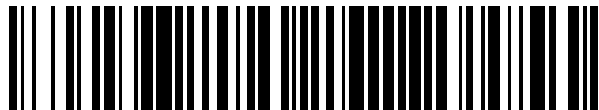


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 659 007**

51 Int. Cl.:

C08L 69/00 (2006.01)

C08K 5/5415 (2006.01)

C08K 5/42 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **24.02.2014 PCT/US2014/017912**

87 Fecha y número de publicación internacional: **04.09.2014 WO14133933**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **24.02.2014 E 14756235 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **13.12.2017 EP 2961799**

54 Título: **Composiciones de policarbonato retardadoras de la llama**

30 Prioridad:

28.02.2013 US 201313780084

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

13.03.2018

73 Titular/es:

**COVESTRO LLC (100.0%)
1 Covestro Circle
Pittsburgh, PA 15205, US**

72 Inventor/es:

**CHUNG, JAMES, Y.J. y
MASON, JAMES P.**

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 659 007 T3

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

DESCRIPCIÓN

Composiciones de policarbonato retardadoras de la llama

Campo de la invención

5 La presente invención se refiere en general a composiciones de policarbonato, más específicamente, la invención se refiere a composiciones de policarbonato que tienen un retardo de la llama mejorado.

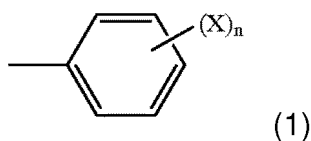
Antecedentes de la invención

10 Los polímeros de policarbonato son resinas termoplásticas que son útiles en varias aplicaciones de materiales plásticos que incluyen, por ejemplo, moldeo por inyección, extrusión, moldeo por rotación, moldeo por soplado, termoformación y similares. Las resinas termoplásticas de policarbonato muestran varias propiedades ventajosas del material y propiedades mecánicas que incluyen, por ejemplo, alta resistencia al impacto, excelente estabilidad dimensional, transparencia similar a vidrio, excelente resistencia térmica y tenacidad a baja temperatura. Estas propiedades, entre otras, hacen que las resinas termoplásticas de policarbonato sean atractivas como materiales de ingeniería para una amplia diversidad de aplicaciones que incluyen, por ejemplo, automoción y transporte, construcción y edificación, eléctrica y electrónica, telecomunicaciones, embalaje, médica, óptica/ofteológica y medios ópticos. En diversas aplicaciones, el retardo de la llama es una propiedad importante, por ejemplo, en aplicaciones eléctricas y electrónicas, tales como aparatos y carcasas y partes de equipos.

15 Weider y col., en la patente de EE.UU. n.º 5.693.697 describe la inclusión de 0,5 % de difenil dimetoxisilano como un aditivo retardador de la llama en combinación con 0,1 % de sulfonato de perfluorobutano de potasio para proporcionar una composición que muestra un retardo de la llama UL94-V0 a 2,6 mm. Sin embargo, el punto de ebullición del aditivo es de 304 °C a 101,3 kpa, que es demasiado bajo para la extrusión típica de preparación de compuestos y el moldeo por inyección de policarbonato (a 300-370 °C).

20 La patente de EE.UU. n.º 6.727.302, expedida a Goossens, y col., desvela poli(metilfenilsiloxano) como un aditivo retardador de la llama eficiente en combinación con sulfonato de perfluorobutano de potasio o KSS (difenilsulfon-3-sulfonato de potasio) para policarbonato.

25 Ono y col., en la patente de EE. UU. n. 6.727.303 proporcionan una composición de resina de policarbonato aromático retardador de la llama que comprende (1) 100 partes en peso de componentes de resina que comprenden 50 a 100 % en peso de una resina de policarbonato aromático (componente A-1), 0 a 50 % en peso de una resina a base de estireno (componente A-2) y 0 a 50 % en peso de una resina de poliéster aromático (componente A-3) y (2) 0,1 a 10 partes en peso de un compuesto de silicona (componente B) que contiene un grupo Si-H y un grupo aromático en la molécula basado en 100 partes en peso del total de los componentes de resina, en la que el compuesto de silicona es al menos uno seleccionado de compuestos de silicona que tienen (1) un contenido de grupo Si-H (contenido de Si-H) de 0,1 a 1,2 moles/100 g y (2) un contenido de un grupo aromático representado por la siguiente fórmula general (1) (contenido de grupo aromático) de 10 a 70 % en peso:



35 en la que los X son cada uno independientemente un grupo OH o el grupo orgánico monovalente residual que tiene 1 a 20 átomos de carbono y n es 0 o un número entero de 1 a 5, a condición de que cuando n es 2 o más, los X pueden diferir entre sí y artículos moldeados de los mismos. También se proporciona una composición de resina de policarbonato sin halógeno que tiene excelentes propiedades de transparencia y de prevención de goteo y artículos moldeados de la misma.

40 El documento WO 2012/107514, en nombre de Meyer y col., proporciona una composición de moldeo termoplástica retardadora de la llama. La composición contiene resina de policarbonato aromático, aproximadamente 0,01 a 0,15 % en peso de una sal, en la que la sal es una sal de metal alcalino o de metal alcalino térreo de ácido perfluoroalcanosulfónico, sulfimida aromática, ácido sulfónico aromático y aproximadamente 0,5 a 10 % en peso de poli- y/u oligo-ariloxisiloxano como sinergista retardador de la llama. La composición se caracteriza porque su clasificación de inflamabilidad es mejor que el de la resina de policarbonato aromático que solo contiene sal inorgánica de un derivado de ácido sulfónico alifático o aromático, sulfonamida o sulfonimida de acuerdo con la norma UL-94 V, mientras que se mantienen las propiedades mecánicas y ópticas de las composiciones.

