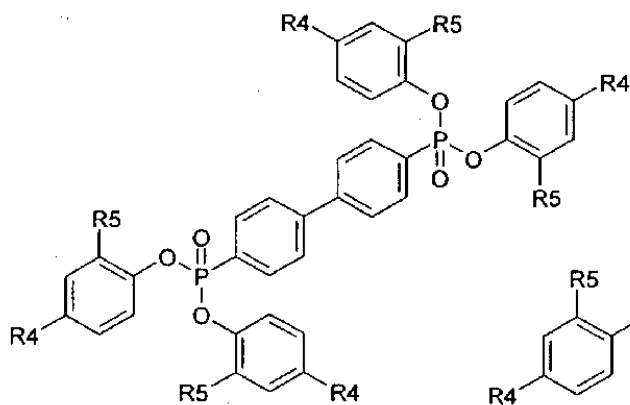
(10)



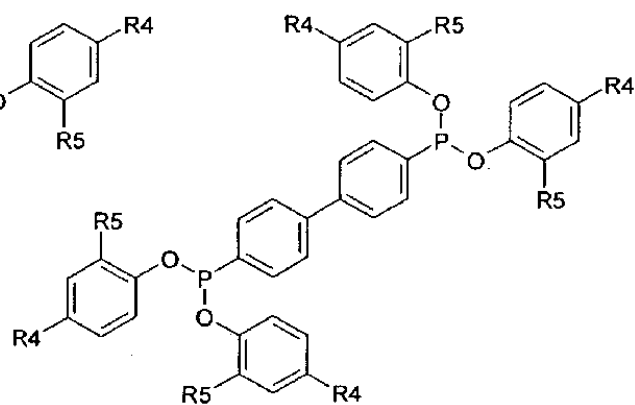
(11)



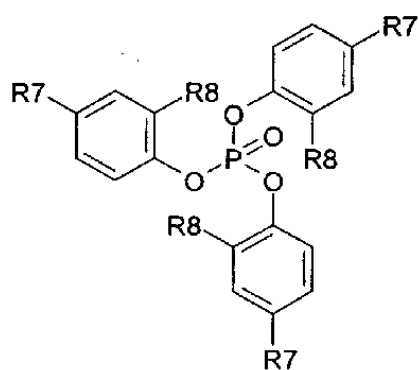
(12)



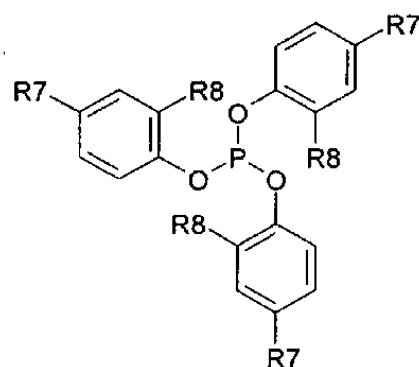
(13)



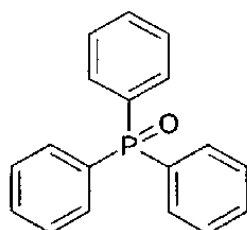
(14)



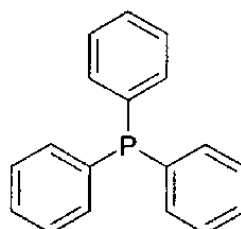
(15)



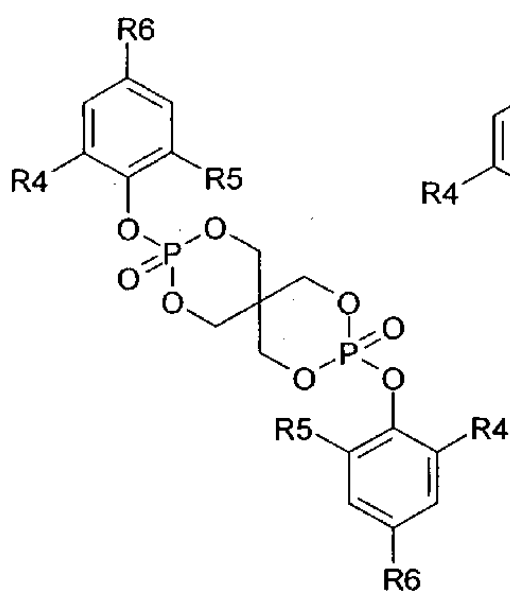
(16)



