

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 428 346**

51 Int. Cl.:

**C08K 5/00** (2006.01)

**C08K 5/105** (2006.01)

**C08K 5/50** (2006.01)

**C08K 5/134** (2006.01)

**C08L 69/00** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **28.09.2010 E 10181190 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **17.07.2013 EP 2308920**

54 Título: **Composición de policarbonato con estabilidad térmica mejorada**

30 Prioridad:

**30.09.2009 DE 102009043509**

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

**07.11.2013**

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**KONRAD, STEPHAN;  
HÄHNSEN, HEINRICH;  
KÖHLER, KARL-HEINZ;  
BUTS, MARC;  
KOCH, DANIEL y  
GULDENTOPS, FRANK**

74 Agente/Representante:

**CARPINTERO LÓPEZ, Mario**

**ES 2 428 346 T3**

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

**DESCRIPCIÓN**

Composición de policarbonato con estabilidad térmica mejorada

5 La invención se refiere a una composición de policarbonato con amarilleo posterior reducido de los cuerpos moldeados fabricados a partir de la misma en el envejecimiento térmico y con buenas propiedades ópticas de la composición de policarbonato en el procesamiento.

La invención se refiere en particular a composiciones de policarbonato con una fosfina aromática y un fenol estéricamente impedido, preparándose el policarbonato a partir de bisfenoles y carbonatos orgánicos según el procedimiento de transesterificación en la masa fundida, denominado a continuación "policarbonato de masa fundida".

10 El policarbonato se caracteriza, junto a sus buenas propiedades mecánicas, entre otras cosas por una alta transparencia y color brillante. Una posibilidad de valorar el color brillante es el denominado índice de amarillez (YI), que caracteriza el grado de amarillez del material. Para policarbonato de alta calidad es una característica de calidad importante un valor bajo de YI. Las aplicaciones de policarbonato a base de bisfenol A (BPA) se extienden por un amplio intervalo de temperatura de -100°C hasta aproximadamente +135°C. En particular en el envejecimiento  
15 térmico, es decir en el almacenamiento de cuerpos moldeados a temperaturas de aplicación elevadas de > 100°C durante espacios de tiempos más largos de semanas o meses en aire, el policarbonato muestra con temperatura creciente un denominado amarilleo posterior, es decir un aumento del valor de YI con el tiempo. Por amarilleo posterior ( $\Delta$ YI) se designa a continuación la diferencia del grado de amarillez de un cuerpo moldeado tras envejecimiento térmico, medido como valor de YI de la probeta normalizada según la norma ASTM D-1925, con  
20 respecto al grado de amarillez (como valor de YI) de un cuerpo moldeado recién inyectado.

Un valor de YI bajo es de gran importancia tanto en la fabricación como en la aplicación posterior. Por tanto para aplicaciones de policarbonato críticas del color es deseable fabricar cuerpos moldeados de policarbonato con bajos valores de partida de YI y conseguir un amarilleo posterior lo más bajo posible durante el uso posterior en condiciones del envejecimiento térmico. Los amarillos posteriores se producen por ejemplo en cristales de dispersión de faros de policarbonato que están expuestos dependiendo del tamaño y forma de construcción a cargas de temperatura continuas de más de 100°C. Para tales aplicaciones es necesario un material cuyas propiedades ópticas se encuentren en gran parte de manera no modificada en un alto nivel y disminuyan lo menos posible durante el tiempo de funcionamiento.

30 El policarbonato puede prepararse por medio de distintos procedimientos. El policarbonato preparado a partir de bisfenoles y fosgeno en disolución (LPC) por medio del procedimiento de interfase ganó en primer lugar importancia a gran escala. En el procedimiento de transesterificación que gana importancia actualmente en aumento se hacen reaccionar bisfenoles con carbonatos orgánicos en la masa fundida para dar el denominado policarbonato de masa fundida (SPC).

35 Este policarbonato de masa fundida (SPC) presenta en comparación con el policarbonato preparado en disolución (LPC) varias diferencias. Una diferencia del SPC es el amarilleo posterior más fuerte en particular en el envejecimiento térmico; éste está condicionado por valores elevados de grupos terminales OH fenólicos. Otra diferencia son las estructuras ramificadas contenidas en el SPC que conducen a colores de partida peores y en el envejecimiento térmico a un amarilleo posterior mayor.

40 Una posibilidad básica de minimizar el amarilleo posterior de policarbonato es el uso de estabilizadores térmicos. El estado técnico para la estabilización térmica de policarbonato presenta esencialmente el uso de compuestos de fósforo orgánicos adecuados tales como fosfinas aromáticas, fosfitos aromáticos y antioxidantes orgánicos, en particular fenoles estéricamente impedidos. Con frecuencia se describe el uso de fosfitos en combinación con fenoles estéricamente impedidos. Sin embargo no pueden deducirse del estado de la técnica indicaciones con respecto a la estabilización a largo plazo especialmente de cuerpos moldeados de policarbonato de masa fundida  
45 frente al envejecimiento térmico en oxígeno del aire en la aplicación a temperaturas de más de 100°C durante varias semanas y meses.

La publicación para información de de solicitud de patente alemana DE 44 19 897 A1 se ocupa de la estabilización de policarbonato, preparado mediante el procedimiento de superficie límite de fase, frente al descoloramiento a altas temperaturas a 300°C. En esta publicación se menciona una mezcla de una fosfina y un fenol impedido como  
50 combinación de estabilizador adecuada para composiciones de policarbonato, a base de policarbonato preparado según el procedimiento de interfase. La valoración de la modificación de color de los cuerpos moldeados se realiza únicamente tras la etapa de procesamiento de las masas moldeables para dar el cuerpo moldeado, o sea en el estado recién inyectado. Sin embargo, la publicación de solicitud guarda silencio sobre un denominado envejecimiento térmico, en el que las composiciones de policarbonato extruidas y los cuerpos moldeados  
55 preparados a partir de las mismas se exponen durante un tiempo más largo a temperatura elevada y a la presencia de oxígeno del aire. La extensión de un amarilleo posterior eventual en el sentido de la presente invención no puede deducirse de esto. En efecto no existe ninguna correlación del envejecimiento térmico en aire frente al valor cero del índice de amarillez YI de los cuerpos moldeados recién inyectados.

5 A partir de la revelación se aclara mucho que se trata de un policarbonato preparado a partir de fosgeno y bisfenoles según el procedimiento de interfase. Los denominados policarbonatos de disolución (LPC) de este tipo se comportan en comparación con los denominados policarbonatos de masa fundida (SPC) tal como se ha indicado ya anteriormente en este sentido de manera distinta, dado que los policarbonatos preparados según el procedimiento de SPC presentan subestructuras que no están presentes en un LPC. Por tanto el LPC tiende menos a modificaciones de color en caso de carga térmica, en particular en caso de envejecimiento térmico más largo, que los policarbonatos de masa fundida. Por tanto ha de esperarse que un SPC se comporte en caso de envejecimiento térmico de manera distinta que un LPC.

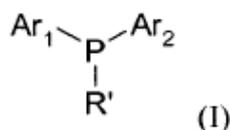
10 En la solicitud de patente europea EP 559 953 A2 se menciona una mezcla de compuestos de fósforo orgánicos con fenoles estéricamente impedidos como mezcla de estabilizadores térmicos en la síntesis de tales policarbonatos de masa fundida. Como compuestos de fósforo adecuados se mencionan en particular compuestos de fósforo-oxígeno, tales como por ejemplo fosfitos. Los compuestos puros de fósforo-carbono, tales como por ejemplo fosfinas (fosfanos), en particular también trifenilfosfina no se dieron a conocer como adecuados.