Sigue existiendo la necesidad en la técnica de composiciones de policarbonato transparentes, respetuosas con el medio ambiente que sean retardadoras de la llama.

Sumario de la invención

50 En consecuencia, la presente divulgación proporciona tales composiciones de policarbonato transparentes,

respetuosas con el medio ambiente que son retardadoras de la llama, que muestran UL94-V0 a 2 mm. En una realización no limitante, la composición inventiva comprende un policarbonato y 0,2 % a 1,4 % de un 1,3-dimetoxitetrafenildisiloxano y 0,15 % a 0,20 % de una sal de metal alcalino de sulfonato de perfluorobutano, basado en el peso total del policarbonato, el compuesto 1,3-dimetoxitetrafenildisiloxano y la sal de metal alcalino sulfonato de perfluorobutano. La composición tiene una clasificación de retardo de la llama de UL 94V-0 a un espesor de 2 mm o menos, y la composición puede estar sustancialmente libre de agentes antigoteo a base de politetrafluoroetileno.

En otra realización no limitante, la presente invención proporciona un procedimiento para aumentar el retardo de la llama de una composición de policarbonato que implica añadir 0,2 % a 1,4 % de un compuesto 1,3-dimetoxitetrafenildisiloxano y 0,15 % a 0,20 % de una sal de metal alcalino de sulfonato de perfluorobutano a la composición de policarbonato, basado en el peso total del policarbonato, el compuesto 1,3-dimetoxitetrafenildisiloxano y la sal de metal alcalino de sulfonato de perfluorobutano. La adición del compuesto de siloxano y la sal de sulfonato de perfluoroalcano de metal alcalino a la composición de policarbonato produce una composición de policarbonato que tiene una clasificación de retardo de la llama de UL 94V-0 a un espesor de 2 mm o menos. La composición de policarbonato puede estar sustancialmente libre de agentes antigoteo a base de politetrafluoroetileno. La composición inventiva contiene un policarbonato y 0,1 % a 2,0 % de 1,3-dimetoxitetrafenildisiloxano y 0,1 % a 1,0 % de una sal de metal alcalino de sulfonato de perfluorobutano, basado en el peso total del policarbonato, el 1,3-dimetoxitetrafenildisiloxano y la sal de metal alcalino de sulfonato de perfluorobutano. La composición tiene una clasificación de retardo de la llama de UL 94V-0 a un espesor de 2 mm o menos.

En otra realización no limitante, la invención proporciona un procedimiento para aumentar el retardo de la llama de una composición de policarbonato que implica añadir a la composición de policarbonato 0,1 % a 2,0 % de 1,3-dimetiltetrafenildisiloxano y 0,1 % a 1,0 % de una sal de metal alcalino de sulfonato de perfluorobutano, basado en el peso total del policarbonato, el 1,3-dimetiltetrafenildisiloxano y la sal de metal alcalino de sulfonato de perfluorobutano. La adición del 1,3-dimetiltetrafenildisiloxano y la sal de metal alcalino de sulfonato de perfluorobutano a la composición de policarbonato produce una composición de policarbonato que tiene una clasificación de retardo de la llama de UL 94V-0 a un espesor de 2 mm o menos.

Se entiende que la invención desvelada y descrita en la presente memoria descriptiva no está limitada a las realizaciones resumidas en este sumario.

Descripción detallada de la invención

La referencia a lo largo de la presente memoria descriptiva a «diversas realizaciones no limitantes», o similares, significa que se puede incluir un elemento distintivo o una característica particular en una realización. Por tanto, el uso de la frase «en diversas realizaciones no limitantes», o similares, en la presente memoria descriptiva no se refiere necesariamente a una realización común, y puede referirse a diferentes realizaciones. Además, los elementos distintivos o las características particulares se pueden combinar de cualquier manera adecuada en una o más realizaciones. Por tanto, los elementos distintivos o las características particulares ilustradas o descritas en relación con diversas realizaciones se pueden combinar, en su totalidad o en parte, con los elementos distintivos o las características de una o más realizaciones diferentes sin limitación. Dichas modificaciones y variaciones están destinadas a ser incluidas dentro del ámbito de la presente memoria descriptiva.

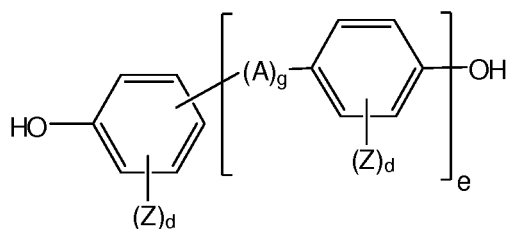
En la presente memoria descriptiva, a menos que se indique lo contrario, todos los parámetros numéricos deben entenderse como precedidos y modificados en todos los casos por el término «aproximadamente», en la que los parámetros numéricos poseen la característica de variabilidad inherente de las técnicas de medición subyacentes usadas para determinar el valor numérico del parámetro. Como mínimo, y no como un intento de limitar la aplicación de la doctrina de equivalentes al ámbito de las reivindicaciones, cada parámetro numérico descrito en la presente descripción debe interpretarse al menos teniendo en cuenta el número de dígitos significativos notificados y aplicando las técnicas de redondeo habituales. Además, cualquier intervalo numérico enumerado en la presente memoria descriptiva pretende incluir todos los sub-intervalos de la misma precisión numérica subsumida dentro del intervalo enumerado.

Las diversas realizaciones desveladas y descritas en la presente memoria descriptiva se refieren, en parte, a composiciones que contienen un policarbonato, y a procedimientos para aumentar el retardo de la llama de las composiciones de policarbonato. Los presentes inventores han descubierto sorprendentemente que 1,3-dimetoxitetrafenildisiloxano es un aditivo retardador de la llama eficaz que da como resultado UL94-V0 a 2 mm, mientras que 1, 5-dimetoxi decafenilpentasiloxano (n = 5) no es eficaz como aditivo retardador de la llama (UL94-V2 incluso a 2,5 mm).

