

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第4772241号
(P4772241)

(45) 発行日 平成23年9月14日(2011.9.14)

(24) 登録日 平成23年7月1日(2011.7.1)

(51) Int. Cl.		F I
CO8G 64/20	(2006.01)	CO8G 64/20
CO8G 64/14	(2006.01)	CO8G 64/14

請求項の数 1 (全 10 頁)

(21) 出願番号	特願2001-511517 (P2001-511517)	(73) 特許権者	591063187
(86) (22) 出願日	平成12年7月6日(2000.7.6)		バイエル アクチエンゲゼルシャフト
(65) 公表番号	特表2003-505546 (P2003-505546A)		Bayer Aktiengesellschaft
(43) 公表日	平成15年2月12日(2003.2.12)		ドイツ連邦共和国レーフェルクゼン(番地なし)
(86) 国際出願番号	PCT/EP2000/006379		D-51368 Leverkusen, Germany
(87) 国際公開番号	W02001/005866	(74) 代理人	100062144
(87) 国際公開日	平成13年1月25日(2001.1.25)		弁理士 青山 稔
審査請求日	平成19年5月24日(2007.5.24)	(74) 代理人	100088801
(31) 優先権主張番号	199 33 132.4		弁理士 山本 宗雄
(32) 優先日	平成11年7月19日(1999.7.19)	(72) 発明者	ジルケ・クラッチュマー
(33) 優先権主張国	ドイツ(DE)		ドイツ連邦共和国デー-47829クレ フェルト、アウグスタシュトラセ19番 最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 ポリカーボネートの製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

連鎖停止剤として適した、アルキル基が置換したフェノールの存在下における、ビスフェノールおよび炭酸ジエステルからのポリカーボネートの製造方法であって、連鎖停止剤として用いられる前記フェノールが、遊離体で導入されるか、あるいは、合成の条件下においてエステル交換反応性を有する化合物として導入され、そしてテトラフェニルホスホニウムフェノレートが触媒として使用され、用いた連鎖停止剤のうち80モル%以上の連鎖停止剤がポリカーボネート中に結合されることを特徴とする、ポリカーボネートの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

本発明は、ポリカーボネートを製造するための溶融エステル交換方法に関する。

【0002】

溶融エステル交換法を用いた芳香族ポリカーボネートの製造は、文献から公知であり、例えば、エンサクロペディア・オブ・ポリマー・サイエンス(Encyclopedia of Polymer Science)、第10巻(1969年)、ケミストリー・アンド・フィジックス・オブ・ポリカーボネーツ(Chemistry & Physics of Polycarbonates)、ポリマー・レビューズ、エイチ・シュネル(H. Schnell)著、第9巻、ジョン・ワイリー・アンド・サンズ・インコーポレイテッド(John Wiley & Sons Inc.)(1964年)に記載されており、そしてドイツ特許第1031512号公報を基礎として種々の特許公報に開示されている。欧州特許第360578号公報には、溶

10

20

融エステル交換により生成されたポリカーボネートの末端基が、連鎖停止剤を添加することで交換され得ることが記されている。とはいえ、連鎖停止剤の導入量の一部のみが、実際にポリカーボネート中の末端基として残ることが分かった。末端基は、特に高い連鎖停止剤含量を有するPC種、とりわけ低分子量でかつ分岐したPC種の機械特性に本質的な影響を及ぼすことから、フェノール末端基をその他のより好適なフェノールでできる限り完全に置換することを確実にするのが望ましい。さらに、重縮合中に生じるフェノールを蒸留によりプロセスから除去する際に、前述の后者の物質が完全に結合されていないと、連鎖停止剤に汚染される。それゆえに、高い反応収率に関してのみならず、蒸留によって除去されるフェノールの再使用に関しても、最も効果的な完全な結合(incorporation)を確実にすることが望ましい。

10

【0003】

従って、本発明の課題は、ポリカーボネートのいくつかの末端基がフェノール(phenol)以外のフェノール類(phenols)から構成されたポリカーボネートの製造を可能にする溶融エステル交換法を提供することから発生した。この点で、導入された連鎖停止剤のうちのできるだけ多くのもが結合されなければならない。