15 Por tanto existe la necesidad de masas moldeables de policarbonato de masa fundida adecuadas que tanto presenten tras el procesamiento para obtener cuerpos moldeados una baja coloración propia (bajo valor de YI) como no muestren en caso de un envejecimiento térmico, tal como se ha descrito anteriormente, ningún amarilleo posterior notable (valor de delta YI,  $\Delta YI$ ).

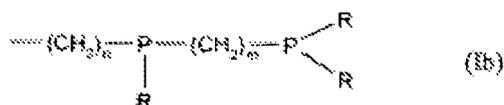
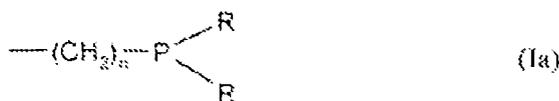
20 Sin embargo, sorprendentemente se encontró que en particular combinaciones de fosfinas con fenoles estéricamente impedidos presentan una acción térmicamente estabilizadora en masas moldeables de policarbonato de masa fundida claramente mejor que combinaciones de fosfitos con fenoles estéricamente impedidos. Estas masas moldeables de SPC de acuerdo con la invención que contienen una combinación preferentemente de una fosfina con un fenol estéricamente impedido muestran en particular en envejecimiento térmico un amarilleo posterior reducido.

25 Por tanto es objeto de la invención una composición de policarbonato de masa fundida que contiene un policarbonato de masa fundida, una fosfina y un fenol estéricamente impedido. Esta composición de SPC puede contener eventualmente de manera adicional aún un éster de ácido fosfórico orgánico, preferentemente un fosfato de alquilo.

Las fosfinas usadas de acuerdo con la invención son compuestos de fórmula general (I):



30 en la que  $\text{Ar}_1$  y  $\text{Ar}_2$  son restos arilo iguales o distintos no sustituidos o sustituidos y  $\text{R}'$  es un resto arilo no sustituido o sustituido o uno de los siguientes restos (Ia) a (Ih)

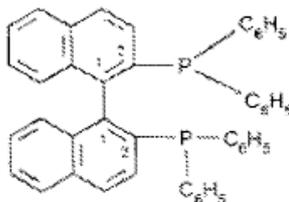




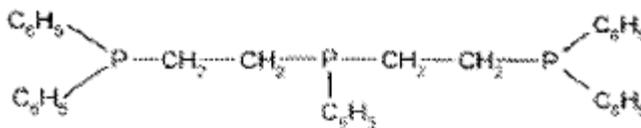
dibenzofuranilo.

Son fosfinas adecuadas de acuerdo con la invención por ejemplo trifenilfosfina, tritolilfosfina, tri-p-terc-butilfenilfosfina o sus óxidos. Preferentemente como fosfina se usa trifenilfosfina.

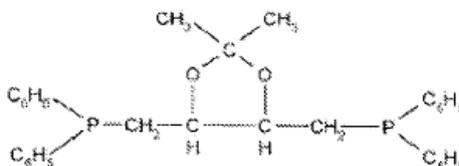
- 5 Son ejemplos de las diarilfosfinas que van a usarse de acuerdo con la invención 1,2-bis-(di-pentafluorofenil-fosfino)-etano, bis-(difenil-fosfino)-acetileno, 1,2-bis-(difenilfosfino)-benceno,



- [2,2'-bis-(difenilfosfino)-1,1'-binaftilo], 2,3-bis-(difenilfosfino)-butano, 1,4-bis-(difenilfosfino)-butano, 1,2-bis-(difenilfosfino)-etano, cis-1,2-bis-(difenilfosfino)-etileno.



- 10 [Bis-(2-(difenilfosfino)-etil)-fenilfosfina], bis-(difenilfosfino)-metano, 2,4-bis-(difenilfosfino)-pentano, 1,3-bis-(difenilfosfino)-propano, 1,2-bis-(difenilfosfino)-propano,



- [4,5-O-isopropiliden-2,3-dihidroxi-1,4-bis-(difenilfosfino)-butano], tri-(4-difenil)-fosfina y tris-( $\alpha$ -naftil)-fosfina.

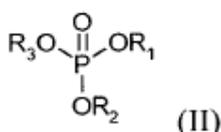
Las diarilfosfinas pueden prepararse según las siguientes referencias bibliográficas:

- 15 Issleib *et al.*, Chem. Ber., 92(1959), 3175 - 3182 y Hartmann *et al.*, Zeitschr. Anorg. Ch. 287(1956) 261 - 272.

Pueden usarse también mezclas de distintas fosfinas. Las fosfinas usadas se usan en cantidades de 10 mg/kg a 2000 mg/kg, preferentemente de 30 mg/kg a 800 mg/kg, de manera especialmente preferente de 50 mg/kg a 500 mg/kg, con respecto al peso total de la composición.

- 20 Las masas moldeables de acuerdo con la invención pueden contener además de las fosfinas usadas también los correspondientes óxidos de fosfina.

Los fosfatos de alquilo opcionalmente usados de acuerdo con la invención son compuestos de fórmula general (II):



- 25 en la que R<sub>1</sub> a R<sub>3</sub> pueden ser H, restos alquilo iguales o distintos lineales, ramificados o cíclicos. Se prefieren especialmente restos alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>18</sub>. Alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>18</sub> representa por ejemplo metilo, etilo, n-propilo, iso-propilo, n-butilo, sec-butilo, terc-butilo, n-pentilo, 1-metilbutilo, 2-metilbutilo, 3-metilbutilo, neo-pentilo, 1-etilpropilo, ciclohexilo, ciclopentilo, n-hexilo, 1,1-dimetilpropilo, 1,2-dimetilpropilo, 1-metilpentilo, 2-metilpentilo, 3-metilpentilo, 4-metilpentilo, 1,1-dimetilbutilo, 1,2-dimetilbutilo, 1,3-dimetilbutilo, 2,2-dimetilbutilo, 2,3-dimetilbutilo, 3,3-dimetilbutilo, 1-etilbutilo, 2-etilbutilo, 1,1,2-trimetilpropilo, 1,2,2-trimetilpropilo, 1-etil-1-metilpropilo, 1-etil-2-metilpropilo o 1-etil-2-metilpropilo, n-

heptilo y n-octilo, pinaquilo, adamantilo, los mentilos isoméricos, n-nonilo, n-decilo, n-dodecilo, n-tridecilo, n-tetradecilo, n-hexadecilo o n-octadecilo.

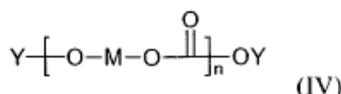
5 Son fosfatos de alquilo adecuados de acuerdo con la invención por ejemplo fosfato de mono-, di- y trihexilo, fosfato de triisooctilo y fosfato de trinonilo. Preferentemente como fosfato de alquilo se usa fosfato de triisooctilo fosfato de (tris-2-etil-hexilo-). Pueden usarse también mezclas de distintos fosfatos de mono-, di- y trialquilo. Los fosfatos de alquilo usados se usan en cantidades inferiores a 500 mg/kg, preferentemente de 0,5 mg/kg a 500 mg/kg, de manera especialmente preferente de 2 mg/kg a 500 mg/kg, con respecto al peso total de la composición.

