



# OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11) Número de publicación: 2 438 179

51 Int. Cl.:

**C08G 64/14** (2006.01) **C08L 69/00** (2006.01)

(12)

## TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

**T3** 

(96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: 23.04.2009 E 09738609 (8)
 (97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: 04.09.2013 EP 2272889

(54) Título: Resina de policarbonato que tiene capacidad de absorción de rayos ultravioleta, composición de resina y material óptico

(30) Prioridad:

28.04.2008 JP 2008117388

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente: 16.01.2014

(73) Titular/es:

MITSUBISHI GAS CHEMICAL COMPANY, INC. (100.0%) 5-2, Marunouchi 2-chome Chiyoda-ku, Tokyo 100-8324, JP

(72) Inventor/es:

KATO, NORIYUKI; YOSHIDA, SHU; YAMADA, TOSHIAKI y HAGIWARA, JUN

(74) Agente/Representante:

GARCÍA-CABRERIZO Y DEL SANTO, Pedro

## **DESCRIPCIÓN**

Resina de policarbonato que tiene capacidad de absorción de rayos ultravioleta, composición de resina y material óptico.

#### CAMPO TÉCNICO

25

30

35

La presente invención se refiere a una resina de policarbonato que tiene capacidad de absorción de rayos ultravioleta, y una composición de resina y material óptico que la contiene. Más específicamente, la presente invención se refiere a una resina de policarbonato de baja volatilidad y absortividad de rayos ultravioleta, y una composición de resina y material óptico capaz de filtrar rayos UV de 400 nm o más cortos al añadirle la resina.

#### TÉCNICA ANTECEDENTE

- Filtros de corte de rayos UV para cámaras son lo que intenta bloquear los rayos UV sin influir en la luz visible o las propiedades de color de las lentes en absoluto. Por consiguiente, se requiere que tengan características de transmisión de la luz que cambian drásticamente (características de corte preciso) en la región limítrofe entre la luz visible y los rayos UV. Y se requiere también que tengan características de transmisión de la luz plana para la luz visible y que tengan excelentes propiedades de presentación de color.
- Como un vidrio capaz de absorber y/o bloquear rayos UV, se conoce un vidrio que contiene óxido de cerio (Documento de Patente 1). El óxido de cerio tiene una absorción fuerte a aproximadamente 310 nm, sin embargo, para obtener un vidrio capaz de absorber la luz de 350 nm o más larga, puede ser necesaria una gran cantidad de óxido de cerio. Un vidrio que contiene óxido de cerio en una gran cantidad puede absorber luz visible y puede estar teñido de amarillo o marrón. Dicho vidrio puede bloquear no solamente los rayos UV sino también la luz visible, y es inferior en términos de propiedades de bloquear selectivamente los rayos UV.

Por lo tanto, se ha considerado usar materiales plásticos en lugar de dicho vidrio. Para bloquear los rayos UV mediante materiales plásticos, se conoce el método de añadir cualquier absorbente de rayos ultravioleta orgánico, tal como compuestos de la serie del benzotriazol, la serie de la benzofenona y la serie del ácido salicílico a materiales plásticos (véase el Documento de Patente 2). Sin embargo, muchas de las resinas termoplásticas a las que se ha añadido cualquier absorbente de rayos ultravioleta de bajo peso molecular pueden padecer volatilización y el problema de depósito en el molde cuando se someten a un proceso de formación a una temperatura elevada.

Existe otro problema de que los materiales de corte de rayos UV convencionales padecen de falta de precisión de cambio de las características de transmisión de la luz en la región limítrofe entre la luz visible y los rayos UV. Y el grosor de la lente de filtro de corte de rayos UV convencional no es tan fino para que no tenga suficiente transmisión para la luz visible, suficientes características de transmisión de la luz plana para luz visible, y excelentes propiedades de presentación de color.

Como un método para mejorar la fluidez, se conoce la adición de un compuesto de dihidroantraceno a resinas de policarbonato (Documento de Patente 3). Sin embargo, cualesquiera propiedades ópticas tales como distribución de la absorbancia no se describen. Aunque se proponen resinas de policarbonato que tienen un esqueleto de antraceno en la cadena principal (Documento de Patente 4), éstas son malas en términos de resistencia a la luz, y no pueden usarse como un material óptico.

