



19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 364 365**

51 Int. Cl.:  
**C08L 69/00** (2006.01)  
**C08K 3/22** (2006.01)  
**C08L 67/04** (2006.01)  
**C08L 83/04** (2006.01)  
**G02B 5/02** (2006.01)  
**C09K 11/00** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **06832837 .6**  
96 Fecha de presentación : **17.11.2006**  
97 Número de publicación de la solicitud: **2058369**  
97 Fecha de publicación de la solicitud: **13.05.2009**

54 Título: **Composición de resina de policarbonato difusora de luz y retardante de la llama, y placa difusora de luz que la comprende.**

30 Prioridad: **25.08.2006 JP 2006-228602**  
**21.09.2006 JP 2006-255430**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**01.09.2011**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**01.09.2011**

73 Titular/es: **STYRON EUROPE GmbH**  
**Bachtobelstrasse 3**  
**8810 Horgen, CH**

72 Inventor/es: **Kawagoshi, Akihito y**  
**Okada, Koji**

74 Agente: **Elzaburu Márquez, Alberto**

ES 2 364 365 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

**Campo de la invención**

5 Esta invención se refiere a una composición de resina de policarbonato que difunde la luz, a la que se imparten propiedades de retardo de llama sin afectar adversamente a las propiedades de difusión de la luz ni a la luminancia y sin añadir cloro ni bromo, mediante la adición de un compuesto de silicona de una construcción específica a una resina de policarbonato que difunde la luz a la cual se añade un agente de difusión de la luz, un agente de almacenamiento de la luz y, cuando se desea, policaprolactona y a una lámina de la misma que difunde la luz. Más específicamente, esta invención presenta una composición de resina de policarbonato que difunde la luz con excelentes propiedades de retardo de llama, utilizada idealmente en partes materiales que cubren una fuente de luz, por ejemplo, en láminas que difunden la luz para unidades de iluminación directa a contraluz y unidades de iluminación lateral para televisiones de cristal líquido, globos para dispositivos de iluminación, interruptores para diferentes dispositivos y aplicaciones que requieren propiedades de difusión de la luz y una lámina de difusión de la luz moldeada a partir de la misma.

**Antecedentes de la invención**

15 Las resinas de policarbonato son transparentes, transmiten la luz y se utilizan en un amplio campo de aplicaciones en áreas eléctricas, electrónicas, OA, de automoción y otras áreas.

20 Cuando se utiliza una resina de policarbonato en aplicaciones tales como unidades de tipo iluminación directa y unidades de tipo iluminación lateral para televisiones de cristal líquido, cubiertas para dispositivos de iluminación, interruptores para diferentes dispositivos y similares, la fuente de luz es visible cuando la resina transmite la luz. Por tanto, se busca un material que tenga suficientes propiedades de difusión de la luz de tal modo que no revele la forma de la fuente de luz (una lámpara) detrás de un producto de resina moldeada sin afectar adversamente a la luminancia de la fuente de luz, tanto como sea posible.

25 En la tecnología convencional, se utilizó un método en el que se añaden partículas poliméricas o inorgánicas con un índice de refracción diferente, como una fase dispersa a una resina termoplástica que forma una fase continua con el fin de impartir propiedades de difusión de la luz a la resina de policarbonato. Además, se han propuesto métodos para producir las propiedades deseadas de difusión de la luz mediante el ajuste de la diferencia del índice de refracción entre la fase dispersa y la fase continua o del tamaño de las partículas en la fase dispersa. (Referencias 1 y 2)

30 Similarmente, se utiliza un agente de almacenamiento de luz que emite luz durante un extenso período de tiempo cuando se termina la irradiación después de una excitación óptica, por ejemplo, utilizando rayos ultravioleta, en aplicaciones de visualización durante la noche tales como marcadores de evacuación y luces de visualización y similares. (Referencias 3 y 4)

Además, se podría obtener una lámina de difusión con un grado todavía más alto de rendimiento óptico utilizando un agente de difusión de la luz y un agente de almacenamiento de luz en una resina termoplástica transparente tal como una resina de policarbonato. (Solicitud de Patente Japonesa No. 2005-165178).

Referencia 1: Divulgación pública de Solicitud de Patente Japonesa (Kokai) No. S60-184559

35 Referencia 2: Divulgación pública de Solicitud de Patente Japonesa (Kokai) No. H03-143950

Referencia 3: Divulgación pública de Solicitud de Patente Japonesa (Kokai) No. H07-240187

Referencia 4: Divulgación pública de Solicitud de Patente Japonesa (Kokai) No. 2000-156107

40 Aunque la resina de policarbonato es un material plástico altamente retardante de llama que tiene por sí mismo propiedades contra incendios, se busca un retardo de llama aún mejor con el fin de satisfacer la necesidad de seguridad en aplicaciones eléctricas, electrónicas y OA en las que se utilizan láminas que difunden la luz.

Para mejorar el retardo de llama de las resinas de policarbonato, ha sido utilizado previamente un método con una gran cantidad de un oligómero o de un polímero del derivado carbonato de bisfenol A bromado.

45 Sin embargo, la adición de una gran cantidad de compuesto halogenado que contiene bromo suscitó un motivo de preocupación sobre la generación de un gas que contiene el halógeno. En adición, el uso de un agente retardador de llama que no contenga cloro, bromo ni similares es deseado desde un punto de vista ambiental.

**Problemas a ser resueltos por la invención**

El objetivo de esta invención es presentar una composición de resina de policarbonato que difunde la luz con excelentes propiedades de retardo de llama sin afectar adversamente ni a la luminancia ni a las propiedades de difusión de la luz y sin contener cloro ni bromo.