【0004】

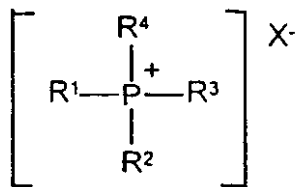
本発明の課題は、連鎖停止剤として好適なフェノールの存在下における、ビスフェノール類、好ましくはビスフェノールA、および炭酸ジエステルからのポリカーボネートの製造方法により達成される。ここで、連鎖停止剤として使用されるフェノールは、遊離体で、あるいは合成の条件下でエステル交換反応性を有する化合物として導入されてよい。本発明の方法は、触媒として、ホスホニウム塩を、任意にその他の触媒(特にナトリウムイオン)と組み合わせて、使用することを特徴とする。

20

【0005】

本発明の方法の意図において、ホスホニウム塩は、式(I)で表されるものである。

【化1】



(I)

30

(ここで、 $R^1 \sim R^4$ は、同一または異なって、 $C_1 \sim C_{18}$ アルキル、 $C_6 \sim C_{14}$ アリール、 $C_7 \sim C_{12}$ アラルキルまたは $C_5 \sim C_6$ シクロアルキルであってよく、好ましくはメチルまたは $C_6 \sim C_{14}$ アリールであり、特に好ましくはメチルまたはフェニルであり、および X^- はアニオンであってよく、例えば、硫酸塩(sulfate)、硫酸水素塩(hydrogen sulfate)、炭酸水素塩(hydrogen carbonate)、炭酸塩(carbonate)、酢酸塩(acetate)、ヒドリドホウ酸塩(hydridoborate)、リン酸水素塩(hydrogen phosphate)、ハロゲン化物(halide)、好ましくはフッ化物、塩化物または臭化物、式OR(式中、Rは、 $C_6 \sim C_{14}$ アリール、 $C_7 \sim C_{12}$ アラルキル、好ましくはフェニルである。)のアルコキシドなどが挙げられる。)

40

好ましい触媒は、テトラフェニルホスホニウムフルオライド(tetraphenylphosphonium fluoride)、テトラフェニルホスホニウムテトラフェニルヒドリドホウ酸塩(tetraphenylphosphonium tetraphenylhydridoborate)であり、特に好ましくはテトラフェニルホスホニウムフェノレート(tetraphenylphosphonium phenolate)である。

【0006】

使用してよいナトリウムイオン触媒は、水酸化物、炭酸水素塩、炭酸塩、アルコキシド、酢酸塩、ヒドリドホウ酸塩、リン酸水素塩および水素化物であり、好ましくは水酸化物およびアルコキシド、特に好ましくは、ビスフェノール類および連鎖停止剤に関する上述のフェノール類およびビスフェノール類のナトリウム塩、およびフェノール自体のナトリウ

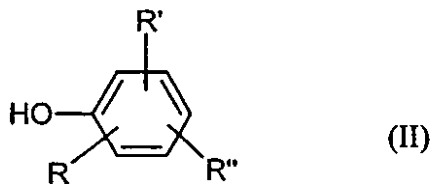
50

ム塩であって、最も好ましくは2,2-ビス-(4-ヒドロキシフェニル)プロパンのナトリウム塩である。

【0007】

本発明の方法の意図において連鎖停止剤として好適なアルキルフェノール類は、式(II)：

【化2】



10

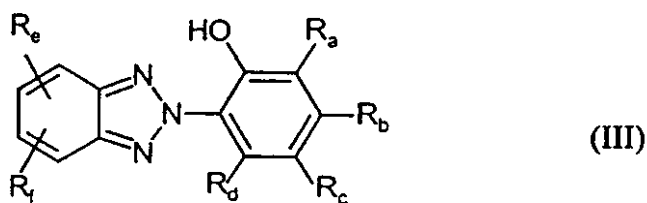
(式中、R、R'およびR''は、互いに独立して、H、任意に分岐されたC₁~C_{3,4}アルキル/シクロアルキル、C₇~C_{3,4}アルカリールまたはC₆~C_{3,4}アリールである。)