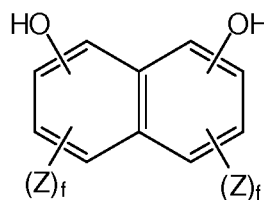
En diversas realizaciones no limitantes, los policarbonatos pueden ser homopolicarbonatos, copolicarbonatos, policarbonatos ramificados y mezclas de cualquiera de los mismos. Los policarbonatos pueden tener un peso molecular medio ponderado de 10.000 a 200.000, y en diversas realizaciones no limitantes, de 20.000 a 80.000. Los policarbonatos pueden tener una velocidad de flujo de fusión (determinada de acuerdo con la norma ASTM D1238-04: procedimiento de ensayo convencional para la determinación de las velocidades de flujo de fusión de

termoplásticos por plastómetro de extrusión) a 300 °C de aproximadamente 1 a aproximadamente 85 g/10 min, y en diversas realizaciones no limitantes, de aproximadamente 2 a 30 g/10 min.

En diversas realizaciones no limitantes, los policarbonatos se pueden preparar, por ejemplo, mediante el procedimiento de interfaz difásica conocido a partir de un derivado de ácido carbónico tal como fosgeno y un compuesto dihidroxilado por policondensación (véase, p. ej., los documentos alemanes abiertos a inspección pública números 2.063.050; 2.063.052; 1.570.703; 2.211.956; 2.211.957 y 2.248.817; la patente francesa número 1.561.518 y la monografía: H. Schnell, «Chemistry and Physics of Polycarbonates», Interscience Publishers, Nueva York, NY, 1964). En diversas realizaciones no limitantes, los policarbonatos se pueden preparar a partir de compuestos dihidroxilados que se ajustan a las fórmulas estructurales (3) o (4):

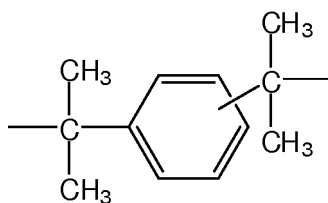


(3)



(4)

en las que A denota un grupo alquileo con 1 a 8 átomos de carbono, un grupo alquilideno con 2 a 8 átomos de carbono, un grupo cicloalquileo con 5 a 15 átomos de carbono, un grupo cicloalquilideno con 5 a 15 átomos de carbono, un grupo carbonilo, un átomo de oxígeno, un átomo de azufre, SO-, -SO₂-, o un radical que se ajusta a la fórmula (5):



(5)

en la que e y g denotan ambos el número 0 a 1; Z denota F, Cl, Br o alquilo C₁-C₄ y si varios radicales Z son sustituyentes en un radical arilo, pueden ser idénticos o diferentes entre sí; d denota un número entero de 0 a 4; y f denota un número entero de 0 a 3.

En diversas realizaciones no limitantes, los compuestos dihidroxilados útiles para producir policarbonatos incluyen, hidroquinona; resorcinol; bis-(hidroxifenil)-alcanos; bis-(hidroxifenil)-éteres; bis-(hidroxifenil)-cetonas; bis-(hidroxifenil)-sulfóxidos; bis-(hidroxifenil)-sulfuros; bis-(hidroxifenil)-sulfonas; 2,2,4-trimetilciclohexil-1,1-difenol y α,α'-bis-(hidroxifenil)-diisopropilbencenos así como sus compuestos nucleoalquilados. Los compuestos dihidroxilados aromáticos adicionales que se pueden usar para producir policarbonatos se describen, por ejemplo, en las patentes de EE.UU. n.º 3.028.356; 2.999.835; 3.148.172; 2.991.273; 3.271.367 y 2.999.846. En diversas realizaciones no limitantes, los policarbonatos se pueden preparar a partir de compuestos de bisfenol. Por ejemplo, los policarbonatos se pueden preparar a partir de compuestos de bisfenol que incluyen, pero sin limitación, 2,2-bis-(4-hidroxifenil)propano (bisfenol A); 2,4-bis-(4-hidroxifenil)-2-metilbutano; 1,1-bis-(4-hidroxifenil)-ciclohexano; α,α'-bis-(4-hidroxifenil)-p-diisopropilbenceno; 2,2-bis-(3-metil-4-hidroxifenil)-propano; 2,2-bis-(3-cloro-4-hidroxifenil)-propano; bis-(3,5-dimetil-4-hidroxifenil)-metano; 2,2-bis-(3,5-dimetil-4-hidroxifenil)-propano; bis-(3,5-dimetil-4-hidroxifenil)-sulfuro; bis-(3,5-dimetil-4-hidroxifenil)-sulfóxido; bis-(3,5-dimetil-4-hidroxifenil)-sulfona; dihidroxibenzofenona; 2,4-bis-(3,5-dimetil-4-hidroxifenil)-ciclohexano; α,α'-bis-(3,5-dimetil-4-hidroxifenil)-p-diisopropilbenceno; 2,2,4-trimetilciclohexil-1,1-difenol y 4,4'-sulfonil difenol.

En diversas realizaciones no limitantes, los policarbonatos se preparan a partir de al menos uno de 2,2-bis-(4-hidroxifenil)-propano; 2,2-bis-(3,5-dimetil-4-hidroxifenil)-propano; 2,2,4-trimetilciclohexil-1,1-difenol y 1,1-bis-(4-hidroxifenil)-ciclohexano. Los policarbonatos pueden incluir unidades de residuos en su estructura procedentes de uno o más de los compuestos de bisfenol.

