

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第5200375号
(P5200375)

(45) 発行日 平成25年6月5日(2013.6.5)

(24) 登録日 平成25年2月22日(2013.2.22)

(51) Int.Cl.

C O 8 G 64/30 (2006.01)

F I

C O 8 G 64/30

請求項の数 3 (全 16 頁)

(21) 出願番号	特願2006-340464 (P2006-340464)	(73) 特許権者	000005968
(22) 出願日	平成18年12月18日(2006.12.18)		三菱化学株式会社
(65) 公開番号	特開2008-150509 (P2008-150509A)		東京都千代田区丸の内一丁目1番1号
(43) 公開日	平成20年7月3日(2008.7.3)	(74) 代理人	100118201
審査請求日	平成21年8月25日(2009.8.25)		弁理士 千田 武
		(74) 代理人	100104880
			弁理士 古部 次郎
		(72) 発明者	▲高▼橋 和幸
			福岡県北九州市八幡西区黒崎城石1番1号
			三菱化学株式会社内
		(72) 発明者	岩木 光地
			福岡県北九州市八幡西区黒崎城石1番1号
			三菱化学株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 ポリカーボネート樹脂の製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

ジヒドロキシ化合物及び炭酸ジエステルを原料とするエステル交換反応により連続的にポリカーボネート樹脂を製造する方法であって、

前記エステル交換反応を停止させる前に、所定時間、粘度平均分子量10,000～20,000のポリカーボネート樹脂を連続的に製造し、

前記エステル交換反応停止後、ジヒドロキシ化合物及び炭酸ジエステルの熔融混合物により当該エステル交換反応が行われる反応器を洗浄し、さらに当該反応器を芳香族モノヒドロキシ化合物により洗浄することを特徴とするポリカーボネート樹脂の製造方法。

【請求項2】

前記ジヒドロキシ化合物が、芳香族ジヒドロキシ化合物であることを特徴とする請求項1記載のポリカーボネート樹脂の製造方法。

【請求項3】

前記反応器を洗浄する前に、当該反応器中から重合反応液を排出させることを特徴とする請求項1又は2記載のポリカーボネート樹脂の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、ポリカーボネート樹脂の製造方法に関し、より詳しくは、連続的なポリカーボネート樹脂の製造方法に関する。

10

20

【背景技術】

【0002】

従来、芳香族ポリカーボネート樹脂の製造方法としては、ビスフェノール類と塩化カルボニルとを直接反応させる界面法と、ビスフェノール類と炭酸ジエステルとをエステル交換反応により重縮合反応させる熔融法が知られている。中でも、エステル交換反応による熔融法は、界面法と比較して安価に芳香族ポリカーボネート樹脂を製造することができるという利点を有している。

【0003】

熔融法は、高温・高真空下で重縮合反応が行われることから、生成するポリカーボネート樹脂が着色しやすい。このため、このような樹脂の着色を防ぐ方法として、芳香族ヒドロキシ化合物を含有する液で洗浄処理したステンレス製のリアクターを用いる製造方法が報告されている（特許文献1参照）。

10

また、熔融重合反応停止後、反応液を抜き出し、24時間以内にモノヒドロキシ化合物や炭酸ジエステル等を含む洗浄液で、反応槽等に残存した樹脂を溶解洗浄した後、装置内部を不活性ガス雰囲気下に保持する方法が報告されている（特許文献2参照）。

【0004】

【特許文献1】特開平6-056984号公報

【特許文献2】特開2004-197004号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

20

【0005】

ところで、複数の反応器を直列に接続した製造装置を用いて、芳香族ポリカーボネート樹脂を連続的に製造する場合、熔融重合反応を開始する方法として所謂バッチスタートが挙げられる。

バッチスタートでは、予め、反応器に液面レベルになるまで反応液を投入し、徐々に反応器内の昇温・減圧操作を行い、所定の内温・真空度に達した後に、熔融重合反応が開始される。

しかし、バッチスタートの場合は、各反応器内の内温・真空度が所定の数値に達するまでに時間を要するため、必要以上に滞留時間が費やされる。その結果、得られる芳香族ポリカーボネート樹脂中に、結晶化異物、ゲルまたはヤケ等の異物が発生し、さらに着色の原因となる。

30

【0006】

また、熔融重合反応を停止し、重合反応液を取り出す際に、複数の反応器のそれぞれの槽底部に設けたパージバルブから重合反応器液を抜き出す操作を行うと、各反応器のパージバルブのたまり部分に液溜まりが出来るため、次回製造時にヤケ等の異物の原因となるという問題が生じる。

さらに、熔融重合反応を停止し、重合反応液を取り出した後に、フェノールや炭酸ジエステル等を含む洗浄液で反応器内部を洗浄するためには、大量のフェノールが必要とされる。

【0007】

40

本発明は、ポリカーボネート樹脂の製造方法におけるこのような課題を解決するためになされたものである。

即ち、本発明の目的は、着色が少なく、結晶化異物、ゲル等の異物が低減されたポリカーボネート樹脂の製造方法を提供することにある。

【課題を解決するための手段】

【0008】

かくして本発明によれば、ジヒドロキシ化合物及び炭酸ジエステルを原料とするエステル交換反応により連続的にポリカーボネート樹脂を製造する方法であって、エステル交換反応が行われる反応器を使用する前に、反応器の内温及び真空度をエステル交換反応が行われる際の所定値に設定し、反応器の内温及び真空度が、所定値の-5%~+5%の範囲

50

内に達した後に、原料を反応器中に供給し、エステル交換反応を開始させることを特徴とするポリカーボネート樹脂の製造方法が提供される。

ここで、原料の成分として使用されるジヒドロキシ化合物が、芳香族ジヒドロキシ化合物であることが好ましい。

【0009】

次に、本発明によれば、ジヒドロキシ化合物と炭酸ジエステルとのエステル交換反応により連続的にポリカーボネート樹脂を製造する方法であって、エステル交換反応を停止させる前に、所定時間、粘度平均分子量（ M_v ）10,000～20,000のポリカーボネート樹脂を連続的に製造することを特徴とするポリカーボネート樹脂の製造方法が提供される。

10

ここで、原料成分であるジヒドロキシ化合物が、芳香族ジヒドロキシ化合物であることが好ましく、且つ、エステル交換反応停止後、芳香族ジヒドロキシ化合物及び炭酸ジエステルの熔融混合物によりエステル交換反応が行われる反応器を洗浄することが好ましい。