で表されるものであって、例えば、o-n-ブチルフェノール、m-n-ブチルフェノール、p-n-ブチルフェノール、o-イソブチルフェノール、m-イソブチルフェノール、p-イソブチルフェノール、o-tert-ブチルフェノール、m-tert-ブチルフェノール、p-tert-ブチルフェノール、o-n-ペンチルフェノール、m-n-ペンチルフェノール、p-n-ペンチルフェノール、o-n-ヘキシルフェノール、m-n-ヘキシルフェノール、p-n-ヘキシルフェノール、o-シクロヘキシルフェノール、m-シクロヘキシルフェノール、p-シクロヘキシルフェノール、o-フェニルフェノール、m-フェニルフェノール、p-フェニルフェノール、o-イソオクチルフェノール、m-イソオクチルフェノール、p-イソオクチルフェノール、o-n-ノニルフェノール、m-n-ノニルフェノール、p-n-ノニルフェノール、o-クミルフェノール、m-クミルフェノール、p-クミルフェノール、o-ナフチルフェノール、m-ナフチルフェノール、p-ナフチルフェノール、2,5-ジ-tert-ブチルフェノール、2,4-ジ-tert-ブチルフェノール、3,5-ジ-tert-ブチルフェノール、2,5-ジクミルフェノール、3,5-ジクミルフェノール、4-フェノキシフェノール、2-フェノキシフェノール、3-フェノキシフェノール、3-ペンタデシルフェノール、2-ペンタデシルフェノール、4-ペンタデシルフェノール、2-フェニルフェノール、3-フェニルフェノール、4-フェニルフェノール、トリチルフェノール、3-トリフェニルメチルフェノール、2-トリフェニルメチルフェノール、並びに式(III)：

20

30

【化3】

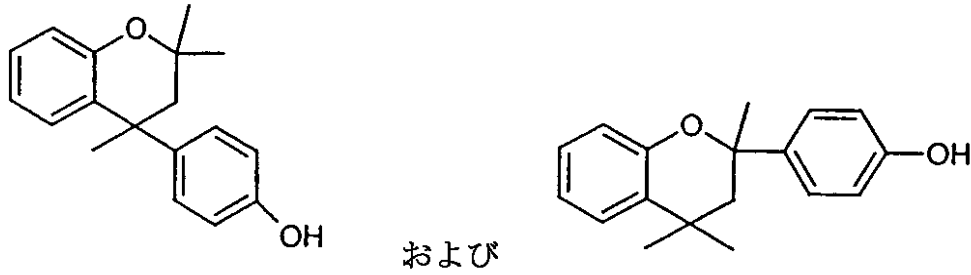


40

(ここで、R_a~R_fは、前述のR、R'およびR''と同じ意味を表す。)

のベンゾトリアゾール誘導体、および

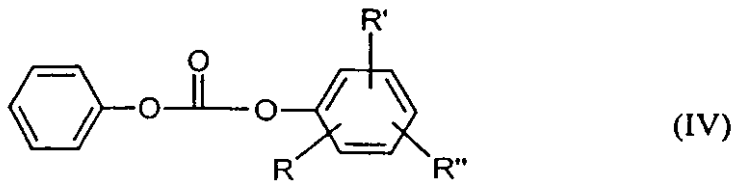
【化4】



10

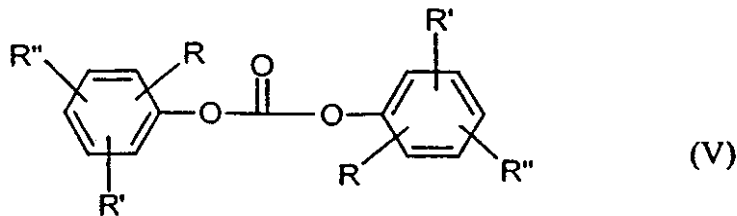
などのクロマン化合物であって、好ましくはトリチルフェノール、クミルフェノール、フェノキシフェノール、ペンタデシルフェノールなどの低沸点フェノール類またはクロマン類であるか、あるいは合成条件下でエステル交換反応性を有する化合物としての、カーボネート(carbonates)、オキサレート(oxalates)、*o*-カルボン酸エステルなどである。ここで、好ましい化合物は、遊離フェノール類、または式(IV)および式(V)の炭酸ジエステルである。

【化5】



20

【化6】



30

(ここで、R、R'およびR''は、式(II)で表されるものである。)