## DOCUMENTOS DE LA TÉCNICA ANTERIOR

#### **DOCUMENTOS DE PATENTE**

[Documento de Patente 1] Patente Japonesa Nº 3017468

40 [Documento de Patente 2] JP-B-57-45259

[Documento de Patente 3] JP-A-2004-149746

[Documento de Patente 4] JP-A-60-179420

## DIVULGACIÓN DE LA INVENCIÓN

#### PROBLEMAS A RESOLVER POR LA INVENCIÓN

Un objeto de la presente invención es proporcionar una resina de policarbonato, composición de resina y material óptico que pueda filtrar rayos UV de 400 nm o más largos y sean excelentes en propiedades de presentación de color, y sean útiles como material de corte de rayos UV.

## MEDIOS DE RESOLUCIÓN DE LOS PROBLEMAS

En las anteriores circunstancias, los inventores de la presente invención realizaron diversos estudios para proporcionar materiales de corte de rayos UV que tienen precisión de capacidad de corte para rayos UV mediante un menor contenido, y como resultado, elaboraron la presente invención. Es decir, la presente invención se refiere a una resina de policarbonato que tiene al menos un grupo terminal que se representa mediante la fórmula (1).

## [Fórmula Química 1]

$$R^{2}$$
 $R^{3}$ 
 $R^{4}$ 
 $R^{5}$ 
 $R^{6}$ 
 $R^{7}$ 
 $R^{7}$ 
 $R^{1}$ 
 $R^{1}$ 
 $R^{9}$ 
 $R^{8}$ 
 $R^{7}$ 
 $R^{7}$ 

(En la fórmula, R¹-R9, cada uno independientemente, representan un átomo de hidrógeno, un átomo de halógeno o un grupo alquilo. X¹ representa un enlace directo o un grupo alquileno.)

## 10 EFECTO DE LA INVENCIÓN

5

15

30

La resina de policarbonato de la invención tiene capacidad de absorción de rayos UV, y la composición de resina y el material óptico que la contiene muestra capacidad de corte de rayos UV cuando está siendo irradiado con rayos UV. La resina de policarbonato de la invención, y la composición de resina y el material óptico que la emplea son útiles en diversas aplicaciones, dependiendo de sus formulaciones. Estos son útiles en diversas aplicaciones tales como no solamente filtros de corte de rayos UV para cámaras pero también colectores de energía solar, recubrimientos poliméricos, películas de plástico transparentes, aparatos de dispersión fluorescentes, materiales para envases, recubrimientos para ventanas de vinilo, recubrimientos de automóvil, recubrimientos para accesorios de interior, epoxis y estructuras de fibra de vidrio.

## MODO PARA LLEVAR A CABO LA INVENCIÓN

La presente invención se refiere a una resina de policarbonato que tiene al menos un grupo terminal que se representa mediante la fórmula (1) a continuación.

## [Fórmula Química 2]

$$R^{2}$$
 $R^{3}$ 
 $R^{4}$ 
 $R^{5}$ 
 $R^{6}$ 
 $R^{7}$ 
 $R^{7}$ 
 $R^{1}$ 
 $R^{9}$ 
 $R^{8}$ 
 $R^{7}$ 

En la fórmula, R¹-R9, cada uno independientemente, representan un átomo de hidrógeno, un átomo de halógeno o un grupo alquilo. X¹ representa un enlace directo o un grupo alquileno.

Los ejemplos del átomo de halógeno representado por cada uno de  $R^1$ - $R^9$  incluyen átomos de cloro y de bromo. El grupo alquilo representado por cada uno de  $R^1$ - $R^9$  es, preferentemente, un grupo alquilo  $C_1$ - $C_4$ .  $X^1$  es, preferentemente, un enlace directo (enlace sencillo) o un grupo alquileno  $C_1$ - $C_4$ .

Los ejemplos preferibles de la resina de policarbonato de la invención incluyen resinas de policarbonato que tienen el grupo terminal en el que todos de R¹-R⁰ son átomos de hidrógeno y X¹ es un metileno.

La resina de policarbonato de la invención puede prepararse haciendo reaccionar monool de antraceno en transesterificación de bisfenol (o bisfenoles) o diol (o dioles) y carbonato (o carbonatos) de bisarilo.

## ES 2 438 179 T3

En el método descrito anteriormente, puede usarse fosgeno o carbonato de bisarilo tal como carbonato de difenilo, carbonato de di-p-tolilo, carbonato de di-p-tolilo, carbonato de di-p-clorofenilo y carbonato de dinaftilo como un compuesto capaz de formar un éster de carbonato. Estos compuestos pueden usarse individualmente o en combinación de dos o más de los mismos.