さらに、エステル交換反応停止後、芳香族ジヒドロキシ化合物及び炭酸ジエステルの熔融混合物によりエステル交換反応が行われる反応器を洗浄し、続いて、反応器を芳香族モノヒドロキシ化合物により洗浄することが好ましい。

この場合、反応器を洗浄する前に、反応器中から重合反応液を排出させることが好ましい。

【0010】

さらに、本発明によれば、芳香族ジヒドロキシ化合物及び炭酸ジエステルを原料とするエステル交換反応により連続的に芳香族ポリカーボネート樹脂を製造する方法であって、エステル交換反応の停止前に、所定時間、粘度平均分子量（ M_v ）10,000～20,000の芳香族ポリカーボネート樹脂を連続的に製造し、エステル交換反応の停止後、芳香族ジヒドロキシ化合物及び炭酸ジエステルの熔融混合物によりエステル交換反応が行われる反応器を洗浄し、エステル交換反応を再び開始させる前に、反応器の内温及び真空度を、エステル交換反応が行われる際の所定値に設定し、反応器の内温及び真空度が、所定値の-5%～+5%の範囲内に達した後に、原料を反応器中に供給し、エステル交換反応を開始させることを特徴とする芳香族ポリカーボネート樹脂の製造方法が提供される。

20

【発明の効果】

【0011】

本発明のポリカーボネート樹脂の製造方法によれば、着色が少なく、結晶化異物、ゲル等の異物が低減されたポリカーボネート樹脂が得られる。

30

【発明を実施するための最良の形態】

【0012】

以下、本発明を実施するための最良の形態（以下、発明の実施の形態）について詳細に説明する。尚、本発明は、以下の実施の形態に限定されるものではなく、その要旨の範囲内で種々変形して実施することができる。また、使用する図面は本実施の形態を説明するためのものであり、実際の大きさを表すものではない。

【0013】

（ポリカーボネート）

本実施の形態において使用するポリカーボネートは、ジヒドロキシ化合物と炭酸ジエステルとのエステル交換反応により製造される。

40

ここで、ジヒドロキシ化合物としては、芳香族ジヒドロキシ化合物が好ましい化合物として挙げられる。また、ポリカーボネートとしては、芳香族ジヒドロキシ化合物と炭酸ジエステルとのエステル交換反応に基づく熔融重縮合により製造される芳香族ポリカーボネートが好ましい。

以下、原料として芳香族ジヒドロキシ化合物及び炭酸ジエステルを用い、エステル交換触媒の存在下、連続的に熔融重縮合反応を行うことにより、芳香族ポリカーボネートを製造する方法（熔融法）について説明する。

【0014】

50

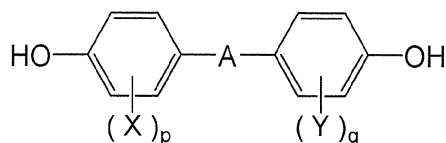
(芳香族ジヒドロキシ化合物)

本実施の形態において使用する芳香族ジヒドロキシ化合物としては、下記一般式(1)で示される化合物が挙げられる。

【0015】

【化1】

一般式(1)



10

【0016】

ここで、一般式(1)において、Aは、単結合または置換されていてもよい炭素数1～10の直鎖状、分岐状若しくは環状の2価の炭化水素基、又は、-O-、-S-、-CO-若しくは-SO₂-で示される2価の基である。X及びYは、ハロゲン原子又は炭素数1～6の炭化水素基である。p及びqは、0又は1の整数である。尚、XとY及びpとqは、それぞれ、同一でも相互に異なるものでもよい。

【0017】

芳香族ジヒドロキシ化合物の具体例としては、例えば、ビス(4-ヒドロキシフェニル)メタン、2,2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパン、2,2-ビス(4-ヒドロキシ-3-メチルフェニル)プロパン、2,2-ビス(4-ヒドロキシ-3-t-ブチルフェニル)プロパン、2,2-ビス(4-ヒドロキシ-3,5-ジメチルフェニル)プロパン、2,2-ビス(4-ヒドロキシ-3,5-ジブromoフェニル)プロパン、4,4-ビス(4-ヒドロキシフェニル)ヘプタン、1,1-ビス(4-ヒドロキシフェニル)シクロヘキサン等のビスフェノール類；4,4'-ジヒドロキシビフェニル、3,3',5,5'-テトラメチル-4,4'-ジヒドロキシビフェニル等のビフェノール類；ビス(4-ヒドロキシフェニル)スルホン、ビス(4-ヒドロキシフェニル)スルフィド、ビス(4-ヒドロキシフェニル)エーテル、ビス(4-ヒドロキシフェニル)ケトン等が挙げられる。

20

これらの中でも、2,2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパン(「ビスフェノールA」、以下、BPAと略記することがある。)が好ましい。これらの芳香族ジヒドロキシ化合物は、単独で、又は2種以上を混合して用いることができる。

30

【0018】

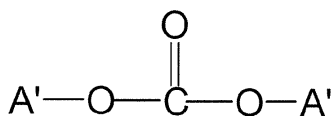
(炭酸ジエステル)

本実施の形態において使用する炭酸ジエステルとしては、下記一般式(2)で示される化合物が挙げられる。

【0019】

【化2】

一般式(2)



40

【0020】

ここで、一般式(2)中、A'は、置換されていてもよい炭素数1～炭素数10の直鎖状、分岐状又は環状の1価の炭化水素基である。2つのA'は、同一でも相互に異なるものでもよい。

なお、A'上の置換基としては、ハロゲン原子、炭素数1～炭素数10のアルキル基、炭素数1～炭素数10のアルコキシ基、フェニル基、フェノキシ基、ビニル基、シアノ基、エステル基、アミド基、ニトロ基等が例示される。

50

【 0 0 2 1 】

炭酸ジエステルの具体例としては、例えば、ジフェニルカーボネート、ジトリルカーボネート等の置換ジフェニルカーボネート、ジメチルカーボネート、ジエチルカーボネート、ジ-*t*-ブチルカーボネート等のジアルキルカーボネートが挙げられる。

これらの中でも、ジフェニルカーボネート（以下、DPCと略記することがある。）、置換ジフェニルカーボネートが好ましい。これらの炭酸ジエステルは、単独で、又は2種以上を混合して用いることができる。