フェノール類またはエステル交換反応性物質は、合成に単独でまたは混合物として添加されてよい。好ましい混合物は、ジフェニルカーボネート(diphenyl carbonate)を包含するものである。本発明の方法を使用する際、フェノールまたはフェノールを有する化合物を、反応中いつでも、好ましくは反応の開始時に添加することが可能であり、また添加は、2区分以上に分かれていてもよい。全炭酸エステルの割合は、ジヒドロキシ化合物に対して100~130モル%であり、好ましくは103~120モル%である。

【0008】

本発明の方法を用いるポリカーボネートを製造するとき、連鎖停止剤は、(ジヒドロキシ化合物に対して)0.4~17モル%、好ましくは1.3~8.6モル%の割合でアルキルフェノールとして好ましく添加される。この添加は、反応前に行うのみならず、反応中に全部もしくは一部を行ってもよい。

40

【0009】

本発明の方法の意図において、ジヒドロキシ化合物は、式(VI)で表されるものである。

【化7】

HO-Z-OH (VI)

(ここで、Zは、炭素原子を6個～30個有する芳香族残基であり、前記残基は、1個以上の芳香環を含有してよく、置換されていてよく、そして結合部分として、脂肪族もしくは脂環式の残基、あるいはアルキルアールまたはヘテロ原子を含有してよい。)

【0010】

式(VI)のジヒドロキシ化合物の例は、以下の化合物である。

ヒドロキノン、レゾルシノール、ジヒドロキシジフェニル、ビス(ヒドロキシフェニル)アルカン、ビス(ヒドロキシフェニル)シクロアルカン、ビス(ヒドロキシフェニル)スルフィド、ビス(ヒドロキシフェニル)エーテル、ビス(ヒドロキシフェニル)ケトン、ビス(ヒドロキシフェニル)スルホン、ビス(ヒドロキシフェニル)スルホキシド、 C_6H_4 -ビス(ヒドロキシフェニル)ジイソプロピルベンゼン、並びにこれらの環アルキル化および環八口ゲン化された化合物。

【0011】

前記ジフェノールおよび更に好適な別のジフェノールは、例えば、米国特許第3,028,365号公報、同第3,148,172号公報、同第3,275,601号公報、同第2,991,273号公報、同第3,271,367号公報、同第3,062,781号公報、同第2,970,131号公報および同第2,999,846号公報、ドイツ特許出願公開第OS-1570703号公報、同第OS-2063050号公報、同第OS-2063052号公報、同第OS-22110956号公報、フランス特許第1561518号公報、および研究論文「エイチ・シュネル著、ケミストリー・アンド・フィジックス・オブ・ポリカーボネーツ(Che-mistry & Physics of Polycarbonates)、インターサイエンス・パブリッシャーズ、ニューヨーク、1964年」に開示されている。

【0012】

好ましいジフェノールは、例えば、以下の化合物である。

4,4'-ジヒドロキシジフェニル、2,2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパン、2,4-ビス(4-ヒドロキシフェニル)-2-メチルブタン、1,1-ビス(4-ヒドロキシフェニル)シクロヘキサン、1,1-ビス(4-ヒドロキシフェニル)-4-メチルシクロヘキサン、 C_6H_4 -ビス(4-ヒドロキシフェニル)-p-ジイソプロピルベンゼン、 C_6H_4 -ビス(4-ヒドロキシフェニル)-m-ジイソプロピルベンゼン、ビス(4-ヒドロキシフェニル)スルホン、ビス(4-ヒドロキシフェニル)メタン、1,1-ビス(4-ヒドロキシフェニル)-3,3,5-トリメチルシクロヘキサン、2,2-ビス(2,6-ジメチル-4-ヒドロキシフェニル)プロパン、2,2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)ヘキサフルオロプロパン、1,1-(4-ヒドロキシフェニル)-1-フェニルエタン、ビス(4-ヒドロキシフェニル)ジフェニルメタン、ジヒドロキシジフェニルエーテル、4,4'-チオビスフェノール、1,1-ビス(4-ヒドロキシフェニル)-1-(1-ナフチル)エタン、1,1-ビス(4-ヒドロキシフェニル)-1-(2-ナフチル)エタン、2,3-ジヒドロキシ-3-(4-ヒドロキシフェニル)-1,1,3-トリメチル-1H-インデン-5-オール、2,3-ジヒドロキシ-1-(4-ヒドロキシフェニル)-1,3,3-トリメチル-1H-インデン-5-オール、2,2',3,3'-テトラヒドロ-3,3,3',3'-テトラメチル-1,1'-スピロビ[1H-インデン]-5,5'-ジオール。

