

PŘIHLÁŠKA VYNÁLEZU

zveřejněná podle § 31 zákona č. 527/1990 Sb.

(19)
ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRUMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

(22) Přihlášeno: **09.02.2007**
(40) Datum zveřejnění přihlášky vynálezu: **29.12.2008**
(Věstník č. 52/2008)
(86) PCT číslo: **PCT/US2007/003560**
(87) PCT číslo zveřejnění: **WO 2007/100473**

(21) Číslo dokumentu:

2008-492

(13) Druh dokumentu: **A3**

(51) Int. Cl.:
C08G 73/12 (2006.01)
C08G 73/10 (2006.01)
C08G 65/00 (2006.01)

- (71) Přihlašovatel:
GENERAL ELECTRIC COMPANY, Schenectady,
12345, NY, US
- (72) Puvodce:
Brunelle Daniel Joseph, Burnt Hills 12027, NY, US
Acar Havva Yagci, 34450 Sariyer, Istanbul, TR
Khouri Farid Foud, Clifton Park 12065, NY, US
Guggenheim Thomas Link, Mount Vernon 47620, IN, US
Woodruff David Winfield, Saratoga Springs 12866, NY, US
Johnson Norman Enoch, Mount Vernon 47620, IN, US
- (74) Zastupce:
Společná advokátní kancelář Všecka Zelený Švorčík
Kalenský a partneři, JUDr. Pavel Zelený, Hájkova 2,
Praha 2, 12000

- (54) Název přihlášky vynálezu
**Způsob katalýzy fázovým přenosem pro
přípravu polyeterimidů**

- (57) Anotace:
Polyeterové polymery, jako jsou například polyeterimidy, se připraví reakcí soli alkalického kovu dihydroxy-substituovaného aromatického uhlovodíku, jako je například dvojsodná sul bisfenolu A, s bis(N-(chloritalimido))aromatickou sloučeninou, jako je například 1,3- a/nebo 1,4-bis(N-(4-chloritalimido))benzen, v rozpouštědle, jako je například o-dichlorbenzen, a v přítomnosti katalyzátoru pro přenos lázi, jako je například hexaalkylguanidiniumchlorid. Ke zlepšení této metody je použito několik provedení. Tato provedení zahrnují použití v podstatě suchých reakčních látek, použití vysoké úrovně pevných látek v rozpouštědle, zahájení postupu s přebytkem bis(N-(chloritalimido))aromatické sloučeniny a postupné přidávání soli alkalického kovu, použití soli alkalického kovu s malým rozměrem částic a použití reakčních složek o vysoké čistotě.

Způsob katalýzy fázovým přenosem pro přípravu polyeterimidů

Souvisící patentové přihlášky

[0001] Tato patentová přihláška je pokračovací patentovou přihláškou Spojených států amerických Serial No. 10/647,889 , podané 25. října 2003 .

Dosavadní stav techniky

[0002] Předmětný vynález se týká způsobu přípravy polyeterových polymerů , a konkrétně zlepšené metody této přípravy reakcí katalyzovanou fázovým přenosem . Podle konkrétního provedení se předmětný vynález týká přípravy polyeterimidů reakcí katalyzovanou fázovým přenosem .

[0003] Polyeterimidy se stávají důležitou třídou technických pryskyřic z důvodu jejich vynikajících vlastností . Běžně se tyto látky připravují reakcí aromatického diaminu s aromatickým dianhydridem . Ovšem nevýhoda této metody spočívá v tom, že vyžaduje mnoho stupňů pro přípravu uvedeného dianhydridu , včetně například konverze anhydridu kyseliny ftalové na N-alkylimid , nitrace uvedeného N-alkylimidu , nahrazení uvedené nitroskupiny solí dihydroxy-substituovaného aromatického uhlovodíku s alkalickým kovem , a výměnné reakce s anhydridem kyseliny ftalové k získání dianhydridu .

[0004] Z dosavadního stavu techniky je již dlouho známa příprava polyeterimidů výměnnou reakcí soli alkalického kovu dihydroxy-substituovaného aromatického uhlovodíku s aromatickým bis(substituovaný ftalimid)em . Tato původně vyvinutá reakce vyžadovala použití nákladných dipolárních aprotických rozpouštědel , přičemž získaný produkt jevil tendenci k zabarvování a znečištění různými vedlejšími produkty .

[0005] V patentu Spojených států amerických č. 5,229,482 se popisuje výměnná reakce určená k přípravě polyeterimidů z bis(chlorftalimid)ů , při které se používá rozpouštědlo s nízkou polaritou , jako je například o-dichlorbenzen , v přítomnosti tepelně stabilního katalyzátoru pro přenos fází , jako je například hexaalkylguanidiniumhalogenid . V patentu Spojených států amerických č. 5,830,974 se

popisuje podobná metoda , při které se používá monoalkoxybenzenu , jako je například anisol , jako rozpouštědla . Tyto metody umožnili poprvé předvídat komerční výrobu polyeterimidů substituční metodou .

[0006] Nicméně zde zůstává několik problémů k vyřešení optimálního provedení této substituční reakce pro přípravu polyeterimidů . Předně zde neexistuje žádná metoda pro kontrolování molekulové hmotnosti produktu , s výjimkou omezování doby reakce . Za druhé , vyžadované množství katalyzátoru pro přenos fázi k přípravě polyeterimidu ve významnějším výtěžku je vysoké , obvykle se pohybuje na úrovni 5 molových procent , vztaženo na bis(chlorftalimid) . Za třetí , produkt obvykle obsahuje relativně velký podíl , obvykle 8 až 10 % hmotnostních , cyklických oligomerů . I když postup přípravy a polymerace cyklických polyeterimidových oligomerů se současným otevřením řetězce může být vhodnou alternativní metodou k jiným polymerizačním metodám , přítomnost těchto oligomerů jako vedlejších produktů v lineárním polymeru může nepříznivým způsobem ovlivnit vlastnosti výsledného produktu a zvýšit jeho polydisperzitu (M_w/M_n) . Za čtvrté , metoda se zakončováním řetězce , která by mohla minimalizovat problémy vyplývajícími z přítomnosti reaktivních koncových skupin , nebyla dosud známa . Za páté , účinky takových proměnných parametrů jako je hladina nečistot a stechiometrická nerovnováha reakčních látek nebyly dosud známy .

[0007] Vzhledem k výše uvedenému zde tedy existuje potřeba pokračovat ve vývoji této substituční metody pro přípravu polyeterimidů a potřeba optimalizace tohoto postupu .

Podstata vynálezu

[0008] Předmětný vynález je založen na sérii studií , které identifikovaly některé proměnné parametry tohoto výměnného procesu a vedly k objevení optimálních podmínek k provedení tohoto procesu .

[0009] Podle jednoho z provedení se předmětný vynález týká metody přípravy aromatických polyeterových polymerů , která zahrnuje kontaktování v podstatě ekvimolárních množství přinejmenším jedné soli dihydroxy-substituovaného aromatického uhlovodíku s alkalickým kovem a přinejmenším jedné bis(N-

(chlorftalimido))aromatické sloučeniny v rozpouštědle o nízké polaritě v přítomnosti katalyzátoru pro přenos fází , který je v podstatě stabilní při použitých teplotách , přičemž tato metoda dále zahrnuje přinejmenším jedno z následujících provedení :

(A) použití v podstatě suchého rozpouštědla , soli alkalického kovu a bis(N-(chlorftalimido))aromatické sloučeniny , tak aby tato reakční směs obsahující tyto látky obsahovala maximálně asi 20 ppm hmotnostních vody ;

(B) zahájení reakce přidavkem katalyzátoru pro přenos fází , kdy úroveň polymeru v pevné formě v uvedeném rozpouštědle je na hodnotě přinejmenším asi 15 % a potom zkoncentrovávání této směsi během provádění této reakce tak dlouho , dokud tato hodnota není v rozmezí od asi 25 % polymeru v pevné formě do úrovně asi 60 % polymeru v pevné formě ;

(C) udržování kombinované hladiny uvedené soli alkalického kovu a bis(N-(chlorftalimido))aromatické sloučeniny v uvedeném rozpouštědle na hodnotě pohybující se v rozmezí od asi 25 % pevných látek v polymeru do úrovně asi 60 % pevných látek v polymeru ;

(D) zahájení uvedeného kontaktování za použití molárního přebytku uvedené bis(N-(chlorftalimido))aromatické sloučeniny v množství až asi 5 % a následné přidání soli alkalického kovu přinejmenším jednou k získání polyeterového polymeru o požadované molekulové hmotnosti ;

(E) použití soli alkalického kovu , která má méně než asi 25 % částic o průměru větším než asi 200 mikrometrů ; a

(F) použití přinejmenším jedné :

(1) soli alkalického kovu , která je stechiometricky čistá nebo obsahuje maximálně asi 0,3 molová % volného dihydroxy-substituovaného aromatického uhlovodíku nebo volného hydroxidu sodného , a

(2) bis(N-(chlorftalimido))aromatické sloučeniny , která je stechiometricky čistá nebo obsahuje přebytek anhydridických skupin v podílu až 0,5 molového % ,

obsahuje ftalidy v podílu maximálně asi 1 000 ppm , a obsahuje kyseliny chlorbenzoové v podílu maximálně asi 0,15 molových % .

[0010] Podle jednoho z provedení tedy předmětný vynález zahrnuje metodu určenou pro přípravu aromatického polyeterového polymeru , při které se provádí kontaktování v podstatě ekvimolárních množství přinejmenším jedné soli alkalického kovu a dihydroxy-substituovaného aromatického uhlovodíku s přinejmenším jednou bis(N-(chlorftalimido))aromatickou sloučeninou v rozpouštědle o nízké polaritě v přítomnosti katalyzátoru pro přenos fází , který je v podstatě stabilní při použitých teplotách ; kde uvedená přinejmenším jedna sůl alkalického kovu a dihydroxy-substituovaného aromatického uhlovodíku má méně než asi 25 % částic s průměrem větším než asi 200 mikrometrů .

[0011] Podle dalšího provedení podle předmětného vynálezu tento vynález zahrnuje metodu určenou pro přípravu aromatického polyeterového polymeru , při které se provádí kontaktování v podstatě ekvimolárních množství přinejmenším jedné soli alkalického kovu a dihydroxy-substituovaného aromatického uhlovodíku s přinejmenším jednou bis(N-(chlorftalimido))aromatickou sloučeninou v rozpouštědle o nízké polaritě v přítomnosti katalyzátoru pro přenos fází , který je v podstatě stabilní při použitých teplotách ; kde uvedená přinejmenším jedna sůl alkalického kovu dihydroxy-substituovaného aromatického uhlovodíku je dvojsodná sůl bisfenolu A , která má méně než asi 25 % částic s průměrem větším než asi 200 mikrometrů , a kde uvedená přinejmenším jedna bis(N-(chlorftalimido))aromatická sloučenina je vybrána ze skupiny zahrnující 1,3- a 1,4-bis(N-(4-chlorftalimido))benzen ; 1,3- a 1,4-bis(N-(3-chlorftalimido))benzen ; 1,3- a 1,4- (N-(3-chlorftalimido))-(N-(4-chlorftalimido))benzen ; 3,3'- , 3,4'- a 4,4'-bis(N-(3-chlorftalimido))fenyleter ; 3,3'- , 3,4'- a 4,4'-bis(N-(4-chlorftalimido))fenyleter ; a 3,3'- , 3,4'- a 4,4'-(N-(3-chlorftalimido))-(N-(4-chlorftalimido))fenyleter .

[0012] Podle dalšího provedení podle předmětného vynálezu tento vynález zahrnuje metodu určenou pro přípravu aromatického polyeterového polymeru , která zahrnuje kontaktování , prováděné v ortodichlorbenzenu , v podstatě ekvimolárních množství dvojsodné soli bisfenolu A , která má méně než asi 25 % částic s průměrem

větším než asi 200 mikrometrů , a bis(N-(chlorftalimido))aromatické kompozice obsahující 1,3- a 1,4-bis(N-(4-chlorftalimido))benzen , v přítomnosti hexaethylguanidiniumchloridu jako katalyzátoru pro přenos fází .

[0013] Různé další znaky , aspekty a výhody předmětného vynálezu budou zřejmé z následujícího podrobného popisu a závěrečných patentových nároků .

Stručný popis obrázků

[0014] Na připojených obrázcích 1 až 6 jsou graficky znázorněny výsledky získané při provádění postupů podle příkladů 12 až 15 a 17 až 25 . Molekulové hmotnosti na obrázcích 1 až 6 , uvedené na osách y těchto grafických závislostí , jsou uvedeny v kg/mol ; to znamená, že se jedná o běžně molekulové hmotnosti v g/mol dělené 1 000 .

[0015] Na obrázku 7 je znázorněn účinek rozemílání na distribuci velikostí částic v suspenzi soli alkalického kovu dihydroxy-substituovaného aromatického uhlovodíku v organickém rozpouštědle .

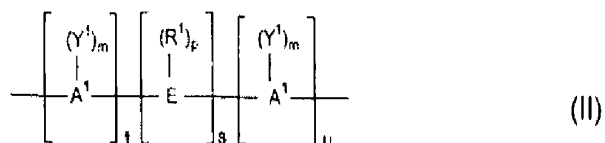
Detailní popis vynálezu

[0016] Soli alkalických kovů dihydroxy-substituovaných aromatických uhlovodíků , které jsou použity v předmětném vynálezu , jsou obvykle sodné nebo draselné soli . Při provádění konkrétních postupů jsou často používány sodné soli z důvodu jejich snadné dostupnosti a relativně malé ceny .

[0017] Mezi vhodné dihydroxy-substituované aromatické uhlovodíky je možno zařadit látky , které jsou reprezentované obecným vzorcem (I) :



kde D znamená dvojjazný aromatický zbytek . V některých provedeních D má strukturu následujícího obecného vzorce (II) :

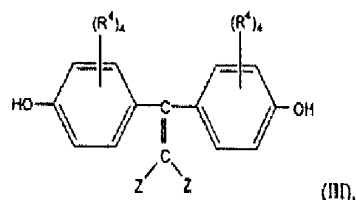


ve kterém : A^1 znamená aromatickou skupinu , včetně následujících skupin , čímž ovšem není tento rozsah nijak omezen : fenylenová skupina , bifenylenová skupina , naftylenová skupina , atd. V některých provedeních podle předmětného vynálezu E znamená alkylenovou skupinu nebo alkylidenovou skupinu včetně následujících skupin , čímž ovšem není tento rozsah nijak omezen : methylenová skupina , ethylenová skupina , ethylidenová skupina , propylenová skupina , propylidenová skupina , isopropylidenová skupina , butylenová skupina , butylidenová skupina , isobutylidenová skupina , amylenová skupina , amylidenová skupina , isoamylidenová skupina , atd. Podle dalších provedení , v případě , že E znamená alkylenovou skupinu nebo alkylidenovou skupinu , může tento zbytek sestávat ze dvou nebo více alkylenových skupin nebo alkylidenových skupin spojených částí odlišnou od alkylenové skupiny nebo alkylidenové skupiny , včetně následujících významů , čímž ovšem není tento rozsah nijak omezen : aromatická vazba ; terciární dusíková vazba ; eterová vazba ; karbonylová vazba ; vazba obsahující křemík , silanová vazba , siloxy vazba ; nebo vazba obsahující síru , včetně sulfoxidové vazby , sulfonové vazby , ovšem bez omezení pouze na tyto vazby , atd. ; nebo vazba obsahující fosfor , včetně fosfinylové vazby , fosfonylové vazby , ovšem bez omezení pouze na tyto vazby , atd. Podle dalších provedení E může znamenat cykloalifatickou skupinu , včetně následujících skupin , čímž ovšem není rozsah těchto skupin nijak omezen : cyklopentylidenová skupina , cyklohexylidenová skupina , 3,3,5-trimethylcyklohexylidenová skupina , methylcyklohexylidenová skupina , 2-(2,2,1)-bicykloheptylidenová skupina , neopentylidenová skupina , cyklopentadecylidenová skupina , cyclododecylidenová skupina , adamantylidenová skupina , atd. ; vazba obsahující síru , včetně sulfoxidové vazby , sulfonové vazby , ovšem bez omezení pouze na tyto vazby , atd. ; vazba obsahující fosfor , včetně fosfinylové vazby , fosfonylové vazby , ovšem bez omezení pouze na tyto vazby ; eterová vazba ; karbonylová skupina ; terciární dusíková skupina ; nebo vazba obsahující křemík ,

včetně silanové vazby nebo siloxy vazby , ovšem bez omezení pouze na tyto vazby . R^1 znamená atom vodíku nebo jednovaznou uhlovodíkovou skupinu , včetně následujících skupin , čímž ovšem není rozsah těchto skupin nijak omezen : alkenylová skupina , allylová skupina , alkylová skupina , arylová skupina , aralkylová skupina , alkarylová skupina nebo cykloalkylová skupina . Podle různých provedení podle předmětného vynálezu mohou být jednovazná uhlovodíková skupina R^1 halogen-substituovaná , zejména fluor- nebo chlor-substituovaná , například jako tomu v případě dichloralkylidenových skupin , zejména gem-dichloralkylidenových skupin . Y^1 v každém ze svých významů navzájem na sobě nezávisle může znamenat anorganický atom , včetně následujících atomů , čímž ovšem není tento rozsah nijak omezen : halogen (fluor , brom , chlor , jod) ; anorganickou skupinu obsahující více než jeden anorganický atom včetně následujících skupin , čímž ovšem není tento rozsah nijak omezen : nitroskupina ; organická skupina , včetně následujících skupin , čímž ovšem není rozsah těchto skupin nijak omezen : jednovazné uhlovodíkové skupiny , včetně následujících skupin , čímž ovšem není rozsah těchto skupin nijak omezen : alkenylová skupina , allylová skupina , alkylová skupina , arylová skupina , aralkylová skupina , alkarylová skupina nebo cykloalkylová skupina , nebo oxy skupiny , včetně následujících skupin , čímž ovšem není rozsah těchto skupin nijak omezen : OR^2 , kde R^2 je jednovazná uhlovodíková skupina , včetně následujících skupin , čímž ovšem není rozsah těchto skupin nijak omezen : alkylová skupina , arylová skupina , aralkylová skupina , alkarylová skupina nebo cykloalkylová skupina ; přičemž je pouze nezbytné , aby skupina Y^1 byla inertní vůči reakčním složkám a nebyla ovlivňována těmito reakčními složkami a reakčními podmínkami použitými k přípravě tohoto polymeru . V některých konkrétních určitých provedeníh podle předmětného vynálezu Y^1 obsahuje halogenovou skupinu nebo C_1 - C_6 alkylovou skupinu . Písmeno "m" znamená libovolné celé číslo od nuly do čísla znamenajícího počet poloh na A^1 , které jsou k dispozici pro substituování , včetně těchto hodnot ; písmeno "p" znamená celé číslo od nuly do čísla znamenajícího počet poloh , které jsou na E k dispozici pro substituování , včetně těchto hodnot ; písmeno "t" znamená celé číslo rovnající se přinejmenším jedné ; písmeno "s" znamená celé číslo rovnající se nule nebo jedné ; a písmeno "u" znamená libovolné celé číslo včetně nuly .