10 Posibles fenoles estéricamente impedidos son por ejemplo ésteres de ácido  $\beta$ -(3,5-di-terc-butil-4-hidroxifenil)propiónico o ácido  $\beta$ -(5-terc-butil-4-hidroxi-3-metilfenil)propiónico o ácido  $\beta$ -(3,5-diciclohexil-4-hidroxifenil)propiónico con alcoholes mono o polihidroxilados, por ejemplo con metanol, etanol, butanol, n-octanol, i-octanol, n-octadecanol, 1,6-hexanodiol, 1,9-nonanodiol, etilenglicol, 1,2-propanodiol, neopentilglicol, dietilenglicol, trietilenglicol, tris-(hidroxietil)isocianurato, N,N'-bis(hidroxietil)oxamida, 3-tiaundecanol, 3-tiapentadecanol, trimetilhexanodiol, trimetilopropano, 4-hidroximetil-1-fosfa-2,6,7-trioxabicyclo[2.2.2]octano.

15 De manera especialmente adecuada se usa como fenol estéricamente impedido 3-(3,5-di-t-butil-4-hidroxifenil)propionato de n-octadecilo. El fenol estéricamente impedido se usa preferentemente en cantidades de 10 mg/kg a 800 mg/kg, de manera especialmente preferente de 30 mg/kg a 500 mg/kg, de manera muy especialmente preferente de 40 mg/kg a 400 mg/kg, con respecto al peso total de la composición.

20 El policarbonato que ha de usarse de acuerdo con la invención se prepara mediante la reacción de transesterificación en masa fundida de bisfenoles y ésteres diarílicos del ácido carbónico adecuados en presencia de un catalizador adecuado. La preparación de policarbonatos aromáticos según el procedimiento de transesterificación en masa fundida se conoce y por ejemplo se describe en "Schnell", Chemistry and Physics of Polycarbonates, Polymer Reviews, vol. 9, Interscience Publishers, Nueva York, Londres, Sidney 1964, en D.C. Prevorsek, B.T. Debona and Y. Kersten, Corporate Research Center, Allied Chemical Corporation, Moristown, Nueva Jersey 07960, "Synthesis of Poly(ester)carbonate Copolymers" en Journal of Polymer Science, Polymer Chemistry Edition, vol. 19, 25 75-90 (1980), en D. Freitag, U. Grigo, P.R. Müller, N. Nouvertne, BAYER AG, "Polycarbonates" en Encyclopedia of Polymere Science and Engineering, vol. 11, segunda edición, 1988, páginas 648-718 y finalmente en Dres. U. Grigo, K. Kircher y P.R. Müller "Polycarbonate" en Becker/Braun, Kunststoff-Handbuch, tomo 3/1, Polycarbonate, Polyacetale, Polyester, Celluloseester, Carl Hanser Verlag München, Viena 1992, páginas 117-299.

30 El policarbonato puede prepararse también mediante la condensación de oligómeros de carbonato que contienen grupos terminales hidroxilo y/o carbonato y ésteres diarílicos del ácido carbónico adecuados y bisfenoles. Los oligómeros de carbonato preferidos se describen por la fórmula (IV) con pesos moleculares de 153 a 15.000 [g/mol].



en la que es Y = H o un resto arilo no sustituido o sustituido.

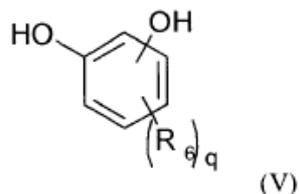
35 Los ésteres diarílicos del ácido carbónico adecuados en relación con la invención son éster diarílico C<sub>6</sub> a diarílico C<sub>14</sub>, preferentemente los diésteres de fenol o de fenoles alquil-sustituidos o aril-sustituidos, es decir carbonato de difenilo, carbonato de dicresilo y carbonato de di-4-terc-butilfenilo. Se prefiere más carbonato de difenilo.

A los ésteres diarílicos C<sub>6</sub> a diarílicos C<sub>14</sub> adecuados pertenecen también ésteres diarílicos asimétricos que contienen dos sustituyentes arilo distintos. Se prefieren carbonato de fenilcresilo y carbonato de 4-terc-butilfenilfenilo.

40 A los ésteres diarílicos adecuados pertenecen también mezclas de más de un éster diarílico C<sub>6</sub>-C<sub>14</sub>. Ciertas mezclas preferidas son mezclas de carbonato de difenilo, carbonato de dicresilo y carbonato de di-4-terc-butilfenilo.

Con respecto a 1 mol de difenol, pueden usarse los ésteres diarílicos del ácido carbónico en cantidades de 1,00 mol a 1,30 mol, de manera especialmente preferente en cantidades de 1,02 mol a 1,20 mol y lo más preferentemente en cantidades de 1,05 mol a 1,15 mol.

45 Son compuestos de dihidroxiarilo adecuados en relación con la invención aquéllos que corresponden a la fórmula (V):

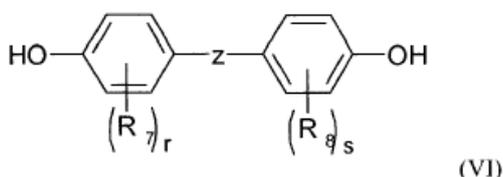


en la que

$R_6$  es un fenilo, metilo, propilo, etilo, butilo sustituido o no sustituido, Cl o Br y  $q$  representa 0, 1 ó 2.

5 Los compuestos de dihidroxibenceno preferidos son 1,3-dihidroxibenceno 1,4-dihidroxibenceno y 1,2-dihidroxibenceno.

Son compuestos de dihidroxiarilo adecuados en relación con la invención aquéllos que corresponden a la fórmula (VI):



en la que

10 Z es alquilideno  $C_1$  a  $C_8$  o cicloalquilideno  $C_5$  a  $C_{12}$ , S,  $SO_2$  o un enlace sencillo,

$R_7$ ,  $R_8$  es independientemente entre sí un fenilo, metilo, propilo, etilo, butilo sustituido o no sustituido, Cl o Br y

$r$ ,  $s$  representa independientemente entre sí 0, 1 ó 2.

15 Los difenoles preferidos son 4,4'-dihidroxi-difenilo, sulfuro de 4,4'-dihidroxi-difenilo, 1,1-bis(4-hidroxi-fenil)ciclohexano, 1,2-bis(4-hidroxi-fenil)benceno, 1,3-bis(4-hidroxi-fenil)benceno, 1,4-bis(4-hidroxi-fenil)benceno, bis(4-hidroxi-fenil)metano, 2,2-bis(4-hidroxi-fenil)propano, 2,4-bis(4-hidroxi-fenil)-2-metilbutano, 2,2-bis(3-metil-4-hidroxi-fenil)-propano, 2,2-bis(3-cloro-4-hidroxi-fenil)propano, bis(3,5-dimetil-4-hidroxi-fenil)metano, 2,2-bis(3,5-dimetil-4-hidroxi-fenil)propano, bis(3,5-dimetil-4-hidroxi-fenil)sulfona, bis(4-hidroxi-fenil)sulfona, 1,2-bis[2-(4-hidroxi-fenil)isopropil]benceno, 1,3-bis[2-(4-hidroxi-fenil)isopropil]benceno, 1,4-bis[2-(4-hidroxi-fenil)isopropil]benceno,

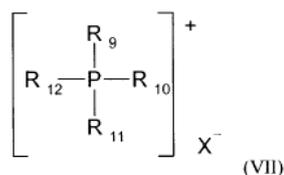
20 1,1-bis(4-hidroxi-fenil)-1-feniletano, 2,4-bis(4-hidroxi-fenil)-2-metilbutano, 2,2-bis(3,5-dicloro-4-hidroxi-fenil)-propano, 2,2-bis(3,5-dibromo-4-hidroxi-fenil)propano, 1,1-bis(4-hidroxi-fenil)-3,3,5-trimetilciclohexano.