【0013】

特に好ましい化合物は、レゾルシノール、1,1-ビス(4-ヒドロキシフェニル)-1-(1-ナフチル)エタン、1,1-ビス(4-ヒドロキシフェニル)-1-(2-ナフチル)エタン、2,2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパン、 C_6H_4 -ビス(4-ヒドロキシフェニル)-p-ジイソプロピルベンゼン、 C_6H_4 -ビス(4-ヒドロキシフェニル)-m-ジイソプロピルベンゼン、1,1-ビス(4-ヒドロキシフェニル)シクロヘキサン、1,1-ビス(4-ヒドロキシフェニル)-3,3,5-トリメチルシクロヘキサン、ビス(4-ヒドロキシフェニル)ジフェニルメタン、4,4'-ジヒドロキシジフェニルである。

【0014】

10

20

30

40

50

式(VI)のジフェノールを1種使用して、ホモポリカーボネートを形成すること、および式(VI)のジフェノールを2種以上使用して、コポリカーボネートを形成することが共に可能である。

【0015】

本発明の方法では、更に、枝分かれ剤を(ジヒドロキシ化合物に対して)0.02~3.6モル%の割合で添加することも可能である。好適な枝分かれ剤は、ポリカーボネート製造に適した化合物であって、3個以上の官能基を有するもの、好ましくはフェノール性OH基を3個または3個以上有するものである。好適な枝分かれ剤の例は、以下の化合物である。

フロログルシノール、4,6-ジメチル-2,4,6-トリ-(4-ヒドロキシフェニル)ヘプタン、1,3,5-トリ-(4-ヒドロキシフェニル)ベンゼン、1,1,1-トリ-(4-ヒドロキシフェニル)エタン、トリ-(4-ヒドロキシフェニル)フェニルメタン、2,2-ビス-[4,4-ビス(4-ヒドロキシフェニル)シクロヘキシル]プロパン、2,4-ビス-(4-ヒドロキシフェニルイソプロピル)フェノール、2,6-ビス-(2-ヒドロキシ-5-メチルベンジル)-4-メチルフェノール、2-(4-ヒドロキシフェニル)-2-(2,4-ジヒドロキシフェニル)プロパン、ヘキサ-[4-(4-ヒドロキシフェニルイソプロピル)フェニル]オルトテレフタル酸エステル、テトラ-(4-ヒドロキシフェニル)メタン、テトラ-[4-(4-ヒドロキシフェニルイソプロピル)フェノキシ]メタン、1,4-ビス-[4',4''-ジヒドロキシトリフェニル]メチル]ベンゼン、',',''-トリス-(4-ヒドロキシフェニル)-1,3,4-トリイソプロペニルベンゼン、イサチンビスクレゾール(isatin biscrezol)、ペンタエリスリトール、2,4-ジヒドロキシ安息香酸、トリメシン酸、シアヌール酸。

【0016】

1,1,1-トリ-(4-ヒドロキシフェニル)エタンおよびイサチンビスクレゾールが特に好ましい。

【0017】

本発明の方法は、一般には、75~325の温度および1bar~0.01mbarの圧力で行われる。

【0018】

本発明の方法は、例えば、最初の段階では、ジフェノール、炭酸ジエステルおよび触媒、そして任意にアルキルフェノール類および枝分かれ剤を75~225、好ましくは105~235、特に好ましくは120~190において標準的な圧力下で0.1~5時間、好ましくは0.25~3時間溶解することにより行われる。次いで、オリゴカーボネートは、真空を適用して温度を上げることによりモノフェノールを留去することによって生成される。最終段階では、更に240~325の温度に昇温して2mbar未満の圧力で重縮合することにより、ポリカーボネートが生成される。

【0019】

本発明の方法は、連続的および非連続的の両方で、具体的には例えば攪拌槽、薄膜型蒸発缶(thin film evaporators)、連続して接続した攪拌槽、押出機、ニーダー、シンプルディスク反応器(simple disk reactors)または高粘度反応器において行ってよい。