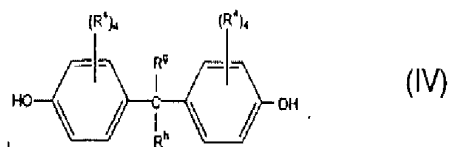
[0018] Ve výše uvedených dihydroxy-substituovaných aromatických uhlovodících, ve kterých D znamená zbytek reprezentovaný výše definovaným obecným vzorcem (II), jestliže je přítomen více než jeden Y^1 substituent, potom mohou být tyto substituenty stejné nebo rozdílné. Totéž platí pro substituent R^1 . V případě, že "s" je nula ve výše definovaném obecném vzorci (II) a "u" není nula, potom jsou aromatické kruhy přímo spojené kovalentní vazbou bez zprostředkování spojení alkylidenovou skupinou nebo jinou můstkovou skupinou. Polohy hydroxylových skupin a zbytku Y^1 na aromatických zbytcích jádra A^1 se mohou lišit, přičemž mohou být v orto, meta nebo para polohách, přičemž k seskupování může dojít v sousedním, asymetrickém nebo symetrickém vzájemném vztahu, kdy dva nebo více atomů uhlíku v kruhu uhlovodíkového zbytku je substituováno Y^1 a hydroxylovými skupinami. Podle některých specifických provedení mají parametry "t", "s" a "u" každý hodnotu jedna; oba A^1 zbytky představují nesubstituované fenylenové zbytky; a E je alkylidenová skupina, jako například isopropylidenová skupina. Podle některých specifických provedení jsou oba A^1 zbytky p-fenylenová skupina, přičemž ovšem mohou rovněž představovat oba o- nebo m- fenylenovou skupinu nebo jeden může představovat o- nebo m- fenylenovou skupinu a druhý může být p-fenylenová skupina.

[0019] Podle některých provedení podle předmětného vynálezu v těchto dihydroxy-substituovaných aromatických uhlovodících E může představovat nenasycenou alkylidenovou skupinu. Mezi vhodné dihydroxy-substituované aromatické uhlovodíky tohoto typu je možno zařadit sloučeniny následujícího obecného vzorce (III):



ve kterém každý ze substituentů R^4 navzájem na sobě nezávisle představuje atom vodíku, chloru, bromu nebo C_{1-30} jednovaznou uhlovodíkovou nebo uhlovodík-oxy skupinu, přičemž každý ze zbytků Z představuje atom vodíku, chloru nebo bromu, s tou podmínkou, že přinejmenším jeden zbytek Z je chlor nebo brom.

[0020] Mezi vhodné dihydroxy-substituované aromatické uhlovodíky rovněž patří látky , které mají následující obecný vzorec (IV) :

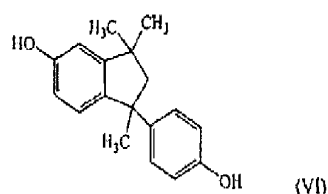
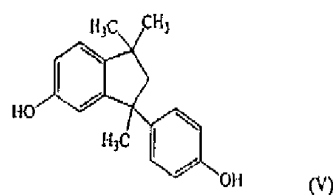


ve kterém každý ze zbytků R^4 navzájem na sobě nezávisle má stejný význam jako bylo definováno shora , a R^g a R^h znamenají oba atom vodíku nebo C_{1-30} uhlovodíkovou skupinu .

[0021] V provedeních podle předmětného vynálezu mezi dihydroxy-substituované aromatické uhlovodíky , které je možno pro účely tohoto vynálezu použít , je možno zařadit látky uvedené názvem nebo obecným vzorcem (generickým nebo specifickým) v patentech Spojených států amerických č. 2,991,273 , 2,999,835 , 3,028,365 , 3,148,172 , 3,271,367 , 3,271,368 a 4,217,438 . Podle některých provedení podle předmětného vynálezu mezi dihydroxy-substituované aromatické uhlovodíky patří 4,4'-(3,3,5-trimethylcyklohexyliden)difenol ; 4,4'-bis(3,5-dimethyl)difenol ; 1,1-bis(4-hydroxy-3-methylfenyl)cyklohexan ; 4,4-bis(4-hydroxyfenyl)heptan ; 2,4'-dihydroxydifenylmethan ; bis(2-hydroxyfenyl)methan ; bis(4-hydroxyfenyl)methan ; bis(4-hydroxy-5-nitrofenyl)-methan ; bis(4-hydroxy-2,6-dimethyl-3-methoxyfenyl)methan ; 1,1-bis(4-hydroxyfenyl)-ethan ; 1,2-bis(4-hydroxyfenyl)ethan ; 1,1-bis(4-hydroxy-2-chlorfenyl)ethan ; 2,2-bis(4-hydroxyfenyl)propan (všeobecně označovaný jako bisfenol A) ; 2,2-bis(3-fenyl-4-hydroxyfenyl)propan ; 2,2-bis(4-hydroxy-3-methylfenyl)propan ; 2,2-bis(4-hydroxy-3-ethylfenyl)propan ; 2,2-bis(4-hydroxy-3-isopropylfenyl)propan ; 2,2-bis(4-hydroxy-3,5-dimethylfenyl)propan ; 3,5,3',5'-tetrachlor-4,4'-dihydroxyfenyl)propan ; bis(4-hydroxyfenyl)cyklohexylmethan ; 2,2-bis(4-hydroxyfenyl)-1-fenylpropan ; 2,4'-dihydroxyfenylsulfon ; dihydroxynaftalen ; 2,6-dihydroxynaftalen ; hydrochinon ; resorcinol ; C_{1-3} alkyl-substituované resorcinoly ; 2,2-bis-(4-hydroxyfenyl)butan ; 2,2-bis-(4-hydroxyfenyl)-2-methylbutan ; 1,1-bis-(4-hydroxyfenyl)cyklohexan ; bis-(4-hydroxyfenyl) ; bis-(4-hydroxyfenyl)sulfid ; 2-(3-methyl-4-hydroxyfenyl)-2-(4-hydroxyfenyl)propan ; 2-(3,5-dimethyl-4-hydroxyfenyl)-2-(4-hydroxyfenyl)propan ; 2-(3-

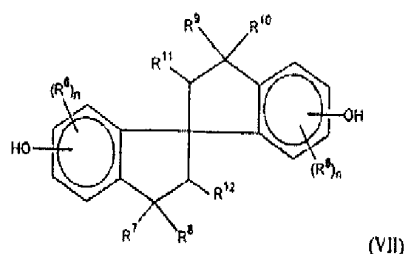
methyl-4-hydroxyfenyl)-2-(3,5-dimethyl-4-hydroxyfenyl)propan ; bis-(3,5-dimethylfenyl-4-hydroxyfenyl)methan ; 1,1-bis-(3,5-dimethylfenyl-4-hydroxyfenyl)ethan ; 2,2-bis-(3,5-dimethylfenyl-4-hydroxyfenyl)propan ; 2,4-bis-(3,5-dimethylfenyl-4-hydroxyfenyl)-2-methylbutan ; 3,3-bis-(3,5-dimethylfenyl-4-hydroxyfenyl)pentan ; 1,1-bis-(3,5-dimethylfenyl-4-hydroxyfenyl)cyklopentan ; 1,1-bis-(3,5-dimethylfenyl-4-hydroxyfenyl)cyklohexan ; a bis-(3,5-dimethylfenyl-4-hydroxyfenyl)sulfid . Podle jednoho ze specifických provedení podle předmětného vynálezu tento dihydroxy-substituovaný aromatický uhlovodík představuje bisfenol A.

[0022] Podle některých provedení podle předmětného vynálezu v případě dihydroxy-substituovaných aromatických uhlovodíků , jestliže E znamená alkýlenovou skupinu nebo alkylidenovou skupinu , potom tato skupina může být součástí jednoho nebo více kondenzovaných kruhů propojených k jedné nebo více aromatickým skupinám s navázaným jedním hydroxy-substituentem . Mezi vhodné dihydroxy-substituované aromatické uhlovodíky tohoto typu patří látky obsahující indanové strukturní jednotky , jako například jednotky reprezentované následujícím obecným vzorcem (V) , přičemž touto sloučeninou je 3-(4-hydroxyfenyl)-1,1,3-trimethylindan-5-ol , a následujícím obecným vzorcem (VI) , přičemž touto sloučeninou je 1-(4-hydroxyfenyl)-1,3,3-trimethylindan-5-ol :



[0023] Mezi vhodné dihydroxy-substituované aromatické uhlovodíky tohoto typu , které obsahují jednu nebo více alkýlenových skupin nebo alkylidenových skupin jako

část kondenzovaných kruhů , patří rovněž 2,2,2',2'-tetrahydro-1,1'-spirobi(1H-inden)-dioly , které mají následující obecný vzorec (VII) :

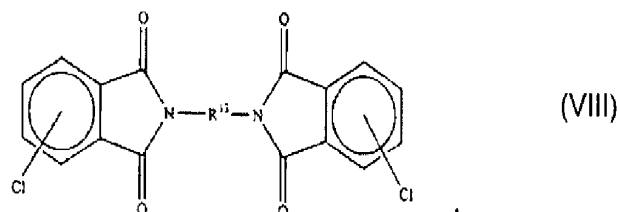


ve kterém každý ze substituentů R^6 navzájem na sobě nezávisle je vybrán ze skupiny zahrnující jednovazné uhlovodíkové zbytky a halogenové zbytky ; každý ze substituentů R^7 , R^8 , R^9 a R^{10} navzájem na sobě nezávisle znamená C_{1-6} alkylovou skupinu ; každý ze substituentů R^{11} a R^{12} navzájem na sobě nezávisle znamená atom vodíku nebo C_{1-6} alkylovou skupinu ; a každý ze symbolů n navzájem na sobě nezávisle je vybrán z kladných celých čísel o hodnotě 0 až 3 , včetně . Podle jednoho z konkrétních provedení podle předmětného vynálezu tímto 2,2,2',2'-tetrahydro-1,1'-spirobi(1H-inden)diolem je 2,2,2',2'-tetrahydro-3,3,3',3'-tetramethyl-1,1'-spirobi(1H-inden)-6,6'-diol (někdy označovaný zkratkou "SBI") . Rovněž mohou být použity směsi solí alkalických kovů odvozené od směsi libovolných z výše uvedených dihydroxy-substituovaných aromatických uhlovodíků .

[0024] Termínem "alkyl" , který je použit v tomto popisu v různých provedeních podle předmětného vynálezu je míněna jak alkylová skupina s přímým řetězcem , tak rozvětvená alkylová skupina , aralkylová skupina , cykloalkylová skupina , bicykloalkylová skupina , tricykloalkylová skupina a polycykloalkylové skupiny obsahující uhlíkové a vodíkové atomy a případně obsahující další atomy kromě uhlíku a vodíku , jako například atomy vybrané ze skupin 15 , 16 a 17 periodické soustavy prvků . Termín "alkylová skupina" rovněž zahrnuje alkylovou část alkoxidových skupin . V různých provedeních podle předmětného vynálezu normální a rozvětvené alkylové skupiny jsou takové skupiny , které obsahují 1 až asi 32 atomů uhlíku , přičemž jako ilustrativní příklady , které nijak neomezuji rozsah těchto skupin , je možno uvést C_1 až C_{32} alkylové skupiny případně substituované jednou nebo více skupinami zvolenými ze

skupiny zahrnující C1 až C32 alkylové skupiny , C3 až C15 cykloalkylové skupiny nebo arylové skupina ; a C3 až C15 cykloalkylové skupiny případně substituované jednou nebo více skupinami vybranými ze skupiny zahrnující C1 až C32 alkylové skupiny . Jako ilustrativní příklad některých těchto konkrétních skupin je možno uvést methylovou skupinu , ethylovou skupinu , n-propylovou skupinu , isopropylovou skupinu , n-butylovou skupinu , sek-butylovou skupinu , terciární butylovou skupinu , pentylovou skupinu , neopentylovou skupinu , hexylovou skupinu , heptylovou skupinu , oktylovou skupinu , nonylovou skupinu , decylovou skupinu , undecylovou skupinu a dodecylovou skupinu . Jako ilustrativní příklad některých cykloalkylových skupin a bicykloalkylových skupin , které ovšem rozsah těchto skupin nijak neomezují , je možno uvést cyklobutylovou skupinu , cyklopentylovou skupinu , cyklohexylovou skupinu , methylcyklohexylovou skupinu , cykloheptylovou skupinu , bicykloheptylovou skupinu a adamantylovou skupinu . Podle různých provedení podle předmětného vynálezu jsou aralkylovými skupinami takové skupiny , které obsahují 7 až asi 14 atomů uhlíku , přičemž mezi tyto skupiny patří , aniž by tím byl rozsah těchto skupin nějak omezen , benzylová skupina , fenylobutylová skupina , fenylopropylová skupina a fenylethylová skupina . V různých provedeních podle předmětného vynálezu jsou arylovými skupinami použitými v různých provedeních podle předmětného vynálezu substituované nebo nesubstituované arylové skupiny obsahující 6 až 18 atomů uhlíku v kruhu . Jako příklad některých z těchto arylových skupin , čímž ovšem není rozsah těchto skupin nijak omezen , je možno uvést C6 až C15 arylové skupiny případně substituované jednou nebo více skupinami vybranými ze skupiny zahrnující C1 až C32 alkylové skupiny , C3 až C15 cykloalkylové skupiny nebo arylové skupiny . Jako ilustrativní příklad těchto konkrétních arylových skupin je možno uvést substituovanou nebo nesubstituovanou fenylovou skupinu , bifenylovou skupinu , toluylovou skupinu a naftylovou skupinu .

[0025] Typické bis(N-(chlorftalimido))aromatické sloučeniny (v tomto popisu dále označované někdy jednoduše jako "bischlorftalimidy") , použité v postupu podle předmětného vynálezu , se připraví v různých provedeních reakcí diaminu s dvěma ekvivalenty anhydridu , přičemž zahrnují , aniž by tím byl rozsah těchto látek nějak omezen , sloučeniny následujícího obecného vzorce (VIII) :



[0026] V různých provedeních podle předmětného vynálezu je R^{13} v obecném vzorci (VIII) odvozen od diaminu vybraného ze skupiny zahrnující alifatické, aromatické a heterocyklické diaminy. Jako příklad alifatických částí, čímž ovšem není rozsah těchto zbytků nijak omezen, je možno uvést zbytky s přímým řetězcem, s rozvětveným řetězcem a cykloalkylové zbytky a jejich substituované deriváty. Zbytky s přímým řetězcem a rozvětvené alkylové zbytky jsou obvykle takové zbytky, které obsahují od 2 do 22 atomů uhlíku, přičemž jako ilustrativní příklad těchto zbytků, čímž ovšem není rozsah těchto zbytků nijak omezen, je možno uvést ethylovou skupinu, propylovou skupinu, butylovou skupinu, neopentylovou skupinu, hexylovou skupinu, dodecylovou skupinu. Cykloalkylové zbytky jsou obvykle takové zbytky, které obsahují od 3 do 22 atomů uhlíku v kruhu. Jako ilustrativní příklad některých těchto zbytků, čímž ovšem není rozsah nijak omezen, je možno uvést cykloalkylové skupiny, mezi které patří cyklobutylová skupina, cyklopentylová skupina, cyklohexylová skupina, methylcyklohexylová skupina a cykloheptylová skupina. V různých provedeních podle předmětného vynálezu tyto dvě aminové skupiny v alifatických zbytcích odvozených od diaminu jsou navzájem od sebe odděleny přinejmenším dvěma a někdy přinejmenším třemi atomy uhlíku. V konkrétních provedeních těchto diaminů jsou tyto dvě aminoskupiny v alfa,omega polohách alkylového zbytku s přímým řetězcem nebo alkylového zbytku s rozvětveným řetězcem, nebo jejich substituovaných derivátch; nebo v polohách 1,4 cykloalkylového zbytku nebo jeho substituovaných derivátch. V různých provedeních podle předmětného vynálezu je možno mezi substituenty pro uvedené alifatické části zařadit jeden nebo více halogenových skupin, jako je například fluor, chlor nebo brom, nebo směsi těchto skupin; nebo jednu nebo více arylových skupin, jako jsou například fenylové skupiny, fenylové skupiny substituované alkylovými skupinami nebo halogenovými skupinami nebo směsi těchto skupin. V některých provedeních podle předmětného vynálezu jsou substituenty pro alifatické části, v

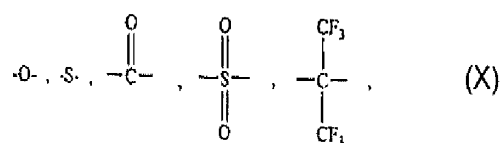
případě , že jsou přítomny , chlor nebo nesubstituovaná fenylová skupina .

[0027] Podle dalších provedení podle předmětného vynálezu R^{13} ve výše uvedených obecných vzorcích (VIII) tvoří dvojjaznou organickou skupinu vybranou ze skupiny zahrnující aromatické uhlovodíkové zbytky obsahující 6 až asi 22 atomů uhlíku a jejich substituované deriváty . V různých provedeních mohou být tyto aromatické uhlovodíkové zbytky monocyklické , polycyklické nebo kondenzované .