**Medios para resolver los problemas**

Los inventores realizaron un estudio extensivo para resolver los problemas descritos anteriormente. Como resultado, los inventores descubrieron que se podría obtener una resina de policarbonato que es capaz de producir una lámina que difunde la luz con un alto grado de rendimiento óptico y que tiene también un excelente retardo de llama, añadiendo un agente de difusión de la luz, un agente de almacenamiento de luz, un compuesto de silicona con una estructura específica y, cuando se desea, policaprolactona. Esta invención se completó basándose en este descubrimiento.

Esto es, la primera realización de esta invención presenta un retardante de llama y una composición de resina de policarbonato que difunde la luz que comprende 100 partes en peso de una resina de policarbonato (A), 0,1 a 6 partes en peso de un agente de difusión de la luz (B) con un diámetro medio de partícula de 1 a 10  $\mu\text{m}$ , 0,03 a 1 partes en peso de un agente de almacenamiento de luz (C) con un diámetro medio de partícula de 1 a 20  $\mu\text{m}$ , 0,01 a 1,5 partes en peso de un compuesto de silicona (D), en la que la cadena principal del compuesto de silicona (D) es ramificada y contiene grupos funcionales orgánicos que comprenden grupos aromáticos o grupos aromáticos y grupos hidrocarbonados (excluyendo los grupos aromáticos) por cien partes en peso de una resina de policarbonato (A) y una lámina moldeada de la misma que difunde la luz.

En adición, la segunda realización de esta invención presenta un retardante de llama y una composición de resina de policarbonato que difunde la luz que comprende 100 partes en peso de una resina de policarbonato (A), 0,1 a 6 partes en peso de un agente de difusión de la luz (B) con un diámetro medio de partícula de 1 a 10  $\mu\text{m}$ , 0,03 a 1 partes en peso de un agente de almacenamiento de luz (C) con un diámetro medio de partícula de 1 a 20  $\mu\text{m}$ , 0,01 a 1,5 partes en peso de un compuesto de silicona (D) y 0,1 a 1,2 partes en peso de policaprolactona (E), en la que la cadena principal del compuesto de silicona (D) es ramificada y contiene grupos funcionales orgánicos que comprenden grupos aromáticos o grupos aromáticos y grupos hidrocarbonados (excluyendo los grupos aromáticos) por cien partes en peso de una resina de policarbonato (A) y una lámina moldeada de la misma que difunde la luz.

**Ventajas de la invención**

La lámina de difusión de la luz obtenida por moldeo de la composición de resina de policarbonato de esta invención se utiliza idealmente en todas las aplicaciones en que se necesite un excelente retardo de llama y un alto grado de rendimiento óptico tales como, por ejemplo, en materiales de las piezas que cubren una fuente de luz, en láminas que difunden la luz para unidades de iluminación a contraluz directa y unidades de iluminación laterales para pantallas de televisión de cristal líquido, globos para dispositivos de iluminación, interruptores para varios dispositivos.

**Breve descripción de los dibujos**

La Figura 1 muestra el método usado en esta invención para medir la luminancia entre lámparas. A: Medidor de luminancia; B: Tubos de ánodo frío; C: Posición de medida de la luminancia; D: Lámina de difusión de la luz hecha de una resina de policarbonato; E: Lámina de difusión de la luz.

**Descripción detallada de la invención**

La resina de policarbonato (A) usada en esta invención es un polímero obtenido usando un método de fosgeno en el que un compuesto de dihidroxi-diarilo se deja reaccionar con fosgeno o usando un método de intercambio de éster en el que se dejan reaccionar un compuesto de dihidroxi-diarilo y un éster de ácido carboxílico tal como carbonato de difenilo y similares. Las resinas de policarbonato producidas usando 2,2-bis(4-hidroxifenil)propano (bisfenol A) se pueden citar como un ejemplo típico.

Como el compuesto de dihidroxi-diarilo descrito antes, se pueden citar en adición al bisfenol A, los bis(hidroxiaril)alcanos tales como bis(4-hidroxifenil)metano, 1,1-bis(4-hidroxifenil)etano, 2,2-bis(4-hidroxifenil)butano, 2,2-bis(4-hidroxifenil)octano, bis(4-hidroxifenil)fenil-metano, 2,2-bis(4-hidroxifenil-3-metilfenil)propano, 1,1-bis(4-hidroxifenil-3-*terc*-butilfenil)propano, 2,2-bis(4-hidroxifenil-3-bromofenil)propano, 2,2-bis(4-hidroxifenil-3,5-dibromofenil)propano y 2,2-bis(4-hidroxifenil-3,5-diclorofenil)propano; los bis(hidroxiaril)cicloalcanos tales como 1,1-bis(4-hidroxifenil)ciclopentano y 1,1-bis(4-hidroxifenil)ciclohexano; los éteres de dihidroxi-diarilo tales como 4,4'-dihidroxi-difenil-éter y 4,4'-dihidroxi-3,3'-dimetildifenil-éter; sulfuros de dihidroxi-diarilo tales como sulfuro de 4,4'-dihidroxi-difenilo; sulfóxidos de dihidroxi-diarilo tales como sulfóxido de 4,4'-dihidroxi-difenilo y sulfóxido de 4,4'-dihidroxi-3,3'-dimetil-difenilo y las dihidroxi-diaril-sulfonas tales como 4,4'-dihidroxi-difenil-sulfona y 4,4'-dihidroxi-3,3'-dimetil-difenil-sulfona y similares. Todos ellos se pueden usar individualmente o como una mezcla de al menos dos tipos. En adición a estos ejemplos, se pueden mezclar y usar, piperazina, dipiperidil-hidroquinona, resorcinol, 4,4'-dihidroxi-difenilo y similares.