【0020】

本発明により得られるポリカーボネートは、例えば排出(discharging)、スピニング(spinning)およびペレット成形することにより単離される。

【0021】

本発明の方法を用いて得られるポリカーボネートは、重量平均分子量Mwが約2000~150000、好ましくは約4500~55000であり得る。ここでMwは、ジクロロメタン中またはフェノール/o-ジクロロベンゼンの等重量の混合物中での相対溶液粘度から決定され、較正は、光散乱によって行われる。

【0022】

本発明により得られるポリカーボネートは、文献から公知の通常使用されるOH末端基含量を表し、これは四塩化チタンを用いて光度測定的に決定されてよい。

10

20

30

40

50

【0023】

本発明の方法を用いて生成されるポリカーボネートは、良好な機械特性と高い透明性を示し、しかも溶媒を含まない。

【0024】

導入されたアルキルフェノールの結合は、クミルフェノールの場合は ^{13}C NMR分析法で、その他のアルキルフェノールの場合は ^1H NMR分析法で決定される。これに基づいて、ポリカーボネート中に末端基として存在する導入された連鎖停止剤の割合を計算した。

【0025】

本発明により製造されるポリカーボネートの特性は、補助物質および強化材料を添加することによって改良され得る。このような物質および材料は、特に、以下のものであると考えてよい。安定化剤、流動助剤、離型剤、難燃剤、顔料、微分散された鉱物、繊維質の材料、熱安定化剤、例えばアルキルおよびアリールホスファイト(phosphites)、ホスフェート(phosphates)、ホスファン(phosphanes)、低分子量のカルボン酸エステル、ハロゲン化合物、塩、チョーク、シリカフラワー、ガラスおよび炭素繊維、顔料、およびこれらの組み合わせ。

10

【0026】

上記以外のポリマー（例えばポリオレフィン、ポリウレタン、ポリエステルおよびポリスチレン）を本発明のポリカーボネートに混入してもよい。

【0027】

前記物質は、好ましくは、常套の装置において完成したポリカーボネートに添加されるが、必要に応じて、本発明の方法の別の段階で添加されてもよい。

20

【0028】

本発明の方法を用いて得られるポリカーボネートは、押出機または射出成形機などの常套の機械類において、通常使用される方法を用いて加工されて、所望の成形体を形成し得る（例えば、フィルムまたはシートを形成してよい）。

【0029】

このようなポリカーボネート成形体は、工業的に、例えば、光学および電気工学応用に使用され得る。

【0030】

実施例

30

比較例 1

ビスフェノール A 45.60 g (0.2 モル)、ジフェニルカーボネート(diphenyl carbonate) 47.08 g (ビスフェノール A に対して 110 モル%)、ホウ酸 3.7 mg (ビスフェノール A に対して 0.03 モル%) および 4-クミルフェノール 2.12 g (ビスフェノール A に対して 5 モル%) を秤量して、攪拌機、内部温度計およびブリッジ付きビグルー管(Vigreux column、30 cm、ミラーコーティング(mirrored)されたもの)を備えた 500 mL 3 口フラスコに分配する。雰囲気酸素を、真空を適用して窒素をパージすること(3 回)により装置から除去し、前記混合物を 180 で熔融させて、30 分間攪拌する。次に、15%水酸化アンモニウム溶液 36.5 mg (ビスフェノール A に対して 0.03 モル%) と炭酸水素ナトリウム 0.5 mg (ビスフェノール A に対して 0.03 モル%) を加えて、更に 30 分間攪拌を続ける。210 まで昇温し、真空を 200 mbar に高めて、得られたフェノールを蒸留によって取り除く。1 時間後、240 に昇温し、20 分後に 150 mbar まで真空を高める(improved to 150 mbar)。更に 20 分後、100 mbar まで減圧し(reduced to 100 mbar)、この圧力を 20 分間保持する。その後、30 分間で 15 mbar まで減圧する。次に、温度を 270 まで上げ、0.5 mbar まで真空を高めて、更に 2 時間攪拌を続ける。結果を表 1 にまとめる。

40

【0031】

比較例 2

25%水酸化アンモニウム溶液 22 mg (ビスフェノール A に対して 0.03 モル%)