[0028] Podle ještě dalších provedení podle předmětného vynálezu R^{13} ve výše definovaných obecných vzorcích (VIII) tvoří dvojjazné aromatické uhlovodíkové zbytky obecného vzorce (IX) :



ve kterém neurčený polohový isomer v aromatickém kruhu je buďto v poloze meta nebo para vzhledem ke zbytku Q , přičemž Q znamená kovalentní vazbu nebo člen vybraný ze skupiny zahrnující následující obecné vzorce (X) :



a alkylenovou nebo alkylidenovou skupinu obecného vzorce C_yH_{2y} , kde y je celé číslo od 1 do 5 , včetně těchto hodnot . V některých konkrétních provedeních podle předmětného vynálezu y znamená číslo jedna nebo dvě . Jako ilustrativní příklad spojovacích skupin , ovšem bez jakéhokoliv omezení pouze na tyto skupiny , je možno uvést methylenovou skupinu , ethylenovou skupinu , ethylidenovou skupinu , vinylidenovou skupinu , vinylidenovou skupinu substituovanou halogenem a isopropylidenovou skupinu . Podle dalších konkrétních provedení podle předmětného vynálezu je neurčený polohový isomer v aromatickém kruhu ve výše definovaném obecném vzorci (IX) para vzhledem ke Q .

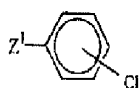
[0029] V různých provedeních podle předmětného vynálezu jsou uvedené dvě aminoskupiny v aromatických uhlovodíkových zbytcích odvozených od diaminu odděleny přinejmenším dvěma a někdy přinejmenším třemi uhlíkovými atomy v kruhu . V případech , kdy je aminoskupina nebo aminoskupiny umístěna nebo umístěny v různých aromatických kruzích polycyklické aromatické části , potom jsou mnohdy odděleny od přímé vazby nebo od spojující části mezi libovolnými dvěma aromatickými kruhy přinejmenším dvěma a někdy přinejmenším třemi uhlíkovými atomy v kruhu . Jako ilustrativní příklad těchto aromatických uhlovodíkových zbytků , čímž ovšem není jejich rozsah nijak omezen , je možno uvést fenylovou skupinu , bifenylovou skupinu , naftylovou skupinu , bis(fenyl)methanovou skupinu , bis(fenyl)-2,2-propanovou skupinu a jejich substituované deriváty . V konkrétních provedeních mezi specifické substituenty patří jedna nebo více halogenových skupin , jako je například fluor , chlor nebo brom , nebo jejich směsi ; nebo jedna nebo více skupin s přímým řetězcem , s rozvětveným řetězcem nebo cykloalkylových skupin , které obsahují 1 až 22 atomů uhlíku , jako je například methylová skupina , ethylová skupina , propylová skupina , isopropylová skupina , terc-butylová skupina nebo směsi těchto skupin . V konkrétních provedeních mezi substituenty aromatických uhlovodíkových zbytků , jestliže jsou přítomny , patří přinejmenším jedna skupina ze souboru zahrnujícího chlor , methylovou skupinu , ethylovou skupinu nebo jejich směsi . Podle dalších konkrétních provedení jsou uvedené aromatické uhlovodíkové zbytky nesubstituované . Podle některých konkrétních provedení podle předmětného vynálezu mezi diaminy , od kterých může být odvozen R^1 , patří , ovšem bez omezení pouze na tyto diaminy , meta-fenylendiamin ; para-fenylendiamin ; směsi meta- a para-fenylendiaminu ; isomerní 2-methyl- a 5-methyl-4,6-diethyl-1,3-fenylen-diaminy nebo směsi těchto látek ; bis(4-aminofenyl)-2,2-propan ; bis(2-chlor-4-amino-3,5-diethylfenyl)methan , 4,4'-diaminodifenyl , 3,4'-diaminodifenyl , 4,4'-diaminodifenyleter , 3,4'-diaminodifenyleter , 4,4'-diaminodifenylylsulfon , 3,4'-diaminodifenylylsulfon , 4,4'-diaminodifenylylketon , 3,4'-diaminodifenylylketon a 2,4-toluendiamin . Rovněž mohou být použity směsi těchto látek .

[0030] V konkrétních provedeních podle předmětného vynálezu mezi bischlorftalimidy výše definovaného obecného vzorce (VIII) patří 1,3- a 1,4-bis(N-(4-chlorftalimido))benzen ; 1,3- a 1,4-bis(N-(3-chlorftalimido))benzen ; 1,3- a 1,4-(N-(3-

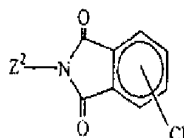
chlorftalimido))-(N-(4-chlorftalimido))benzen ; 3,3'- , 3,4'- a 4,4'-bis(N-(3-chlorftalimido))fenyleter ; 3,3'- , 3,4'- a 4,4'-bis(N-(4-chlorftalimido))fenyleter ; a 3,3'- , 3,4'- a 4,4'-(N-(3-chlorftalimido))-(N-(4-chlorftalimido))fenyleter . Rovněž je možno použít směsi sloučenin výše definovaného obecného vzorce (VIII) .

[0031] Do rozsahu předmětného vynálezu patří rovněž použití sloučeniny výše definovaného obecného vzorce (VIII) s dalšími bis(halogenid)ovými sloučeninami , mezi které patří , bez jakéhokoliv omezování pouze na tyto sloučeniny , bis(4-fluorfenyl)-sulfon , bis(4-fluorfenyl)keton a odpovídající chlorové sloučeniny . V tomto případě polyeterimid , získaný jako produkt , bude kopolymerem , který rovněž obsahuje etersulfonové nebo eterketonové strukturní jednotky stejného typu jako je struktura a postup přípravy těchto jednotek popsány v patentu Spojených států amerických č. 5,908,915 .

[0032] Rovněž může být podle předmětného vynálezu případně použito přinejmenším jedno činidlo pro zakončování řetězce , které se někdy označuje jako "CTA" . Mezi vhodná činidla pro zakončování řetězce , čímž ovšem není rozsah těchto činidel nijak omezen , patří všechna činidla s aktivovaným substituentem vhodným k provedení substituce za fenoxidovou skupinu během provádění polymerizačního procesu . V různých provedeních podle předmětného vynálezu mezi vhodná činidla pro zakončení řetězce patří , ovšem bez jakéhokoliv omezení pouze na tyto látky , alkylhalogenidy , jako jsou například alkylchloridy , a arylhalogenidy , mezi které patří , ovšem bez omezení pouze na tyto látky , chloridy následujících obecných vzorců (XI) a (XII) :



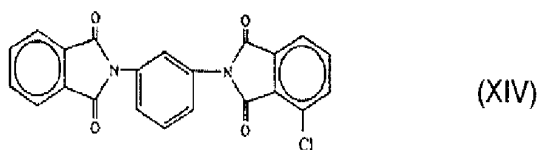
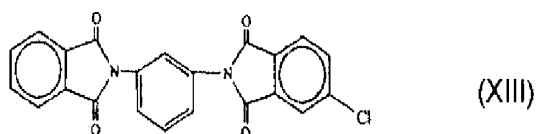
(XI)



(XII)

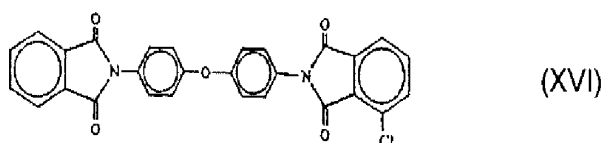
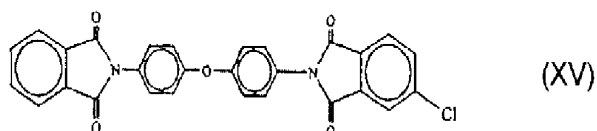
kde chlor jako substituent je umístěn v poloze 3 nebo 4 , a Z^1 a Z^2 představují substituovanou nebo nesubstituovanou alkylovou nebo arylovou skupinu . V některých

provedeních podle předmětného vynálezu vhodná činidla pro zakončování řetězce výše definovaného obecného vzorce (XI) tvoří monochlorbenzofenon nebo monochlordifenylsulfon . V některých provedeních podle předmětného vynálezu vhodná činidla pro zakončování řetězce výše definovaného obecného vzorce (XII) tvoří přinejmenším jeden mono-substituovaný mono-ftalimid , mezi které patří , ovšem bez jakéhokoliv omezování pouze na tyto látky , monochlorftalimid , jako je například 4-chlor-N-methylftalimid , 4-chlor-N-butylftalimid , 4-chlor-N-oktadecylftalimid , 3-chlor-N-methylftalimid , 3-chlor-N-butylftalimid , 3-chlor-N-oktadecylftalimid , 4-chlor-N-fenylftalimid nebo 3-chlor-N-fenylftalimid . Podle dalších provedení podle předmětného vynálezu mezi vhodná činidla pro zakončování řetězce obecného vzorce (XII) patří přinejmenším jeden mono-substituovaný bis-ftalimid , zahrnující , ovšem bez jakéhokoliv omezení pouze na tyto látky , monochlorbisftalimidobenzen , zahrnující , ovšem bez omezení pouze na tyto látky , 1-(N-(4-chlorftalimido))-3-(N-ftalimido)benzen (jako je tomu v případě látky obecného vzorce (XIII)) nebo 1-(N-(3-chlorftalimido))-3-(N-ftalimido)benzen (jako je tomu v případě látky obecného vzorce (XIV)) , přičemž posledně uváděné látky jsou obvykle ve směsi s analogickým bis(chlor-N-ftalimido)-benzenovým monomermem :



[0033] Podle ještě dalších provedení podle předmětného vynálezu mezi vhodná činidla pro zakončování řetězce obecného vzorce (XII) patří další mono-substituované bisftalimido sloučeniny , mezi které patří , ovšem bez jakéhokoliv omezování pouze na tyto látky , monochlorbisftalimidodifenylsulfon , monochlorbisftalimidodifenylketon a monochlorbisftalimidofenylethery , mezi které patří , ovšem bez jakéhokoliv omezování pouze na tyto látky , 4-(N-(4-chlorftalimido))fenyl-4'-(N-ftalimido)fenyleter (jako je tomu v

případě sloučeniny obecného vzorce (XV)), nebo 4-(N-(3-chlorftalimido)fenyl)-4'-(N-ftalimido)fenyleter (jako je tomu v případě sloučeniny obecného vzorce (XVI)), nebo odpovídající isomery odvozené od 3,4'-diaminodifenyletheru :



[0034] Tato činidla pro zakončování řetězce mohou být případně ve směsi s bis-substituovanými bis(ftalimid)ovými monomery . Podle jednoho z provedení podle předmětného vynálezu mohou být tato mono-substituovaná bis-ftalimidová činidla pro zakončování řetězce ve směsi s bis-substituovanými bis-ftalimidovými monomery . Podle jednoho z konkrétních provedení podle předmětného vynálezu jsou monochlorbisftalimidofenyleterová činidla pro zakončování řetězce mnohdy ve směsi s přinejmenším jedním bis-substituovaným (N-ftalimido)fenyleterem , mezi které patří , ovšem bez jakéhokoliv omezování na tyto látky , přinejmenším jeden bis(chlor-N-ftalimido)fenyleter .

[0035] V provedeních podle předmětného vynálezu je rovněž přítomno přinejmenším jedno rozpouštědlo o nízké polaritě , obvykle v podstatě o nižší polaritě než v případě dipolárních aprotických rozpouštědel předtím použitých pro přípravu aromatických polyeterimidů . V různých provedeních podle předmětného vynálezu mají tato rozpouštědla teplotu varu vyšší než asi 150 °C z toho důvodu , aby se usnadnil průběh reakce , která obvykle vyžaduje použití teplot v rozmezí od asi 125 °C do asi 250 °C . Mezi vhodná rozpouštědla , ovšem bez jakéhokoliv omezování pouze na tyto látky , patří orto-dichlorbenzen , para-dichlorbenzen , dichlortoluen , 1,2,4-trichlorbenzen , difenylsulfon , fenetol , anisol a veratrol , a dále směsi těchto rozpouštědel .

[0036] Dalším znakem předmětného vynálezu je přítomnost katalyzátoru pro přenos fází (v popisu předmětného vynálezu je tento katalyzátor někdy označován

[0038] Podle provedení A jsou použité reakční složky (sůl alkalického kovu , bischlorftalimid a rozpouštědlo) v podstatě suché ; to znamená , že reakční směs obsahující tyto složky obsahuje maximálně asi 20 ppm hmotnostních vody . V některých specifických provedeních množství vody v této reakční směsi je menší než asi 20 ppm , podle jiných provedení je toto množství menší než asi 15 ppm a podle ještě dalších provedení je toto množství menší než asi 10 ppm . Podíl vody může být určen

libovolnými běžně používanými prostředky , přičemž toto množství se obvykle určí metodou Karl Fischerovy titrace . Podle některých provedení se toto množství vody v reakční směsi stanoví nepřímo změřením množství vody v destilátu nebo kondenzátu z hlavy kolony .

[0039] Podle specifické verze tohoto provedení se sůl alkalického kovu v kombinaci s podílem rozpouštědla suší , nejčastěji destilací , podle jednoho z provedení na obsah vody maximálně asi 20 ppm , a podle jiného provedení na obsah vody maximálně asi 10 ppm . Podobným způsobem se bishlorftalimid , v kombinaci s podílem rozpouštědla a případně s činidlem pro zakončování řetězce , suší podle jednoho z provedení na obsah vody maximálně asi 20 ppm a podle jiného provedení na obsah vody maximálně asi 10 ppm . Tato forma sušení je obecně a typicky aplikovatelná na provedení A , i když je možno použít i jiné účinné formy . Do rozsahu předmětného vynálezu rovněž náleží předběžné sušení rozpouštědla , například kontaktováním tohoto rozpouštědla s molekulovými sítý .

[0040] Podle jiné specifické verze tohoto provedení (provedení A1) , je možno tato dvě reakční činidla , to znamená sůl alkalického kovu a bishlorftalimid , potom zkombinovat a případně dále sušit destilací tak dlouho , dokud se nedosáhne prahové hodnoty asi 20 ppm vody nebo hodnoty nižší . Potom se přidá suchý PTC , načež se okamžitě zahájí reakce při teplotě na asi 190 °C . Celý podíl tohoto PTC je možno přidat najednou (jednorázově) nebo po částech během určitého časového intervalu . Podle jednoho ze specifických provedení se PTC přidává kontinuálně během určitého časového intervalu za účelem zmírněn exotermického průběhu reakce . V této souvislosti termín "suchý PTC" znamená , že podle jednoho z provedení podle předmětného vynálezu tento katalyzátor obsahuje méně než asi 50 ppm vody , podle jiného provedení tento katalyzátor obsahuje méně než asi 30 ppm vody a podle ještě dalšího provedení tento katalyzátor obsahuje méně než asi 20 ppm vody . V případě , že se použije provedení A potom je možno pozorovat podstatně větší reakční rychlost , což je patrné ze sklonu křivky dosažení molekulové hmotnosti po daném čase , v porovnání s použitím reakčních činidel obsahujících vyšší podíl vody .

[0041] Podle další specifické verze tohoto provedení A (provedení A2) je možno zkombinovat bischlorftalimid , veškerý podíl nebo přinejmenším část rozpouštědla a veškerý podíl nebo přinejmenším část PTC , případně odděleně předem vysušeného , a v případě potřeby je dále sušit destilací až do dosažení prahové hodnoty asi 20 ppm vody nebo hodnoty ještě nižší . Potom se přidá sůl alkalického kovu , načež se ihned zahájí reakce , obvykle při teplotě varu použitého rozpouštědla pod zpětným chladičem . Tuto sůl alkalického kovu je možno přidat jednorázově (celý podíl najednou) nebo po částech během určitého časového intervalu . V této souvislosti termín "suchá sůl alkalického kovu" znamená v různých provedeních to , že tato sůl obsahuje méně než asi 50 ppm vody , nebo méně než asi 30 ppm vody nebo méně než asi 25 ppm vody nebo ve výhodném provedení méně než asi 20 ppm vody . Podle jednoho ze specifických provedení podle tohoto vynálezu se tato suchá sůl alkalického kovu přidává kontinuálně během určitého časového intervalu za účelem zmírnění exotermického průběhu reakce . Tuto reakci je možno provést při počáteční úrovni pevných látek přinejmenším asi 15 % nebo při úrovni pevných látek v rozmezí od asi 15 % do asi 35 % nebo při úrovni pevných látek v rozmezí od asi 25 % do asi 30 % . Podle některých provedení podle předmětného vynálezu se tato reakce provede při počáteční úrovni pevných látek a potom se tato směs zkoncentruje na vyšší úroveň pevných látek během provádění reakce nebo po přidání celého podílu soli nebo jak během provádění reakce tak po přidání celého podílu soli . Finální úroveň pevných látek po přidavku celého podílu soli a po případném provedení všech koncentračních stupňů může být přinejmenším asi 15 % nebo se může pohybovat v rozmezí od asi 15 % do asi 35 % nebo v rozmezí od asi 25 % do asi 30 % .

[0042] Podle další specifické verze tohoto provedení A se část rozpouštědla odstraní z reakční nádoby destilací v průběhu provádění reakce , načež se případně přidá suché rozpouštědlo za účelem náhrady odstraněného rozpouštědla . Podle některých provedení je tímto rozpouštědlem orto-dichlorbenzen sušený na úroveň maximálně 20 ppm vody před přidavkem do reakční směsi .