Los difenoles más preferidos son 1,1-bis(4-hidroxi-fenil)-1-feniletano, 2,2-bis(4-hidroxi-fenil)propano, 4,4'-dihidroxi-difenilo, 1,1-bis(4-hidroxi-fenil)-3,3,5-trimetilciclohexano, 2,2-bis(3,5-dibromo-4-hidroxi-fenil)propano y 1,3-bis[2-(4-hidroxi-fenil)isopropil]benceno.

25 A los difenoles adecuados pertenecen también mezclas de más de un difenol; a este respecto se produciría un copolicarbonato. Los componentes de mezcla más preferentes son 1,3-bis[2-(4-hidroxi-fenil)isopropil]benceno, 1,1-bis(4-hidroxi-fenil)-3,3,5-trimetilciclohexano, 2,2-bis(4-hidroxi-fenil)propano, 4,4'-dihidroxi-difenilo y 2,2-bis(3,5-dibromo-4-hidroxi-fenil)propano.

30 Adicionalmente puede añadirse un agente de ramificación, tal como por ejemplo compuestos que contienen tres grupos OH fenólicos funcionales. Mediante la ramificación aumentaría el comportamiento de flujo no newtoniano. A los agentes de ramificación adecuados pertenecen floroglucina, 3,3-bis(3-metil-4-hidroxi-fenil)-2-oxo-2,3-dihidroindol, 4,6-dimetil-2,4,6-tris(4-hidroxi-fenil)hepten-2-o, 4,6-dimetil-2,4,6-tris(4-hidroxi-fenil)-heptano, 1,3,5-tris-(4-hidroxi-fenil)benceno, 1,1,1-tris(4-hidroxi-fenil)etano, tris(4-hidroxi-fenil)fenilmetano, 2,2-bis[4,4-bis(4-hidroxi-fenil)ciclohexil]propano, 2,4-bis-(4-hidroxi-fenil)isopropil]fenol, 2,6-bis(2-hidroxi-5'-metilbencil)-4-metilfenol, 2-(4-hidroxi-fenil)-2-(2,4-dihidroxi-fenil)propano, ortotereftalato de hexakis(4-(4-hidroxi-fenil)isopropil)fenilo, tetrakis(4-hidroxi-fenil)metano, tetrakis(4-(4-hidroxi-fenil)isopropil)fenoxi)metano, 1,4-bis((4',4''-dihidroxitrifenil)metil)benceno e isatinbisresol, pentaeritritol, ácido 2,4-dihidroxi-benzoico, ácido trimésico, ácido cianúrico.

35 Son catalizadores adecuados para la preparación de los policarbonatos de acuerdo con la invención por ejemplo aquéllos de fórmula general (VII)



en la que

5  $R_9$ ,  $R_{10}$ ,  $R_{11}$  y  $R_{12}$  pueden designar independientemente entre sí los alquilenos  $C_1$  a  $C_{18}$ , arilos  $C_6$  a  $C_{10}$  o cicloalquilos  $C_5$  a  $C_6$  iguales o distintos y  $X^-$  puede representar un anión, con el que el correspondiente par ácido-base  $H^+ + X^- \rightarrow HX$  tiene una  $pK_b$  de  $< 11$ .

10 Los catalizadores preferentes son fluoruro de tetrafenilfosfonio, tetrafenilborato de tetrafenilfosfonio y fenolato de tetrafenilfosfonio. Se prefiere más fenolato de tetrafenilfosfonio. Las cantidades preferidas de catalizadores de sal de fosfonio son por ejemplo de  $10^{-2}$  mol a  $10^{-8}$  mol por mol de difenol y las cantidades más preferidas de catalizador son de  $10^{-4}$  mol a  $10^{-6}$  mol por mol de difenol. Pueden usarse además eventualmente cocatalizadores adicionalmente a la sal o las sales de fosfonio para aumentar la velocidad de la polimerización.

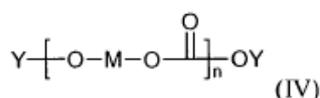
15 Tales cocatalizadores pueden ser por ejemplo sales de metales alcalinos y metales alcalinotérreos, tales como hidróxidos, alcóxidos y arilóxidos de litio, sodio y potasio, preferentemente sales de hidróxido, alcóxido o arilóxido de sodio. Se prefieren más hidróxido de sodio y fenolato de sodio. Las cantidades del cocatalizador pueden encontrarse por ejemplo en el intervalo de  $1 \mu\text{g/kg}$  a  $200 \mu\text{g/kg}$ , preferentemente de  $5 \mu\text{g/kg}$  a  $150 \mu\text{g/kg}$  y lo más preferentemente de  $10 \mu\text{g/kg}$  a  $125 \mu\text{g/kg}$  respectivamente con respecto a la masa usada del compuesto de dihidroxidiarilo, respectivamente calculado como sodio.

Los SPC usados preferentemente de acuerdo con la invención se preparan preferentemente sin el uso de cocatalizadores.

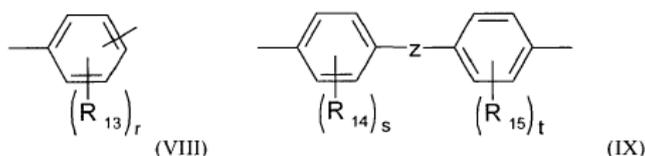
20 Los policarbonatos pueden prepararse por etapas, las temperaturas pueden encontrarse en cada etapa en el intervalo de  $150^\circ\text{C}$  a  $400^\circ\text{C}$ , el tiempo de permanencia en cada etapa puede ascender a de 15 minutos a 5 horas y las presiones en cada etapa pueden ascender a  $100 \text{ kPa}$  a  $10^{-3} \text{ kPa}$ . De manera especialmente preferente aumenta la temperatura de una etapa a otra y se reduce la presión de una etapa a otra.

25 Típicamente, los valores de OH fenólico del SPC se encuentran en el orden de magnitud de varios cientos de  $\text{mg/kg}$ ; a diferencia de un LPC, cuyos valores de OH fenólico ascienden normalmente en un intervalo de  $\leq 100 \text{ mg/kg}$ . Los contenidos más bajos en grupos terminales OH fenólicos no pueden prepararse sin más hasta ahora a gran escala en caso de SPC.