【 0 0 2 2 】

また、上記の炭酸ジエステルは、好ましくはその50モル%以下、さらに好ましくは30モル%以下の量を、ジカルボン酸又はジカルボン酸エステルで置換してもよい。

代表的なジカルボン酸又はジカルボン酸エステルとしては、例えば、テレフタル酸、イソフタル酸、テレフタル酸ジフェニル、イソフタル酸ジフェニル等が挙げられる。このようなジカルボン酸又はジカルボン酸エステルで置換した場合には、ポリエステルカーボネートが得られる。

【 0 0 2 3 】

これら炭酸ジエステル（上記の置換したジカルボン酸又はジカルボン酸エステルを含む。以下同じ。）は、芳香族ジヒドロキシ化合物に対して過剰に用いられる。

即ち、芳香族ジヒドロキシ化合物に対して、通常、炭酸ジエステル1.01～1.30、好ましくは1.02～1.20のモル比で用いられる。モル比が過度に小さいと、得られる芳香族ポリカーボネートの末端OH基が多くなり、樹脂の熱安定性が悪化する傾向となる。また、モル比が過度に大きいと、エステル交換の反応速度が低下し、所望の分子量を有する芳香族ポリカーボネートの生産が困難となる傾向となる他、樹脂中の炭酸ジエステルの残存量が多くなり、成形加工時や成形品としたときの臭気の原因となることがあり、好ましくない。

【 0 0 2 4 】

（エステル交換触媒）

本実施の形態において使用するエステル交換触媒としては、通常、エステル交換法によりポリカーボネートを製造する際に用いられる触媒が挙げられ、特に限定されない。一般的には、例えば、アルカリ金属化合物、アルカリ土類金属化合物、塩基性ホウ素化合物、塩基性リン化合物、塩基性アンモニウム化合物又はアミン系化合物等の塩基性化合物が挙げられる。

これらのエステル交換触媒の中でも、実用的にはアルカリ金属化合物が望ましい。これらのエステル交換触媒は、単独で使用してもよく、2種類以上を組み合わせ使用してもよい。

エステル交換触媒の使用量は、通常、芳香族ジヒドロキシ化合物1モルに対して $1 \times 10^{-9} \sim 1 \times 10^{-1}$ モル、好ましくは $1 \times 10^{-7} \sim 1 \times 10^{-2}$ モルの範囲で用いられる。

【 0 0 2 5 】

アルカリ金属化合物としては、アルカリ金属の水酸化物、炭酸塩、炭酸水素化合物等の無機アルカリ金属化合物；アルカリ金属のアルコール類、フェノール類、有機カルボン酸類との塩等の有機アルカリ金属化合物等が挙げられる。ここで、アルカリ金属としては、例えば、リチウム、ナトリウム、カリウム、ルビジウム、セシウムが挙げられる。

これらのアルカリ金属化合物の中でも、セシウム化合物が好ましく、特に、炭酸セシウム、炭酸水素セシウム、水酸化セシウムが好ましい。

【 0 0 2 6 】

アルカリ土類金属化合物としては、例えば、アルカリ土類金属の水酸化物、炭酸塩等の無機アルカリ土類金属化合物；アルカリ土類金属のアルコール類、フェノール類、有機カルボン酸類との塩等が挙げられる。ここで、アルカリ土類金属としては、カルシウム、ストロンチウム、バリウムが挙げられる。

【 0 0 2 7 】

10

20

30

40

50

塩基性ホウ素化合物としては、ホウ素化合物のナトリウム塩、カリウム塩、リチウム塩、カルシウム塩、マグネシウム塩、バリウム塩、ストロンチウム塩等が挙げられる。ここで、ホウ素化合物としては、例えば、テトラメチルホウ素、テトラエチルホウ素、テトラプロピルホウ素、テトラブチルホウ素、トリメチルエチルホウ素、トリメチルベンジルホウ素、トリメチルフェニルホウ素、トリエチルメチルホウ素、トリエチルベンジルホウ素、トリエチルフェニルホウ素、トリブチルベンジルホウ素、トリブチルフェニルホウ素、テトラフェニルホウ素、ベンジルトリフェニルホウ素、メチルトリフェニルホウ素、ブチルトリフェニルホウ素等が挙げられる。

【 0 0 2 8 】

塩基性リン化合物としては、例えば、トリエチルホスフィン、トリ - n - プロピルホスフィン、トリイソプロピルホスフィン、トリ - n - ブチルホスフィン、トリフェニルホスフィン、トリブチルホスフィン等の 3 価のリン化合物、又はこれらの化合物から誘導される 4 級ホスホニウム塩等が挙げられる。

【 0 0 2 9 】

塩基性アンモニウム化合物としては、例えば、テトラメチルアンモニウムヒドロキサイド、テトラエチルアンモニウムヒドロキサイド、テトラプロピルアンモニウムヒドロキサイド、テトラブチルアンモニウムヒドロキサイド、トリメチルエチルアンモニウムヒドロキサイド、トリメチルベンジルアンモニウムヒドロキサイド、トリメチルフェニルアンモニウムヒドロキサイド、トリエチルメチルアンモニウムヒドロキサイド、トリエチルベンジルアンモニウムヒドロキサイド、トリエチルフェニルアンモニウムヒドロキサイド、トリブチルベンジルアンモニウムヒドロキサイド、トリブチルフェニルアンモニウムヒドロキサイド、テトラフェニルアンモニウムヒドロキサイド、ベンジルトリフェニルアンモニウムヒドロキサイド、メチルトリフェニルアンモニウムヒドロキサイド、ブチルトリフェニルアンモニウムヒドロキサイド等が挙げられる。

【 0 0 3 0 】

アミン系化合物としては、例えば、4 - アミノピリジン、2 - アミノピリジン、N , N - ジメチル - 4 - アミノピリジン、4 - ジエチルアミノピリジン、2 - ヒドロキシピリジン、2 - メトキシピリジン、4 - メトキシピリジン、2 - ジメチルアミノイミダゾール、2 - メトキシイミダゾール、イミダゾール、2 - メルカプトイミダゾール、2 - メチルイミダゾール、アミノキノリン等が挙げられる。

【 0 0 3 1 】

(芳香族ポリカーボネートの製造方法)