[0043] Provedení B se týká zahájení reakce přidavkem katalyzátoru pro přenos fází do směsi obsahující uvedenou sůl alkalického kovu a bis(N-(chlorftalimido))-

aromatickou sloučeninu v rozpouštědle , kde úroveň pevných látek v polymeru je na počáteční hodnotě přinejmenším asi 15 % , načež následuje zkoncentrování této směsi během provádění reakce . Podle jiného provedení je úroveň pevných látek v polymeru na počáteční hodnotě přinejmenším asi 25 % před zahájením reakce přidavkem katalyzátoru pro přenos fází . Podle různých provedení podle předmětného vynálezu po přidavku katalyzátoru pro přenos fází se směs zkoncentruje takovým způsobem , že podle jednoho z provedení se tato hodnota pohybuje v rozmezí od úrovně asi 25 % pevných látek v polymeru do úrovně asi 60 % pevných látek v polymeru ; podle jiného provedení v rozmezí od úrovně asi 25 % pevných látek v polymeru do asi 50 % pevných látek v polymeru ; a podle ještě dalšího provedení v rozmezí od úrovně asi 25 % pevných látek v polymeru do úrovně asi 40 % pevných látek v polymeru ; a podle ještě dalšího provedení od úrovně asi 30 % pevných látek v polymeru do úrovně asi 40 % pevných látek v polymeru . Úroveň pevných látek (v tomto popisu někdy rovněž označovaná jako "úroveň pevných látek v polymeru") se vypočte jako hmotnost polymeru , který by se měl vytvořit , dělený celkovou hmotností polymeru , který by se měl vytvořit , a rozpouštědla . Zkoncentrování reakční směsi je možno provést libovolnou běžně používanou metodou , včetně oddestilování rozpouštědla , čímž ovšem není rozsah těchto metod nijak omezen . PTC je možno přidat jednorázově (celý podíl najednou) nebo po částech během určitého časového intervalu . Podle jednoho ze specifických provedení se PTC přidává kontinuálně během určitého časového intervalu za účelem zmírnění exotermického průběhu reakce .

[0044] Provedení C se týká kombinované úrovně soli alkalického kovu a bischlorftalimidu jako reakčních činidel v rozpouštědle . Podle jednoho z provedení podle předmětného vynálezu se tato kombinovaná úroveň udržuje na hodnotě v rozmezí od úrovně asi 25 % pevných látek v polymeru do úrovně asi 60 % pevných látek v polymeru ; podle jiného provedení v rozmezí od úrovně asi 25 % pevných látek v polymeru do úrovně asi 50 % pevných látek v polymeru ; podle jiného provedení v rozmezí od úrovně asi 25 % pevných látek v polymeru do úrovně asi 40 % pevných látek v polymeru ; a podle ještě dalšího provedení v rozmezí od úrovně asi 30 % pevných látek v polymeru do úrovně asi 40 % pevných látek v polymeru . Předtím byly nejčastěji používány hodnoty úrovně pevných látek v polymeru v rozmezí od 10 do 15 % .

[0045] Podle předmětného vynálezu byly pozorovány přinejmenším dvě zcela neočekávané výhody těchto relativně vysokých úrovní pevných látek . V první řadě je podstatným způsobem snížen podíl cyklických oligomerů relativně k polymeru , zejména se to týká směsí 3- a 4- chlorftalimidových isomerů . Úroveň cyklických oligomerů je podle jednoho z provedení menší než asi 5 % hmotnostních , podle dalšího provedení menší než asi 4 % hmotnostní , podle dalšího provedení menší než asi 3 % hmotnostní , a podle ještě dalšího provedení menší než asi 2 % hmotnostní , vztažena na hmotnost polymeru . Podíly cyklických látek je možno určit metodou gelové permeační chromatografie za použití vhodné kolony ; jako je například kolona Polymer Labs Mixed E column , která je určena pro separování látek o malé molekulové hmotnosti . Za druhé se podstatně zlepši reakční rychlost a účinnost PTC .

[0046] Zatímco úroveň cyklických oligomerů , při použití o-dichlorbenzenu jako rozpouštědla , v polyeterimidech připravených ze solí bisfenolu A a směsí 1,3-bis(N-(4-chlorftalimido))benzenu a 1,3-bis(N-(3-chlorftalimido))-benzenu v podílech (hmotnostních a molových , vzájemně zaměnitelně) v rozmezí od 3 : 1 do 0 : 1 , dosahuje hodnot na úrovni 5 % hmotnostních při 15 % pevných látek v o-dichlorbenzenu , hodnoty při úrovni pevných látek v rozmezí od 25 % do 30 % se pohybují v rozmezí od asi 1,1 % do asi 2,1 % hmotnostního (vypočteno jako hmotnost cyklických látek dělená součtem hmotnosti polymeru a hmotnosti cyklických látek) . Podobně je možno uvést, že molekulové hmotnosti produktu dosažené při PTC úrovni v některých provedeních v rozmezí od 0,6 do 1,3 molového procenta (vztažena na sůl alkalického kovu) a podle jiných provedení v rozmezí od 1,0 do 1,3 molového procenta (vztaženo na sůl alkalického kovu) a při úrovni pevných látek 22 % byly větší, zejména při reakčním intervalu 60 minut nebo větším , než při PTC úrovni 1,8 molového procenta a úrovni pevných látek 15 % . Podle některých provedení podle předmětného vynálezu , kdy se použijí nižší hladiny katalyzátoru při vyšších hladinách pevných látek , se předpokládá , že dochází k menšímu rozkladu katalyzátoru , což může rovněž vysvětlit , přinejmenším částečně , dosažení vyšší molekulové hmotnosti produktu .

[0047] Provedení D se týká zpřesnění metody hrubé kontroly molekulové hmotnosti polyeterimidu jako produktu . Dříve bylo používáno pomalé kontroly dosažení

požadované molekulové hmotnosti spočívající v tom, že se na počátku použít přebytek bischlorftalimidu, přičemž tento přebytek byl obvykle vytvořen zavedením pouze úrovně 70 % stechiometrického množství soli alkalického kovu. Po dosažení stabilní úrovně reakce byla určena molekulová hmotnost polyeterimidu, načež byl zaveden další podíl soli alkalického kovu. Po několika opakováních této procedury bylo dosaženo požadované molekulové hmotnosti a reakce byla zastavena.

[0048] Jedním z výsledků této postupné kontroly byla nutnost použít značně velkého množství PTC. Bylo zjištěno, že k tomu dochází, přinejmenším částečně, v důsledku nestability PTC v přítomnosti aniontů fenoxidového typu při vysokých teplotách. Dalším důsledkem byla nežádoucí dlouhá celková reakční doba, neboť bylo zapotřebí mnoha opakování přidavku soli alkalického kovu a stanovení molekulové hmotnosti, někdy vyžadující celkovou reakční dobu v rozmezí 8 až 10 hodin, než se dosáhlo požadované molekulové hmotnosti.

[0049] Z tohoto důvodu je tedy v provedení D počáteční přebytek bischlorftalimidu pouze až asi 5 %, vyjádřeno jako molární přebytek. Podle jednoho ze specifických provedení je tento počáteční přebytek bischlorftalimidu v rozmezí od asi 0,75 % do asi 3 %, a podle dalšího specifického provedení je tento počáteční přebytek v rozmezí od asi 0,75 % do asi 1,25 %, v molárním vyjádření. Hmotnostní průměrná molekulová hmotnost počátečního získaného polyeterimidu je tedy obecně v rozmezí od asi 25 000 do asi 37 000, což závisí na přítomnosti a množství, v případě že je přítomno, činidla pro zakončování řetězce. Pro většinu případů je nezbytný pouze jeden nebo dva další přídavky soli alkalického kovu k dosažení požadované molekulové hmotnosti. Kromě toho množství PTC nezbytné k provedení reakce je podstatně sníženo, obvykle na úroveň jen 0,6 molového procenta, vztaženo na sůl alkalického kovu. Podle některých provedení se první další přídavek soli alkalického kovu provede v situaci, kdy úroveň pevných látek v polymeru v reakční směsi je podle jednoho z provedení podle předmětného vynálezu v rozmezí úrovně od asi 25 % pevných látek v polymeru do úrovně asi 60 % pevných látek v polymeru; podle jiného provedení v rozmezí od úrovně asi 25 % pevných látek v polymeru do úrovně asi 50 % pevných látek v polymeru; podle jiného provedení v rozmezí od úrovně asi 25 % pevných látek v polymeru do úrovně asi

40 % pevných látek v polymeru ; a podle ještě dalšího provedení v rozmezí od úrovně asi 30 % pevných látek v polymeru do úrovně asi 40 % pevných látek v polymeru ,

[0050] Provedení E je založeno na objevu zcela neočekávatelných výhod vyplývajících z použití soli alkalického kovu o malém rozměru částic . Tato sůl se vyskytuje v reakční směsi ve formě suspenze v rozpouštědle a podléhá pseudo-mezifázové reakci , zprostředkované PTC , s bischlorftalimidem , který je v roztoku (tato látka je částečně rozpustná) . Vzhledem k výše uvedenému představuje povrchová plocha soli alkalického kovu faktor rychlosti reakce .

[0051] Podle některých preparativních provedení má sůl alkalického kovu průměrnou velikost částic pod asi 100 mikrometrů , stanoveno laserovou difrakcí , například pomocí zařízení Lasentec Size Analyzer . Ovšem jednotlivé částice mohou mít bez dalšího zpracování velikost až asi 500 až 1 000 mikrometrů . Podle předmětného vynálezu bylo zjištěno , že tyto částice o velké velikosti mohou přetrvávat po mnoho hodin během provádění polymerační reakce , odolávat rozpuštění a zvětšovat dobu nutnou k dosažení požadované molekulové hmotnosti polymeru , kromě jiných škodlivých faktorů .

[0052] Podle provedení E je zabráněno přítomnosti částic o průměru větším než asi 200 mikrometrů , čímž se dosáhne zvýšení molekulové hmotnosti během určitého časového intervalu . Procentuální podíl částic s průměrem větším než asi 200 mikrometrů je podle jednoho z provedení podle předmětného vynálezu menší než asi 30 % , podle jiného provedení menší než asi 25 % a podle ještě dalšího provedení menší než asi 20 % , vztaženo na celkový podíl částic . Podle dalších provedení podle předmětného vynálezu je procentuální podíl částic s průměrem větším než asi 500 mikrometrů podle jednoho provedení menší než asi 5 % , podle dalšího provedení menší než asi 2 % a podle ještě dalšího provedení menší než asi 1 % , vztaženo na celkový podíl částic . Ve specifickém provedení podle předmětného vynálezu je procentuální podíl částic s průměrem větším než asi 200 mikrometrů menší než asi 25 % a procentuální podíl částic s průměrem větším než asi 500 mikrometrů je menší než asi 1 % . Podle jednoho z provedení podle předmětného vynálezu je možno požadované rozmezí velikostí částic dosáhnout použitím běžně používaných a

dostupných rozměňovacích zařízení nebo jejich ekvivalentních zařízení všeobecně známých z dosavadního stavu techniky, kterých je možno použít během přípravy nebo po přípravě soli alkalického kovu ke zmenšení rozměru částic této soli na požadovanou úroveň.

[0053] Podle dalšího provedení je možno kontrolu velikostí částic provést během přípravy nebo dehydratování soli alkalického kovu. Podle specifického provedení podle předmětného vynálezu je možno sůl alkalického kovu dihydroxy-substituovaného aromatického uhlovodíku připravit kontaktováním přinejmenším jednoho dihydroxy-substituovaného aromatického uhlovodíku a přinejmenším jedné bazické látky alkalického kovu, jako je například hydroxid alkalického kovu, ve vodě. Podle jednoho z provedení je tímto hydroxidem alkalického kovu hydroxid sodný. Uvedené kontaktování se provede za použití množství dihydroxy-substituovaného aromatického uhlovodíku a bazické látky alkalického kovu, které je podle jednoho z provedení stechiometrické, podle dalšího provedení se toto množství odchyluje od stechiometrického množství maximálně o plus/minus 0,1 molového %, podle dalšího provedení se toto množství odchyluje od stechiometrického množství maximálně o plus/minus 0,2 molového %, podle dalšího provedení se toto množství odchyluje od stechiometrického množství maximálně o plus/minus 0,3 molového %, a podle ještě dalšího provedení se toto množství odchyluje od stechiometrického množství maximálně o plus/minus 0,4 molového %. Toto kontaktování je možno provést ve vodě při teplotě podle jednoho z provedení podle předmětného vynálezu vyšší než asi 60 °C, podle dalšího provedení při teplotě vyšší než asi 70 °C, podle dalšího provedení při teplotě vyšší než asi 80 °C, a podle ještě dalšího provedení při teplotě vyšší než asi 90 °C. Podle specifického provedení podle předmětného vynálezu se toto kontaktování provádí při teplotě pohybující se v rozmezí od asi 90 °C do asi 100 °C. Toto kontaktování je možno provést v inerti atmosféře, jako například pod atmosférou dusíku. Toto kontaktování je možno provést při úrovni pevných látek podle jednoho z provedení podle předmětného vynálezu větší než asi 15 %, podle dalšího provedení větší než asi 20 % a podle ještě dalšího provedení větší než asi 25 %, kde tento podíl pevných látek představuje hmotnost reakčních složek dělená celkovou hmotností reakčních složek a hmotností rozpouštědla. Podle jednoho ze specifických provedení podle předmětného

vynálezu se toto kontaktování provádí při úrovni pevných látek v rozmezí od asi 26 % do asi 31 % , a podle dalšího provedení při úrovni pevných látek v rozmezí od asi 27 % do asi 30 % . Předpokládá se jako samozřejmé , že tuto reakci je možno monitorovat běžně známými metodami z dosavadního stavu techniky . Sůl alkalického kovu jako reakční produkt je možno izolovat běžně známými metodami podle dosavadního stavu techniky . Podle specifického provedení podle předmětného vynálezu je možno tuto sůl jako reakční produkt izolovat rozstříkáváním vodného roztoku obsahujícího tento produkt do organického rozpouštědla o teplotě varu vyšší než má voda . Podle některých provedení se tento roztok rozstříkuje při úrovni pevných látek podobné jako je úroveň pevných látek , při které se provádí příprava této soli . Podle jiných provedení se tento roztok zředí dalším rozpouštědlem před provedením rozstříkávání . Rozstříkávání tohoto vodného roztoku (které je někdy označována jako atomizace vodného roztoku) do organického rozpouštědla zabráňuje aglomeraci soli během odstraňování vody . Podle některých provedení je tímto organickým rozpouštědlem toluen , xylen , orto-dichlorbenzen , para-dichlorbenzen , dichlortoluen , 1,2,4-trichlorbenzen , difenylsulfon , fenetol , anisol nebo veratrol , nebo směsi těchto rozpouštědel . Podle některých provedení podle předmětného vynálezu toto organické rozpouštědlo tvoří azeotrop s vodou . Podle jednoho specifického provedení je tímto organickým rozpouštědlem toluen . Podle jednoho z provedení podle předmětného vynálezu je toto organické rozpouštědlo obsaženo v nádobě (někdy označované v tomto popisu jako sušárna) , která podle různých provedení obsahuje narážky pod povrchem tohoto rozpouštědla , které se považují za prostředky napomáhající zabránění zanášení této nádoby koláčem soli . V různých provedeních tato nádoba obsahuje prostředky pro míchání . Podle jednoho ze specifických provedení uvedená nádoba obsahuje promíchávaný tank s přinejmenším jedním vřetenovým míchadlem . Stupeň míchání se obvykle volí takovým způsobem , aby nepodporoval tvorbu koláče soli , který by mohl být obtížně odstranitelný ze sušárny . Tato nádoba obsahující organické rozpouštědlo může být opatřena jednou nebo více rozstříkovacími tryskami pro zavádění vodného roztoku obsahujícího sůl . Veškeré prázdné prostorové dutiny v této sušárně je možno externě zahřívat nebo proplachovat suchým rozpouštědlem k úplnému zabránění akumulace vody v těchto prostorech . Podle jednoho z provedení mohou být stěny nádoby a horní