Los policarbonatos de masa fundida usados preferentemente se caracterizan por la fórmula general (IV)



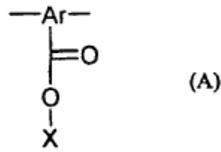
30 en la que el corchete designa unidades estructurales que se repiten, M representa Ar o un compuesto multifuncional A, B, C así como compuesto D, en la que Ar puede ser un compuesto que se representa mediante la fórmula (VIII) o (IX), preferentemente (IX)



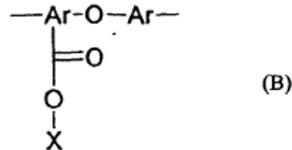
en la que

35  $Z$  es alquilideno  $C_1$  a  $C_8$  o cicloalquilideno  $C_5$  a  $C_{12}$ , S,  $\text{SO}_2$  o un enlace sencillo,  
 $R_{13}$ ,  $R_{14}$ ,  $R_{15}$  es independientemente entre sí un resto alquilo  $C_1 - C_{18}$  sustituido o no sustituido, preferentemente un fenilo, metilo, propilo, etilo, butilo sustituido o no sustituido, Cl o Br y  
 $r$ ,  $s$ ,  $t$  representa independientemente entre sí 0, 1 ó 2,

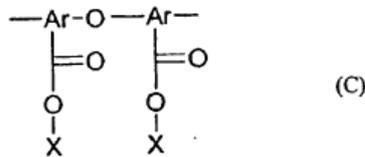
en la que el compuesto multifuncional A es un compuesto de fórmula



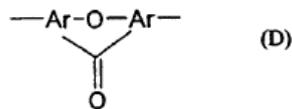
en la que el compuesto multifuncional B es un compuesto de fórmula



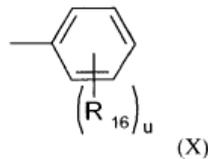
5 en la que el compuesto multifuncional C es un compuesto de fórmula



en la que el compuesto D es un compuesto de fórmula



10 y la suma de compuestos multifuncionales A, B, C y D es  $\geq 5$  mg/kg, en la que es Y = H o un compuesto de fórmula (X)



en la que

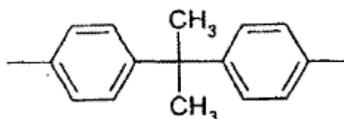
R<sub>16</sub> puede ser de manera igual o distinta H, alquilo C<sub>1</sub> a C<sub>20</sub>, C<sub>6</sub>H<sub>5</sub> o C(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>, y

u puede ser 0, 1, 2 ó 3,

15 en la que es X = Y o  $-\text{[MOCOO]}_n\text{-Y}$ , en la que M e Y tienen el significado indicado anteriormente.

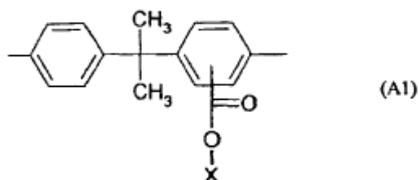
El policarbonato usado de acuerdo con la invención puede presentar un promedio del peso molecular determinado mediante cromatografía de permeación en gel de 5.000 a 80.000, preferentemente de 10.000 a 60.000 y de la manera más preferente de 15.000 a 40.000.

Preferentemente, Ar tiene el siguiente significado:

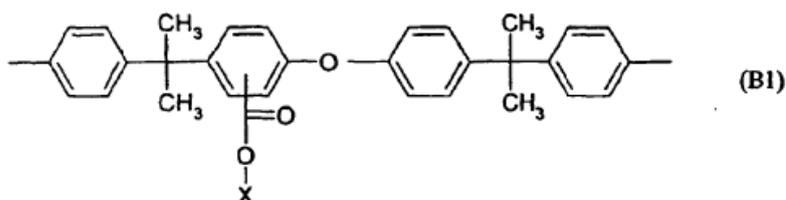


20

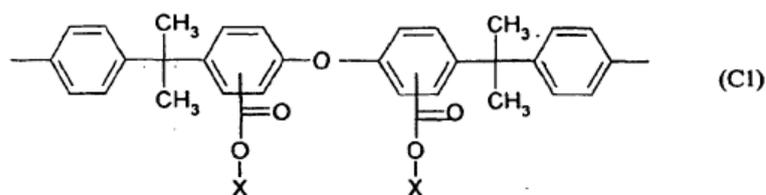
Preferentemente, el compuesto multifuncional A es el compuesto A1:



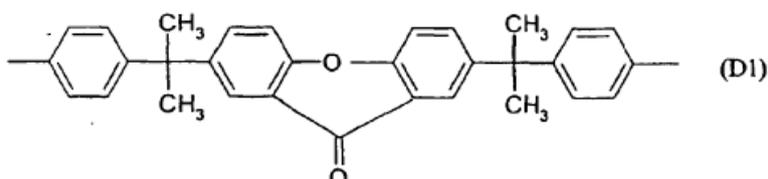
Preferentemente, el compuesto B es el compuesto B1:



5 Preferentemente, el compuesto multifuncional C es el compuesto C1:



En los compuestos A1, B1 y C1 tiene X el significado indicado anteriormente. Preferentemente, el compuesto D es el compuesto D1:



- 10 Los policarbonatos de masa fundida descritos anteriormente se mencionan ahora a modo de ejemplo. Las proporciones de los componentes A a D están contenidas en total en cantidades  $\geq 5$  mg/kg en el policarbonato de masa fundida. La determinación de la concentración de los compuestos A1, B1, C1 y D1 se realiza tras hidrólisis alcalina del policarbonato y análisis posterior del hidrolizado por HPLC. Los compuestos se caracterizaron mediante espectroscopia de resonancia magnética nuclear.
- 15 Las composiciones de acuerdo con la invención (masas moldeables de policarbonato de masa fundida) pueden prepararse por ejemplo mezclándose los respectivos componentes de manera conocida y preparándose para obtener una mezcla en masa fundida y extruyéndose en masa fundida a temperaturas de 200°C a 400°C en unidades habituales tales como amasadoras internas, prensas extrusoras y husillos de doble árbol. El mezclado de los componentes individuales puede realizarse tanto de manera sucesiva como de manera simultánea y concretamente tanto a aproximadamente 20°C (temperatura ambiente) como a temperatura superior. Los compuestos usados de acuerdo con la invención pueden introducirse sin embargo también de manera separada en fases distintas del procedimiento de preparación en la masa moldeable de policarbonato de masa fundida. Así pueden introducirse por ejemplo el alquilfosfato y / o la fosfina ya durante o al final de la transesterificación de bisfenoles con carbonatos orgánicos, antes o durante la formación de policarbonatos oligoméricos, o antes o tras la policondensación de los oligómeros de SPC en el policarbonato de masa fundida, antes de que se añada un fenol estéricamente impedido. Opcionalmente puede dosificarse el fenol estéricamente impedido como mezcla preparada también junto con la fosfina y / o con el alquilfosfato en el SPC en cualquier punto. También es posible una inversión del orden anterior de la dosificación de los componentes.
- 25
- 30 La forma de adición de los compuestos de acuerdo con la invención no está limitada. Los compuestos de acuerdo con la invención o las mezclas de los compuestos de acuerdo con la invención pueden añadirse a la masa fundida polimérica como sólidos, por ejemplo como polvo, como concentrado en polvo de policarbonato, en disolución o como masa fundida. Preferentemente se realiza la dosificación de los compuestos de fósforo orgánicos y del fenol

estéricamente impedido por medio de una bomba dosificadora de masa fundida, o una prensa extrusora lateral después de la última etapa de policondensación. En formas de realización a escala industrial se hace funcionar de manera especialmente preferente una prensa extrusora lateral con un caudal de por ejemplo 200 - 1000 kg de policarbonato por hora.

5 En una forma de realización preferente, la dosificación opcional de fosfatos de alquilo se realiza por ejemplo a temperatura ambiente en forma líquida junto con policarbonato en el embudo de la alimentación de policarbonato de la prensa extrusora lateral. La cantidad de alquilfosfato se dosifica por ejemplo con ayuda de una bomba de membrana u otra bomba adecuada. La adición de fosfinas o mezclas de fosfinas con fenol estéricamente impedido se realiza preferentemente en forma líquida a una temperatura de aproximadamente 80°C a 250°C detrás del  
10 embudo de la alimentación de policarbonato en una zona de la prensa extrusora que está equipada con elementos de mezcla. A este respecto se realiza la extracción de las fosfinas o de la mezcla de fosfinas con fenol estéricamente impedido por una tubería anular que se mantiene preferentemente a una presión de 200-2000 kPa preferentemente a una temperatura de 80 - 250°C. la cantidad añadida puede controlarse por medio de una válvula reguladora.