次に、芳香族ポリカーボネートの製造方法について説明する。

芳香族ポリカーボネートの製造は、原料である芳香族ジヒドロキシ化合物及び炭酸ジエステル化合物の原料混合熔融液を調製し (原調工程) 、これらの化合物を、エステル交換反応触媒の存在下、熔融状態で複数の反応器を用いて多段階で重縮合反応をさせる (重縮合工程) ことによって行われる。反応方式は、バッチ式、連続式、又はバッチ式と連続式の組合せのいずれでもよい。反応器は、複数基の縦型攪拌反応器及びこれに続く少なくとも 1 基の横型攪拌反応器が用いられる。通常、これらの反応器は直列に設置され、連続的に処理が行われる。

重縮合工程後、反応を停止させ、重合反応液中の未反応原料や反応副生物を脱揮除去する工程や、熱安定剤、離型剤、色剤等を添加する工程、芳香族ポリカーボネートを所定の粒径のペレットに形成する工程等を適宜追加してもよい。

次に、製造方法の各工程について説明する。

【 0 0 3 2 】

(原調工程)

芳香族ポリカーボネートの原料として使用する芳香族ジヒドロキシ化合物と炭酸ジエステルとは、通常、窒素、アルゴン等の不活性ガスの雰囲気下、バッチ式、半回分式または連続式の攪拌槽型の装置を用いて、原料混合熔融液として調製される。熔融混合の温度は、例えば、芳香族ジヒドロキシ化合物としてビスフェノール A を用い、炭酸ジエステルと

10

20

30

40

50

してジフェニルカーボネートを用いる場合は、通常 20 ~ 180 、好ましくは 125 ~ 160 の範囲から選択される。

この際、芳香族ジヒドロキシ化合物と炭酸ジエステルとの割合は、炭酸ジエステルが過剰になるように調整され、芳香族ジヒドロキシ化合物 1 モルに対して、炭酸ジエステルは通常 1.01 モル ~ 1.30 モル、好ましくは 1.02 モル ~ 1.20 モルの割合になるように調整される。

【0033】

(重縮合工程)

芳香族ジヒドロキシ化合物と炭酸ジエステル化合物とのエステル交換反応による重縮合は、通常、2 段階以上、好ましくは 3 段 ~ 7 段の多段方式で連続的に行われる。具体的な

10

反応条件としては、温度：150 ~ 320 、圧力：常圧 ~ 0.01 Torr (1.3 Pa)、平均滞留時間：5 分 ~ 150 分の範囲である。

多段方式の各反応器においては、重縮合反応の進行とともに副生するフェノールをより効果的に系外に除去するために、上記の反応条件内で、段階的により高温、より高真空に設定する。尚、得られる芳香族ポリカーボネートの色相等の品質低下を防止するためには、できるだけ低温、短滞留時間の設定が好ましい。

【0034】

重縮合工程を多段方式で行う場合は、通常、縦型攪拌反応器を含む複数基の反応器を設けて、ポリカーボネート樹脂の平均分子量を増大させる。反応器は通常 3 基 ~ 6 基、好ましくは 4 基 ~ 5 基設置される。

20

ここで、反応器としては、例えば、攪拌槽型反応器、薄膜反応器、遠心式薄膜蒸発反応器、表面更新型二軸混練反応器、二軸横型攪拌反応器、濡れ壁式反応器、自由落下させながら重合する多孔板型反応器、ワイヤーに沿わせて落下させながら重合するワイヤー付き多孔板型反応器等が用いられる。

【0035】

縦型攪拌反応器の攪拌翼の形式としては、例えば、タービン翼、パドル翼、ファウドラ-翼、アンカー翼、フルゾーン翼(神鋼パテック(株)製)、サンメラ-翼(三菱重工業(株)製)、マックスブレンド翼(住友重機械工業(株)製)、ヘリカルリボン翼、ねじり格子翼(日立製作所(株)製)等が挙げられる。

【0036】

また、横型攪拌反応器とは、攪拌翼の回転軸が横型(水平方向)であるものをいう。横型攪拌反応器の攪拌翼としては、例えば、円板型、パドル型等の一軸タイプの攪拌翼や HVR、SCR、N-SCR(三菱重工業(株)製)、パイボラック(住友重機械工業(株)製)、あるいはメガネ翼、格子翼(日立製作所(株)製)等の二軸タイプの攪拌翼が挙げられる。

30

【0037】

尚、芳香族ジヒドロキシ化合物と炭酸ジエステル化合物との重縮合に使用するエステル交換触媒は、通常、予め水溶液として準備される。触媒水溶液の濃度は特に限定されず、触媒の水に対する溶解度に応じて任意の濃度に調整される。また、水に代えて、アセトン、アルコール、トルエン、フェノール等の他の溶媒を選択することもできる。

40

触媒の溶解に使用する水の性状は、含有される不純物の種類ならびに濃度が一定であれば特に限定されないが、通常、蒸留水や脱イオン水等が好ましく用いられる。

【0038】

(製造装置)

次に、図面に基づき、本実施の形態が適用される芳香族ポリカーボネートの製造方法の一例を具体的に説明する。

図 1 は、芳香族ポリカーボネートの製造装置の一例を示す図である。図 1 に示す製造装置において、芳香族ポリカーボネートは、原料の芳香族ジヒドロキシ化合物及び炭酸ジエステル化合物を調製する原調工程と、これらの原料を溶融状態で複数の反応器を用いて重縮合反応させる重縮合工程とを経て製造される。

50

その後、反応を停止させ、重合反応液中の未反応原料や反応副生物を脱揮除去する工程（図示せず）や、熱安定剤、離型剤、色剤等を添加する工程（図示せず）、芳香族ポリカーボネートを所定の粒径のペレットに形成する工程（図示せず）を経て、芳香族ポリカーボネートのペレットが成形される。

【0039】

原調工程においては、原料混合槽2aと、調製した原料を重縮合工程に供給するための原料供給ポンプ4aとが設けられている。原料混合槽2aには、アンカー型攪拌翼3aがそれぞれ設けられている。

また、原料混合槽2aには、DPC供給口1a-1から、炭酸ジエステルであるジフェニルカーボネート（以下、DPCと記載することがある。）が溶融状態で供給され、BPA供給口1bからは、芳香族ジヒドロキシ化合物であるビスフェノールA（以下、BPAと記載することがある。）が粉末状態で供給され、溶融したジフェニルカーボネートにビスフェノールAが溶解する。