- En el método descrito anteriormente, se mezclan bisfenol (o bisfenoleses) y carbonato (o carbonatos) de bisarilo y a continuación se hacen reaccionar a presión reducida a una temperatura elevada. La temperatura de reacción es habitualmente de 150 a 350 grados Celsius, preferentemente de 200 a 300 grados Celsius; y el grado de presión reducida es preferentemente igual o menor de 133 Pa al final de la reacción, de modo que los fenoles derivados de bisarilo (o bisarilos) formados mediante transesterificación se eliminan por destilación del sistema de reacción. El periodo de reacción puede depender de la temperatura de reacción y el grado de presión reducida, y habitualmente de 1 a 4 horas. La reacción se lleva a cabo preferentemente en la atmósfera de gas inerte tal como nitrógeno o argón gaseoso. La ramificación puede generarse durante la reacción. Si se desea, la reacción puede llevarse a cabo con adición de un agente para controlar el peso molecular, antioxidante o agente ramificante.
- En el método descrito anteriormente, se usa cualquier catalizador de compuesto básico. Los ejemplos del catalizador de compuesto básico a usar incluyen compuestos de metales alcalinos y/o compuestos de metales alcalinotérreos y compuestos que contienen nitrógeno. Entre estos, sales de ácidos orgánicos, sales de ácidos inorgánicos, óxidos, hidróxidos, hidruros y alcóxidos de compuestos de metales alcalinos y compuestos de metales alcalinotérreos; hidróxidos de amonio cuaternario y sales de los mismos; y aminas; son preferibles. Y dichos compuestos pueden usarse individualmente o en combinación de dos o más de los mismos. Dicho catalizador se usa habitualmente en una cantidad de 10<sup>-9</sup> a 10<sup>-3</sup> moles con respecto a 1 mol de todo el compuesto (o compuestos) de hidroxi, preferentemente en una cantidad de 10<sup>-7</sup> a 10<sup>-4</sup> moles.
  - Los ejemplos de monool de antraceno, que puede usarse en la reacción descrita anteriormente, incluyen 9-(hidroximetil)antraceno, 2-cloro-9-(hidroximetil)antraceno, 10-bromo-9-(hidroximetil)antraceno, 9-hidroximetil-1-metilantraceno, 9-hidroximetil-2-metilantraceno, 2-etil-9-hidroximetilantraceno y 9-hidroxiantraceno. Especialmente, 9-(hidroximetil)antraceno (también conocido como 9-antraceno metanol) es preferible.

25

30

35

50

55

En la reacción descrita anteriormente, puede usarse monool de antraceno en una cantidad del 0,001% en moles al 0,495% en moles con respecto a los moles totales de compuesto (o compuestos) de diol y bisfenol (o bisfenoles), es decir, monómeros de la polimerización. Preferentemente, puede usarse monool de antraceno en una cantidad del 0,005% en moles al 0,40% en moles. Más preferentemente, puede usarse monool de antraceno en una cantidad del 0,025% en moles al 0,25% en moles.

Los ejemplos específicos del compuesto (o compuestos) de bisfenol, que pueden usarse para preparar la resina de policarbonato de la invención, incluyen 9,9-bis(4-hidroxifenil)fluoreno, 9,9-bis(3-metil-4-hidroxifenil)fluoreno, bis(4-hidroxifenil)metano, 1,1-bis(4-hidroxifenil)etano, 2,2-bis(4-hidroxifenil)propano, 2,2-bis(4-hidroxifenil)propano, 1,1-bis(4-hidroxifenil)-1-feniletano, 1,1-bis(4-hidroxifenil)ciclohexano, 1,1-bis(4-hidroxifenil)-3,3,5-trimetilciclohexano,  $\alpha$ -bis (4-hidroxifenil)- $\alpha$ - $\alpha$ -d'-tetrametil-m-xileno y  $\alpha$ -d'-bis (4-hidroxifenil)- $\alpha$ - $\alpha$ -d'-tetrametil-p-xileno.