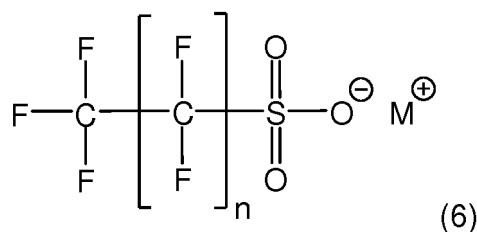
Además, en diversas realizaciones no limitantes, pueden usarse resinas de policarbonato. Las resinas de policarbonato pueden incluir, por ejemplo, policarbonatos, copolicarbonatos y terpolycarbonatos a base de fenoltaleína, tal como se describen en la patente de EE.UU. n.º 3.036.036 y 4.210.741. En diversas realizaciones no limitantes, pueden usarse policarbonatos ramificados. Se pueden producir policarbonatos ramificados, por ejemplo, haciendo reaccionar por policondensación un derivado de ácido carbónico tal como fosgeno, uno o más compuestos dihidroxilados y uno o más compuestos polihidroxilados. En diversas realizaciones no limitantes, se hace reaccionar al menos un compuesto polihidroxilado con un derivado de ácido carbónico y al menos un compuesto dihidroxilado en cantidades relativamente pequeñas, tal como, por ejemplo, 0,05 a 2,0 % en moles (relativos a los compuestos dihidroxilados presentes en la mezcla de reacción). Los policarbonatos ramificados de este tipo se describen, por

ejemplo, en los documentos alemanes abiertos a inspección pública números 1.570.533; 2.116.974 y 2.113.374; las patentes británicas números 885.442 y 1.079.821 y en la patente de EE.UU. n.º 3.544.514. Ejemplos no limitantes de compuestos de polihidroxi que se pueden usar para preparar policarbonatos ramificados incluyen, pero sin limitación, floroglucinol; 4,6-dimetil-2,4,6-tri-(4-hidroxifenil)-heptano; 1,3,5-tri-(4-hidroxifenil)-benceno; 1,1,1-tri-(4-hidroxifenil)-etano; tri-(4-hidroxifenil)-fenilmetano; 2,2-bis-[4,4-(4,4'-dihidroxi-difenil)]-ciclohexil-propano; 2,4-bis-(4-hidroxi-1-isopropilidín)-fenol; 2,6-bis-(2'-dihidroxi-5'-metilbencil)-4-metilfenol; ácido 2,4-dihidroxi-benzoico; 2-(4-hidroxifenil)-2-(2,4-dihidroxi-fenil)-propano y 1,4-bis-(4,4'-dihidroxitrifenilmetil)-benceno. Ejemplos no limitantes de otros compuestos polifuncionales que se pueden usar para preparar policarbonatos ramificados incluyen, pero sin limitación, ácido 2,4-dihidroxi-benzoico; ácido trimésico; cloruro cianúrico y 3,3-bis-(4-hidroxifenil)-2-oxo-2,3-dihidroindol.

Además de los procedimientos de policondensación general, otros procedimientos de reacción que se pueden usar para preparar policarbonatos incluyen, por ejemplo, transesterificación, policondensación modificada en fase homogénea y policondensación interfacial. Ejemplos no limitantes de estos y otros procedimientos para la producción de policarbonatos se describen en las patentes de EE.UU. n.º 3.028.365; 2.999.846; 3.153.008; 2.991.273 y 3.912.688. En diversas realizaciones no limitantes, pueden usarse resinas de policarbonato disponibles en el mercado. Ejemplos no limitantes de resinas de policarbonato adecuadas incluyen, por ejemplo, resinas de policarbonato a base de bisfenol disponibles en Bayer MaterialScience, con el nombre de MAKROLON.

Se describen resinas de policarbonato adicionales que se pueden usar en diversas realizaciones no limitantes, por ejemplo, en las patentes de EE.UU. n.º 3.030.331; 3.169.121; 3.395.119; 3.729.447; 4.255.556; 4.260.731; 4.369.303; 4.714.746; 5.693.697. En diversas realizaciones no limitantes, un procedimiento para aumentar el retardo de la llama de una composición de policarbonato implica añadir un 1,3-dimetoxitetrafenildisiloxano y una sal de sulfonato de perfluoroalcano de metal alcalino a la composición de policarbonato. La cantidad del compuesto de siloxano y la cantidad de la sal de sulfonato de perfluoroalcano del metal alcalino que es incorporada a una resina de policarbonato es una cantidad que es suficiente, sin la inclusión de agentes retardadores de la llama adicionales, para producir una composición de policarbonato que muestra una clasificación de retardo de la llama de UL 94V-0 a un espesor de 2 mm o menos. El compuesto 1,3-dimetoxitetrafenildisiloxano se añade a la composición de policarbonato de modo que el compuesto 1,3-dimetoxitetrafenildisiloxano constituya el 0,1 %-2,0 % del peso total de la composición (es decir, incluyendo el peso del 1,3-dimetoxitetrafenildisiloxano y la sal de sulfonato de perfluoroalcano de metal alcalino, pero sin incluir el peso de cualquier otro aditivo presente en la composición). La sal de sulfonato de perfluoroalcano de metal alcalino se añade a la composición de policarbonato de modo que la sal de sulfonato de perfluoroalcano de metal alcalino constituya el 0,1 %-1,0 % del peso total de la composición (es decir, incluyendo el peso del compuesto 1,3-dimetoxitetrafenildisiloxano y la sal de sulfonato de perfluoroalcano de metal alcalino, pero sin incluir el peso de cualquier otro aditivo presente en la composición). El 1,3-dimetoxitetrafenildisiloxano es el 0,1 %-2,0 % del peso total de la composición de policarbonato, o cualquier sub-intervalo subsumido en el mismo. El sulfonato de perfluoroalcano de metal alcalino es el 0,1 %-1,0 % del peso total de la composición de policarbonato, o cualquier sub-intervalo subsumido en el mismo.