【0040】

次に、重縮合工程においては、直列に接続した第1縦型攪拌反応器6a、第2縦型攪拌反応器6b、第3縦型攪拌反応器6c及び第4縦型攪拌反応器6dと、第4縦型攪拌反応器6dの後段に直列に接続した第5横型攪拌反応器9aとが設けられている。第1縦型攪拌反応器6a、第2縦型攪拌反応器6b及び第3縦型攪拌反応器6cには、マックスブレンド翼7a、7b、7cがそれぞれ設けられている。第4縦型攪拌反応器6dにはヘリカルリボン翼7dが設けられている。また、第5横型攪拌反応器9aには、攪拌翼10aが設けられている。

【0041】

尚、5基の反応器には、それぞれ重縮合反応により生成する副生物等を排出するための留出管8a、8b、8c、8d、8eが取り付けられている。留出管8a、8b、8c、8d、8eは、それぞれ凝縮器81a、81b、81c、81d、81eに接続し、また、各反応器は、減圧装置82a、82b、82c、82d、82eにより、所定の減圧状態に保たれる。

【0042】

図1に示す芳香族ポリカーボネートの製造装置において、窒素ガス雰囲気下、所定の温度で調製されたDPC溶融液と、窒素ガス雰囲気下計量されたBPA粉末とが、それぞれDPC供給口1a-1とBPA供給口1bから原料混合槽2aに連続的に供給される。

次に、原料混合溶融液は、原料供給ポンプ4aを経由して第1縦型攪拌反応器6aに連続的に供給される。また触媒として、水溶液状の炭酸セシウムが、原料混合溶融液の移送配管途中の触媒供給口5aから連続的に供給される。

【0043】

第1縦型攪拌反応器6aでは、窒素雰囲気下、例えば、温度220℃、圧力13.33kPa（100Torr）、マックスブレンド翼7aの回転数を160rpmに保持し、副生したフェノールを留出管8aから留出させながら平均滞留時間60分になるように液面レベルを一定に保ち、重縮合反応が行われる。

次に、第1縦型攪拌反応器6aより排出された重合反応液は、引き続き、第2縦型攪拌反応器6b、第3縦型攪拌反応器6c、第4縦型攪拌反応器6d、第5横型攪拌反応器9aに順次連続供給され、重縮合反応が進行する。各反応器における反応条件は、重縮合反応の進行とともに高温、高真空、低攪拌速度となるようにそれぞれ設定される。重縮合反応の間、各反応器における平均滞留時間は、例えば、60分程度になるように液面レベルを制御し、また各反応器においては、副生するフェノールが留出管8b、8c、8d、8eから留出される。

【0044】

尚、本実施の形態においては、第1縦型攪拌反応器6aと第2縦型攪拌反応器6bとにそれぞれ取り付けられた凝縮器81a、81bからは、フェノール等の副生物が連続的に液化回収される。また、第3縦型攪拌反応器6c、第4縦型攪拌反応器6dと第5横型攪

拌反応器 9 a とにそれぞれ取り付けられた凝縮器 8 1 c , 8 1 d , 8 1 e にはコールドトラップ (図示せず) が設けられ、副生物が連続的に固化回収される。

【 0 0 4 5 】

(連続製造装置における溶融重縮合の開始)

本実施の形態では、芳香族ジヒドロキシ化合物と炭酸ジエステルとのエステル交換反応に基づく溶融重縮合は、以下の手順に従い開始される。

先ず、図 1 に示す連続製造装置において、直列に接続された 5 基の反応器 (第 1 縦型攪拌反応器 6 a 、第 2 縦型攪拌反応器 6 b 、第 3 縦型攪拌反応器 6 c 、第 4 縦型攪拌反応器 6 d 、第 5 横型攪拌反応器 9 a) を、予め、エステル交換反応に基づく溶融重縮合に応じた内温と真空度とに、それぞれ設定する。

10

ここで、各反応器の内温と真空度とは、特に限定されないが、通常、以下の通りである。

(第 1 縦型攪拌反応器 6 a)

内温 : 2 0 0 ~ 2 5 0 、真空度 : 常圧 ~ 1 3 . 3 k P a

(第 2 縦型攪拌反応器 6 b)

内温 : 2 0 0 ~ 2 5 0 、真空度 : 7 0 k P a ~ 1 0 k P a

(第 3 縦型攪拌反応器 6 c)

内温 : 2 4 0 ~ 3 2 0 、真空度 : 1 0 k P a ~ 0 . 1 k P a

(第 4 縦型攪拌反応器 6 d)

内温 : 2 4 0 ~ 3 2 0 、真空度 : 1 0 0 0 P a ~ 1 P a

20

(第 5 横型攪拌反応器 9 a)

内温 : 2 4 0 ~ 3 2 0 、真空度 : 5 0 0 P a ~ 1 P a

【 0 0 4 6 】

次に、別途、原料混合槽 2 a にて窒素ガス雰囲気下、芳香族ジヒドロキシ化合物と炭酸ジエステルとを、所定のモル比で混合し、原料混合溶液を得る。

続いて、前述した 5 基の反応器の内温と真空度が、それぞれの設定値の - 5 % ~ + 5 % の範囲内に達した後に、別途、原料混合槽 2 a で調製した原料混合溶液を、第 1 縦型攪拌反応器 6 a 内に連続供給する。また、原料混合溶液の供給開始と同時に、第 1 縦型攪拌反応器 6 a 内に触媒供給口 5 a から触媒を連続供給し、エステル交換反応に基づく溶融重縮合を開始する。

30

【 0 0 4 7 】

溶融重縮合が行われる第 1 縦型攪拌反応器 6 a では、重合反応液の液面レベルは、所定の平均滞留時間になるように一定に保たれる。第 1 縦型攪拌反応器 6 a 内の液面レベルを一定に保つ方法としては、通常、槽底部のポリマー排出ラインに設けたバルブ (図示せず) の開度を制御する方法が挙げられる。

ここで、第 1 縦型攪拌反応器 6 a における平均滞留時間は、特に限定されないが、通常、3 0 分 ~ 1 2 0 分である。

【 0 0 4 8 】

続いて、重合反応液は、第 1 縦型攪拌反応器 6 a の槽底から排出され、引き続き第 2 縦型攪拌反応器 6 b 、第 3 縦型攪拌反応器 6 c 、第 4 縦型攪拌反応器 6 d 、第 5 横型攪拌反応器 9 a に、逐次、連続供給される。