Además, se pueden mezclar y usar los compuestos de dihidroxi-diarilo descritos antes y los compuestos de fenol con al menos tres valencias tales como los que se indican a continuación. Como fenol con al menos tres valencias, se pueden citar fluoroglucina, 4,6-dimetil-2,4,6-tri-(4-hidroxifenil)-heptano, 2,4,6-dimetil-2,4,6-tri-(4-hidroxifenil)-heptano, 1,3,5-tri-(4-hidroxifenil)-benzol, 1,1,1-tri-(4-hidroxifenil)-etano y 2,2-bis-[4,4'-(4,4'-dihidroxi-difenil)-ciclohexil]-propano y similares.

El peso molecular medio por viscosidad de la resina de policarbonato es ordinariamente de 10.000 a 100.000, pero es preferido de 15.000 a 35.000 y es más preferido de 17.000 a 28.000. Cuando se produce dicha resina de policarbonato, se pueden usar, cuando sea necesario, un agente de ajuste del peso molecular, un catalizador y similares.

5 El agente de difusión de la luz (B) usado en la presente invención no está particularmente limitado entre los sistemas poliméricos y sistemas inorgánicos en cuanto a la composición química se refiere. Sin embargo, el agente necesita estar presente en forma de partículas que sean insolubles o ligeramente solubles en la fase matriz cuando se añade el agente de difusión de la luz (B) al componente de resina de policarbonato (A) de la presente invención y se dispersa utilizando un método bien conocido tal como fusión y mezcla en un aparato de extrusión.

10 Como ejemplos específicos del agente de difusión de la luz, se pueden citar los agentes de difusión inorgánicos tales como carbonato de calcio, sílice, siliconas, sulfuro de cinc, óxido de cinc, óxido de titanio, fosfato de titanio, titanato de magnesio, titanato de magnesio [sic], mica, carga de vidrio, sulfato de bario, arcilla, talco; elastómeros de silicona tipo caucho; polimetil-silsesquioxanos y similares y agentes de difusión orgánicos tales como agentes acrílicos, estirénicos, tipo poliéster, tipo poliolefina, tipo uretano, tipo nilón, tipo metacrilato de estireno, tipo flúor, tipo norborneno y similares.

15 El agente de difusión de la luz (B) comprende partículas con un diámetro medio de partícula de 1 a 10  $\mu\text{m}$ . Cuando el diámetro de partícula es inferior a 1  $\mu\text{m}$ , el agente simplemente transmite la luz y a veces es difícil de obtener un efecto de difusión de la luz, lo que hace esta opción desfavorable. Similarmente, cuando el diámetro de partícula excede de 10  $\mu\text{m}$ , no se obtiene un efecto suficiente de difusión de la luz y el reconocimiento visual es a veces deficiente, lo que hace esta opción desfavorable. En adición, la distribución del tamaño de partículas no está particularmente limitada, pero puede ser aproximadamente de 0,1 a 100  $\mu\text{m}$  o preferiblemente de 0,1 a 25  $\mu\text{m}$ . Se pueden usar en combinación al menos dos agentes de difusión de la luz con tamaños medios de partícula, distribuciones de tamaño de partícula y tipos, diferentes. Se pueden usar individualmente o en combinación, agentes con una distribución de tamaño de partículas que no sea uniforme y que tengan al menos dos distribuciones de tamaño de partículas.

20 La cantidad del agente de difusión de la luz (B) añadida, es de 0,1 a 6 partes en peso por 100 partes en peso de la resina de policarbonato (A) de esta invención. Cuando la cantidad añadida es inferior a 0,1 partes en peso, es difícil obtener un efecto de difusión de la luz suficiente, lo que hace esta opción desfavorable. Similarmente, la transmitancia de la luz se ve afectada adversamente cuando la cantidad excede de 6 partes en peso, y no se pueden obtener unas características suficientes de difusión de la luz, lo que hace esta opción desfavorable. Es más preferido el intervalo de 0,2 a 5 partes en peso.

25 Una propiedad de emisión de luz superficial (luminancia) mucho mejor que la alcanzada usando un agente convencional de difusión de la luz (B), se puede alcanzar individualmente usando una combinación de un agente de difusión de la luz (B) y un agente de almacenamiento de luz (C) en una composición de resina de policarbonato de esta invención.

30 El agente de almacenamiento de luz (C) usado en esta invención se refiere a un agente que emite luz en la forma de una descarga de luz almacenada, tal como rayos ultravioleta y similares, durante un extenso período de tiempo después que la irradiación de luz se ha terminado. Una vez completada la fotoexcitación, el agente puede mantener luz residual durante aproximadamente desde varios minutos a varias decenas de horas y se distingue de los agentes de brillo fluorescente usados comúnmente y los similares, porque experimenta una rápida caída de la emisión de luz cuando se termina la irradiación de luz.

35 Como agente de almacenamiento de luz (C), se pueden citar agentes de almacenamiento de luz tipo sulfuro tales como  $\text{CaS:Bi}$ ,  $\text{CaSrS:Bi}$ ,  $\text{ZnCdS:Cu}$  y similares; agentes de almacenamiento de luz tipo sulfuro de cinc tales como  $\text{ZnS:Cu}$  y similares; compuestos tipo aluminato representados por  $\text{MA}_a\text{B}_b\text{O}_c$  donde M comprende al menos un elemento metálico seleccionado entre calcio, estroncio y bario, al menos un elemento seleccionado entre europio, lantano, cerio, praseodimio, neodimio, samario, gadolinio, terbio, disprosio, fermio, erbio, tulio, iterbio, rutenio, manganeso, estaño y bismuto como un agente de activación para el compuesto, y el compuesto y similares están presentes en no más del 10 % en moles. Se prefieren los compuestos tipo aluminato desde el punto de vista de las propiedades de hidrólisis y las propiedades de luz residual. Son aún más preferidos los compuestos tipo aluminato de estroncio que contienen estroncio como el elemento metálico y europio o disprosio como el agente de activación.