15 En una forma de realización especialmente preferente, detrás de la prensa extrusora lateral y todos los puntos de dosificación de aditivos se encuentra una mezcladora estática para garantizar un buen mezclado de todos los aditivos. La masa fundida de policarbonato de la prensa extrusora lateral se introduce entonces en el flujo de masa fundida principal de policarbonato. El mezclado del flujo de masa fundida principal con el flujo de masa fundida de la prensa extrusora lateral se realiza por medio de otra mezcladora estática.

20 Como alternativa a la dosificación de líquidos pueden dosificarse las fosfinas y fenoles estéricamente impedidos en forma de una mezcla básica (concentrado de los aditivos en policarbonato) o en forma pura, sólida a través del embudo de la alimentación de policarbonato de la prensa extrusora lateral. Una mezcla básica de este tipo puede contener otros aditivos.

Todos los aditivos pueden introducirse en el policarbonato también posteriormente por ejemplo mediante preparación de una mezcla.

25 Las masas moldeables de acuerdo con la invención pueden usarse para la preparación de cuerpos moldeados de cualquier tipo. Éstos pueden fabricarse por ejemplo mediante moldeo por inyección, extrusión y procedimiento de moldeo por soplado. Otra forma de procesamiento es la fabricación de cuerpos moldeados mediante embutición profunda a partir de placas o láminas fabricadas previamente.

30 Son ejemplos de los cuerpos moldeados de acuerdo con la invención perfiles, láminas, piezas de carcasa de cualquier tipo, por ejemplo para electrodomésticos tales como exprimidores, máquinas de café, mezcladoras; para máquinas de oficina tales como monitores, impresoras, fotocopiadoras; para placas, tubos, canales de instalación eléctrica, ventanas, puertas y perfiles para el sector de la construcción, interiorismo y aplicaciones exteriores; en el campo de la electrotécnica por ejemplo para interruptores y enchufes. Además pueden usarse los cuerpos  
35 moldeados de acuerdo con la invención para piezas de construcción y de interiorismo de vehículos sobre carriles, barcos, aviones, autobuses y otros vehículos así como para piezas de carrocería de vehículos.

40 Los cuerpos moldeados de acuerdo con la invención pueden ser transparentes, translúcidos u opacos. Otros cuerpos moldeados son en particular memorias de datos ópticas y magneto-ópticas tales como mini disc, compact disc (CD) o disco versátil digital (DVD), envases de alimentos y bebidas, lentes y prismas ópticos, lentes para fines de iluminación, lentes de faros de automóvil, acristalamientos para construcción y vehículos, acristalamientos de otro tipo tales como para invernaderos, las denominadas planchas alveolares dobles o planchas de cámara hueca.

### **Ejemplos**

Los siguientes ejemplos explican la invención sin que se limite ésta sin embargo debido a ello.

#### Grupos terminales OH fenólicos

45 El contenido en grupos terminales OH fenólicos se determinó según el procedimiento de cloruro de titanio (IV) (A. Horbach, U. Veiel y H. Wunderlich, "Endgruppenbestimmung an aromatischen Polycarbonaten", Die Makromolekulare Chemie, 88, 215-231, 1965).

La indicación de grupos terminales OH fenólicos se realiza en mg (de OH) por kg de policarbonato.

#### Compuestos A1, B1, C1 y D 1

50 La determinación de la concentración de los compuestos A1, B1, C1 y D1 se realiza tras hidrólisis alcalina del policarbonato y posterior análisis del hidrolizado por HPLC. Los compuestos se caracterizaron mediante espectroscopia de resonancia magnética nuclear.

YI, y amarilleo posterior ( $\Delta YI$ )

La determinación de las propiedades ópticas de las masas moldeables de acuerdo con la invención se realiza mediante medición del denominado índice de amarillez (YI) en probetas normalizadas según la norma ASTM E313. Estas probetas normalizadas son placas de muestra de color (60\* 40\* 4 mm), que se fabricaron a partir de las composiciones de SPC a una temperatura de masa de 300°C y una temperatura de herramienta de 90°C. El amarilleo posterior ( $\Delta YI$ ) se determina como la diferencia del valor de YI medido de las placas de muestra de color recién inyectadas y el valor de YI medido de las mismas placas de muestra de color tras el almacenamiento térmico.

Almacenamiento térmico

Para el almacenamiento térmico se almacenan probetas normalizadas de policarbonato (60x40x4 mm) en una estufa de ventilación forzada durante 1000 horas a 135°C. A continuación se determina el YI según la norma ASTM E313. La diferencia con respecto a la muestra cero (antes del almacenamiento) se calcula ( $=\Delta YI$  1000 h).

MVR

La determinación del índice volumétrico de fusión (MVR) se realiza a 300°C y 1,2 kg de carga con una aparato de comprobación del índice de fusión según la norma ISO 1133.

15 Preparación de las composiciones de SPC de acuerdo con la invención

Los compuestos de acuerdo con la invención se preparan en una prensa extrusora EV32HT de la empresa Clextral, con un caudal de 50 kg/h. La temperatura de masa fundida ascendía a 320°C. Los distintos aditivos se dosificaron en forma de una mezcla de polvo con polvo de policarbonato (PC 2, véase a continuación materias primas usadas) - 5% en peso con respecto a todo el peso inicial.

20 Materias primas usadas:

	TPP:	trifenilfosfina
	Irgafos 168:	fosfito de tris(2,4-terc-butilfenilo)
	Irganox 1076:	3-(3,5-di-t-butil-4-hidroxifenil)-propionato de n-octadecilo
25	Irgafos B900:	mezcla de cuatro partes de Irgafos 168 y una parte de Irganox 1076
	Irganox 1010:	4-hidroxi-3,5-di-terc-butilfenilpropionato de pentaeritritol
	Irganox 1035:	bis[3-(3,5-di-terc-butil-4-hidroxifenil)-propionato de tiodietileno
	Dovephos S9228:	difosfito de bis(2,4-dicumiifenil)pentaeritritol

**PC 1 (SPC)** es un policarbonato sin aditivos a base de bisfenol A y DPC con un índice volumétrico de fusión (MVR) de 11,4 cm<sup>3</sup>/10 min (300°C/1,2 kg). Compuestos multifuncionales A1 : 370 ppm, B1 : 35 ppm, C1 : 11 ppm, D1 : 67 ppm. El contenido en grupos terminales OH fenólicos asciende a 330 mg/kg.

**PC 2 (LPC)** es un policarbonato sin aditivos a base de bisfenol A con un MVR de 19 cm<sup>3</sup>/10 min(300°C/1,2 kg) en forma de polvo; sirve para la preparación de concentrados en polvo homogéneos de los aditivos sólidos y líquidos en policarbonato. Compuestos multifuncionales A, B, C y D por debajo de los límites de detección.

La **tabla 1** muestra las distintas composiciones de los ejemplos así como el valor de partida de YI en el estado recién inyectado y el valor de amarilleo posterior  $\Delta YI$  tras almacenamiento de 1000 h a 135°C en aire. Los ejemplos de acuerdo con la invención son los ejemplos 3, 13, 14 y 21. Los demás ejemplos sirven para la comparación.