La sal de sulfonato de perfluorobutano de metal alcalino es un compuesto que se ajusta a la fórmula estructural (6):



en la que n es 3 y M es un metal alcalino. Por ejemplo, en diversas realizaciones no limitantes, la sal de sulfonato de perfluorobutano de metal alcalino comprende sulfonato de perfluorobutano de potasio, en la que n = 3 y M es potasio.

En diversas realizaciones no limitantes, la adición del compuesto 1,3-dimetoxitetrafenildisiloxano y la sal de sulfonato de perfluorobutano de metal alcalino a una resina de policarbonato puede implicar mezcla en solución, mezcla a granel, combinación en estado fundido, y/o extrusión en estado fundido. Por ejemplo, las suspensiones y/o soluciones separadas o combinadas del compuesto 1,3-dimetoxitetrafenildisiloxano y la sal de sulfonato de perfluorobutano de metal alcalino puede mezclarse con una solución de resina de policarbonato. El 1,3-dimetoxitetrafenildisiloxano y las suspensiones/soluciones de sales de sulfonato de perfluorobutano de metal alcalino, si están separadas, se pueden mezclar simultánea o sucesivamente con la solución de resina de policarbonato, disolviendo y/o suspendiendo los componentes en el disolvente de policarbonato. Los disolventes de la solución/suspensión mezclada se pueden evaporar para producir una mezcla sólida de la resina de policarbonato, el 1,3-dimetoxitetrafenildisiloxano y la sal de sulfonato de perfluorobutano de metal alcalino.

En diversas realizaciones no limitantes, una resina de policarbonato, un compuesto 1,3-dimetoxitetrafenildisiloxano y una sal de sulfonato de perfluorobutano de metal alcalino se puede mezclar, simultánea o sucesivamente, a granel o

en solución, y luego la mezcla se combina en estado fundido y/o se extruye en estado fundido. Por ejemplo, una mezcla sólida de la resina de policarbonato, el 1,3-dimetoxitetrafenildisiloxano y la sal de sulfonato de perfluorobutano de metal alcalino se puede combinar en estado fundido y/o extruir en estado fundido a una temperatura en el intervalo de 250 °C a 360 °C o cualquier sub-intervalo subsumido en el mismo.

- 5 En diversas realizaciones no limitantes, una mezcla sólida de la resina de policarbonato, un compuesto 1,3-dimetoxitetrafenildisiloxano y una sal de sulfonato de perfluorobutano de metal alcalino puede granularse para formar microgránulos y/o polvo. La mezcla sólida de la resina de policarbonato, un compuesto 1,3-dimetoxitetrafenildisiloxano y una sal de sulfonato de perfluorobutano de metal alcalino puede granularse después de la evaporación de cualquier disolvente y/o después de la combinación en estado fundido y/o la extrusión en estado fundido de la mezcla. Las composiciones de resina de policarbonato termoplástico resultantes pueden moldearse en diversos artículos mediante una diversidad de técnicas que incluyen, por ejemplo, moldeo por inyección, extrusión, moldeo por rotación, moldeo por soplado, termoformación y similares.

- 15 La adición de un compuesto 1,3-dimetoxitetrafenildisiloxano y una sal de sulfonato de perfluorobutano metal alcalino a composiciones de resina de policarbonato aumenta el retardo de la llama de la resina de policarbonato. En diversas realizaciones no limitantes, las composiciones de policarbonato que contienen un compuesto 1,3-dimetoxitetrafenildisiloxano y una sal de sulfonato de perfluorobutano de metal alcalino muestran una clasificación de retardo de la llama de UL 94V-0 a un espesor de 2 mm o menos. Las clasificaciones de retardo de la llama UL 94 se determinan de acuerdo con la norma UL 94: normas para ensayos de inflamabilidad de materiales plásticos para partes de dispositivos y aparatos, quinta edición, 29 de octubre de 1996, revisada el 2 de junio de 2006. La norma UL 94 proporciona procedimientos de ensayos estandarizados y aceptados (aprobados el 28 de julio de 2010 por el Instituto Nacional de Normas Estadounidenses (ANSI)) y escalas de clasificación para evaluar y comparar las propiedades de retardo de la llama de los materiales plásticos. La norma UL 94 incluye seis (6) ensayos: Ensayo de combustión horizontal (HB); ensayo de combustión vertical de 20 mm (V-0, V-1, V-2); ensayo de combustión vertical de 125 mm (5VA, 5VB); ensayo de propagación de llama del panel radiante; ensayo de combustión vertical para material delgado (VTM-0, VTM-1, VTM-2) y ensayo de material de espuma de combustión horizontal (HBF, HF-1, HF-2). Las realizaciones descritas en la presente memoria descriptiva se caracterizan por clasificaciones de retardo de la llama determinadas que usan el ensayo de combustión vertical de 20 mm (V-0, V-1, V-2).

- 20 Las clasificaciones de retardo de la llama UL 94V determinadas de acuerdo con la especificación UL 94 se presentan con el espesor de la muestra de ensayo. En general, las muestras de ensayo más delgadas se correlacionan con un retardo de la llama disminuido. Por lo tanto, es más difícil conseguir una clasificación de retardo de la llama de UL 94V-0 con muestras de ensayo relativamente más delgadas. En diversas realizaciones no limitantes, las composiciones de policarbonato que comprenden un compuesto de disiloxano y una sal de sulfonato de perfluorobutano de metal alcalino muestran una clasificación de retardo de la llama de UL 94V-0 a un espesor de 2 mm o menos.