40 El agente de almacenamiento de luz (C) comprende partículas con un diámetro medio de partícula de 1 a 20  $\mu\text{m}$  o preferiblemente de 2 a 17  $\mu\text{m}$ . Las partículas más pequeñas que 1  $\mu\text{m}$  son difíciles de fabricar, no son prácticas y son difíciles de obtener, lo que hace esta opción desfavorable. Similarmente, las partículas más grandes que 20  $\mu\text{m}$  hacen difícil un efecto de combinación con un agente de difusión de la luz (B), lo que hace esta opción desfavorable. En adición, la distribución del diámetro de partícula no está particularmente limitada, pero se usa de aproximadamente 0,1 a 100  $\mu\text{m}$  y se prefiere de 0,5 a 80  $\mu\text{m}$ . Además, se pueden usar en combinación al menos dos o más agentes de almacenamiento de luz con diámetros medios de partícula, distribuciones de diámetro de partícula y tipos, diferentes. Se pueden usar individualmente o en combinación, agentes con una distribución de tamaño de partícula que no sea uniforme y que tengan al menos dos distribuciones de tamaño de partícula.

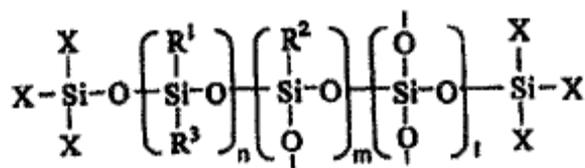
45 La cantidad del agente de almacenamiento de luz (C) añadida es de 0,03 a 1 partes en peso por 100 partes en peso de la resina de policarbonato (A) de esta invención. Cuando la cantidad añadida sea menos de 0,03 partes en peso, es

5 difícil de conseguir un efecto de combinación con el agente de difusión de la luz (B), lo que hace esta opción desfavorable. Similarmente, cuando la cantidad añadida excede de 1 parte en peso, la estabilidad térmica es deficiente, lo que hace esta opción desfavorable. Es más preferido el uso de 0,05 a 0,5 partes en peso, y el uso del agente de difusión de la luz (C) en tal intervalo hace posible que se alcance una emisión de luz superficial (luminancia) mucho mejor.

El compuesto de silicona (D) usado en esta invención, como se muestra en la fórmula general (1), contiene una cadena principal ramificada y también grupos aromáticos o grupos aromáticos y grupos hidrocarbonados (excluyendo los grupos aromáticos) como grupos orgánicos funcionales.

Fórmula general (1)

10 [Fórmula química 1]



Aquí R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup> y R<sup>3</sup> representan grupos funcionales orgánicos unidos a la cadena principal, y X representa grupos terminales.

15 Es decir, es una característica la presencia de unidades T [RSiO<sub>1,5</sub> (en la fórmula, R representa un grupo funcional orgánico)] y/o unidades Q (SiO<sub>2,0</sub>) como unidades de ramificación. Se prefiere la presencia de al menos 20 % en moles de unidades de siloxano en el total. Cuando está presente menos del 20 % en moles, se reducen la resistencia al calor del compuesto de silicona (C) y su efecto de retardo de llama. En adición, la viscosidad del propio compuesto de silicona (C) es demasiado baja, y las propiedades de amasado con la resina de policarbonato (A) y las propiedades de moldeo se ven a veces afectadas adversamente. Es más preferida la presencia de al menos 30 % en moles y no más del 95 % en moles.

20 En adición, el compuesto de silicona (C) contiene preferiblemente al menos 20 % en moles de grupos aromáticos en los grupos funcionales orgánicos unidos a la cadena principal y a las cadenas laterales ramificadas como grupos terminales o grupos funcionales distintos de los grupos terminales. Cuando la concentración está por debajo de este intervalo, a veces se reduce el efecto de retardo de llama debido a la dificultad con la que los grupos aromáticos se condensan entre sí durante la combustión. Es más preferido al menos 40 % en moles pero no más de 95 % en moles.

25 Los grupos aromáticos deben estar presentes como grupos funcionales orgánicos. Como grupos aromáticos, se prefieren fenilo, bifenilo, naftaleno o sus derivados, pero los grupos fenilo son más preferidos desde el punto de vista de seguridad.

30 Los grupos hidrocarbonados distintos de los grupos aromáticos pueden estar opcionalmente presentes como grupos funcionales orgánicos distintos de los grupos terminales. Como grupos hidrocarbonados distintos de los grupos aromáticos, se prefieren los grupos alquilo, particularmente grupos metilo.

35 Los grupos terminales son preferiblemente uno o una mezcla de dos a cuatro seleccionados entre los grupos metilo, fenilo, hidroxilo y alcoxi. El compuesto de silicona (C) se puede dispersar uniformemente en una resina de policarbonato (A) cuando se seleccionan estos grupos terminales ya que la formación del gel (reticulación) del compuesto de silicona (C) tiene lugar con dificultad, debido a la baja reactividad, cuando se amasan la resina de policarbonato (A) y el compuesto de silicona (C). Como resultado, se puede impartir un efecto de retardo de llama aún mejor y además mejoran las propiedades de moldeo. El grupo metilo es particularmente preferido. Cuando se selecciona el grupo metilo, que tiene una reactividad extremadamente baja, la dispersión es extremadamente buena y además se mejora el retardo de llama.

40 El peso molecular medio (promedio de peso) del compuesto de silicona (C) es preferiblemente al menos 5.000 pero no más de 500.000 y más preferiblemente al menos 10.000 pero no más de 270.000. Cuando el peso molecular medio es inferior a 5.000, la resistencia al calor del propio compuesto de silicona se reduce bajando el efecto de retardo de llama. Además, la viscosidad del fundido es demasiado baja y hace que el compuesto de silicona se filtre a veces sobre la superficie del material de resina de policarbonato (A) moldeado, afectando adversamente a las propiedades de moldeo.