Tal como muestran los ejemplos, el valor de partida de YI de los compuestos de SPC en el estado recién inyectado con el uso de estabilizadores térmicos es básicamente mejor que sin el uso de estabilizadores térmicos. Esto se deduce de la comparación de los ejemplos 2-11 y 13-21 con los ejemplos 1 y 12. Sin embargo, el amarilleo posterior  $\Delta YI$  tras almacenamiento de 1000 h a 135°C en aire no está correlacionado con los valores de partida de YI y con ello por este motivo no puede predecirse. El coeficiente de correlación para la regresión lineal de la aplicación  $\Delta YI$  frente a valor cero de YI es únicamente  $r^2 = 0,001$  y demuestra que no existe ninguna correlación de estas dos magnitudes.

Los ejemplos 3, 13, 14 y 21 de acuerdo con la invención muestran el amarilleo posterior más bajo en el almacenamiento térmico en la comparación de todas las combinaciones sometidas a prueba a base de SPC. Únicamente los valores de  $\Delta YI$  de los ejemplos de acuerdo con la invención 3, 13, 14 y 21 se encuentran tras 1000 h a  $\Delta YI < 4,8$ .

Sorprendentemente, las combinaciones de fosfina con 3-(3,5-di-t-butil-4-hidroxifenil)-propionato de n-octadecilo (ejemplos 3, 13, 14 y 21) son superiores a las combinaciones de fosfito y 3-(3,5-di-t-butil-4-hidroxifenil)-propionato de n-octadecilo (ejemplos 8, 9 y 10) con respecto al amarilleo posterior en el policarbonato de masa fundida. El ejemplo 10 demuestra incluso sorprendentemente un empeoramiento del amarilleo posterior en la combinación de fosfitos con fenol estéricamente impedido en comparación con la muestra no estabilizada.

## ES 2 428 346 T3

Tabla 1: Combinaciones de estabilizadores térmicos así como valores cero de YI y  $\Delta YI$  tras almacenamiento de 1000 h a 135°C en aire:

Ejemplo	1	2	3, inv.	4	5	6	7	8	9	10	11
PC1 [%]	95	95	95	95	95	95	95	95	95	95	95
PC2 polvo [%]	5	4,975	4,960	4,9672	4,9835	4,9567	4,9595	4,9411	4,9705	4,952	4,9388
TPP [%]		0,025	0,025	0,0125	0,0063	0,0125					
Irgafos 168 [%]						0,0308					0,0612
Irgafos B900 [%]								0,0386	0,0193		
Irganox 1076 [%]			0,015							0,0075	
Irganox 1010 [%]											
Irganox 1035 [%]											
Doverphos S9228 [%]				0,0203	0,0102		0,0405	0,0203	0,0102	0,0405	
YI, 0 h	3,31	2,12	1,67	1,75	1,97	1,68	2,70	2,19	2,61	2,42	2,22
$\Delta YI$ , 1000 h	7,3	8,1	3,5	6,2	6,5	5,8	10,4	4,8	5,3	9,5	5,6

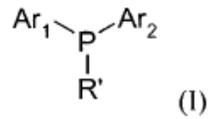
Ejemplo	12	13, inv.	14, inv.	15	16	17	18	19	20	21, inv.
PC1 [%]	95	95	95	95	95	95	95	95	95	95
PC2 polvo [%]	5	4,960	4,945	4,960	4,945	4,960	4,945	4,955	4,955	4,955
TPP [%]		0,025	0,025	0,025	0,025	0,025	0,025	0,015	0,015	0,015
Irgafos 168 [%]										
Irgafos B900 [%]										
Irganox 1076 [%]		0,015	0,03							0,03
Irganox 1010 [%]				0,015	0,03				0,03	
Irganox 1035 [%]						0,015	0,03	0,03		
Doverphos S9228 [%]										
YI, 0 h	3,18	2,05	2,11	2,03	1,96	1,92	1,98	2,05	2,10	2,36
$\Delta YI$ , 1000 h	7,2	3,8	3,9	5,2	6,3	11,9	21,3	23,8	6,3	3,9

5

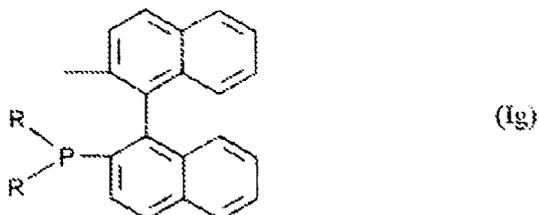
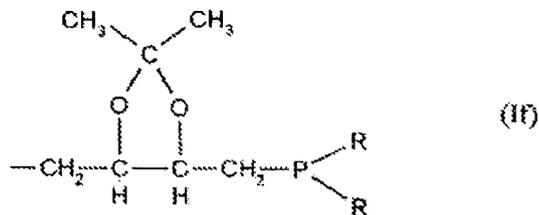
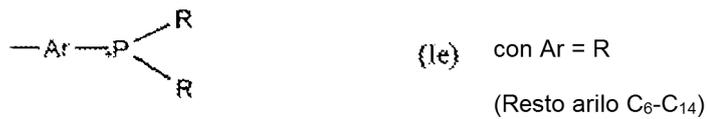
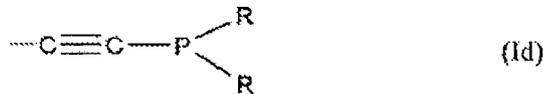
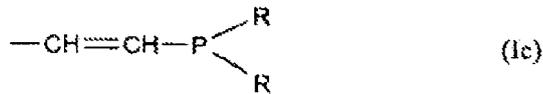
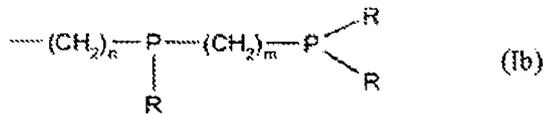
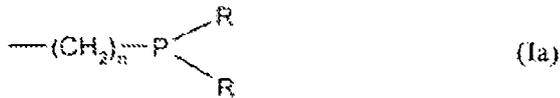
Ejemplos 1 - 11: primera serie de ensayos. Ejemplos 12 - 21: segunda serie de ensayos  
Ejemplo 12 es una reproducción del ejemplo 1; ejemplo 13 es una reproducción del ejemplo 3.

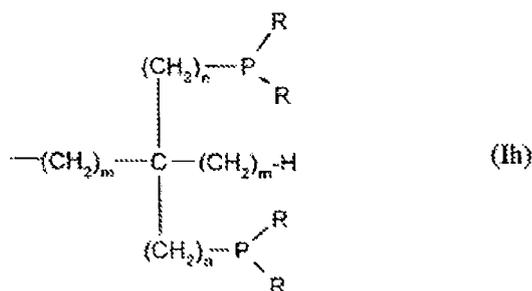
REIVINDICACIONES

1. Composición que contiene un policarbonato de masa fundida, al menos una fosfina y 3-(3,5-di-t-butil-4-hidroxifenil)-propionato de n-octadecilo, **caracterizada porque** la fosfina usada son compuestos de fórmula (I):



5 en la que Ar<sub>1</sub> y Ar<sub>2</sub> son restos arilo iguales o distintos no sustituidos o sustituidos y R' es un resto arilo no sustituido o sustituido o uno de los siguientes restos (Ia) a (Ih):

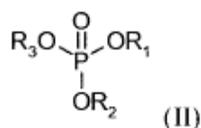




en los que R es un resto arilo C<sub>6</sub>-C<sub>14</sub> no sustituido o sustituido y, "n" y "m" respectivamente son independientemente entre sí un número entero de 1 a 7 y pudiendo estar sustituidos los átomos de H de los restos (Ia) a (Ic) aún por sustituyentes y en la que

- 5 R' puede ser aún 4-fenil-fenilo sustituido o no sustituido o α-naftilo sustituido o no sustituido, cuando los dos Ar en la fórmula (I) respectivamente son igualmente 4-fenil-fenilo sustituido o no sustituido o α-naftilo sustituido o no sustituido.