- 30 En diversas realizaciones no limitantes, las composiciones de policarbonato que contienen un compuesto 1,3-dimetoxitetrafenildisiloxano y una sal de sulfonato de perfluorobutano de metal alcalino muestran una clasificación de retardo de la llama de UL 94V-0 a un espesor de 2 mm o menos, en las que la composición de policarbonato está sustancialmente libre de cualquier agente de retardo de la llama adicional. Tal como se usa en el presente documento, el término «sustancialmente libre» significa que el material que se describe está presente en la composición, si es que lo está, como una impureza incidental. En otras palabras, el material no tiene un efecto medible sobre las propiedades de la composición. De esta manera, las composiciones de policarbonato que comprenden un compuesto de disiloxano y una sal de sulfonato de perfluorobutano de metal alcalino pueden mostrar una clasificación de retardo de la llama de UL 94V-0 a un espesor de 2 mm o menos sin la necesidad de ningún agente retardador de la llama adicional.

- 35 En diversas realizaciones no limitantes, las composiciones de policarbonato que contienen un compuesto 1,3-dimetoxitetrafenildisiloxano y una sal de sulfonato de perfluorobutano de metal alcalino muestran una clasificación de retardo de la llama de UL 94V-0 a un espesor de 2 mm o menos, en las que la composición de policarbonato está sustancialmente libre de cualquier agente antigoteo a base de politetrafluoroetileno. Un criterio para conseguir una clasificación de retardo de la llama de UL 94V-0 es que la muestra de ensayo no produzca partículas inflamables o gotas que enciendan un indicador de algodón. Antes de los procedimientos y composiciones descritos en la presente memoria descriptiva, los expertos en la técnica creían que se requería un agente antigoteo a base de politetrafluoroetileno para conseguir una clasificación de retardo de la llama de UL 94V-0 a un espesor de 2 mm o menos. Los agentes antigoteo a base de politetrafluoroetileno se describen, por ejemplo, en la publicación de solicitud de patente de EE.UU. n.º 2007/0123634 A1. Los procedimientos y composiciones descritos en la presente memoria descriptiva se basan en el descubrimiento inesperado y sorprendente de que una combinación de un aditivo de 1,3-dimetoxitetrafenildisiloxano y un aditivo de sal de sulfonato de perfluorobutano de metal alcalino en una composición de policarbonato produce una composición de policarbonato que muestra una clasificación de retardo de la llama de UL 94V-0 sin usar un agente antigoteo a base de politetrafluoroetileno.

- 45 Las composiciones de policarbonato de acuerdo con las diversas realizaciones descritas en la presente memoria descriptiva también pueden contener diversos aditivos convencionales, tales como, por ejemplo, antioxidantes, absorbentes de UV, absorbentes de luz, neutralizantes de peróxido, desactivadores de metal, cargas y agentes de

refuerzo, lubricantes, plastificantes, abrillantadores ópticos, pigmentos, tintes, colorantes, agentes retardadores de la llama adicionales, agentes anti-estáticos, agentes de liberación del molde y agentes de soplado.

5 Ejemplos de antioxidantes adecuados incluyen, pero sin limitación, organofosfitos (p. ej., tris(nonilfenil)fosfato; (2,4,6-tri-terc-butilfenil)(2-butil-2-etil-1,3-propanodiol)fosfato; bis(2,4-di-t-butilfenil)pentaeritritol difosfito y distearil pentaeritritol difosfito); trifenilfosfina; monofenoles alquilados; polifenoles; productos de reacción alquilados de polifenoles con dienos (p. ej., productos de reacción butilados de para-cresol y dicitropentadieno); hidroquinonas alquiladas; éteres de tiodifenilo hidroxilados; alquilideno-bisfenoles; compuestos de bencilo; acilaminofenoles; ésteres de ácido β -(3,5-di-terc-butil-4-hidroxifenol)-propiónico con alcoholes monohídricos o polihídricos; ésteres de ácido β -(5-terc-butil-4-hidroxi-3-metilfenil)-propiónico con alcoholes monohídricos o polihídricos; ésteres de ácido β -(5-terc-butil-4-hidroxi-3-metilfenil)-propiónico con alcoholes monohídricos o polihídricos; ésteres de compuestos de tioalquilo o tioarilo (p.ej., diestearil-tiopropionato, dilauriltiopropionato, ditrideciltiopropionato) y amidas de ácido β -(3,5-di-terc-butil-4-hidroxifenol)-propiónico.

15 Ejemplos de absorbentes de UV y absorbentes de luz adecuados incluyen, pero sin limitación, 2-(2'-hidroxifenil)-benzotriazoles; 2-hidroxibenzofenonas; ésteres de ácidos benzoico sustituido y no sustituido; acrilatos y compuestos de níquel.

Ejemplos de neutralizantes de peróxido adecuados incluyen, pero sin limitación, ésteres de alquilo (C₁₀-C₂₀) del ácido beta-tiodipropiónico, y mercapto benzimidazol.

Ejemplos de cargas y agentes de refuerzo adecuados incluyen, pero sin limitación, silicatos, TiO₂, fibras de vidrio, negro de carbono, grafito, carbonato de calcio, talco y mica.

20 Ejemplos de aditivos retardadores de la llama adicionales adecuados incluyen, pero sin limitación, otras sales alcalinas y alcalinotérricas, otros compuestos retardadores de la llama orgánicos que contienen halógenos, compuestos retardadores de la llama organofosforados y compuestos retardadores de la llama de borato. Las sales retardadoras de la llama incluyen, por ejemplo, las sales descritas en la patente de EE.UU. n.º 3.535.300; 3.775.367; 3.909.490 y 3.917.559. Ejemplos de compuestos retardadores de la llama que contienen halógenos adicionales incluyen, pero sin limitación, compuestos retardadores de la llama orgánicos que contienen bromo, tales como, por ejemplo, tetrabromooligocarbonato, terabromoftalimida, tribromofenoximetano, bis(tribromofenoxi)etano, tris(tribromofenil)trifosfato, hexabromociclodecano, éter de decabromodifenilo y resinas epoxi bromadas, incluyendo copolímeros de tetrabromobisfenol A y epiclohidrina.