Los ejemplos específicos del compuesto (o compuestos) de hidroxi, que pueden usarse para preparar la resina de policarbonato de la invención, incluyen triciclo[5.2.1.0<sup>2.6</sup>]decano dimetanol, ciclohexano-1,4-dimetanol, decalin-2,6-dimetanol, norbornano dimetanol, pentaciclo pentadecano dimetanol, ciclopentano-1,3-dimetanol, 1,4-butanodiol, 1,5-pentanodiol, 1,6-hexanodiol, 1,9-nonanodioles, pentaciclo[6.5.1.1<sup>3,6</sup>.0<sup>2.7</sup>.0<sup>9,13</sup>]pentadecano dimetanol, pentaciclo[9.2.1.1<sup>4,7</sup>.0<sup>2,10</sup>.0<sup>3,8</sup>] pentadecano dimetanol, decalin dimetanol, ciclohexano dimetanol, 3,9-bis(1,1-dimetil-2-hidroxietil)-2,4,8,10-tetraoxa espiro[5.5]undecano, isosorbit, 9,9-bis(4-(2-hidroxietoxi)fenil)fluoreno, 9,9-bis(4-(2-hidroxietoxi)-3-terc-butilfenil)fluoreno, 9,9-bis(4-(2-hidroxietoxi)-3-isopropilfenil)fluoreno, 9,9-bis(4-(2-hidroxietoxi)-3-ciclohexilfenil)fluoreno y 9,9-bis (4-(2-hidroxietoxi)-3-fenilfenil)fluoreno.

La temperatura de transición vítrea de la resina de policarbonato de la invención es, preferentemente, de 95 a 165 grados Celsius, más preferentemente de 105 a 165 grados Celsius. Si la temperatura de transición vítrea es menor de 95 grados Celsius, la resistencia térmica de la resina puede disminuir, y el entorno de uso de la resina puede estar restringido, lo que no es preferible. Si la temperatura de transición vítrea es mayor de 165 grados Celsius, la fluidez de la resina puede disminuir, y las condiciones de formación pueden volverse estrictas, lo que no es preferible. O si el peso molecular se reduce para conseguir la suficiente fluidez, la resina puede ser quebradiza, lo que no es preferible.

El peso molecular promedio en peso convertido en poliestireno de la resina de policarbonato de la invención es, preferentemente, de 20.000 a 200.000, más preferentemente de 35.000 a 100.000. Cuando el peso molecular promedio en peso convertido en poliestireno es menor de 20.000, no es preferible dado que la resistencia mecánica se reduce. Cuando éste es superior a 200.000, no es preferible dado que la fluidez se deteriora y las condiciones de moldeo se vuelven estrictas.

## ES 2 438 179 T3

Es deseable minimizar una cantidad de la sustancia extraña contenida en el policarbonato de la invención; y, por lo tanto, la filtración del material fundido o la solución de catalizador se llevan a cabo preferentemente. La malla del filtro a usar para filtrar es preferentemente de 0,01 a 5  $\mu$ m, más preferentemente de 0,1 a 1  $\mu$ m. Además, el policarbonato obtenido se somete, preferentemente, a filtración con un filtro polimérico. La malla del filtro polimérico es, preferentemente, de 0,5 a 100  $\mu$ m, más preferentemente de 1 a 30  $\mu$ m. Naturalmente, la etapa para recoger gránulos de resina se lleva a cabo en el entorno con poco polvo. Por lo tanto, la etapa se lleva a cabo preferentemente en un entorno de Clase 1000 o menos, más preferentemente se lleva a cabo en un entorno de Clase 100 o menos. Debe observarse que entorno de Clase X significa un entorno en el que hay X cantidad de partículas, que tienen un tamaño de partícula de 0,5  $\mu$ m o mayor, en 1 pie cúbico (0,028 m3).