50

および1%炭酸水素ナトリウム溶液5mg(ビスフェノールAに対して0.0003モル%)を添加すること以外は、比較例1と同様に行う。結果を表1にまとめる。

【0032】

比較例3

ビスフェノールA 45.66g(0.2モル)、ジフェニルカーボネート47.13g(ビスフェノールAに対して110モル%)、25%水酸化アンモニウム溶液22mg(ビスフェノールAに対して0.03モル%)、1%炭酸水素ナトリウム溶液5mg(ビスフェノールAに対して0.0003モル%)および4-クミルフェノール2.12g(ビスフェノールAに対して5モル%)を秤量して、攪拌機、内部温度計およびブリッジ付きビグラー管(30cm、ミラーコーティングされたもの)を備えた500mL3つ口フラスコに分配する。雰囲気酸素を、真空を適用して窒素をパージすること(3回)により装置から除去し、前記混合物を150℃で熔融させる。190℃に昇温して、100mbarまで真空を高め、得られるフェノールを蒸留により除去する。20分後、235℃まで昇温し、60mbarまで真空を高める。15分後、250℃まで昇温し、更に15分後に5mbarまで真空を高める。次いで、280℃まで昇温し、15分後に0.5mbarまで減圧する。更に15分後、攪拌を300rpmで更に30分間続ける。結果を表1にまとめる。

10

【0033】

【表1】

表 1

比較例	溶液粘度	導入された アルキルフェノール [モル%]	検出された アルキルフェノール [モル%]	結合した(incorporated) アルキルフェノール [%]
1	1.142	5	3.7	74
2	1.167	5	3.5	75
3	1.146	5	3.8	76

20

30

【0034】

実施例1

水酸化アンモニウムの代わりにテトラフェニルホスホニウムフェノレート(tetraphenyl phosphonium phenolate、混成結晶として配分されたものであって、フェノールを混成結晶に対して30重量%含有するもの)4.9mg(ビスフェノールAに対して0.004モル%)を添加すること以外は、比較例2と同様に行う。炭酸水素ナトリウムは添加しない。結果を表2にまとめる。

40

【0035】

実施例2

ホウ酸を添加しないこと以外は、実施例1と同様に行う。結果を表2にまとめる。

【0036】

実施例3

ビスフェノールA 45.66g(0.2モル)、ジフェニルカーボネート46.21g(ビスフェノールAに対して108モル%)、テトラフェニルホスホニウムフェノレート(tetraphenyl phosphonium phenolate、混成結晶として配分されたものであって、フェノールを混成結晶に対して30重量%含有するもの)4.9mg(ビスフェノールAに対して0.004モル%)および4-フェノキシフェノール1.49g(ビスフェノールAに対

50

して4モル%)を秤量して分配すること以外は、比較例3と同様に行う。

【0037】

実施例4

ジフェニルカーボネート45.84g(ビスフェノールAに対して107モル%)、および4-フェノキシフェノールの代わりに3-ペンタデシルフェノール1.22g(ビスフェノールAに対して2モル%)を秤量して分配すること以外は、実施例3と同様に行う。

【0038】

実施例5

ジフェニルカーボネート45.51g(ビスフェノールAに対して106モル%)、および4-フェノキシフェノールの代わりにクミルフェニルフェニルカーボネート(cumylphenyl phenyl carbonate)3.32g(ビスフェノールAに対して5モル%)を秤量して分配すること以外は、実施例3と同様に行う。結果を表2にまとめる。

【0039】

【表2】

表 2

実施例	溶液粘度	導入された アルキルフェノール [モル%]	検出された アルキルフェノール [モル%]	結合した(incorporated) アルキルフェノール [%]
1	1.134	5	4.0	80
2	1.160	5	4.2	84
3	1.158	4	3.2	80
4	1.161	2	2.0	100
5	1.113	5	4.2	84

10

20

30

フロントページの続き

(72)発明者 ウヴェ・フックス

ドイツ連邦共和国デー - 4 6 5 1 9 アルペン、アム・マリーエンシュティフト 3 0 番

(72)発明者 ロータル・ブンツェル

ドイツ連邦共和国デー - 4 7 9 0 6 ケンペン、オッター - ハーン - シュトラーセ 2 8 番

審査官 繁田 えい子

(56)参考文献 国際公開第 9 9 / 0 3 6 4 5 8 (W O , A 1)

特開平 0 9 - 0 8 7 3 7 5 (J P , A)

特開平 0 8 - 2 9 5 7 3 2 (J P , A)

特開平 0 9 - 1 6 9 8 3 8 (J P , A)

(58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)

C08G 64/00