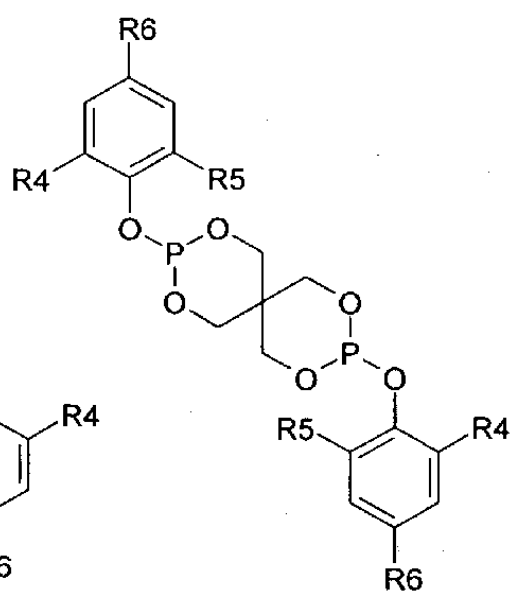
(17)



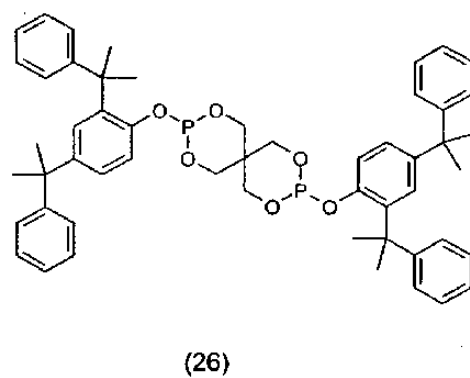
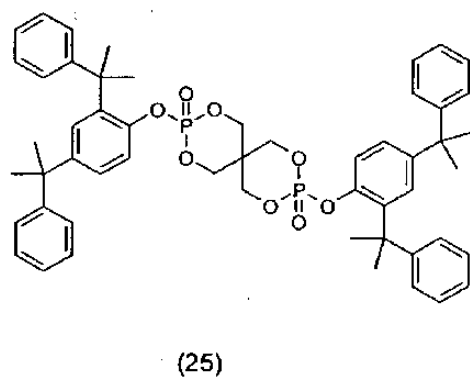