45 En adición, cuando el peso molecular medio excede de 500.000, la viscosidad del fundido aumenta y a veces afecta adversamente a la uniformidad de la dispersión en la resina de policarbonato (A) haciendo que se reduzcan el efecto de retardo de llama y las propiedades de moldeo.

50 La cantidad de compuesto de silicona (D) añadida es de 0,01 a 1,5 partes en peso, preferiblemente de 0,01 a 0,8 partes en peso y más preferiblemente de 0,05 a 0,5 partes en peso por 100 partes en peso de la resina de policarbonato (A) de esta invención. Cuando la cantidad añadida es inferior a 0,01 partes en peso, el efecto de retardo de llama es

inadecuado, lo que hace esta opción desfavorable. Similarmente, cuando la cantidad añadida excede de 1,0 parte en peso, no se puede conseguir suficiente luminancia debido a la neblina, lo que hace esta opción desfavorable.

La policaprolactona (E) usada en esta invención es un polímero fabricado utilizando una polimerización de apertura de anillo de la  $\epsilon$ -caprolactona en presencia de un catalizador, y un homopolímero de 2-oxepanona y es ideal para uso. El polímero está fácilmente disponible en el comercio, y se pueden usar el polímero Tone fabricado por Dow Chemical, CAPA fabricado por Solvay y similares. Un peso molecular medio por viscosidad de la policaprolactona (D) de 10.000 a 100.000 es ideal, pero es aún más preferido de 40.000 a 90.000.

Además, la policaprolactona (E) incluye también policaprolactonas modificadas obtenidas haciendo que el 1,4-butanodiol y similares estén co-presentes cuando la  $\epsilon$ -caprolactona se somete a una polimerización por apertura del anillo, policaprolactonas modificadas obtenidas sustituyendo los terminales moleculares con grupos éter o éster y similares.

La cantidad de policaprolactona (E) añadida es de 0,1 a 1,2 partes en peso o preferiblemente de 0,2 a 0,9 partes en peso por 100 partes en peso de la resina de policarbonato (A) de esta invención. Cuando la cantidad añadida es inferior a 0,1 partes en peso, no se observa el efecto de mejora de la luminancia. Similarmente, cuando la cantidad añadida excede de 1,2 partes en peso, no se obtienen estabilidad térmica ni retardo de llama suficientes, lo que hace esta opción desfavorable.

Se pueden añadir diferentes aditivos, polímeros y similares bien conocidos, según sea necesario, cuando se requieran en la práctica características distintas de la difusión de la luz, a partir de la composición de resina de policarbonato que difunde la luz de esta invención, con excelente retardo de llama. Por ejemplo, se pueden añadir un agente estabilizante de la fotorresistencia tipo amina con impedimento estérico, un agente de absorción de rayos ultravioleta tipo benzotriazol, tipo benzofenona, tipo triazina o tipo malonato o una combinación de los mismos, con el fin de inhibir la decoloración en los productos de resina moldeados que se exponen a la luz durante un extenso período de tiempo.

En adición, cuando se necesita un retardo de llama, se pueden citar varios agentes retardantes de llama bien conocidos tales como, por ejemplo, agentes retardantes de llama tipo bromo tales como oligómeros de tetrabromobisfenol A y similares; ésteres monofosfato tales como fosfato de trifenilo, fosfato de tricresilo y similares; ésteres fosfato de condensación tipo oligómero tales como difosfato de bisfenol A, difosfato de resorcina, difosfato de teraxilenil-resorcina y similares; agentes retardantes de llama tipo fosfato tales como polifosfato de amonio, fósforo rojo y similares; y varios agentes retardantes de llama tipo silicona, y, para mejorar todavía más el retardo de llama, se pueden citar las sales metálicas de ácido sulfónico aromático y las sales metálicas de ácido sulfónico de perfluoroalcano. Idealmente, se pueden añadir también sales metálicas de un ácido orgánico tales como la sal de potasio de 4-metil-N-(4-metilfenil)sulfonil-benceno-sulfonamida, difenil-sulfona-3-sulfonato de potasio, difenilsulfona-3,3'-disulfonato de potasio, *para*-tolueno-sulfonato de sodio, la sal de potasio de perfluorobutano-sulfonato y similares. De estos agentes retardantes de llama, se pueden usar idealmente los agentes retardantes de llama tipo fósforo ya que no solamente mejoran el retardo de llama sino que también mejoran la fluidez.

En adición a los aditivos bien conocidos descritos antes, se pueden añadir, según sea necesario, agentes de estabilización térmica tipo fenol o tipo fósforo, [2,6-di-t-butil-4-metilfenol, 2-(1-metilciclohexil)-4,6-dimetilfenol, 4,4'-tiobis-(6-t-butil-3-metilfenol), 2,2-metileno-bis-(4-etil-6-t-metilfenol), n-octadecil-3-(3,5-di-t-butil-4-hidroxifenil)propionato, tris-(2,4-di-t-butilfenil)fosfito, ácido 4,4'-bifenileno-difosfínico tetrakis-(2,4-di-t-butilfenil) y similares], lubricantes [cera de parafina, estearato de n-butilo, cera de abejas sintética, cera de abejas natural, monoésteres de glicerina, cera de ácido montánico, cera de polietileno, tetraestearato de pentaeritritol y similares], agentes colorantes [por ejemplo, óxido de titanio, negro carbón o un colorante], agentes de carga [carbonato de calcio, arcilla, sílice, fibras de vidrio, esferas de vidrio, láminas de vidrio, fibras de carbón, talco, mica, varios triquitos y similares], agentes que mejoran la fluidez, agentes de desarrollo [aceite de soja epoxidizado, parafina fluida y similares] y, además, según sea necesario, se pueden añadir, otras resinas termoplásticas y diferentes agentes mejoradores de la resistencia al impacto (se pueden listar como ejemplos, resinas que refuerzan el caucho obtenidas usando la polimerización por injerto de un compuesto tal como ésteres de metacrilato, estireno, acrilonitrilo y similares sobre un caucho tal como polibutadieno, ésteres de poliácrilato, caucho tipo etileno-propileno y similares) a la composición de resina de policarbonato que difunde la luz de esta invención con excelente retardo de llama.