část pokryty topnými elementy . Rychlost zavádění vodného roztoku obsahujícího sůl do této nádoby obsahující organické rozpouštědlo závisí na řadě faktorů , mezi které patří , ovšem bez jakéhokoli omezování , velikost nádoby , přičemž tyto faktory může každý odborník pracující v daném oboru určit bez zbytečného experimentování . Podle některých provedení , jestliže je tato rychlost zavádění příliš vysoká , potom může teplota organického rozpouštědla poklesnout a sůl alkalického kovu má tendenci tvořit koláč . Na druhé straně , jestliže je rychlost zavádění příliš malá , potom jsou ekonomické parametry tohoto procesu méně příznivé . Podle specifických provedení podle předmětného vynálezu se vodný roztok obsahující sůl zavádí do této nádoby takovým způsobem , aby tento roztok nenarážel na stěny nádoby nebo jakoukoliv část hřídele míchadla . Teplota organického rozpouštědla , do které se rozstříkuje tento vodný roztok , je podle jednoho z provedení podle předmětného vynálezu v rozmezí od asi 100 °C do asi 220 °C , podle dalšího provedení se tato teplota pohybuje v rozmezí od asi 110 °C do asi 200 °C , podle dalšího provedení se tato teplota pohybuje v rozmezí od asi 130 °C do asi 180 °C , a podle ještě dalšího provedení se tato teplota pohybuje v rozmezí od asi 140 °C do asi 160 °C . Podle některých provedení se teplo dodává do organického rozpouštědla cirkulováním tohoto rozpouštědla tepelným výměníkem . Podle jednoho ze specifických provedení je tímto tepelným výměníkem výměník typu trubka v plášti . Podle jiného provedení je tímto tepelným výměníkem spirálový tepelný výměník . V případech , kdy toto rozpouštědlo obsahuje sůl alkalického kovu , potom je průtokové množství směsi rozpouštědla a soli tímto tepelným výměníkem takové , aby bylo dosaženo turbulentního toku , čímž se zabrání zanášení tohoto tepelného výměníku pevnou solí , přičemž toto průtokové množství může každý odborník pracující v daném oboru snadno určit bez zbytečného experimentování . Podle jednoho z provedení podle předmětného vynálezu může být nádoba , ve které je obsaženo organické rozpouštědlo , do kterého se zavádí uvedený vodný roztok , pod kladným tlakem (přetlakem) , takže je teplota organického rozpouštědla vyšší než jeho normální teplota varu při atmosférickém tlaku . Tato nádoba může být udržována pod tlakem podle jednoho ze specifických provedení podle předmětného vynálezu v rozmezí od asi 30 kilopascalů (kPa) do asi 280 kPa , podle dalšího specifického provedení v rozmezí od asi 65 kPa do asi 240 kPa , a podle ještě dalšího specifického

provedení v rozmezí od asi 100 kPa do asi 210 kPa . Podle jiného provedení podle předmětného vynálezu může být nádoba , ve které je obsaženo organické rozpouštědlo , do kterého se zavádí uvedený vodný roztok , pod sníženým tlakem (podtlakem) . Veškeré organické rozpouštědlo , které opouští nádobu společně s odpařenou vodou může být případně nahrazeno přidáním dalšího podílu organického rozpouštědla . Podle jednoho z provedení podle předmětného vynálezu je možno tento další podíl organického rozpouštědla přidávat současně s odpařováním vody , čímž se udrží v podstatě stejný celkový objem rozpouštědla . Současně s tím , jak se voda a organické rozpouštědlo odstraňují z této nádoby může docházet ke strhávání určitého podílu vysrážené soli alkalického kovu . V různých provedeních podle předmětného vynálezu se tato stržená sůl regeneruje za použití běžně známých prostředků . Podle jednoho ze specifických provedení se stržená sůl může vytěsnit ze směsi vody a rozpouštědla rozstřikováním organického rozpouštědla zaváděného do odvětrávání , které se používá k odvádění směsi vody a rozpouštědla se strženou solí . Tuto sůl v organickém rozpouštědle je potom možno zavádět zpět do sušárny . Tuto sůl představující reakční produkt je možno izolovat při úrovni pevných látek v organickém rozpouštědle podle jednoho z provedení podle předmětného vynálezu v rozmezí od asi 5 % do asi 30 % , a podle dalšího provedení v rozmezí od asi 10 % do asi 20 % . Před nebo během přemístění do polymerizační nádoby může být tato sůl jako reakční produkt v organickém rozpouštědle podrobena sušení v přinejmenším jednomu sušicímu stupni , které může zahrnovat , bez jakéhokoliv omezování pouze na tyto metody , kombinování s dalším organickým rozpouštědlem a destilaci , případně provedenou za sníženého tlaku , nebo destilaci organického rozpouštědla z této směsi se současným přidáním suchého organického rozpouštědla v přibližně stejném množství tak , aby bylo udrženo množství rozpouštědla v sušícím zařízení na zhruba konstantní úrovni . Termínem "suché organické rozpouštědlo" se v kontextu předmětného vynálezu míní rozpouštědlo obsahující méně než 100 ppm vody . Podle dalšího provedení podle předmětného vynálezu může být sůl v organickém rozpouštědle převedena ze sušicího zařízení do přinejmenším jedné další nádoby k sušení . Množství vody v organickém rozpouštědle obsahujícím sůl je možno určit za použití běžně známých metod v tomto oboru . Podle některých provedení podle předmětného vynálezu se toto množství vody v organickém

rozpouštědla obsahujícím sůl určí nepřímým způsobem změřením obsahu vody v destilátu z hlavy kolony . Množství vody v organickém rozpouštědla obsahujícím sůl před použitím v polymerační reakci je podle jednoho z provedení podle předmětného vynálezu menší než asi 40 ppm , podle jiného provedení je toto množství menší než asi 30 ppm , a podle ještě dalšího provedení je toto množství menší než asi 20 ppm . Před nebo během transportu do polymerační nádoby je možno sůl jako reakční produkt v organickém rozpouštědla podrobit zpracování v přinejmenším jednom stupni ke snížení velikostí částic , přičemž se použije zařízení , které zahrnuje , ovšem bez jakéhokoli omezování pouze na tyto jednotky , jednoho nebo více odstředivých čerpadel , mlecích zařízení , drop-down blender , homogenizér pro zmenšování velikostí částic nebo delumpéry . Provedení postupu pro přípravu soli alkalického kovu , popsané v tomto popisu , je možno uskutečnit vsázkově , kontinuálním způsobem nebo polo-kontinuálním způsobem , přičemž podle těchto provedení je možno provést přípravu solí alkalických kovů nejenom dihydroxy-substituovaných aromatických uhlovodíků , ale rovněž i monohydroxysubstituovaných aromatických uhlovodíků , trihydroxy-substituovaných aromatických uhlovodíků a tetrahydroxy-substituovaných aromatických uhlovodíků .

[0054] Podle provedení F podle předmětného vynálezu , se provádí pečlivá kontrola čistoty jedné nebo obou reakčních látek , čímž se maximalizuje reakční rychlost a zlepšuje se účinnost dosažení požadované molekulové hmotnosti . Pokud se týče soli alkalického kovu (provedení F-1) , podle předmětného vynálezu bylo zjištěno , že přítomnost volného dihydroxy-substituovaného aromatického uhlovodíku snižuje molekulovou hmotnost polyeterimidu jako produktu . Toto množství volného dihydroxy-substituovaného aromatického uhlovodíku je podle jednoho z provedení podle předmětného vynálezu maximálně asi 0,3 molového % , podle jiného provedení je toto množství maximálně asi 0,2 molového % a podle ještě dalšího provedení je toto množství maximálně asi 0,15 molového % soli alkalického kovu . Rovněž přítomnost volného hydroxidu alkalického kovu může způsobit podstatné snížení molekulové hmotnosti během určitého časového intervalu . Toto množství volného hydroxidu alkalického kovu je podle jednoho z provedení podle předmětného vynálezu maximálně asi 0,3 molového % , podle jiného provedení je toto množství maximálně asi 0,2 molového % a podle ještě dalšího provedení je toto množství maximálně asi 0,15

molového % soli alkalického kovu . Vzhledem k výše uvedenému toto provedení zahrnuje použití soli alkalického kovu , ve které jsou uvedené látky přítomny v menších podílech a podle specifického provedení použití stechiometricky čisté soli ; to znamená soli , která se obvykle připraví ze stechiometricky ekvivalentních množství dihydroxy-substituovaného aromatického uhlovodíku a hydroxidu alkalického kovu .

[0055] Pokud se týče bischlorftalimidu , který se připraví reakcí diaminu s dvěma ekvivalenty anhydridu (provedení F-2) , potom je třeba uvést , že reakční činidlo obsahující zbytkový amin poskytne mnohdy molekulovou hmotnost nižší než je požadovaná hodnota , k čemuž dochází v důsledku přítomnosti takových všeobecně se vyskytujících znečišťujících látek jako je ftalimid , chlorftalidy a různé druhy chlorbenzoové kyseliny . Takže bischlorftalimid , který je stechiometricky čistý (to znamená , že jeho stechiometrická čistota je v rozsahu 0,02 molového %) nebo který má až 0,5 molového % zbytkových anhydridických skupin vyžaduje minimální dobu k získání produktu o specifické požadované molekulové hmotnosti . Totéž platí o bischlorftalimidu obsahujícím podle jednoho z provedení podle předmětného vynálezu maximálně asi 500 ppm ftalidů , včetně chlorftalidů , a maximálně asi 0,15 molového % chlorbenzoových kyselin .

[0056] Tuto regulaci stechiometrického podílu aminu k anhydridu , to znamená reakčních složek , ze kterých se získává bischlorftalimid (jako jsou m-fenylendiamin a anhydrid kyseliny 4-chlorftalové) , je možno provádět všeobecně známými metodami z dosavadního stavu techniky . Čistota bischlorftalimidu závisí do určité míry na metodě jeho přípravy . V případě potřeby je možno ftalidy odstranit z bischlorftalimidu extrakcí vodného roztoku odpovídající chlorftalové kyseliny organickým rozpouštědlem , mezi které patří , ovšem bez jakéhokoliv omezování pouze na tato rozpouštědla , toluen nebo xylen , přičemž chlorbenzoové kyseliny je možno odstranit extrakcí roztoku organického rozpouštědla anhydridu kyseliny chlorftalové vodným roztokem hydrogenuhličitanu , obvykle je to hydrogenuhličitan sodný .

[0057] Kromě toho , co již bylo uvedeno výše v případě specifických provedení podle předmětného vynálezu , je třeba uvést , že sůl alkalického kovu a chlorftalimid se obvykle používají v celém průběhu reakce ve v podstatě ekvimolárních množstvích . K

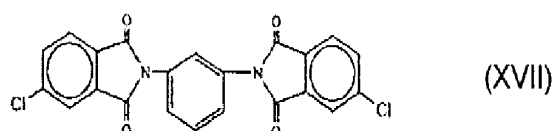
dosažení maximální molekulové hmotnosti by měla být tato množství co možná nejblíže přesně k ekvimolárnímu poměru , ovšem použitím mírného přebytku jedné nebo druhé reakční složky je možno dosáhnout kontrolu molekulové hmotnosti . Do rozsahu řešení podle předmětného vynálezu rovněž náleží použití činidla pro zakončování řetězce , jako již bylo uvedeno výše .

[0058] Reakční teploty se v provedeních podle předmětného vynálezu nejčastěji pohybují v některých specifických provedeních v rozmezí od asi 125 °C do asi 250 °C a v jiných specifických provedeních v rozmezí od asi 180 °C do asi 225 °C . Podíl použitého katalyzátoru pro přenos fází je obvykle pohybuje v rozmezí od asi 0,5 do asi 10 molových % , vztaženo na sůl alkalického kovu , přičemž obvykle je nutno použít menších množství v uvedeném rozmezí .

[0059] Po dosažení požadované úrovně dokončení reakce je možno aromatický polyeterový polymer izolovat běžně známými metodami z dosavadního stavu techniky . Mezi tyto metody patří , aniž by tím ovšem byl rozsah těchto metod nějak omezen , promývací stupně a vysrážení zkombinováním tohoto roztoku polymeru s ne-rozpouštědlem tohoto polymeru .

[0060] Předpokládá se , že každý odborník pracující v daném oboru bude schopen , aniž by prováděl další práce , využít předmětný vynález ve svém celém rozsahu . Následující příklady poskytují další vodítko pro odborníky pracující v daném oboru k praktickému uplatnění tohoto vynálezu , tak jak je chráněn patentovými nároky . Tyto příklady jsou pouze reprezentativními provedeními , které přispívají k dalšímu pochopení tohoto vynálezu . Vzhledem k výše uvedenému je zřejmé , že tyto příklady žádným způsobem neomezují rozsah předmětného vynálezu , tak jak je definován v dále uvedených patentových nárocích . Pokud nebude výslovně uvedeno jinak , potom všechny díly a procenta jsou míněna jako díly a procenta hmotnostní . O-dichlorbenzen (ODCB , použitý jako rozpouštědlo) o kvalitě reakčního činidla byl čištěn za použití molekulových sít 4 angstromy ; hexaethylguanidiniumchlorid (HEGCI) byl použit ve formě 20 % roztoku v ODCB ; 1,3-bis(N-(4-chlorftalimido))benzen (obecný vzorec (XVII) ; někdy označovaný zkratkou "CIPAMI") (nebo 3-chlor isomer , jestliže je specifikován) byl rozemlet v zařízení "Waring blender" a sušen ve vakuu při teplotě

160 °C po dobu 24 hodin ; sodná sůl bisfenolu A (BPA-Na) byla zfiltrována z toluenové suspenze , sušena ve vakuu při teplotě 160 °C po dobu 24 hodin , rozemílána v zařízení "Waring blender" a sušena po dobu dalších 24 hodin ; přičemž všechny reakční složky byly uchovávány a bylo s nimi manipulováno v sušícím boxu naplněném dusíkem . Hmotnostní průměr molekulové hmotnosti (M_w) a úrovně cyklických oligomerů byly určeny gelovou permeační chromatografií relativně k polystyrénovým standardům . PTC úroveň je vztažena na BPA-Na, a koncentrace CTA (v případě , že byl použit) je vztažena na CIPAMI .



Příklad 1 (Provedení A)

[0061] Podle tohoto postupu byla připravena suspenze obsahující CIPAMI v ODCB reakcí m-fenylendiaminu s anhydridem kyseliny 4-chlorftalové , přičemž tato reakce byla prováděna ve tříhrdlové nádobě o objemu 250 ml , a získaná suspenze byla uchovávána až do okamžiku použití pod atmosférou dusíku , společně s odměřeným množstvím 1-(N-(4-chlorftalimido))-3-(N-ftalimido)benzenu jako CTA . Tato nádoba byla opatřena trubicí pro rozptylování dusíku na horním konci zpětného chladiče , mechanickým míchadlem a destilační aparaturou . Potom byl přidán další podíl ODCB , přičemž destilace byla prováděna pod atmosférou dusíku za účelem vysušení této suspenze na obsah vody maximálně asi 10 ppm . BPA-Na suspenze v ODCB byla sušena podobným způsobem v oddělené nádobě .

[0062] Poté , co byly obě suspenze suché , byla BPA-Na suspenze přidána do CIPAMI suspenze rychlým nalitím pod atmosférou dusíku a opláchnutím suchým ODCB , při molárním poměru arylchloridových skupin k ONa skupinám 1,01 : 1 a úrovni pevných složek v polymeru 25 % . Potom byla provedena finální destilace ke snížení obsahu vody na úroveň maximálně 10 ppm .

[0063] K této suché směsi byl potom přidán HEGCI , v množství 0,8 molového % (vztaženo na BPA-Na) , což bylo provedeno při teplotě 190 °C , nastartován byl časovač

a vzorky byly periodicky odebírány , zpracovány kyselinou octovou a analyzovány pokud se týče molekulové hmotnosti . Počáteční reakční rychlost byla vypočítána jako směrnice křivky molekulová hmotnost – čas v intervalu 0 až 30 minut .

Příklad 2 (Provedení A)

[0064] Podle tohoto postupu byly předem vysušené a izolované reakční složky CIPAMI, CTA, BPA-Na a suchý ODCB (obsah vody 5 ppm) společně přidány do tříhrdlové nádoby o objemu 250 ml a obsah byl zahříván při teplotě varu pod zpětným chladičem . Potom byl k této směsi přidán HEGCl , v množství 0,8 molového % (vztahena na BPA-Na) , což bylo provedeno při teplotě 190 °C , nastartován byl časovač a vzorky byly periodicky odebírány , zpracovány kyselinou octovou a analyzovány pokud se týče molekulové hmotnosti . Počáteční reakční rychlost (v jednotkách kilogramy/mol za minutu) byla vypočítána jako směrnice křivky molekulová hmotnost – čas v intervalu 0 až 30 minut .

Příklad 3 (Provedení A)

[0065] Podle tohoto příkladu byl prováděn stejný postup jako v příkladu 1 , s tím rozdílem , že reakce byla zastavena při teplotě 180 °C přidavkem vlhkého ODCB na celkový obsah vody 45 ppm před přidáním katalyzátoru . Množství dodatečně přidaného ODCB bylo takové , že procentuální úroveň pevných složek zůstala zachována na asi 25 % .

Příklad 4 (Provedení A)

[0066] Podle tohoto příkladu byl prováděn stejný postup jako v příkladu 1 , s tím rozdílem, že reakce byla ochlazená na teplotu místnosti před zastavením přidavkem vlhkého ODCB na celkový obsah vody 45 ppm před přidavkem katalyzátoru . Množství dodatečně přidaného ODCB bylo takové , že procentuální úroveň pevných složek zůstala zachována na asi 25 % .

Příklad 5 (Provedení A)

[0067] Podle tohoto příkladu byl prováděn stejný postup jako v příkladu 2 , s tím rozdílem, že ODCB měl počáteční obsah vody 57 ppm a tato látka byla azeotropicky sušena na celkový obsah vody 5 ppm před přidavkem katalyzátoru .

Příklad 6 (Provedení A)

[0068] Podle tohoto příkladu byl prováděn stejný postup jako v příkladu 2 , s tím rozdílem, že ODCB měl počáteční obsah vody 57 ppm a tato látka byla azeotropicky sušena na celkový obsah vody 5 ppm po přidavku katalyzátoru .

[0069] Získané výsledky z příkladů 1 až 6 jsou uvedeny v následující Tabulce č. I , přičemž jsou zde uvedeny i výsledky kontrolní reakce , při které byl použit postup podle příkladu 2 , s tím rozdílem , že ODCB měl počáteční obsah vody 57 ppm a nebyl v následné fázi sušen .

Tabulka č. I

Příklad	Počáteční obsah vody v rozpouštědle (ppm)	Počáteční rychlost	Mw, 1 hodina	Mw, 3 hodiny
1	5	0,997	39 200	40 900
2	5	0,388	25 900	39 500
3	5 , přerušení na obsah 45 při teplotě 180 °C před přidavkem katalyzátoru	0,824	33 700	41 700
4	5 , přerušení na obsah 45 při teplotě místnosti před přidavkem katalyzátoru	0,396	25 500	31 200
5	57, sušení in situ na obsah 5 před přidavkem katalyzátoru	0,676	37 800	42 700
6	57 , sušení in situ na obsah 5 po přidavku katalyzátoru	0,359	22 100	42 700
kontrolní	57	0,153	9 400	22 800

[0070] Z porovnání výsledků příkladu 1 a příkladu 2 je zřejmá výhoda specifické verze provedení A . Výsledky podle příkladu 1 , při porovnání se srovnáním příkladu 3 s

příkladem 4 , ukazují zcela neočekávatelnou výhodu týkající se dosažené reakční rychlosti a molekulové hmotnosti polymeru vyplývající z co nejmenšího časového intervalu kontaktu reakčních složek v přítomnosti vody . Příklady 5 a 6 , při porovnání s kontrolním pokusem , ukazují výhodu sušení , zejména před přidavkem katalyzátoru . Z porovnání příkladu 5 s příkladem 6 se ukazuje zcela neočekávatelná výhoda týkající se dosažení reakční rychlosti a molekulové hmotnosti vyplývající z co nejmenšího časového intervalu kontaktu reakčních složek a katalyzátoru v přítomnosti vody .