30 Ejemplos de compuestos retardadores de la llama organofosforados adecuados incluyen, pero sin limitación, fenil bisdodecil fosfato, etil difenil fosfato, resorcinol difosfato, difenil hidrógeno fosfato, tritolil fosfato, 2-etilhexil hidrogenofosfato y bisfenol A fosfato.

Los ejemplos no limitantes y no exhaustivos que siguen están destinados a describir adicionalmente diversas realizaciones no limitantes y no exhaustivas sin restringir el ámbito de las realizaciones descritas en la presente memoria descriptiva.

35 **Ejemplos**

Las cantidades de los componentes presentes en las composiciones de policarbonato se presentan en las Tablas 1 y 2 en % en peso. La composiciones de policarbonato se prepararon usando lo siguiente:

40	PC	una resina de policarbonato aromático fabricada con bisfenol-A, que tiene una velocidad de flujo de fusión de aproximadamente 1,2 cm ³ /10 min (300 °C/1,2 kg) según la norma ASTM D-1238 (MAKROLON 5308);
	SILOXANO A	1,3-dimetoxitetrafenildisiloxano, disponible en el mercado en Silar Laboratories, (SILAR 2206);
	SILOXANO B	α,ω -dimetoxi-polidifenilsiloxano, disponible en el mercado en Silar Laboratories, (SILAR 2418);
45	SULFONATO A	difenilsulfona sulfonato de potasio;
	SULFONATO B	sal de sodio de un polímero de sulfopoliéster, disponible en el mercado en Eastman Chemical Company como AQ 38S;
	RETARDADOR DE LA LLAMA	sulfonato de perfluorobutano de potasio, disponible en el mercado en Lanxess AG como BAYOWET C4 TP AC 2001.

50 Las composiciones inventivas se prepararon fundiendo la resina de policarbonato en una extrusora de doble tornillo, añadiendo el α,ω -alcoxi fenil feniloligosiloxano y la sal orgánica directamente en la masa fundida de policarbonato, mezclada en estado fundido en la extrusora, el producto extruido mezclado se secó, y el producto extruido secado se cortó en cubitos usando procedimientos convencionales para formar microgránulos de resina de policarbonato.

55 La velocidad de flujo de fusión (VFF, cm³/10min) de los microgránulos de resina de policarbonato se determinó de acuerdo con la norma ASTM D1238-04: *Procedimiento de ensayo convencional para la determinación de velocidades de flujo de fusión de termoplásticos por plastómetro de extrusión*. Las resinas de policarbonato se

moldearon por inyección para formar muestras de ensayo UL 94V que tienen espesores de 2 mm y 2,5 mm, respectivamente.

5 Las muestras de ensayo de resina de policarbonato que contienen los α , ω -alcoxi fenil feniloligosiloxanos y las sales orgánicas se evaluaron para determinar las clasificaciones de retardo de la llama UL 94V a un espesor de 2 mm y un espesor de 2,5 mm de acuerdo con la especificación UL 94. Los resultados se presentan en las Tablas 1 y 2.

10 Como se puede apreciar con referencia a la Tabla 1, las composiciones de policarbonato que contienen 0,20 % -1,40 % de 1,3-dimetoxitetrafenildisiloxano y 0,16 % de sulfonato de perfluorobutano de potasio consiguieron clasificaciones de retardo de la llama UL 94 de 94V-0 a 2 mm en ambos procedimientos de acondicionamiento. Por lo tanto, las composiciones de policarbonato que contienen 1,3-dimetoxitetrafenildisiloxano y sulfonato de perfluorobutano de potasio mostraron una clasificación global de UL 94V-0 a 2 mm y 2,5 mm. Sin embargo, las composiciones de policarbonato que contienen 1,3-dimetoxitetrafenildisiloxano y las otras dos sales orgánicas no mostraron una clasificación de UL 94V-0 para ninguna de las cantidades ensayadas de 1,3-dimetoxitetrafenildisiloxano, para ningún espesor ensayado o en ninguno de los procedimientos de acondicionamiento.

15 Como se puede apreciar con referencia a la Tabla 2, ninguna de las composiciones de policarbonato que contienen el α,ω -dimetoxi-polidifenilsiloxano consiguió una clasificación de retardo de la llama UL 94 de 94V-0 a 2 mm en ambos procedimientos de acondicionamiento. Por lo tanto, ninguna de las composiciones de policarbonato que contienen el α,ω -dimetoxi-polidifenilsiloxano mostró una clasificación global de UL 94V-0 a 2 mm o 2,5 mm.

20 Las composiciones de policarbonato de los Ejemplos 10, 11 y 12 solo difieren de las composiciones de policarbonato de los Ejemplos 1, 2 y 3 en la identidad del componente de siloxano (α,ω -dimetoxi-polidifenilsiloxano frente a 1,3-dimetoxitetrafenil-disiloxano). Estos dos componentes de siloxano son químicamente homólogos, siendo el α,ω -dimetoxi-polidifenilsiloxano el siloxano con el mayor peso molecular. Por lo tanto, fue muy sorprendente e inesperado que las composiciones de policarbonato de los Ejemplos 1, 2 y 3 mostraran clasificaciones globales de UL 94V-0, mientras que las composiciones de policarbonato de los Ejemplos 10, 11 y 12 no mostraron clasificaciones globales de UL 94V-0.