- 10 El policarbonato de la invención se somete preferentemente a un tratamiento para retirar o inactivar el catalizador en términos de termoestabilidad y estabilidad hidrolítica. Habitualmente, la neutralización del catalizador de transesterificación tal como compuestos de metales alcalinos y compuestos de metales alcalinotérreos mediante adición de cualquier sustancia (o sustancias) ácidas conocidas se lleva a cabo preferentemente. Los ejemplos específicos de dicho compuesto incluyen compuestos ácidos que contienen fósforo tales como ácido fosfórico, ácido 15 fosforoso, ácido hipofosforoso, fenilfosfato, fenilfosfina, ácido fenilfosfínico, ácido fenilfosfórico, difenilfosfato, difenilfosfita, difenilfosfina, óxido de difenilfosfina, ácido difenilfosfónico, fosfato ácido de monometilo, fosfita ácida de monometilo, fosfato ácido de dimetilo, fosfita ácida de dimetilo, fosfato ácido de monobutilo, fosfita ácida de monobutilo, fosfato ácido de dibutilo, fosfato ácido de monoestearilo y fosfato ácido de diestearilo; y compuestos de ácido sulfónico aromáticos tales como ácido p-toluenosulfónico, p-toluenosulfónico de 20 metilo, p-toluenosulfonato de etilo, p-toluenosulfonato de propilo, p-toluenosulfonato de butilo, p-toluenosulfonato de pentilo, p-toluenosulfonato de hexilo, p-toluenosulfonato de octilo, p-toluenosulfonato de fenilo, p-toluenosulfonato de fenetilo y p-toluenosulfonato de naftilo.
- Una cantidad del compuesto (o compuestos) ácidos que contienen fósforo o el compuesto (o compuestos) de ácido sulfónico aromático que se añadirá es, preferentemente, de 1/5 a 20 veces, más preferentemente de 1/2 a 10 veces, de la cantidad equivalente para neutralización del catalizador de compuesto básico tal como cualquier compuesto (o compuestos) de metales alcalinos y/o cualquier compuesto (o compuestos) de metales alcalinotérreos. Si la cantidad es menor que el intervalo, no puede obtenerse el efecto; y si está en exceso, no es apropiado dado que la propiedad termorresistente y la propiedad mecánica se reducen.
- Cualquier sal (o sales) de fosfonio sulfónicas también se usa preferentemente como agente para inactivar el catalizador. Los ejemplos de la sal de fosfonio sulfónicas aromáticas incluyen sal de tetrabutilfosfonio de ácido bencenosulfónico, sal de tetrabutilfosfonio del ácido p-toluenosulfónico, sal de tetrabutilfosfonio del ácido butilbencenesulfónico, sal de tetrabutilfosfonio del ácido dodecilbencenesulfónico, sal de tetrabutilfosfonio del ácido dodecilbencenosulfónico, sal de tetrabutilfosfonio del ácido dodecilbencenosulfónico, sal de tetrabutilfosfonio del ácido dodecilbencenosulfónico, sal de tetrabutilfosfonio del ácido dodecilbencenosulfónico.
- Una cantidad de la sal (o sales) de fosfonio sulfónicas aromáticas que se añadirán es habitualmente de 1 a 300 ppm, preferentemente de 10 a 100 ppm, con respecto a una cantidad de la resina de policarbonato. Si la cantidad es menor que el intervalo, el efecto no puede obtenerse; y si ésta es excesiva, no es apropiada dado que la propiedad termorresistente y la propiedad mecánica se reducen.
- La invención también se refiere a una composición de resina que contiene el policarbonato con absortividad de rayos 40 ultravioleta de la invención. Una realización de la composición de resina de la invención es una composición de resina que contiene la resina de policarbonato de la invención y al menos una resina sintética diferente de la resina de policarbonato de la invención. Otra resina (o resinas) que se usarán no están limitadas y pueden seleccionarse entre cualesquiera resinas sintéticas conocidas. Los ejemplos de la resina termoplástica que puede usarse en la invención incluyen resinas de cloruro de polivinilo, resinas de cloruro de polivinilideno, poliolefinas, policarbonatos, 45 poliestirenos, resinas acrílicas, resinas metacrílicas, poliamidas, poliésteres, resinas de ABS, poliuretanos termoplásticos, copolímeros de cloruro de vinilo-cloruro de vinilideno-acrilonitrilo, resinas de acrilonitrilo-estireno (AS), resinas de acetato de vinilo, resinas de éter de polifenileno, polisulfonas, resinas de poliéter sulfona, resinas de poliéter éter cetona y polímeros de cristal líquido. Entre estos, se usan preferentemente resinas de cloruro de polivinilo, resinas de cloruro de polivinilideno, poliolefinas, policarbonatos, poliestirenos, resinas acrílicas, resinas metacrílicas, poliamidas, poliésteres, resinas de ABS y poliuretanos termoplásticos. Más preferentemente, se usan 50 policarbonatos y poliésteres en términos de compatibilidad. De acuerdo con la invención, puede usarse otra resina sintética individualmente o en combinación de dos o más de las mismas.
  - La relación de la resina de policarbonato de la invención en la composición no está limitada, y puede seleccionarse entre diversos intervalos. Habitualmente, la relación en peso es de 40:60 a 0,005:99,995, y preferentemente de 30:30 a 0,05:99,95.

55

La composición de resina de la invención puede contener cualquier aditivo (o aditivos) conocidos dependiendo de su diana, a menos que las propiedades de la resina de policarbonato con absortividad de rayos ultravioleta de la invención se rebaien.