El modo el orden de ejecución y no están limitados en absoluto en esta invención. Por ejemplo en un método, se pueden medir cantidades opcionales de una resina de policarbonato (A), un agente de difusión de la luz (B), un agente de almacenamiento de luz (C), un compuesto de silicona (D) y, cuando se desee, policaprolactona (E) así como diferentes aditivos, en cantidades opcionales y se pueden añadir de una vez a un tambor de volteo, un mezclador tipo ribbon blender, un mezclador de alta velocidad y similares, y a continuación la mezcla se puede fundir y amasar utilizando un aparato de extrusión ordinario monoaxial o diaxial para formar pelets. Alternativamente en otro método, se pueden medir por separado los componentes individuales en porciones o se pueden añadir como un todo a un aparato de extrusión utilizando múltiples números de dispositivos de suministro y se pueden fundir y mezclar. Además, se puede preparar un lote maestro mediante fusión y mezclado (B) y/o (C) y/o (D) y/o (E) y/o diferentes aditivos y similares en altas concentraciones y formar pelets. La resina de policarbonato (A) en el lote maestro se puede mezclar después en las proporciones deseadas. Se pueden seleccionar opcionalmente las condiciones tales como las posiciones en las que se añaden los componentes a la máquina de extrusión, la temperatura de la máquina de extrusión, la velocidad de las

vueltas de rotación, las velocidades de alimentación y similares, según las circunstancias, y la mezcla se puede formar en pelets.

Además, se pueden añadir el lote maestro y una resina de policarbonato (A) en las proporciones deseadas y seguidamente añadir directamente a un dispositivo de moldeo por inyección o a un dispositivo de extrusión en láminas para crear un producto moldeado.

### **Ejemplos**

Esta invención se explica adicionalmente por los ejemplos que siguen, pero esta invención no se limita a estos ejemplos. Aquí los términos “%” y “partes” en los ejemplos se refieren a estándares en peso a menos que se indique específicamente otra cosa.

10 Aquí, los diferentes componentes usados son como sigue.

### **Resina de policarbonato**

Sumitomo Dow K.K., Calibre 200-3 (peso molecular medio por viscosidad: 28.000, en lo sucesivo abreviado a “PC”).

### **Agente de difusión de la luz**

15 Nikko Rika K.K., MSP-S020 (diámetro medio de partícula 2 µm, agente de difusión polimetil-silsesquioxano, en lo sucesivo abreviado a “LD-1”).

Rohm and Haas Corp., EXL-5136 (diámetro medio de partícula 5 µm, agente de difusión acrílico, en lo sucesivo abreviado a “LD-2”)

### **Agente de almacenamiento de luz**

20 Nemoto Tokushu Kagaku K.K., G-300FF (diámetro medio de partícula 5 µm, agente de almacenamiento de luz tipo aluminato de estroncio, en lo sucesivo abreviado a “PP-1”)

### **Compuesto de silicona**

25 El compuesto de silicona se produce según un método de producción comúnmente practicado. Esto es, se disuelven en un disolvente orgánico cantidades adecuadas de diorganodichlorosilano, mono-organotrichlorosilano y tetraclorosilano o sus condensados parcialmente hidrolizados. Se añade agua para permitir que tenga lugar la hidrólisis, se forma el compuesto de silicona parcialmente condensado, y se añade además triorganoclorosilano para completar la polimerización. A continuación se separa el disolvente utilizando destilación y similares. Las propiedades estructurales de un compuesto de silicona sintetizado usando el método descrito antes son como sigue:

- relación unitaria D/T/Q en la estructura de la cadena principal: 40/60/0 (relación molar)
- relación grupo del fenilo (\*) en los grupos funcionales orgánicos totales: 60 % en moles
- 30 • grupos terminales: grupos metilo solamente
- peso molecular medio por peso (\*\*): 15.000

\* Un grupo fenilo estuvo presente primero en una unidad T en una silicona que contiene unidades T y estuvo presente en las unidades D durante el resto del tiempo. Cuando se unió un grupo fenilo a una unidad D, se prefirieron aquellas unidades con un grupo unido. Cuando estuvieron presentes grupos fenilo adicionales, dos de ellos fueron unidos. Con la excepción de los grupos terminales, los grupos funcionales orgánicos distintos de grupos fenilo fueron todos grupos metilo.

\*\* Las cifras significativas para el peso molecular medio por peso fueron dos dígitos. (En lo sucesivo abreviado a “agente retardante de llama Si”.)

### **Policaprolactona**

40 Solvay K.K., CAPA6800 (peso molecular medio por viscosidad: 80.000, en lo sucesivo abreviado a “PCL”).

Se mezclaron a mano en las proporciones mostradas en las tablas 2 a 4, una resina de policarbonato, un agente de difusión de la luz, un agente de almacenamiento de luz, un compuesto de silicona y policaprolactona (PCL). Seguidamente se fundió la mezcla y se amasó utilizando una máquina de extrusión diaxial [Kobe Seikoshu K.K., KTX-37 (diámetro del eje = 37 mmΦ, L/D=30)] de 250 °C a 290 °C para obtener diferentes pelets. Los pelets obtenidos se sometieron a las diferentes evaluaciones descritas a continuación.