40

溶融重縮合反応の間、各反応器における液面レベルは、所定の平均滞留時間になるように制御される。ここで、各反応器における平均滞留時間は、特に限定されないが、通常、3 0 分 ~ 1 2 0 分である。

尚、各反応器において溶融重縮合反応と同時に副生するフェノールは、各反応器に取り付けられた留出管 (8 a , 8 b , 8 c , 8 d , 8 e) により系外に留去される。

【 0 0 4 9 】

このように、本実施の形態では、図 1 に示す連続製造装置において、5 基の反応器の内温と圧力が所定の数値に達した後に、原料混合溶液と触媒とが連続供給され、エステル交換反応に基づく溶融重縮合が開始される。

50

このため、各反応器における重合反応液の平均滞留時間は、溶融重縮合の開始直後から定常運転時と同等となる。その結果、重合反応液は必要以上の熱履歴を受けることがなく、得られる芳香族ポリカーボネート樹脂中に生じる結晶化異物、ゲルまたはヤケ等の異物が低減する。

【0050】

(連続製造装置における溶融重縮合の停止と装置の洗浄)

次に、本実施の形態では、溶融重縮合による連続的な芳香族ポリカーボネート樹脂の製造は、以下の手順に従い停止され、さらに、製造装置が洗浄される。

まず、図1に示す連続製造装置により、所定の粘度平均分子量(Mv_1)を有する芳香族ポリカーボネート樹脂の製造運転を所定の時間(t_1)行った後、引き続き、前述の粘度平均分子量(Mv_1)より低い粘度平均分子量(Mv_2)を有する芳香族ポリカーボネート樹脂の製造を一定時間(t_2)行い、その後、原料混合溶液及び触媒の供給を停止し、製造運転を停止する。

10

ここで、前段の連続製造運転で製造される芳香族ポリカーボネート樹脂の粘度平均分子量(Mv_1)は、特に制限されないが、通常、15,000~40,000である。また、後段の製造運転で製造される芳香族ポリカーボネート樹脂の粘度平均分子量(Mv_2)は、通常、10,000~20,000であることが好ましい。このような後段の芳香族ポリカーボネート樹脂を製造する運転時間(t_2)は、通常、全反応器の滞留時間()の合計と同等以上、好ましくは4 以上である。

【0051】

20

溶融重縮合による連続的な芳香族ポリカーボネート樹脂の製造を停止する前に、後段の製造運転において低い粘度平均分子量(Mv_2)を有する芳香族ポリカーボネート樹脂を製造する方法としては、特に限定されないが、通常、原料混合溶液における炭酸ジエステルモル比を、前段の連続運転の場合と比較して増大させる方法が採用される。

【0052】

このように、本実施の形態では、後段の製造運転において低い粘度平均分子量(Mv_2)を有する芳香族ポリカーボネート樹脂を製造することにより、連続運転停止後、後述するように製造装置から重合反応液を短時間で排出することが可能となる。

また、低い粘度平均分子量(Mv_2)を有する芳香族ポリカーボネート樹脂を含む重合反応液を排出する際に、製造装置系内の高分子量成分が洗い流され、後工程の洗浄効率を高めることができる。さらに、洗浄効率が高まることにより配管等のたまり部分の残存樹脂が低減し、再起動時に、ヤケ等の異物の発生を防ぐことができる。

30

【0053】

続いて、連続製造装置の洗浄方法について説明する。

本実施の形態では、図1に示す製造装置は、製造運転停止後、まず、芳香族ジヒドロキシ化合物及び炭酸ジエステルの溶融混合物により洗浄され、続いて、芳香族モノヒドロキシ化合物により洗浄される。

図1に示す製造装置において、原料混合溶液及び触媒の供給を停止した後、5基の反応器を直列に接続したまま、第5横型攪拌反応器9aの槽底部のパージバルブ(図示せず)を開放して、重合反応液の排出を開始する。第5横型攪拌反応器9aの槽底部から重合反応液の排出が開始されることにより、第1縦型攪拌反応器6a~第4縦型攪拌反応器6d内に残存する重合反応液は、順次、第5横型攪拌反応器9a内に送液され、最後に第5横型攪拌反応器9a内の重合反応液を排出して、製造装置内の重合反応液を全て排出する。

40

【0054】

このように、本実施の形態では、製造運転停止後、5基の反応器内の重合反応液は、それぞれの反応器の槽底部から排出されずに、第1縦型攪拌反応器6aから第5横型攪拌反応器9aに順次送液され、最後に第5横型攪拌反応器9aから排出される。

これにより、各反応器に重合反応液を排出するためのパージバルブをそれぞれ設ける必要がなく、パージバルブ数を減らすことが可能となる。その結果、パージバルブにて液溜

50

まりが生じることによる樹脂の劣化やそれに伴う異物の形成を抑止することが可能である。

【0055】

続いて、各反応器の圧力を復圧し、各反応器を結合する移送管のバルブ（図示せず）を閉止する。次に、製造装置を洗浄する洗浄液として、芳香族ジヒドロキシ化合物と炭酸ジエステルの溶融混合物である原料混合溶融液を、原料混合層2aから第1縦型攪拌反応器6aに供給する。このとき、第1縦型攪拌反応器6aに供給する原料混合溶融液の供給量は、特に限定されないが、通常、定常運転時に供給される量以下である。

【0056】

次いで、第1縦型攪拌反応器6aに供給された原料混合溶融液は、所定時間、第1縦型攪拌反応器6a内で攪拌される。第1縦型攪拌反応器6a内で原料混合溶融液が攪拌される時間は、特に限定されないが、通常、0.5時間～12時間である。

その後、第1縦型攪拌反応器6aと第2縦型攪拌反応器6bとの移送管のバルブ（図示せず）を開放し、第1縦型攪拌反応器6a内の原料混合溶融液が第2縦型攪拌反応器6bに移送され、さらに、所定時間、第2縦型攪拌反応器6b内で攪拌される。

続いて、原料混合溶融液は、第2縦型攪拌反応器6bから第3縦型攪拌反応器6c、第4縦型攪拌反応器6d、第5横型攪拌反応器9aと順次移送され、それぞれの反応器において同様な操作が行われた後、最後に、第5横型攪拌反応器9aのパージバルブ（図示せず）より排出される。