La composición de resina de la invención preferentemente contiene un antioxidante (o antioxidantes). Los ejemplos del antioxidante incluyen compuestos de fosfita tales como trifenilfosfita, tris(4-metilfenil)fosfita, tris(4-tbutilfenil)fosfita, tris(monononilfenil)fosfita, tris(2-metil-4-etilfenil)fosfita, tris(2-metil-4-t-butilfenil)fosfita, tris(2,4-di-ttris(2.4-di-t-butil-5-metilfenil)fosfita. butilfenil)fosfita. tris(2.6-di-t-butilfenil)fosfita. tris(mono,dinonilfenil)fosfita, 5 bis(monononilfenil)pentaeritritol-di-fosfita, bis(2,4-di-t-butilfenil)pentaeritritol-di-fosfita, bis(2,6-di-t-butil-4metilfenil)pentaeritritol-di-fosfita, bis(2,4,6-tri-t-butilfenil)pentaeritritol-di-fosfita, bis(2,4-di-t-butil-5-2,2-metilenbis(4,6-dimetilfenil)octilfosfita, 2,2-metilenbis(4-t-butil-6-metilfenil)octil metilfenil)pentaeritritol-di-fosfita, fosfita, 2,2-metilenbis(4,6-di-t-butilfenil)octilfosfita, 2,2-metilenbis(4,6-dimetilfenil)hexilfosfita, 2,2-etilenbis(4,6-di-tbutilfenil)hexilfosfita y 2,2-metilenbis(4,6-di-t-butilfenil)estearilfosfita; compuestos de la serie del fenol impedidos tales 10 pentaeritritil-tetrakis[3-(3,5-di-t-butil-4-hidroxifenil)propionato], 1,6-hexanodiol-bis[3-(3,5-di-t-butil-4octadecil-3-(3,5-di-t-butil-4-hidroxifenil)propionato. 1,3,5-trimetil-2,4,6-tris(3,5-di-t-butil-4hidroxibencil)benceno, trietilenglicol-bis[3-(3-t-butil-5-metil-4-hidroxifenil)propionato], 3,9-bis[2-[3-(3-t-butil-4-hidroxi-5-metil-4-hi metilfenil)propioniloxi]-1,1-dimetiletil}-2,4,8,10-tetraoxaespiro[5,5]undecano y 1,1,3-tris[2-metil-4-(3,5-di-t-butil-4hidroxifenilpropionilo; y 5,7-di-t-butil-3-(3,4-dimetilfenil)-3H-benzofuran-2-on. Estos antioxidantes pueden usarse 15 individualmente o en combinación de dos o más de los mismos.

Una cantidad del antioxidante que se añadirá es, preferentemente, del 0,005 al 0,1% en peso, más preferentemente del 0,01 al 0,08% en peso, y aún más preferentemente del 0,01 al 0,05% en peso con respecto al 100% en peso del policarbonato de la invención. Si la cantidad es inferior al intervalo, el efecto no puede obtenerse; y, si está en exceso no es apropiada, dado que la propiedad termorresistente y la propiedad mecánica se rebajan.

- 20 Pueden usarse cualesquiera agentes de liberación habituales, y los ejemplos del agente incluyen parafinas naturales y sintéticas, aceites de silicona, ceras de polietileno, ceras de abeja, ácido esteárico, monoglicérido del ácido esteárico, estearato de estearilo, monoglicérido del ácido palmítico, behenato de behenilo, diestearato de pentaeritritol y tetraestearato de pentaeritritol. Estos compuestos pueden usarse individualmente o en combinación de dos o más de los mismos.
- Otros aditivos tales como retardantes de la llama, agentes antiestáticos, pigmentos y colorantes pueden usarse individualmente o en combinación de los mismos, si se desea.

Estos aditivos pueden añadirse de acuerdo con cualesquiera métodos tales como un método de adición del aditivo (o aditivos) a una resina fundida después del final de la policondensación y un método de mezclado y amasado del aditivo (o aditivos) con una resina re-fundida después de granulación refrigerada. El método de adición del aditivo (o aditivos) a una resina fundida después del final de la policondensación es preferible, dado que el historial térmico puede reducirse. La adición del aditivo (o aditivos) puede llevarse a cabo de acuerdo con cualesquiera métodos tales como un método de vertido del aditivo (o aditivos) en un recipiente de polimerización directamente y un método de mezclado y amasado de aditivo (o aditivos) usando una extrusora de tornillo único, extrusora de doble tornillo o similar. La realización de la adición del aditivo (o aditivos) no está limitada y, por ejemplo, puede añadirse intacto sin dilución, puede diluirse en un disolvente miscible antes de la adición o puede añadirse en forma de una mezcla maestra. El tiempo de adición del aditivo (o aditivos) tampoco está limitado y, preferentemente, se añade en el momento de o después de añadir cualquier agente (o agentes) de inactivación para catalizador (o catalizadores). En las realizaciones que emplean una extrusora y, especialmente, agua pura o disolventes como auxiliar de desvolatilización para cualquier compuesto (o compuestos) de bajo peso molecular, el aditivo (o aditivos) se añaden preferentemente después de un tratamiento de desvolatilización dado que algunos tipos del aditivo (o aditivos) pueden hidrolizarse o retirarse con el auxiliar de desvolatilización. Y si se usa el aditivo (o aditivos) que muestra termoestabilidad relativamente baja, su adición en la posible parte terminal de la extrusora es eficaz para reducir el historial térmico.