45 Se explican los métodos usados para evaluar diferentes propiedades en esta invención.

(Evaluación de la luminancia)

5 Se pusieron dos tubos de ánodo frío detrás de las láminas de ensayo planas (90 mm ×50 mm ×2 mm de espesor) preparadas usando un dispositivo de moldeo por inyección (fabricado por Nippon Seikosho K.K., J100E2P) a una temperatura del cilindro fijada a 300 °C y una temperatura de la forma metálica de 80 °C, y se midió la luminancia de la superficie que emite luz entre las lámparas usando un medidor de luminancia (fabricado por Topcon K.K., BM-7). Se midió la luminancia sobre la superficie de una pieza de ensayo en dirección perpendicular a las lámparas a una distancia de medida de 35 cm y un ángulo de campo visual de 1°. Aquí, la luminancia se refiere a la relación de la luminosidad en una dirección a la luminosidad por unidad de área en una superficie perpendicular a la dirección. En general, representa el brillo de una superficie que emite luz [unidades: (cd/m<sup>2</sup>)]. En adición, como estándares de evaluación, aquellas que tienen un brillo entre las lámparas de al menos 4.350 cd/m<sup>2</sup> pasaron (O) y aquellas que tienen menos de 4.350 cd/m<sup>2</sup> fallaron (X). En adición, el método de medida se representa someramente en diagrama en la Figura 1.

(Evaluación de la estabilidad térmica)

15 Se secaron varios pelets durante al menos 4 horas a 100 °C, y se prepararon láminas de ensayo planas (90×50×2 mm de espesor) usando un dispositivo de moldeo por inyección (fabricado por Nippon Seikosho K.K., J100E2P) a una temperatura del cilindro fijada a 300 °C, una temperatura de la forma metálica de 80 °C, y un tiempo de residencia de 15 minutos. Para los estándares de evaluación, se examinaron visualmente las láminas de ensayo obtenidas y aquellas que tenían poca decoloración se clasificaron como que pasan (O) y las que se decoloraron extensamente se clasificaron como que fallan (X).

20 (Evaluación del retardo de llama)

El retardo de llama se evaluó usando el método de ensayo de combustión vertical UL94V descrito a continuación. Se prepararon las piezas de ensayo (125×13×3 mm de espesor) usando varios de los pelets obtenidos y un dispositivo de moldeo por inyección (fabricado por Nippon Seiko K.K., J100E2P) a una temperatura del cilindro fijada a 300 °C y una temperatura de la forma metálica de 80 °C, y después secado de los pelets durante al menos 4 horas a 100 °C. Las piezas de ensayo se dejaron estar en una cámara a temperatura constante mantenida a 23 °C y 50 % de humedad durante 48 horas, y se evaluó el retardo de llama según el ensayo UL94 (ensayo de combustibilidad de un material plástico para uso en piezas de equipo) especificado por Underwriters Laboratories. El ensayo UL94V implicaba mantener la llama de un quemador 10 segundos en contacto con una pieza de ensayo de un tamaño designado mantenida en posición vertical, y el retardo de llama se evaluó basándose en el tiempo durante el cual que se observó la llama residual y en las propiedades de goteo. La pieza de ensayo se clasificó en las siguientes categorías. Una pieza de ensayo fue clasificada como inadecuada si no encajaba en las categorías que siguen

[Tabla 1]

	V-0	V-1	V-2
Tiempo de llama residual para cada muestra	10 segundos o menos	30 segundos o menos	30 segundos o menos
Tiempo de llama residual total para cinco muestras	50 segundos o menos	250 segundos o menos	250 segundos o menos
Ignición del algodón causada por las gotas	Ninguna	Ninguna	Observada

35 El tiempo de llama residual mostrado en la Tabla 1 se refiere al tiempo durante el cual una pieza de ensayo continúa con llama y ardiendo después de separar la fuente de ignición. La ignición del algodón causada por las gotas se consideró cuando una pieza de algodón colocada aproximadamente 300 mm por debajo del borde inferior de una pieza de ensayo se puso en ignición por el goteo (gotas) desde la pieza de ensayo. En el estándar de evaluación, se marcó como V-2 o que pasa mejor (O) y una pieza que no encaja en las categorías de la Tabla 1 se marcó como inadecuada (NR).

40 Los resultados de evaluación se muestran en las Tablas 2-4.

[Tabla 2]

	Ejemplos				
	1	2	3	4	5
PC (partes)	100	100	100	100	100
LD-1 (partes)	0,5	0,5	0,5	..	..
LD-2 (partes)	..	..	..	0,3	4,0
PP-1 (partes)	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2
Agente retardante de llama Si (partes)	0,3	0,005	0,5	0,3	0,3
Resultados de la evaluación					
Luminancia entre lámparas (cd/m <sup>2</sup> )	4620	4650	4590	4600	4450
Evaluación	O	O	O	O	O
Estabilidad térmica	O	O	O	O	O
Retardo de llama	V-2	V-2	V-2	V-2	V-2
Evaluación	O	O	O	O	O

[Tabla 3]

	Ejemplos comparativos				
	1	2	3	4	5
PC (partes)	100	100	100	100	100
LD-1 (partes)	..	0,5	0,5	0,5	0,5
LD-2 (partes)	8,0	..	..	..	..
PP-1 (partes)	0,2	0,2	1,5	0,2	0,2
Agente retardante de llama Si (partes)	0,3	0,3	0,3	0	3
Resultados de la evaluación					
Luminancia entre lámparas (cd/m <sup>2</sup> )	4230	4320	4360	4670	4340
Evaluación	X	X	O	O	X
Estabilidad térmica	O	O	X	O	O
Retardo de llama	V-2	V-2	V-2	nr	V-2
Evaluación	O	O	O	O	O