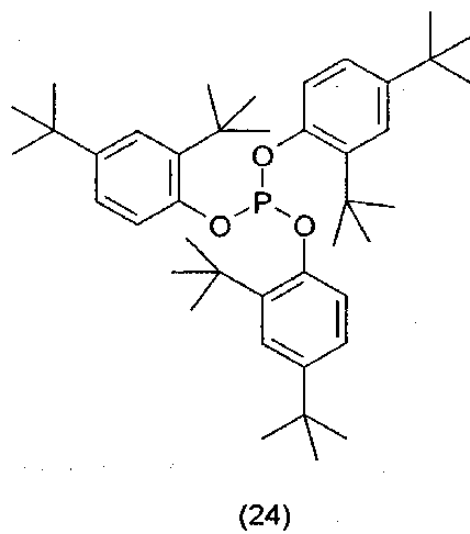
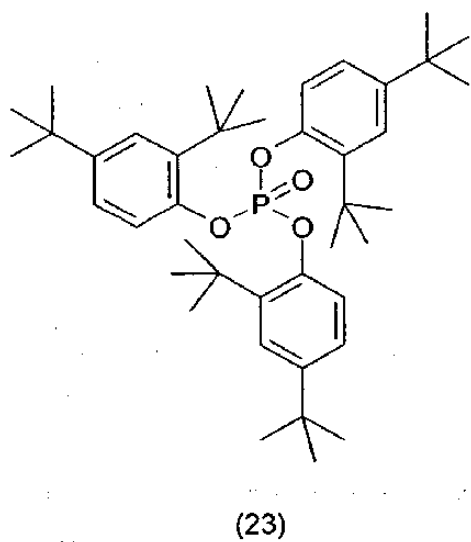
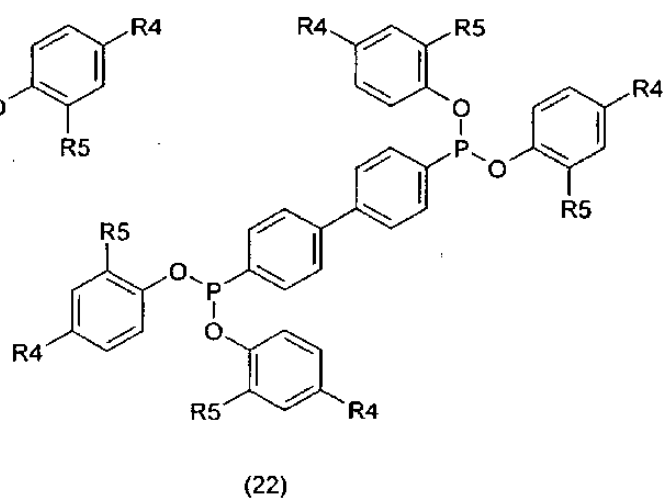
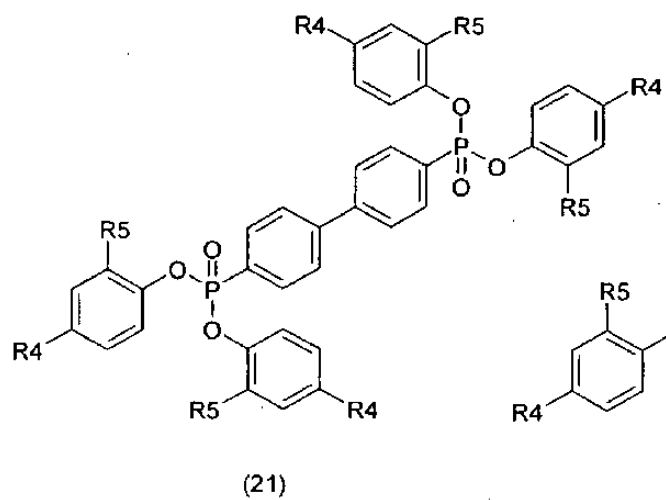
(18)