## **EJEMPLOS**

30

35

40

55

- La presente invención se ilustrará con más detalle en referencia a varios ejemplos a continuación, que no pretenden limitar el alcance de la presente invención. Los datos de los siguientes ejemplos se midieron de acuerdo con los siguientes métodos y los siguientes instrumentos.
  - 1) Aparato de inyección en molde: se usó el "SH50" producido por Sumitomo Heavy Industries, Ltd.
- 2) Absorbancia: La absorbancia de cada una de las placas moldeadas por inyección (grosor: 3 mm) preparadas en cada uno de los siguientes ejemplos se midió usando un espectrómetro de registro, "U3500" fabricado por HITACHI.

## [Ejemplo 1]

## Ejemplo 1

En una vasija del reactor de 50 litros equipado con un agitador y un instrumento de destilación, se colocaron 2,286 kg (10,01 moles) de 2,2-bis(4-hidroxifenil)propano, 9,893 kg (46,19 moles) de difenilcarbonato, 0,02225 g (2,650 × 10<sup>-4</sup> moles) de hidrogenocarbonato sódico y 33,83 g (0,1620 moles) de 9-antraceno metanol, y se calentaron y agitaron en una atmósfera de nitrógeno de 101 kPa hasta 215 grados Celsius durante una hora.

Después de eso, el grado de la presión reducida se ajustó a 20 kPa durante 25 minutos, y se llevó a cabo la transesterificación de la mezcla en las condiciones de 20 kPa y 215 grados Celsius durante 20 minutos. Además, la temperatura se incrementó hasta 240 grados Celsius a una velocidad de 37,5°C/h, y a la mezcla se le permitió reposar en el estado de 20 kPa y 240 grados Celsius durante 10 minutos. Después de eso, el grado de la presión reducido se ajustó a 16 kPa durante 10 minutos, y a la mezcla se le permitió reposar en las condiciones de 16 kPa y 240 grados Celsius durante 70 minutos. Después de eso, el grado de la presión reducida se ajustó a 13,3 kPa durante 10 minutos, y a la mezcla se le permitió reposar en las condiciones de 13,3 kPa y 240 grados Celsius durante 10 minutos. Además, el grado de la presión reducida se ajustó a 0,1 kPa o menos durante 40 minutos, y se llevó a cabo la polimerización de la mezcla en agitación en las condiciones de 0,1 kPa o menos y 240 grados Celsius durante 10 minutos. Después del final de la reacción, el interior de la vasija del reactor se presurizó mediante nitrógeno gaseoso, y el policarbonato obtenido se extrajo de ella mientras se granulaba. El peso molecular promedio en peso (PM) del policarbonato obtenido era de 38.000, y la temperatura de transición vítrea (Tg) era de 142 grados Celsius 10,0 kg del policarbonato obtenido se secaron al vacío a 100 grados Celsius durante 24 horas, se les añadieron 1,5 ppm de ácido fosforoso, 50 ppm de difenilfosfita, 500 ppm de "ADK STAB PEP-36" (fabricado por ADEKA CORPORATION), 200 ppm de "IRGANOX1010" (fabricado por Ciba Geigy Co., Ltd.,) y 300 ppm de monoestearato de glicerina, se mezclaron y amasaron con ellos usando una extrusora (una extrusora de doble tornillo de dirección única de 35 mm de tipo IPT fabricada por IPEC CORPORATION) a 260 grados Celsius, y a continuación se granularon. De esta manera, se obtuvieron gránulos. El PM del gránulo era de 42.100.

Secándose al vacío a 100 grados Celsius durante 5 horas, el gránulo se sometió a un moldeo por inyección a una temperatura del cilindro de 250 grados Celsius y una temperatura del molde de 100 grados Celsius para dar una placa moldeada por inyección transparente e incolora que tenía un diámetro de 70 mm y un grosor de 3,0 mm. La absorbancia de la placa de muestra se midió y se descubrió que la placa de muestra bloqueaba los rayos UV de 400 nm o más cortos. El mismo material se sometió a un moldeo por inyección de 300 inyecciones de forma continua, y se descubrió que no se producía ningún depósito en molde sobre el molde.