5 [Tabla 4]

	Ejemplos		Ejemplos comparativos
	6	7	5
PC (partes)	100	100	100
LD-1 (partes)	0,3	0,5	3,0
LD-2 (partes)	..	..	..
PP-1 (partes)	0,2	0,2	0,2
Agente retardante de llama Si (partes)	0,3	0,3	0,3
Resultados de la evaluación			
Luminancia entre lámparas (cd/m <sup>2</sup> )	46400	4670	4700
Evaluación	O	O	O
Estabilidad térmica	O	O	X
Retardo de llama	V-2	V-2	NR
Evaluación	O	O	O

10 Como se indica en los datos de la Tabla 2, se observaron suficientes características en todas las categorías cuando se hubo satisfecho la constitución de esta invención (Ejemplos 1-5). En adición, como se muestra por los ejemplos 6 y 7 en la Tabla 4, se observó una mejora de la luminancia entre las lámparas cuando se añadió también una cantidad especificada de policaprolactona.

Similarmente, como se muestra por los datos de la Tabla 3, se observaron algunos defectos en todos los casos cuando la constitución de esta invención no se satisfizo.

15 Los ejemplos comparativos 1 y 2 fueron casos en los que la cantidad de un agente de difusión de la luz que se añadió fue mayor o menor que la cantidad especificada. La estabilidad térmica y el retardo de llama fueron aceptables (pasaron) para ambos casos, pero la luminancia entre las lámparas fue deficiente. El Ejemplo comparativo 3 era un caso en que la cantidad de un agente de almacenamiento de luz que se añadió fue mayor que la cantidad especificada. La luminancia y el retardo de llama pasaron, pero la estabilidad térmica fue deficiente. El Ejemplo comparativo 4 era un caso en que la cantidad del agente retardante de llama Si que se añadió fue menor que la cantidad especificada. La luminancia entre las lámparas y la estabilidad térmica pasaron, pero el retardo de llama fue deficiente.

El Ejemplo comparativo 5 era un caso en que la cantidad del agente retardante de llama Si añadida fue mayor que la cantidad especificada. La estabilidad térmica y el retardo de llama pasaron, pero la luminancia entre las lámparas fue deficiente, debido a neblina.

5 El Ejemplo comparativo 6 era un caso en que la cantidad de policaprolactona añadida fue mayor que la cantidad especificada. El retardo de llama pasó, y la luminancia entre las lámparas pasó, pero la estabilidad térmica y el retardo de llama fueron deficientes.

## REIVINDICACIONES

- 5 1. Una composición de resina de policarbonato retardante de llama y que difunde la luz, que comprende 100 partes en peso de una resina de policarbonato (A), 0,1 a 6 partes en peso de un agente de difusión de la luz (B) con un diámetro medio de partícula de 1 a 10  $\mu\text{m}$ , 0,03 a 1 partes en peso de un agente de almacenamiento de luz (C) con un diámetro medio de partícula de 1 a 20  $\mu\text{m}$  y 0,01 a 1,5 partes en peso de un compuesto de silicona (D), en la que la cadena principal del compuesto de silicona (D) es ramificada y contiene grupos funcionales orgánicos, donde los grupos funcionales orgánicos esencialmente incluyen grupos aromáticos y los grupos funcionales orgánicos distintos de los grupos terminales pueden incluir opcionalmente grupos hidrocarbonados distintos de los grupos aromáticos.
- 10 2. La composición de resina de policarbonato de la reivindicación 1, que comprende además 0,1 a 1,2 partes en peso de una policaprolactona (E).
3. La composición de resina de policarbonato de la reivindicación 1 o 2, en la que la cantidad del agente de difusión de la luz (B) es de 0,2 a 5 partes en peso.
4. La composición de resina de policarbonato de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en la que la cantidad del agente de almacenamiento de luz (C) es de 0,05 a 0,5 partes en peso.
- 15 5. La composición de resina de policarbonato de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en la que el agente de almacenamiento de luz (C) es un compuesto tipo aluminato de estroncio.
- 20 6. La composición de resina de policarbonato de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en la que el compuesto de silicona (D) contiene al menos 20 % en moles de unidades representadas por una fórmula  $\text{RSiO}_{1,5}$  (unidades T) y/o unidades representadas por una fórmula  $\text{SiO}_{2,0}$  (unidades Q) por unidad completa de siloxano ( $\text{R}_{3,0}\text{SiO}_{2-0,5}$ ), en las que R representa un grupo funcional orgánico.
7. La composición de resina de policarbonato de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en la que los grupos funcionales orgánicos del compuesto de silicona (D) contiene al menos 20 % en moles de grupos aromáticos.
- 25 8. La composición de resina de policarbonato de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en la que los grupos aromáticos son grupos fenilo, los grupos hidrocarbonados distintos de los grupos aromáticos son grupos metilo, y los grupos terminales son al menos uno seleccionado del grupo que comprende grupos metilo, grupos fenilo, grupos hidroxilo y grupos alcoxi.
9. La composición de resina de policarbonato de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en la que la cantidad del compuesto de silicona (D) es de 0,005 a 0,5 partes en peso por 100 partes en peso de la resina de policarbonato (A).
- 30 10. Una lámina de difusión de la luz preparada por moldeo de la composición de resina de policarbonato de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9.
11. La lámina de difusión de la luz de la reivindicación 10, usada para un visualizador de cristal líquido
12. La lámina de difusión de la luz de la reivindicación 10, usada para una iluminación a contraluz directa para visualizadores de cristal líquido