【0057】

次に、各反応器の内温を調整し、各反応器を結合する移送管のバルブ（図示せず）を再度閉止する。内温は、特に限定されないが、通常、150～200である。

続いて、製造装置を洗浄する洗浄液として芳香族モノヒドロキシ化合物であるフェノールを第1縦型攪拌反応器6aに供給し、微減圧にて所定時間攪拌する。このとき、第1縦型攪拌反応器6aに供給するフェノールの供給量は、特に限定されないが、通常、定常運転時に供給される原調液の量の0.1倍～1.5倍程度である。また、第1縦型攪拌反応器6aの圧力は、通常、101.3kPa～33.3kPaである。さらに、第1縦型攪拌反応器6a内でフェノールが攪拌される時間は、特に限定されないが、通常、0.5時間～24時間である。

【0058】

次いで、第1縦型攪拌反応器6aと第2縦型攪拌反応器6bとの移送管のバルブ（図示せず）を開放し、第1縦型攪拌反応器6a内のフェノールが第2縦型攪拌反応器6bに移送され、さらに、所定時間、第2縦型攪拌反応器6b内で攪拌される。

続いて、フェノールは、第2縦型攪拌反応器6bから第3縦型攪拌反応器6c、第4縦型攪拌反応器6d、第5横型攪拌反応器9aに順次移送され、それぞれの反応器において同様な操作が行われた後、最後に、第5横型攪拌反応器9aのパージバルブ（図示せず）よりフェノール廃液として排出される。

【0059】

このように、本実施の形態では、製造運転停止後、製造装置内は、先ず、原料モノマーである芳香族ジヒドロキシ化合物及び炭酸ジエステルの溶融混合物により洗浄される。これにより、製造装置内に残存するポリマーの解重合が促進され、原料モノマーの溶融混合物を排出することにより、残存するポリマーの略全部を取り除くことができる。

さらに、その後行われるフェノールによる洗浄では、フェノール使用量の低減が可能であり、また、洗浄時間を短縮することが可能である。

【0060】

また、本実施の形態では、図1に示す複数の反応器を備える連続製造装置により芳香族ポリカーボネート樹脂を連続的に製造する際、上述した手順に従い、定常運転後、所定時間行われる後段の製造運転において、定常運転で製造される芳香族ポリカーボネート樹脂と比較して低い粘度平均分子量（ M_v ）を有する芳香族ポリカーボネート樹脂を製造し、連続運転停止後、重合反応液を排出した反応器内を芳香族ジヒドロキシ化合物及び炭酸

10

20

30

40

50

ジエステルの熔融混合物により洗浄し、続いて、芳香族モノヒドロキシ化合物により洗浄し、次いで、同じ製造装置を再始動させる際に、前述した手順に従って、複数の反応器の内温及び圧力を定常運転時の所定値に設定し、これらの反応器の内温及び圧力が所定値に達した後に、反応器中に原料混合熔融液と触媒とを連続供給し、エステル交換反応に基づく熔融重縮合を開始させることが好ましい。

【実施例】

【0061】

次に、実施例に基き本発明をより具体的に説明する。尚、本発明は、その要旨を逸脱しない限り、以下の実施例に限定されるものではない。尚、実施例、比較例において得られた芳香族ポリカーボネートは下記測定方法により分析した。

【0062】

(1) 粘度平均分子量 (M_v)

芳香族ポリカーボネートの塩化メチレン溶液 (濃度 (C) 0.6 g / dl) を調製し、ウペローデ粘度計を用いて、この溶液の温度 20 における比粘度 (s_p) を測定し、下記の式により粘度平均分子量 (M_v) を算出した。

$$s_p / C = [\quad] (1 + 0.28 \quad s_p)$$

$$[\quad] = 1.23 \times 10^{-4} M_v^{0.83}$$

【0063】

(2) 10 μm 以上の透明異物数 (N) (単位: 個 / g)

芳香族ポリカーボネートを、窒素雰囲気下、120 で6時間以上乾燥した後、単軸30mm押出機 (株式会社いすゞ化工製) を用いて、厚さ70 μmのフィルムを製膜した。次に、このフィルムから、9cm×50cm範囲 (約4g) のシート5枚を切り出し、各シートについて核のない透明異物 (= フィッシュアイ) をマーキングし、倍率200倍の実体顕微鏡を用いて、これらの透明異物の大きさと数を測定した。

尚、測定に際し、核のない透明異物の平面的境界は、周辺との屈折率が異なることによって定め、その大きさは、平面的境界線上の2点間の最大距離とした。そして、大きさが10 μm以上の透明異物の総数を数え、1g当たりの異物数を算出し、「10 μm以上の透明異物数 (N)」とした。

【0064】

(3) フィルム外観検査

上記(2)で調製したフィルムを目視で観察し、以下の基準に基き外観を評価した。

良: フィルム表面が透明且つ均一

不良: フィルム表面が不透明又はざらつきがある

【0065】

(4) プレート色調 (YI)

射出成形 (バレル温度360、金型温度80) により、芳香族ポリカーボネートの平板 (60mm×60mm×3.2mm) を成形し、この平板について分光測色計 (ミノルタ株式会社製 CM-3700d) を用いてイエローインデックス (YI) を測定した。数値が小さいほど色調が良好であることを示す。

【0066】

(実施例1)

前述した図1に示すように、縦型攪拌反応器4基及び横型攪拌反応器1基を有する連続製造装置により、以下の条件で芳香族ポリカーボネートを製造した。

まず、以下のように、各反応器を、予め反応条件に応じた内温・真空度に設定した。

(第1縦型攪拌反応器6a): 220、常圧

(第2縦型攪拌反応器6b): 220、13.3kPa

(第3縦型攪拌反応器6c): 240、2kPa

(第4縦型攪拌反応器6d): 270、67Pa

(第5横型攪拌反応器9a): 290、67Pa

【0067】

次に、別途、原調工程にて窒素ガス雰囲気下、ビスフェノール A (BPA) とジフェニルカーボネート (DPC) とを、一定のモル比 ($DPC / BPA = 1.040$) で混合し、 140°C に加熱して、原料混合熔融液を得た。

続いて、この原料混合熔融液を、 140°C に加熱した原料導入管を介して、前述した所定温度・真空度の $\pm 5\%$ の範囲内に制御した第 1 縦型攪拌反応器 6 a 内に連続供給し、平均滞留時間が 60 分になるように、槽底部のポリマー排出ラインに設けたバルブ (図示せず) の開度を制御しつつ、液面レベルを一定に保った。