## 25 [Ejemplo 2]

10

15

30

35

40

55

## Ejemplo 2

20 Kg de una resina de policarbonato preparada usando bisfenol A como material (Nombre del producto: "lupilon H-4000" fabricado por Mitsubishi Engineering-Plastics Corporation) y 5,0 kg de la resina preparada en el Ejemplo 1 se mezclaron y amasaron usando una extrusora (una extrusora de doble tornillo de dirección única de 35 mm de tipo IPT fabricada por IPEC CORPORATION) a 255 grados Celsius, y a continuación se granularon. De esta manera, se obtuvieron gránulos.

Se preparó una placa moldeada por inyección de la misma manera que en el Ejemplo 1, se midió su absorbancia, y se descubrió que la placa de muestra bloqueaba los rayos UV de 400 nm o más cortos. El mismo material se sometió a un moldeo por inyección de 300 inyecciones de forma continua, y se descubrió que no se producía ningún depósito en molde sobre el molde.

#### Ejemplo comparativo 1

Una resina de policarbonato preparada usando bisfenol A como material (Nombre del producto: "lupilon H-4000" fabricado por Mitsubishi Engineering-Plastics Corporation) se secó al vacío a 100 grados Celsius durante 5 horas, y se sometió a un moldeo por inyección a una temperatura del cilindro de 250 grados Celsius y una temperatura del molde de 100 grados Celsius para dar una placa moldeada por inyección transparente e incolora que tenía un diámetro de 70 mm y un grosor de 3,0 mm. La absorbancia de la placa de muestra se midió y se descubrió que la placa de muestra no bloqueaba los rayos UV de 400 nm o más cortos completamente (la transmitancia a 400 nm era del 87.0%).

## Ejemplos comparativos 2 y 3

Como absorbente de rayos ultravioleta, se añadieron respectivamente el 0,8% en peso (Ejemplo comparativo 2) y el 2,0% en peso (Ejemplo comparativo 3) de 2,2'-dihidroxi-4,4'-dimetoxibenzofenona a una resina de policarbonato preparada usando bisfenol A como material (Nombre del producto: "lupilon H-4000" fabricado por Mitsubishi Engineering-Plastics Corporation), se prepararon placas de muestra que tenían un grosor de 3 mm de la misma manera que en el Ejemplo 1 respectivamente, y a continuación se midieron las distribuciones de luz transmitida. Se midió la absorbancia de las placas de muestra y se descubrió que las placas de muestra bloqueaban los rayos UV de 400 nm o más cortos. Sin embargo, también se descubrió que las muestras adquirían fácilmente un matiz amarillo.

Además, los mismos materiales de los Ejemplos comparativos 2 y 3 se sometieron a un moldeo por inyección de 300 inyecciones de forma continua, y se descubrió que se producía depósito en molde sobre los moldes usados en los Ejemplos comparativos 2 y 3.

## **REIVINDICACIONES**

1. Una resina de policarbonato que tiene al menos un grupo terminal que se representa mediante la fórmula (1) a continuación.

## [Fórmula 1]

$$R^{2}$$
 $R^{1}$ 
 $X^{1}$ 
 $R^{9}$ 
 $R^{8}$ 
 $R^{3}$ 
 $R^{4}$ 
 $R^{5}$ 
 $R^{6}$ 
 $R^{7}$ 
 $R^{7}$ 

- 5 (En la fórmula, R¹-R⁰, cada uno independientemente, representan un átomo de hidrógeno, un átomo de halógeno o un grupo alquilo. X¹ representa un enlace directo o un grupo alquileno).
  - 2. La resina de policarbonato de la reivindicación 1, que comprende una unidad estructural derivada de 2,2-bis(4-hidroxifenil)propano.
- 3. La resina de policarbonato de la reivindicación 1, en la que, en la fórmula (1), R¹-R⁰ son átomos de 10 hidrógeno; y X¹ es un metileno.
  - 4. La resina de policarbonato de la reivindicación 1, producida de acuerdo con un método de transesterificación.
  - 5. Una composición de resina que comprende una resina de policarbonato de la reivindicación 1.
  - 6. Un material óptico formado por una resina de policarbonato de la reivindicación 1.
  - 7. Un material óptico formado por una composición de resina de la reivindicación 5.