Příklady 7 až 10 (Provedení C)

[0071] Podle těchto příkladů byl opakován postup podle příkladu 1 , přičemž celkový obsah vody byl menší než 10 ppm a použito bylo různých poměrů PTC a 4-chlor-N-fenylftalimidu jako CTA , při variabilní úrovni pevných složek a za použití , v některých případech , směsi 3- a 4-isomerů CIPAMI . Kromě toho byly určeny podíly cyklických oligomerů , jejichž stupeň polymerace byl až 4 . Porovnání bylo provedeno za použití dvou kontrolních postupů :

Kontrola A : úroveň 15 % pevných látek v polymeru ;

Kontrola B : komerčně dostupný polyeterimid byl připraven reakcí m-fenylendiaminu s dianhydridem kyseliny 2,2-bis(4-(dikarboxyfenoxi)fenyl)propanové (poměr 3,4-dikarboxy isomeru k 2,3-dikarboxy isomeru byl 96 : 4) .

Příklad 11 (Provedení C)

[0072] Podle tohoto příkladu byl opakován postup podle příkladu 1 , s tím rozdílem , že CIPAMI byl nahražen analogickou sloučeninou připravenou reakcí anhydridů kyseliny 4- a 3-chlorftalové (hmotnostní poměru 70 : 30) se 4,4'-diamino-difenyleterem .

[0073] Získané výsledky v příkladech 7 až 11 jsou uvedeny souhrnně v následující Tabulce č. II . Molová procenta PTC jsou vztažena na BPA-Na ; molová procenta CTA na CIPAMI .

Tabulka č. II

Příklad	Úroveň pevných látek, %	PTC, molové procento	CTA, molové procento	Molární poměr, 4- ke 3- isomeru	Cyklické látky celkem hmot. %
7	25	1,0	3,8	70 : 30	2,06
8	30	0,8	3,8	96 : 4	1,69
9	30	0,8	3,8	0 : 100	3,97
10	30	0,8	3,5	70 : 30	1,89
11	30	0,8	7,0	30 : 70	1,12
kontrolní A	15	1,0	4,0	75 : 25	4,9
kontrolní B	--	--	--	96 : 4	1,13

[0074] Výsledky uvedené v Tabulce č. II ukazují na zcela neočekávatelnou výhodu provádění postupu při relativně vysoké úrovni pevných látek , který poskytuje produkt přibližující se , svým nízkým obsahem cyklických látek , komerčně dostupnému produktu připravenému z dianhydridu a diaminu . Tyto výsledky dále ukazují na specifickou výhodu při použití úrovně pevných látek přinejmenším 30 % . Předpokládá se , že relativně vysoká hladina cyklických látek v příkladu 5 vyplývá ze sterického efektu při použití 100 % 3-isomeru , který je snadno cyklizovatelný oproti 4-isomeru .

Příklady 12 až 15 (Provedení C)

[0075] Podle těchto příkladů byl použit postup podle příkladu 1 s následujícími hladinami pevných látek a PTC :

Příklad 12 : 15 % , 1,8 molového procenta ;

Příklad 13 : 22 % , 1,8 molového procenta ;

Příklad 14 : 15 % , 1,3 molového procenta ;

Příklad 15 : 15 % , 1,0 molového procenta .

[0076] Získané výsledky jsou graficky znázorněny na přiloženém obr. č. 1 . Z těchto výsledků je zřejmé , že molekulové hmotnosti dosažené v daném časovém intervalu jsou podstatně vyšší při úrovni pevných látek 22 % než při úrovni pevných látek

15 % , přinejmenším po reakčním intervalu asi 45 minut , i při použití nižších koncentrací PTC .

Příklad 16 (Provedení D)

[0077] Podle tohoto příkladu byl opakován postup podle příkladu 1 , přičemž bylo použito úrovně pevných látek 30 % , a dále bylo použito PTC , jehož podíl byl 0,8 molového % a 3,0 až 4,7 molového % (vztaženo na CIPAMI) 4-chlor-N-fenylftalimidu jako CTA , s tím rozdílem , že v počátečním stádiu reakce byl použit molární poměr CIPAMI k BPA-Na 1,03 : 1 . V okamžiku , kdy bylo dosaženo hodnoty Mw v rozmezí od asi 25 000 do asi 37 000 (v závislosti na úrovni CTA) , byl přidán další podíl BPA-Na v množství určeném z číselného průměru molekulové hmotnosti a reakce potom byla ponechána pokračovat . V případě potřeby byl proveden další přídavek BPA-Na takovým způsobem , aby celkový molární poměr CIPAMI k BPA-Na byl 1,01 : 1 . Podle předmětného vynálezu bylo zjištěno , že je možno použít tohoto konstantního molárního poměru v porovnání s předchozími experimenty , při kterých se používalo většího přebytku CIPAMI v počátečním stádiu , kdy se tento molární poměr pohyboval v rozmezí od 0,99 : 1 do 1,05 : 1 . Kromě toho úroveň nezreagovaných N-fenylftalimidových koncových skupin byla téměř dvojnásobná než bylo stanoveno v předchozích experimentech , a celková reakční doba byla jen 1,5 hodiny v laboratorním měřítku nebo 3 hodiny ve velkém měřítku , což kontrastuje s 8 až 10 hodinami při dosavadních postupech .

Příklad 17 (Provedení E)

[0078] Podle tohoto příkladu byl opakován postup podle příkladu 1 , přičemž bylo použito obsahu vody menšího než 10 ppm , úrovně pevných látek 25 % , úrovně CTA 3,6 molového % a úrovně PTC 0,7 molového % . Použitý BPA-Na byl rozmělněn ponořením laboratorního homogenizéru do suspenze této látky na 5 minut (příklad 17) nebo na 10 minut (příklad 18) , přičemž se maximální průměr částic v každém z těchto příkladů zmenšil na asi 200 mikrometrů . Získané výsledky jsou uvedeny na přiloženém obrázku č. 2 , kde je provedeno porovnání s Kontrolním vzorkem H , kdy bylo použito nerozmělněného BPA-Na . Zcela neočekávaná výhoda při použití malých částic BPA-Na je evidentní . Získané výsledky ukazují , že rozmělněním BPA-Na se dosáhne zvýšení

polymerační rychlosti (viz porovnání rychlostních křivek odpovídajících příkladu 17 a příkladu 18 s kontrolní křivkou H) . Rychlost polymerace dosahovaná při použití rozmělněného BPA-Na (viz příklady 17 a 18) je soustavně vyšší než je tato hodnota pozorovaná při použití nerozmělněného BPA-Na (kontrolní pokus H) . Hodnoty týkající se rozemílání a distribuce velikostí částic jsou graficky znázorněny na přiloženém obr. č. 7 . Křivka 10 (viz obr. 7) se vztahuje na distribuci velikostí částic v případě nerozmělněného vzorku suspenze BPA-Na . Křivka 20 (viz obr. 7) se týká distribuce velikostí částic reprezentativního vzorku suspenze obsahující BPA-Na po rozemílání prováděném po dobu dvou minut . Křivka 30 (viz obr. 7) se týká distribuce velikostí částic reprezentativního vzorku suspenze obsahující BPA-Na po rozemílání prováděném po dobu dvou minut za mírně odlišných podmínek než jaké byly podmínky použité při vytváření křivky 20 . Křivka 40 (viz obr. 7) se týká distribuce velikostí částic reprezentativního vzorku suspenze obsahující BPA-Na po rozemílání prováděném po dobu deseti minut . Tyto hodnoty jasně ukazují , že rozemíláním suspenze se dosáhne snížení velikostí částic BPA-Na .

Příklady 19 až 22 (Provedení F-1)

[0079] Podle tohoto příkladu byl opakován postup podle příkladu 1 , přičemž bylo použito úrovně PTC 0,8 molového % , úrovně pevných látek 25 % , úrovně CTA 3,6 molového % a obsahu vody maximálně 10 ppm , a použitý BPA-Na byl připraven v toluenu , zfiltrován a sušen za použití vakua . Podle těchto postupů byly použity čtyři různé kvality BPA-Na ; stechiometricky čistý BPA-Na v rozsahu 0,05 % (viz příklad 19) , variabilní čistota lišící se od stechiometrické čistoty maximálně o 0,15 % (viz příklad 20) , na BPA obohacený produkt o 0,3 % (viz příklad 21) a na hydroxid sodný obohacený produkt o 0,3 % (viz příklad 22) .

[0080] Získané výsledky jsou graficky znázorněny na přiloženém obr. č. 3 , přičemž z těchto výsledků je zřejmý výrazný pokles molekulové hmotností s časem při použití BPA-Na , který má určitý podíl nečistot . Nejvýznamnější pokles , přinejmenším v intervalu do asi 75 minut , je patrný při použití soli , která obsahovala více než 0,15 % znečišťujících látek .

Příklad 23 (*Provedení F-2*)

[0081] Podle tohoto příkladu byl opakován postup podle příkladu 1 , přičemž bylo použito úrovně PTC 0,8 molového % , úrovně pevných látek 25 % , úrovně CTA 3,7 molového % a obsahu vody maximálně 10 ppm , a dále byl použit CIPAMI o variabilním obsahu znečišťujících látek : stechiometrická čistota v rozsahu 0,02 % ; obohacený produkt na amin o 0,5 % a obohacený produkt na anhydrid o 0,5 % . Získané výsledky jsou graficky znázorněny na přiloženém obr. č. 4 , přičemž z těchto výsledků je patrná výhoda použití stechiometricky čistého nebo na anhydrid bohatého CIPAMI .

Příklad 24 (*Provedení F-2*)

[0082] Podle tohoto příkladu byl opakován postup podle příkladu 1 , přičemž bylo použito úrovně PTC 0,8 molového % , úrovně pevných látek 25 % , úrovně CTA 3,7 molového % a obsahu vody maximálně 10 ppm , a dále bylo použito stechiometricky čistého CIPAMI a tři vzorků , které byly zpracovány 250 , 500 a 3 700 ppm ftalimidu . Získané výsledky jsou graficky zobrazeny na přiloženém obr. č. 5 , přičemž z těchto výsledků je zřejmé , že při úrovni ftalimidu do 500 ppm se získají v podstatě stejné výsledky , ovšem při vyšších hladinách tohoto ftalimidu dochází k podstatnému snížení molekulové hmotnosti .

Příklad 25 (*Provedení F-2*)

[0083] Podle tohoto příkladu byl opakován postup podle příkladu 1 , přičemž bylo použito úrovně PTC 0,8 molového % , úrovně pevných látek 25 % , úrovně CTA 3,5 molového % a obsahu vody maximálně 10 ppm , a dále bylo použito stechiometricky čistého CIPAMI a tři vzorků , které byly zpracovány 0,2 molového % , 0,5 molového % a 1,0 molovým % kyselin chlorbenzoových . Získané výsledky jsou graficky zobrazeny na přiloženém obr. č. 6 , přičemž z těchto výsledků je zřejmé , že již při úrovni kyseliny chlorbenzoové jen 0,2 molového % dochází k podstatnému snížení molekulové hmotnosti v průběhu času .

[0084] Vzhledem k tomu, že z ilustrativních důvodů byla popsána pouze typická provedení podle předmětného vynálezu , není možno předchozí popis a příkladná

provedení považovat za omezení celkového obecného rozsahu tohoto vynálezu . Každý odborník pracující v daném oboru bude schopen provádět v rozsahu tohoto vynálezu různé modifikace , úpravy a alternativní provedení , aniž by se odchýlil od pojetí a rozsahu předmětného vynálezu . Rovněž je třeba vzít v úvahu to , že vědecký pokrok a pokrok v technologii může přinést ekvivalentní řešení a nahrazení v provedení podle předmětného vynálezu , která není možno z důvodu nepřesnosti jazykových formulací v tomto časovém období vyjádřit , přičemž tyto případné varianty spadají do rozsahu patentových nároků . Všechny citované patenty v tomto popisu jsou zde uvedeny jako odkazové materiály .

PATENTOVÉ NÁROKY

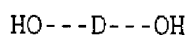
1. Způsob přípravy aromatického polyeterového polymeru , **vyznačující se tím**, že zahrnuje kontaktování v podstatě ekvimolárních množství přinejmenším jedné soli alkalického kovu a dihydroxy-substituovaného aromatického uhlovodíku s přinejmenším jednou bis(N-(chlorftalimido))aromatickou sloučeninou , v rozpouštědlo o nízké polaritě , v přítomnosti katalyzátoru pro přenos fází , který je v podstatě stabilní při použitých teplotách ,

kde uvedená přinejmenším jedna sůl alkalického kovu a dihydroxy-substituovaného aromatického uhlovodíku má méně než asi 25 % částic s průměrem větším než asi 200 mikrometrů .

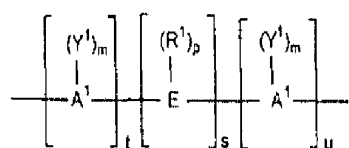
2. Způsob podle nároku 1 , **vyznačující se tím**, že použitým rozpouštědlem je přinejmenším jedna látka vybraná ze skupiny zahrnující o-dichlorbenzen , dichlortoluen , 1,2,4-trichlorbenzen , difenylsulfon , fenetol , anisol a veratrol .

3. Způsob podle nároku 1 , **vyznačující se tím**, že použitým rozpouštědlem je orto-dichlorbenzen .

4. Způsob podle nároku 1 , **vyznačující se tím**, že sůl alkalického kovu je odvozena od přinejmenším jednoho dihydroxy-substituovaného aromatického uhlovodíku obecného vzorce :



ve kterém D má strukturní vzorec :



ve kterém A^1 představuje aromatickou skupinu ;

E tvoří vazbu obsahující síru , sulfidový zbytek , sulfoxidový zbytek , sulfonový zbytek ; vazbu obsahující fosfor , fosforylový zbytek , fosfonylový zbytek ; eterovou vazbu ; karbonylovou skupinu ; terciární dusíkovou skupinu ; vazbu obsahující křemík ; silanovou skupinu ; siloxyskupinu ; cykloalifatickou skupinu ; cyklopentylidenovou skupinu , cyklohexylidenovou skupinu , 3,3,5-trimethylcyklohexylidenovou skupinu , methylcyklohexylidenovou skupinu , 2-(2.2.1)-bicykloheptylidenovou skupinu , neopentylidenovou skupinu , cyklopentadecylidenovou skupinu , cyklododecylidenovou skupinu , adamantylidenovou skupinu ; alkylenovou skupinu nebo alkylidenovou skupinu , kde tato skupina může být případně částí jednoho nebo více kondenzovaných kruhů připojených na jednu nebo více aromatických skupin obsahujících jeden hydroxy- substituent ; nenasycenou alkylidenovou skupinu ; nebo dvě nebo více alkylenových skupin nebo alkylidenových skupin spojených částí odlišnou od alkylenové nebo alkylidenové skupiny , která je vybrána ze skupiny zahrnující aromatickou vazbu , terciární dusíkovou vazbu ; eterovou vazbu ; karbonylovou vazbu ; vazbu obsahující křemík , silanovou skupinu , siloxyskupinu ; vazbu obsahující síru , sulfidový zbytek , sulfoxidový zbytek , sulfonový zbytek ; vazbu obsahující fosfor , fosforylový zbytek a fosfonylový zbytek;

R^1 zahrnuje atom vodíku ; jednovaznou uhlovodíkovou skupinu , alkenylovou skupinu , allylovou skupinu , alkylovou skupinu , arylovou skupinu , aralkylovou skupinu , alkarylovou skupinu nebo cykloalkylovou skupinu ;

Y^1 v každém ze svých výskytů navzájem na sobě nezávisle je vybrán ze skupiny zahrnující anorganický atom , halogen ; anorganickou skupinu , nitroskupinu ; organickou skupinu , jednovaznou uhlovodíkovou skupinu , alkenylovou skupinu , allylovou skupinu , alkylovou skupinu , arylovou skupinu , aralkylovou skupinu , alkarylovou skupinu , cykloalkylovou skupinu a alkoxykupinu ;

písmeno "m" znamená libovolné celé číslo od nuly do čísla označujícího počet poloh na A^1 , které jsou k dispozici pro substituci , včetně těchto čísel ;

písmeno "p" znamená libovolné celé číslo od nuly do čísla označujícího počet poloh na E , které jsou k dispozici pro substituci , včetně těchto čísel ;

písmeno "t" znamená celé číslo rovnající se přinejmenším jedné ;

písmeno "s" znamená celé číslo rovnající se nule nebo jedné ; a

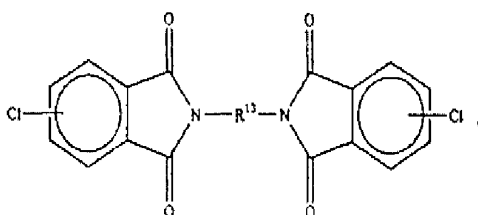
"u" znamená libovolné celé číslo , včetně nuly .