25

Tabla 1

	Ej. 1	Ej. 2	Ej. 3	Ej. 4	Ej. 5	Ej. 6	Ej. 7	Ej. 8	Ej. 9
Fichero de referencia	931573A	931573B	931573C	931573D	931573E	931573F	931573G	931573H	931573I
PC	99,64	99,04	98,44	99,60	99	98,40	99,20	98,60	98
SILOXANO A	0,20	0,80	1,40	0,20	0,80	1,40	0,20	0,80	1,40
RETARDADOR DE LA LLAMA	0,16	0,16	0,16	0	0	0	0	0	0
SULFONATO A	0	0	0	0,20	0,20	0,20	0	0	0
SULFONATO B	0	0	0	0	0	0	0,60	0,60	0,60
VFF (cm ³ /10min)	11,90	14,10	15,20	11,30	12,40	-	16,30	19,70	-
Clasificación UL94V (2 mm) (23 °C/2 días)	V-0	V-0	V-0	-	V-2	-	-	-	-
Clasificación UL94V (2 mm) (70 °C/7 días)	V-0	V-0	V-0	-	V-2	-	-	-	-
Clasificación UL94V (2,5 mm) (23 °C/2 días)	V-0	V-0	V-0	V-2	V-2	-	V-2	V-2	-
Clasificación UL94V (2,5 mm) (70 °C/7 días)	V-0	V-0	V-0	V-2	V-0	-	V-2	V-2	-

Tabla 2

	Ej. 10	Ej. 11	Ej. 12	Ej. 13	Ej. 14	Ej. 15	Ej. 16	Ej. 17	Ej. 18
Fichero de referencia	931571A	931571B	931571C	931571D	931571E	931571F	931571G	931571H	931571I
PC	99,64	99,04	98,44	99,60	99	98,40	99,20	98,60	98
SILOXANO B	0,20	0,80	1,40	0,20	0,80	1,40	0,20	0,80	1,40
RETARDADOR DE LA LLAMA	0,16	0,16	0,16	0	0	0	0	0	0
SULFONATO A	0	0	0	0,20	0,20	0,20	0	0	0
SULFONATO B	0	0	0	0	0	0	0,60	0,60	0,60
Clasificación UL94V (2 mm) (23 °C/2 días)	V-0	V-2	V-2	V-2	V-2	-	V-2	V-2	-
Clasificación UL94V (2 mm) (70 °C/7 días)	V-2	V-2	V-2	V-2	V-2	-	V-2	V-2	-
Clasificación UL94V (2,5 mm) (23 °C/2 días)	V-0	V-0	V-2	V-2	V-2	-	V-2	V-2	-
Clasificación UL94V (2,5 mm) (70 °C/7 días)	V-2	V-2	V-2	V-2	V-2	-	V-2	V-2	-

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para aumentar el retardo de la llama de una composición de policarbonato, comprendiendo el procedimiento, añadir 0,1 % en peso a 2,0 % en peso de 1,3-dimetoxitetrafenildisiloxano a la composición de policarbonato y añadir 0,1 % en peso a 1,0 % en peso de una sal de metal alcalino de sulfonato de perfluorobutano a la composición de policarbonato; en el que el % en peso, todos los casos, se basan en el peso total del policarbonato, el 1,3-dimetoxitetrafenildisiloxano y la sal de metal alcalino de sulfonato de perfluorobutano y en el que la composición muestra una clasificación de retardo de la llama de UL 94V-0 a un espesor de 2 mm o menor.
- 5 2. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el 1,3-dimetoxitetrafenildisiloxano se añade en una cantidad de 0,1 % en peso a 1,5 % en peso.
- 10 3. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la sal de metal alcalino de sulfonato de perfluorobutano se añade en una cantidad de 0,1 % en peso a 0,2 % en peso.
4. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el 1,3-dimetoxitetrafenildisiloxano y la sal de metal alcalino de sulfonato de perfluorobutano se mezclan con la composición de policarbonato, y la mezcla se combina en estado fundido, se extruye en estado fundido o se granula.
- 15 5. Una composición que comprende:
- (A) un policarbonato;
- (B) 0,1 % en peso a 2,0 % en peso de 1,3-dimetoxitetrafenildisiloxano basado en el peso total de (A), (B) y (C) y
- (C) 0,1 % en peso a 1,0 % en peso de una sal de metal alcalino de sulfonato de perfluorobutano en la que el % en peso, todos los casos, se basa en el peso total de (A), (B) y (C) y en el que la composición muestra una
- 20 clasificación de retardo de la llama de UL 94V-0 a un espesor de 2 mm o menor.
6. La composición de acuerdo con la reivindicación 5 o el procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en los que la composición está libre de agentes antigoteo a base de politetrafluoroetileno.
7. La composición de acuerdo con la reivindicación 5, en la que la composición comprende 0,1 % en peso a 1,5 % en peso de 1,3-dimetoxitetrafenildisiloxano basado en el peso total de la composición.
- 25 8. La composición de acuerdo con la reivindicación 5, en la que la composición comprende 0,2 % en peso a 1,4 % en peso de 1,3-dimetoxitetrafenildisiloxano basado en el peso total de (A), (B) y (C).
9. La composición de acuerdo con la reivindicación 5, en la que la composición comprende 0,1 % en peso a 0,2 % en peso o 0,15 % en peso a 0,20 % en peso de la sal de metal alcalino de sulfonato de perfluorobutano basado en el peso total de (A), (B) y (C).
- 30 10. El procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1-4 o la composición de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 5- 9, en los que la sal de sulfonato de perfluoroalcano de metal alcalino comprende sulfonato de perfluorobutano de potasio.