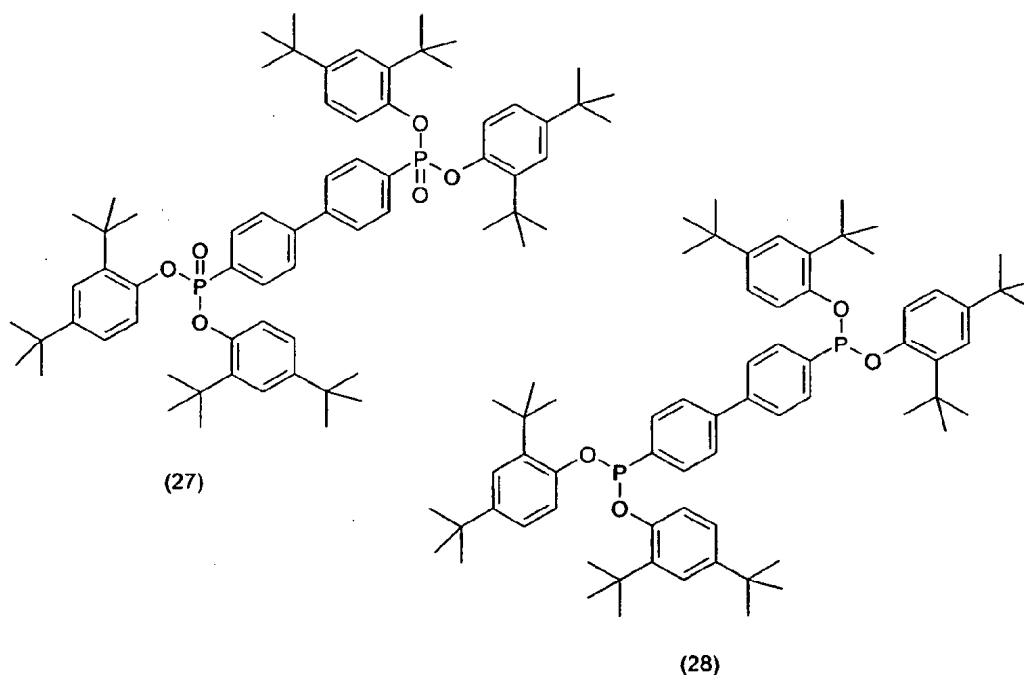


(19)



(20)





en las que R1 y R3, independientemente uno de otro, representan un resto fenilo o un resto fenilo sustituido, y en las que R4, R5, R6, R7 y R8 representan H, alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub> ramificado o cumilo, preferentemente terc-butilo o cumilo.

3. Composición según la reivindicación 1 o 2, **caracterizada porque** el contenido de compuestos de fósforo del estado de oxidación +3 en el par de compuestos de la composición es de 5 a 1.500 ppm.

4. Composición según la reivindicación 1 o 2, **caracterizada porque** el contenido de compuestos de fósforo del estado de oxidación +3 en el par de compuestos de la composición es preferentemente de 100 a 325 ppm.

5. Composición según la reivindicación 1 o 2, **caracterizada porque** el contenido de compuestos de fósforo del estado de oxidación +5 en el par de compuestos de la composición es de 5 a 300 ppm.

6. Composición según la reivindicación 1 o 2, **caracterizada porque** el contenido de compuestos de fósforo del estado de oxidación +5 en el par de compuestos de la composición es de 20 a 60 ppm.

7. Composición según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizada porque** los compuestos de fósforo del estado de oxidación +5 en el par de compuestos están contenidos del 2 % al 49 %, preferentemente del 2 % al 45 %, de modo particularmente preferente del 3 % al 40 %, de modo muy particularmente preferente del 4 % al 35 %, con respecto a la masa total de los compuestos de las fórmulas (1) - (6).

8. Composición según la reivindicación 1 o 2, **caracterizada porque** la proporción de antioxidantes secundarios con respecto a los primarios es de entre 6:1 y 1:6.

9. Composición según la reivindicación 1 o 2, **caracterizada porque** contiene al menos un aditivo seleccionado del grupo constituido por estabilizantes frente a UV, agentes de desmoldeo y colorantes.

10. Composición según la reivindicación 9, **caracterizada porque** el absorbente de UV está seleccionado del grupo de los benzotriazoles, las triazinas, los cianoacrilatos o los ésteres malónicos.

11. Composición según la reivindicación 1 o 2, **caracterizada porque** el policarbonato presenta unos pesos moleculares M<sub>w</sub> de 10.000 a 200.000, preferentemente de 15.000 a 100.000 y de modo particularmente de 17.000 - 70.000 g/mol.

12. Procedimiento para la preparación de una composición según la reivindicación 1 que comprende las etapas de:

a) preparación de una composición de policarbonato a partir de una resina base obtenida en un procedimiento en continuo según el procedimiento en interfase o el procedimiento en masa fundida e introducción de un compuesto de fósforo con un estado de oxidación +3 de la fórmula (2), (4) y (6) en un proceso en continuo por medio de una unidad lateral con producción de un compuesto de fósforo correspondiente del estado de oxidación +5 de la fórmula (1), (3) o (5) en una reacción in situ dentro de la unidad de producción, dado el caso en ausencia de aire.

13. Composición según la reivindicación 1 o 2 para usar en la fabricación de mezclas y materiales compuestos.

14. Procedimiento según la reivindicación 12, **caracterizado porque** además comprende las etapas siguientes:

b) determinación del contenido de compuestos de fósforo de estados de oxidación +3 y +5 según las fórmulas (1)-(6),

5 c) adición opcional de compuestos de fósforo adicionales de estado de oxidación +3 a la masa fundida de policarbonato.

15. Productos extrudidos y cuerpos moldeados que contienen composiciones según la reivindicación 1.