5. Způsob podle nároku 1 , vyznačující se tím, že sůl alkalického kovu je
odvozena od přinejmenším jednoho dihydroxy-substituovaného aromatického
uhlovodíku vybraného ze skupiny zahrnující 4,4'-(3,3,5-trimethylcyklohexyliden)difenol ;
4,4'-bis(3,5-dimethyl)difenol , 1,1-bis(4-hydroxy-3-methylfenyl)cyklohexan ; 4,4-bis(4-
hydroxyfenyl)heptan ; 2,4'-dihydroxydifenylnmethan ; bis(2-hydroxyfenyl)methan ; bis(4-
hydroxyfenyl)methan ; bis(4-hydroxy-5-nitrofenyl)methan ; bis(4-hydroxy-2,6-dimethyl-3-
methoxyfenyl)methan ; 1,1-bis(4-hydroxyfenyl)ethan ; 1,2-bis(4-hydroxyfenyl)ethan ; 1,1 -
bis(4-hydroxy-2-chlorfenyl)ethan ; 2,2-bis(4-hydroxyfenyl)propan ; 2,2-bis(3-fenyl-4-
hydroxyfenyl)propan ; 2,2-bis(4-hydroxy-3-methylfenyl)propan ; 2,2-bis(4-hydroxy-3-
ethylfenyl)propan ; 2,2-bis(4-hydroxy-3-isopropylfenyl)propan ; 2,2-bis(4-hydroxy-3,5-
dimethylfenyl)propan ; 3,5,3',5'-tetrachlor-4,4'-dihydroxyfenyl)propan ; bis(4-hydroxy-
fenyl)cyklohexylmethan ; 2,2-bis(4-hydroxyfenyl)-1-fenylpropan ; 2,4'-dihydroxy-
fenylsulfon ; dihydroxynaftalen , 2,6-dihydroxynaftalen ; hydrochinon ; resorcinol ; C₁₋₃
alkyl-substituované resorcinoly ; 2,2-bis-(4-hydroxyfenyl)butan ; 2,2-bis-(4-hydroxyfenyl)-
2-methylbutan ; 1,1-bis-(4-hydroxyfenyl)cyklohexan ; bis-(4-hydroxyfenyl) ; bis-(4-
hydroxyfenyl)sulfid ; 2-(3-methyl-4-hydroxyfenyl)-2-(4 hydroxyfenyl)propan ; 2-(3,5-
dimethyl-4-hydroxyfenyl)-2-(4-hydroxyfenyl)propan ; 2-(3-methyl-4-hydroxyfenyl)-2-(3,5-
dimethyl-4-hydroxyfenyl)propan ; bis-(3,5-dimethylfenyl-4-hydroxyfenyl)methan ; 1,1-bis-
(3,5-dimethylfenyl-4-hydroxyfenyl)ethan ; 2,2-bis-(3,5-dimethylfenyl-4-hydroxyfenyl)-
propan ; 2,4-bis-(3,5-dimethylfenyl-4-hydroxyfenyl)-2-methylbutan ; 3,3-bis-(3,5-
dimethylfenyl-4-hydroxyfenyl)pentan ; 1,1-bis-(3,5-dimethylfenyl-4-hydroxyfenyl)-
cyklopentan ; 1,1 -bis-(3,5 -dimethylfenyl-4-hydroxyfenyl)cyklohexan ; bis-(3,5-
dimethylfenyl-4-hydroxyfenyl)sulfid , 3-(4-hydroxyfenyl)-1,1,3 -trimethylindan-5-ol , 1 -(4-
hydroxyfenyl)-1,3,3-trimethylindan-5-ol , 2,2,2',2'-tetrahydro-3,3,3',3'-tetramethyl-1,1 '-
spirobi(1H-inden)-6,6'-diol a směsi těchto látek .

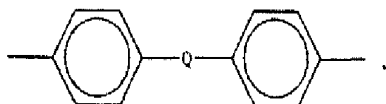
6. Způsob podle nároku 5 , **vyznačující se tím, že** sůl alkalického kovu je odvozena od bisfenolu A .

7. Způsob podle nároku 6 , **vyznačující se tím, že** sůl bisfenolu A je dvojsodná sůl .

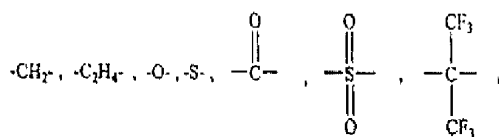
8. Způsob podle nároku 1 , **vyznačující se tím, že** bis(N-(chlorftalimido))-aromatická sloučenina má obecný vzorec :



ve kterém R^{13} tvoří C_{6-22} dvojbazný zbytek od aromatického uhlovodíku nebo halogenovaného uhlovodíku , C_{2-22} alkylenovou skupinu nebo cykloalkylenovou skupinu nebo dvojbazný zbytek obecného vzorce :



ve kterém Q znamená kovalentní vazbu nebo člen vybraný ze skupiny zahrnující :



a alkylenovou skupinu nebo alkyldenovou skupinu obecného vzorce C_yH_{2y} , ve kterém y je celé číslo od 1 do 5 , včetně těchto hodnot .

9. Způsob podle nároku 8 , **vyznačující se tím, že** R^{13} je odvozen od přinejmenším jednoho diaminu vybraného ze skupiny , do které patří meta-fenylendiamin ; para-fenylendiamin ; 2-methyl-4,6-diethyl-1,3-fenylendiamin ; 5-methyl-4,6-diethyl-1,3-fenylendiamin ; bis(4-aminofenyl)-2,2-propan ; bis(2-chlor-4-amino-3,5-

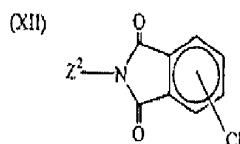
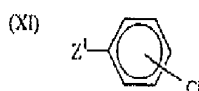
diethylfenyl)methan , 4,4'-diaminodifenyl , 3,4'-diaminodifenyl , 4,4'-diaminodifenyler , 3,4'-diaminodifenyler , 4,4'-diaminodifenylylsulfon , 3,4'-diaminodifenylylsulfon , 4,4'-diaminodifenylylketon , 3,4'-diaminodifenylylketon , 2,4-toluendiamin ; a směsi těchto látek .

10. Způsob podle nároku 1 , **vyznačující se tím, že** katalyzátorem pro přenos fázi je hexaalkylguanidiniová sůl .

11. Způsob podle nároku 10 , **vyznačující se tím, že** hexaalkylguanidiniová sůl je chlorid .

12. Způsob podle nároku 1 , **vyznačující se tím, že** je rovněž přítomno činidlo pro zakončování řetězce .

13. Způsob podle nároku 12 , **vyznačující se tím, že** činidlem pro zakončování řetězce je přinejmenším jeden člen vybraný ze skupiny zahrnující alkylhalogenidy , alkylchloridy , arylhalogenidy , arylchloridy , sloučeniny obecného vzorce (XI) a sloučeniny obecného vzorce (XII) :



kde chlorový substituent je v poloze 3- nebo 4- , a Z^1 a Z_2 tvoří substituovanou nebo nesubstituovanou alkylovou nebo arylovou skupinu .

14. Způsob podle nároku 12 , **vyznačující se tím, že** činidlem pro zakončování řetězce je přinejmenším jedno činidlo ze skupiny do které patří 4-chlor-N-methylftalimid , 4-chlor-N-butylftalimid , 4-chlor-N-oktadecylftalimid , 3-chlor-N-methylftalimid , 3-chlor-N-butylftalimid , 3-chlor-N-oktadecylftalimid , 4-chlor-N-fenylftalimid , 3-chlor-N-fenylftalimid , 1-N-(4-chlorftalimido)-3-(N-ftalimido)benzen , 1-N-(3-chlorftalimido)-3-(N-ftalimido)benzen , 4-N-(3-chlorftalimido)fenyl-4'-(N-ftalimido)fenyleter , 4-N-(4-chlorftalimido)fenyl-4'-(N-ftalimido)fenyleter nebo odpovídající isomery odvozené od 3,4'-

diaminodifenyleteru , kde libovolný mono-substituované bis-ftalimidové činidlo pro zakončování řetězce je případně ve směsi s di-substituovaným bis-ftalimidovým monomermem .

15. Způsob podle nároku 1 , vyznačující se tím, že sůl alkalického kovu , v kombinaci s podílem rozpouštědla , se suší na obsah vody maximálně asi 20 ppm , přičemž bis(N-(chlorftalimido))aromatická sloučenina , v kombinaci s podílem rozpouštědla , a případně s činidlem pro zakončování řetězce , se suší na obsah vody maximálně asi 20 ppm .

16. Způsob podle nároku 15 , vyznačující se tím, že sušení se provádí destilací .

17. Způsob podle nároku 1 , vyznačující se tím, že bis(N-(chlorftalimido))-aromatická sloučenina , přinejmenším podíl rozpouštědla a přinejmenším podíl katalyzátoru pro přenos fázi , případně předem odděleně sušené , se zkombinují a případně dále suší destilací až do dosažení hodnoty asi 20 ppm vody nebo obsahu menšího , přičemž potom následuje přidavek suché soli alkalického kovu k této směsi , kde počáteční úroveň obsahu pevných složek v této směsi je přinejmenším asi 15 % a úroveň obsahu pevných složek po úplném dokončení přidavku soli a případném zkoncentrování se pohybuje v rozmezí od asi 15 % do asi 35 % .

18. Způsob podle nároku 1 , vyznačující se tím, že sůl alkalického kovu má méně než asi 5 % částic s průměrem větším než asi 500 mikrometrů .

19. Způsob podle nároku 1 , vyznačující se tím, že sůl alkalického kovu má méně než asi 2 % částic s průměrem větším než asi 500 mikrometrů .

20. Způsob podle nároku 1 , vyznačující se tím, že sůl alkalického kovu se podrobí přinejmenším jednomu stupni snižování velikosti částic , přičemž se použije zařízení , které zahrnuje jedno nebo více odstředivých čerpadel , mlecích zařízení , drop-down blenderu , homogenizéru pro zmenšování rozměru částic nebo delumperu .

21. Způsob podle nároku 20 , vyznačující se tím, že stupeň zmenšování rozměru částic se provádí se suspenzí obsahující sůl alkalického kovu v organickém

rozpouštědla před nebo během transferu této soli alkalického kovu do polymerizační nádoby .

22. Způsob podle nároku 21 , **vyznačující se tím, že** suspenze soli alkalického kovu se připraví rozstříkáváním vodného roztoku soli alkalického kovu do uvedeného organického rozpouštědla .

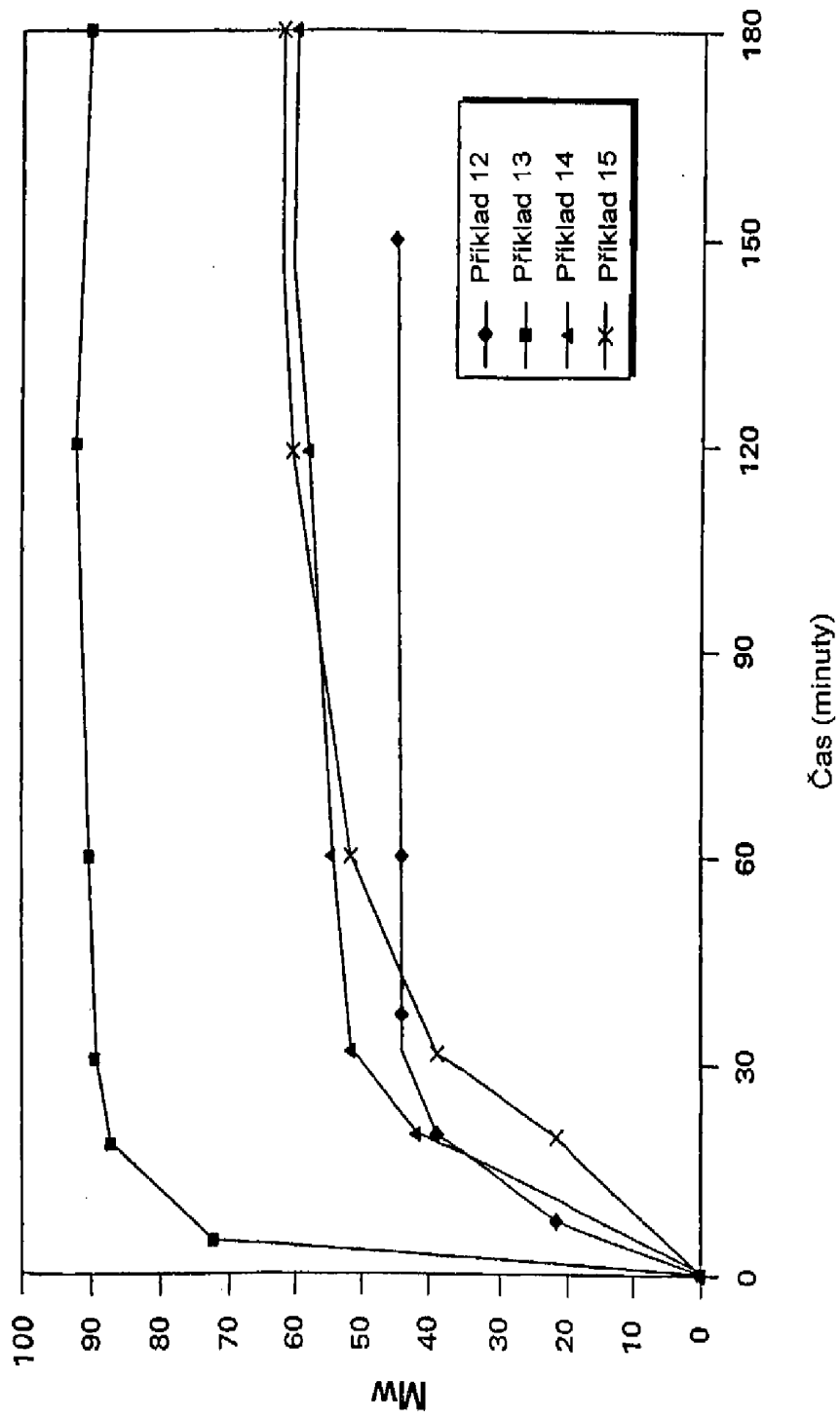
23. Způsob podle nároku 22 , **vyznačující se tím, že** sůl alkalického kovu je dvojsodná sůl bisfenolu A .

24. Způsob přípravy aromatického polyeterového polymeru , **vyznačující se tím, že** zahrnuje kontaktování v podstatě ekvimolárních množstvích přinejmenším jedné soli alkalického kovu a dihydroxy-substituovaného aromatického uhlovodíku s přinejmenším jednou bis(N-(chlorftalimido))aromatickou sloučeninou , v rozpouštědlo o nízké polaritě , v přítomnosti katalyzátoru pro přenos fází , který je v podstatě stabilní při použitých teplotách ;

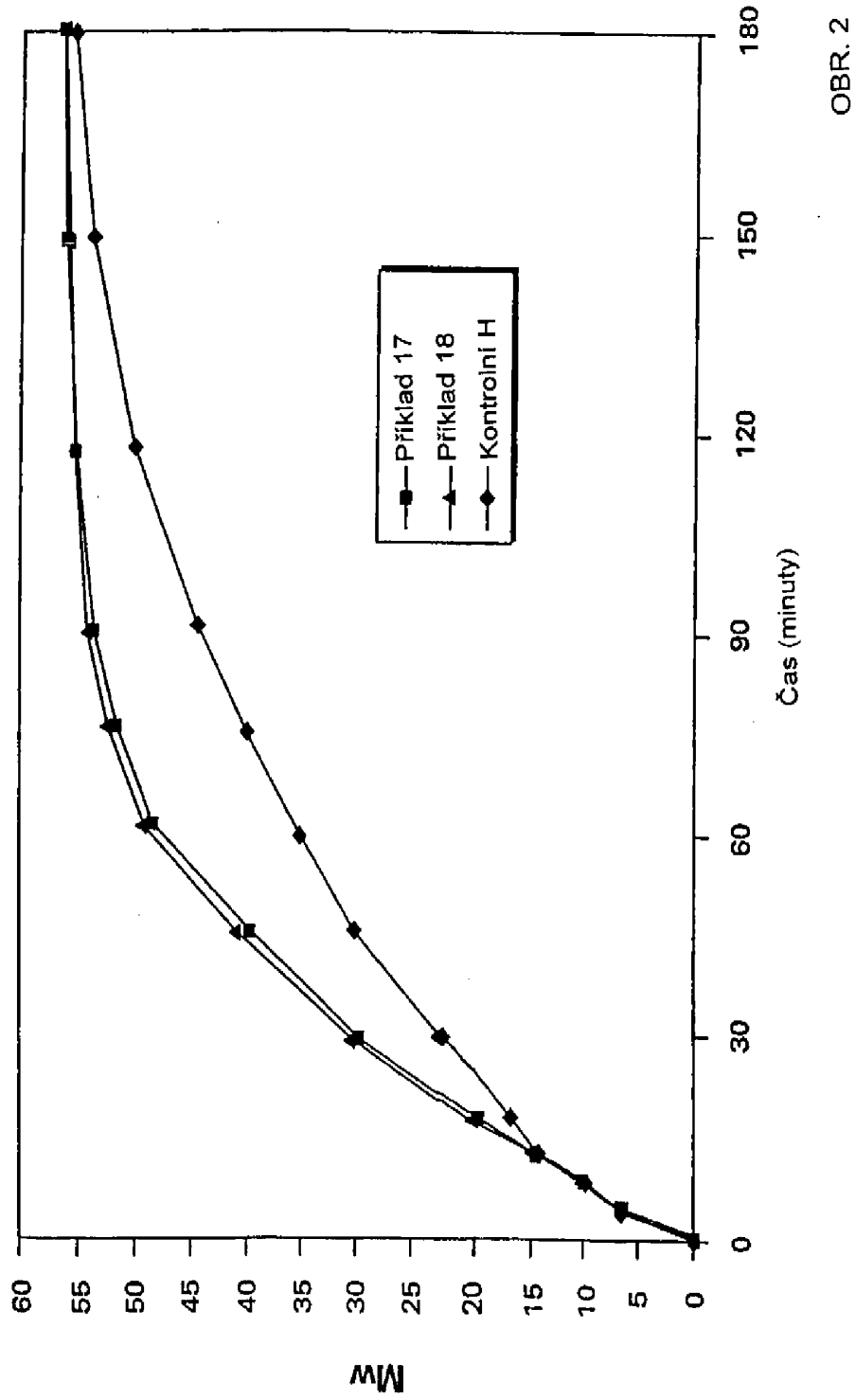
kde uvedená přinejmenším jedna sůl alkalického kovu a dihydroxy-substituovaného aromatického uhlovodíku je dvojsodná sůl bisfenolu A , která má méně než asi 25 % částic s průměrem větším než asi 200 mikrometrů ;