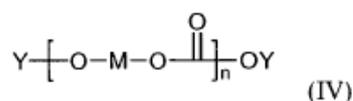
2. Composición según la reivindicación 1, que contiene al menos un fosfato de alquilo, **caracterizada porque** los fosfatos de alquilo usados son compuestos de fórmula general (II):



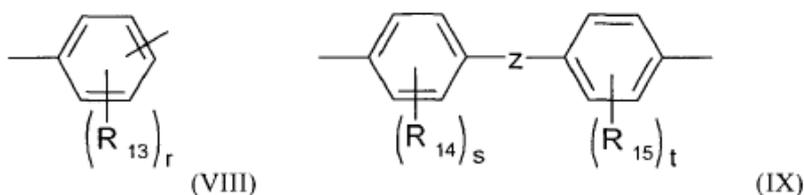
10

en la que R<sub>1</sub> a R<sub>3</sub> pueden ser H, restos alquilo iguales o distintos lineales, ramificados o cíclicos.

3. Composición de acuerdo con la reivindicación 1 y 2 que contiene al menos un policarbonato de masa fundida de fórmula (IV)



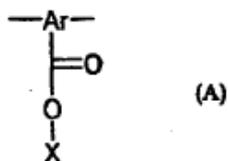
- 15 en la que el corchete designa unidades estructurales que se repiten, M es igual a Ar o un compuesto multifuncional A, B, C así como compuesto D, en la que Ar puede ser un compuesto que se representa por la fórmula (VIII) o (IX),



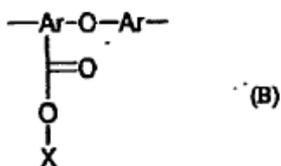
en la que

Z es alquilideno C<sub>1</sub> a C<sub>8</sub> o cicloalquilideno C<sub>5</sub> a C<sub>12</sub>, S, SO<sub>2</sub> o un enlace sencillo,

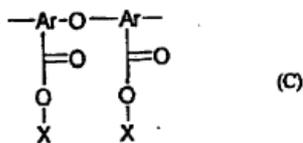
- 20 R<sub>13</sub>, R<sub>14</sub>, R<sub>15</sub> es independientemente entre sí un resto alquilo C<sub>1</sub> - C<sub>18</sub> sustituido o no sustituido, preferentemente es un fenilo, metilo, propilo, etilo, butilo sustituido o no sustituido Cl o Br y n representa 0, 1 ó 2, r, s, t puede ser independientemente entre sí 0, 1, 2 ó 3, en la que X es = Y o -[MOCOO]<sub>n</sub>-Y, en la que el compuesto multifuncional A es un compuesto de fórmula,



en la que el compuesto multifuncional B es un compuesto de fórmula

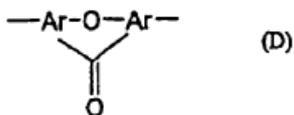


en la que el compuesto multifuncional C es un compuesto de fórmula

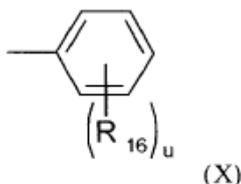


5

en la que el compuesto D es un compuesto de fórmula



y la suma de compuestos multifuncionales A, B, C y D es  $\geq 5$  mg/kg, en la que es Y = H o un compuesto de fórmula (X)



10

en la que

R<sub>16</sub> puede ser de manera igual o distinta H, alquilo C<sub>1</sub> a C<sub>20</sub>, C<sub>6</sub>H<sub>5</sub> o C(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>, y u puede ser 0, 1, 2 ó 3, en la que M e Y tienen el significado indicado anteriormente.

- 15 4. Composición según una de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizada porque** además de las fosfinas de fórmula (I) están contenidos también los correspondientes óxidos de fosfina.
5. Composición según una de las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizada porque** como triarilfosfina se usa trifenilfosfina.
- 20 6. Composición según una de las reivindicaciones 1 a 5, **caracterizada porque** las fosfinas usadas se usan en cantidades de 10 mg/kg a 2000 mg/kg con respecto al peso total de la composición.
7. Composición según una de las reivindicaciones 2 a 6, **caracterizada porque** los fosfatos de alquilo usados se usan en cantidades de 0,5 mg/kg a 500 mg/kg con respecto al peso total de la composición.
- 25 8. Composición según una de las reivindicaciones 1 a 7, **caracterizada porque** se usa 3-(3,5-di-t-butil-4-hidroxifenil)-propionato de n-octadecilo en cantidades de 10 mg/kg a 800 mg/kg, con respecto al peso total de la composición.

9. Composiciones de policarbonato de masa fundida según una de las reivindicaciones 1 a 8 con un amarilleo posterior  $\Delta YI$ , la diferencia del YI tras el envejecimiento térmico de la probeta normalizada según la norma ASTM D-1925 y del YI de un cuerpo moldeado recién inyectado tras un almacenamiento de 1000 horas a 135°C en aire, inferior a 4,8.
- 5 10. Procedimiento para la preparación de composiciones de policarbonato según una de las reivindicaciones 1 a 9, **caracterizado porque** el policarbonato que va a usarse se prepara mediante reacciones de transesterificación en masa fundida de bisfenoles y diésteres del ácido carbónico.
- 10 11. Procedimiento para la preparación de composiciones de policarbonato según una de las reivindicaciones 1 a 10, **caracterizado porque** el policarbonato que va a usarse se prepara mediante condensación de oligómeros de carbonato, que contienen grupos terminales hidroxilo y/o carbonato, y bisfenoles así como diésteres del ácido carbónico.
- 15 12. Procedimiento para la preparación de composiciones de policarbonato de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 11, **caracterizado porque** los aditivos usados se alimentan al flujo de masa fundida de policarbonato de masa fundida después de la última etapa de policondensación por medio de una prensa extrusora lateral y a continuación se mezclan en mezcladoras estáticas.
- 20 13. Procedimiento para la preparación de composiciones de policarbonato de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 12, **caracterizado porque** una mezcla preparada de fosfina con 3-(3,5-di-t-butil-4-hidroxifenil)-propionato de n-octadecilo se alimenta al flujo de masa fundida de policarbonato de masa fundida después de la última etapa de policondensación por medio una prensa extrusora lateral y a continuación se mezcla en mezcladoras estáticas.
14. Procedimiento para la preparación de composiciones de policarbonato de acuerdo con la reivindicación 13, **caracterizado porque** la mezcla de fosfina y 3-(3,5-di-t-butil-4-hidroxifenil)-propionato de n-octadecilo se alimenta en forma líquida por medio de una prensa extrusora lateral y a continuación se mezcla en mezcladoras estáticas.
15. Cuerpo moldeado que contiene una composición según una de las reivindicaciones 1 a 9.