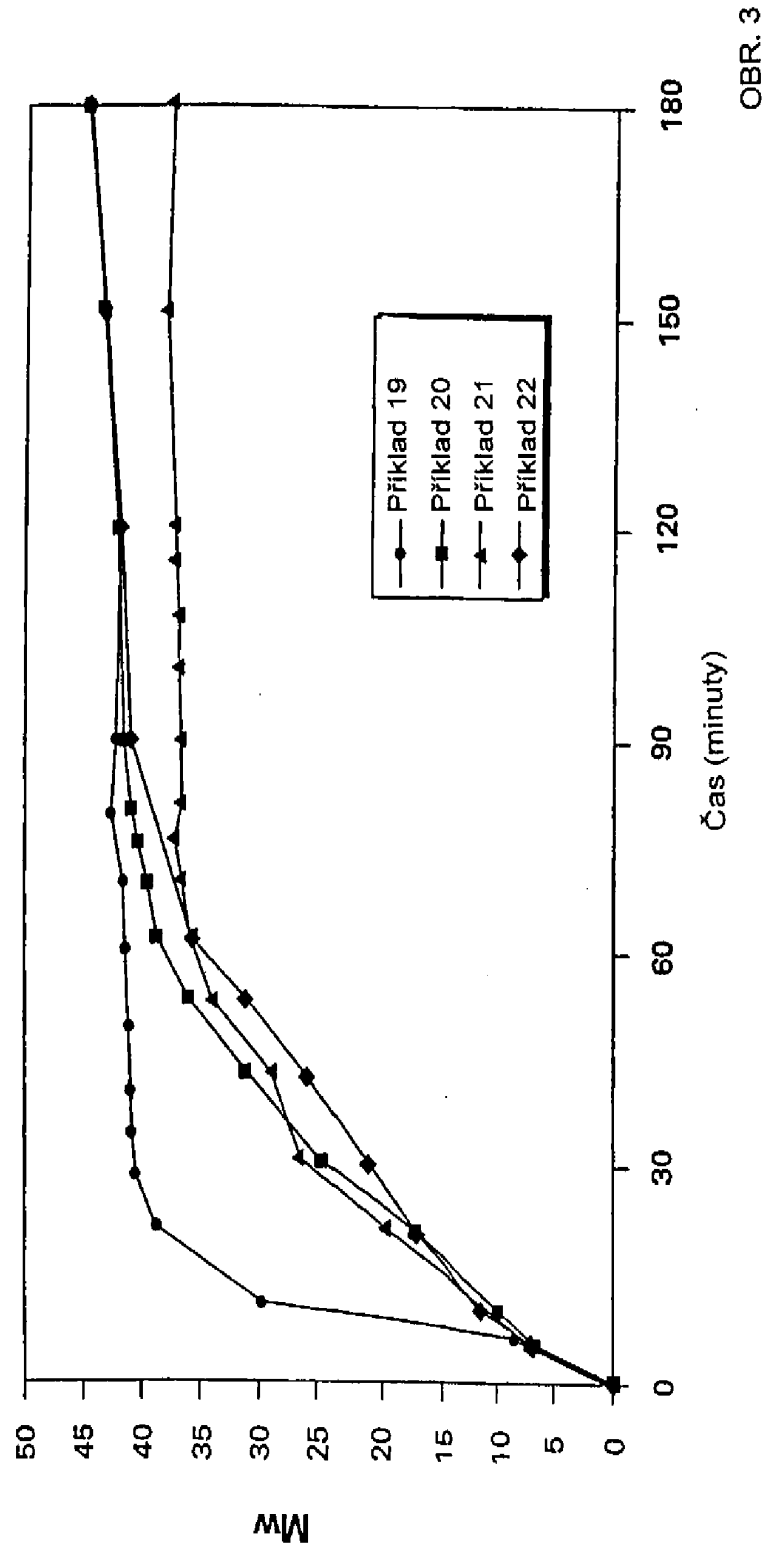
a kde uvedená přinejmenším jedna bis(N-(chlorftalimido))aromatická sloučenina je vybrána ze skupiny , do které patří 1,3- a 1,4-bis(N-(4-chlorftalimido))benzen ; 1,3-a 1,4-bis(N-(3-chlorftalimido))benzen ; 1,3- a 1,4-(N-(3-chlorftalimido))-(N-(4-chlorftalimido))benzen ; 3,3'- , 3,4'- a 4,4'-bis(N-(3-chlorftalimido))fenyleter ; 3,3'- , 3,4'- a 4,4'-bis(N-(4-chlorftalimido))fenyleter ; a 3,3'- , 3,4'- a 4,4'-(N-(3-chlorftalimido))-(N-(4-chlorftalimido))fenyleter .

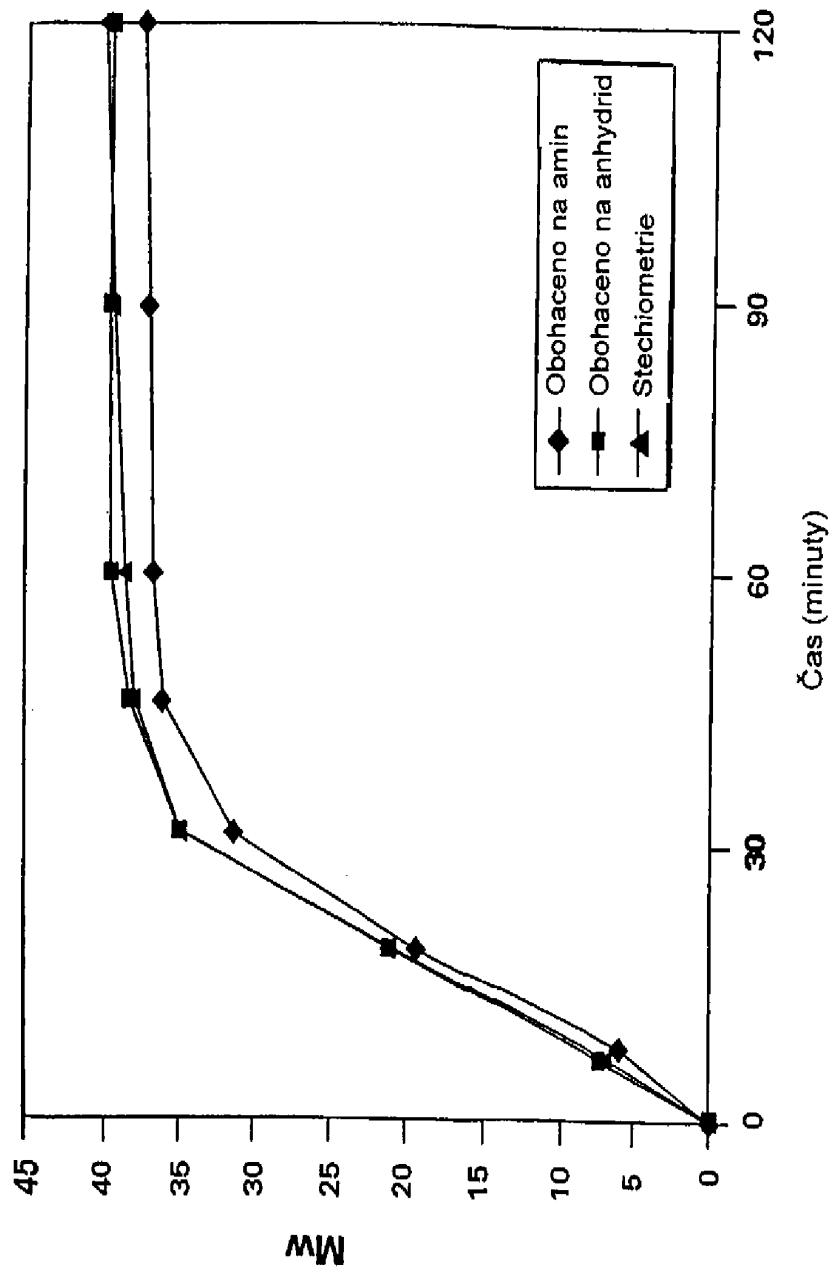
25. Způsob přípravy aromatického polyeterového polymeru , **vyznačující se tím, že** zahrnuje kontaktování , prováděné v ortodichlorbenzenu , v podstatě ekvimolárního množství dvojsodné soli bisfenolu A , která má méně než asi 25 % částic s průměrem větším než asi 200 mikrometrů , a bis-(N-(chlorftalimido))aromatické kompozice obsahující 1,3- a 1,4-bis(N-(chlorftalimido))benzen , v přítomnosti hexaethylguanidiniumchloridu jako katalyzátoru pro přenos fází .



OBR. 1

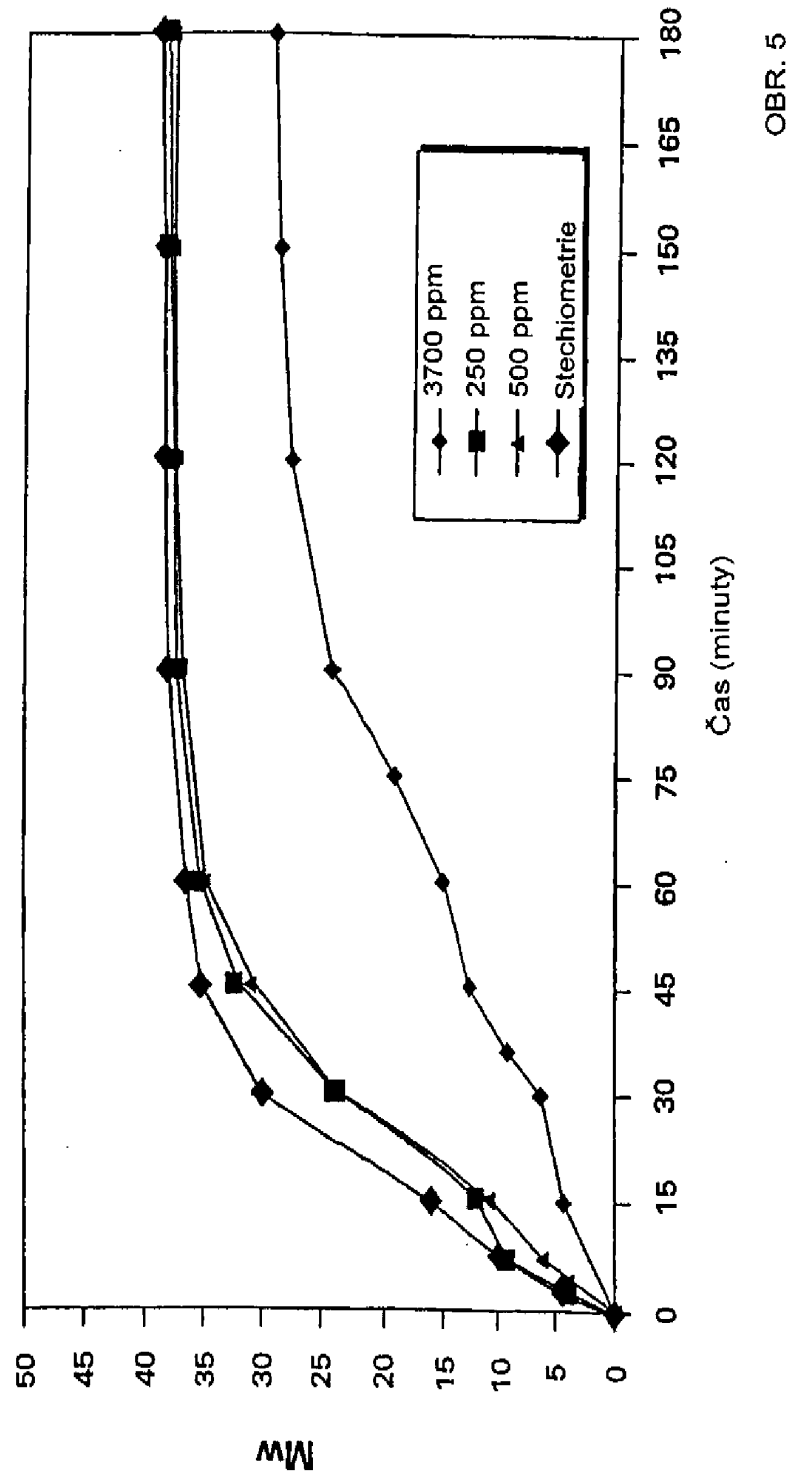


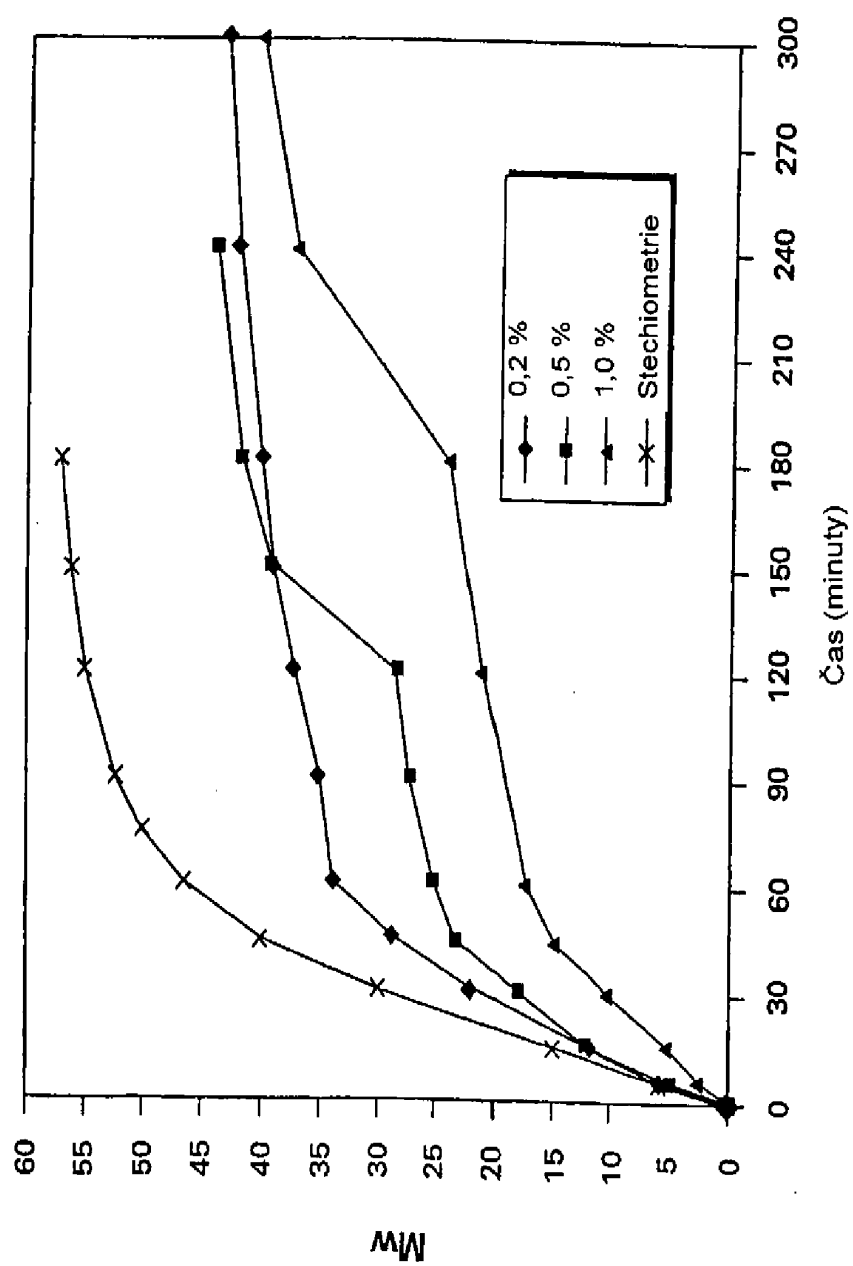


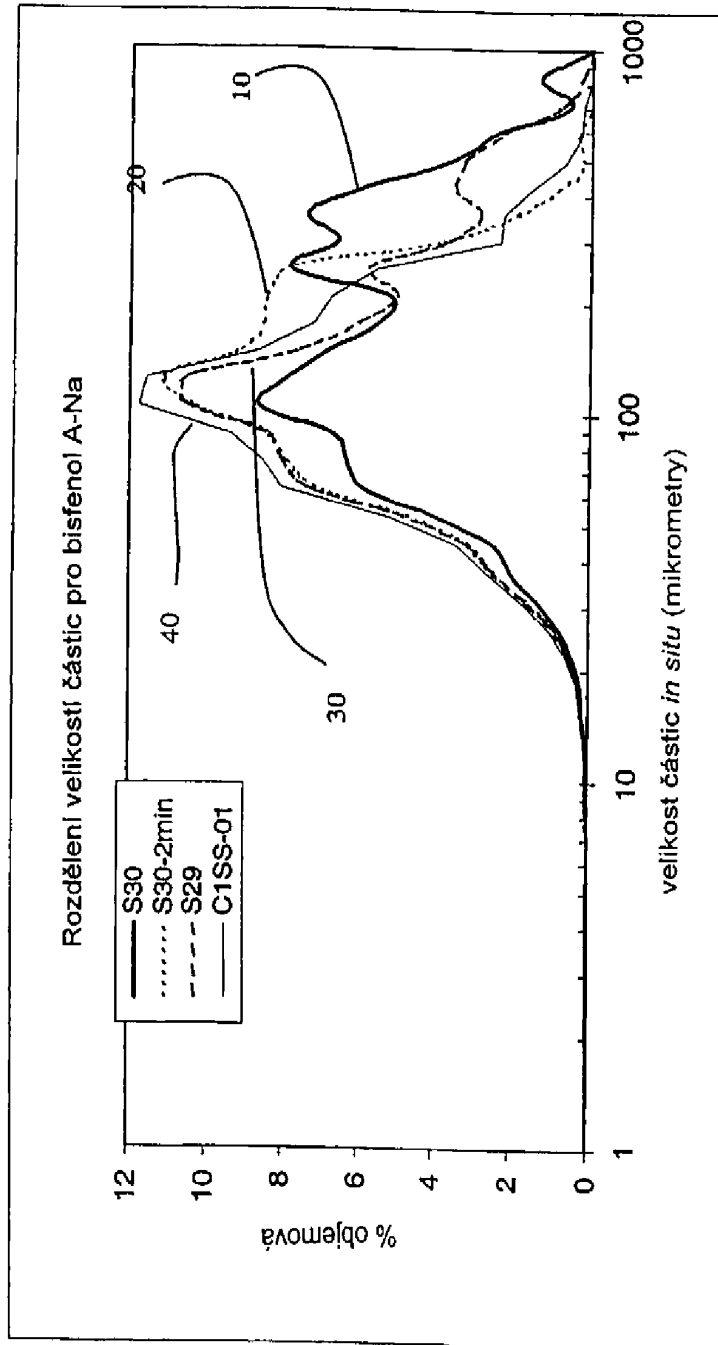


OBR. 4

5/7







OBR. 7