また、上記原料混合熔融液の供給開始と同時に、第 1 縦型攪拌反応器 6 a 内に触媒供給口 5 a から触媒として炭酸セシウム水溶液を、ビスフェノール A 1 モルに対し、 $0.35 \mu\text{mol}$ の割合で連続供給した。

【0068】

第 1 縦型攪拌反応器 6 a の槽底から排出された重合反応液は、引き続き、第 2 縦型攪拌反応器 6 b、第 3 縦型攪拌反応器 6 c、第 4 縦型攪拌反応器 6 d、第 5 横型攪拌反応器 9 a に、逐次、連続供給された。

重合反応の間、各反応器の平均滞留時間が 60 分になるように液面レベルを制御し、また、重合反応と同時に副生するフェノールの留去を行った。芳香族ポリカーボネートの製造レートは、 $50 \text{ kg} / \text{Hr}$ である。こうして得られた芳香族ポリカーボネートの粘度平均分子量 (M_v) は $25,000$ であった。

【0069】

次に、第 5 横型攪拌反応器 9 a から排出された重合反応液を熔融状態のまま、ギヤポンプにて 2 軸押出機 ($L/D = 42$ 、バレル温度 240°C) に導入し、p-トルエンスルホン酸ブチル 7 ppm を添加した後、ポリマーフィルター (リーフディスク型) を通してペレット化した。

ここで、ポリマーフィルターは、絶対濾過精度 $40 \mu\text{m}$ の織金網製のリーフディスク 135 枚をセンターポストに装着したものである。尚、使用に際して、予め重合反応液の通液前に、流速 $5 \text{ ml} / \text{min}$ 、36 時間、窒素雰囲気下で 280°C に昇温して使用した。得られたペレットを用いて成形したフィルムとプレートについて、それぞれ、 $10 \mu\text{m}$ 以上の透明異物数 (N)、フィルム外観検査、プレート色調 (YI) を測定した。結果を表 1 に示す。

【0070】

(実施例 2)

図 1 に示す連続製造装置により、実施例 1 と同様な条件で芳香族ポリカーボネートの製造運転を 100 時間行った後、BPA と DPC とのモル比を $DPC / BPA = 1.060$ に変更し、さらに、第 4 縦型攪拌反応器 6 d の内温を 260°C 、第 5 横型攪拌反応器 9 a の内温を 265°C に変更し、さらに 24 時間の製造運転を行い、粘度平均分子量 (M_v) $15,000$ の芳香族ポリカーボネートを得た。

その後、原料混合熔融液・触媒の供給を停止し、第 1 縦型攪拌反応器 6 a から順次反応器内の重合反応液を排出した。続いて、各反応器の圧力を復圧し、原料混合層 2 a から原料混合熔融液 20 kg を第 1 縦型攪拌反応器 6 a に供給した。

【0071】

そして、第 1 縦型攪拌反応器 6 a にて原料混合熔融液を 2 時間攪拌後、第 1 縦型攪拌反応器 6 a 内の原料混合熔融液を第 2 縦型攪拌反応器 6 b に移送して 2 時間攪拌した。その後、引き続き、第 3 縦型攪拌反応器 6 c、第 4 縦型攪拌反応器 6 d、第 5 横型攪拌反応器 9 a と順次同様の操作を実施し、最後に、第 5 横型攪拌反応器 9 a のパージバルブ (図示せず) より原料混合熔融液を排出した。

【0072】

次に、各反応器の温度を 180°C とし、第 1 縦型攪拌反応器 6 a にフェノール 60 kg を供給し、微減圧にて 5 時間攪拌後、フェノールを第 2 縦型攪拌反応器 6 b に移送した。続いて、引き続き、第 3 縦型攪拌反応器 6 c、第 4 縦型攪拌反応器 6 d、第 5 横型攪拌反応器 9 a と順次同様の操作を実施し、最後に、第 5 横型攪拌反応器 9 a からフェノール廃

10

20

30

40

50

液を抜き出した。

このような洗浄操作を行った連続製造装置を用いて、1ヶ月後に実施例1と同様の条件で芳香族ポリカーボネートの連続重合運転を実施した。得られたペレットを用いて成形したフィルムとプレートについて、それぞれ、10 μm 以上の透明異物数(N)、フィルム外観検査、プレート色調(YI)を測定した。結果を表1に示す。

【0073】

(比較例1)

図1に示す連続製造装置において、先ず、各反応器を140℃、常圧とした。次に、BPAとDPCとの原料混合熔融液を各反応器に所定の液面レベルになるまで供給した。続いて、各反応器をそれぞれ実施例1と同様な温度と圧力に設定し、各反応器が所定の温度と圧力に到達後60分間攪拌し、その後、連続重合をスタートさせ、実施例1と同様な条件で連続重合運転を行った。

得られたペレットを用いて成形したフィルムとプレートについて、それぞれ、10 μm 以上の透明異物数(N)、フィルム外観検査、プレート色調(YI)を測定した。結果を表1に示す。尚、実施例1と同様のプレート色調(YI)が得られるまで20時間を要した。

【0074】

(比較例2)

比較例1において、第1縦型攪拌反応器6aのみに所定の液面レベルまでBPAとDPCとの原料混合熔融を供給した。次いで、第1縦型攪拌反応器6aの温度と圧力を、実施例1と同様な条件に設定し、所定の温度と圧力に到達後60分間攪拌した。その後に、第2縦型攪拌反応器6bに原料混合熔融の供給を開始すると同時に、原料混合槽2aから第1縦型攪拌反応器6aに、実施例1と同様な条件で連続重合運転を行った。

得られたペレットを用いて成形したフィルムとプレートについて、それぞれ、10 μm 以上の透明異物数(N)、フィルム外観検査、プレート色調(YI)を測定した。結果を表1に示す。

【0075】

【表1】

	実施例1	実施例2	比較例1	比較例2
粘度平均分子量(Mv)	25,000	25,100	24,500	24,800
10 μm 以上の透明異物数(N)	30	5	500	1,200
フィルム外観検査	良	良	不良	不良
プレート色調(YI)	1.5	1.4	2.2	1

【0076】

表1に示す結果から、図1に示す連続製造装置において、5基の反応器の内温と圧力が所定の数値に達した後にエステル交換反応に基づく熔融重縮合を開始することにより、10 μm 以上の透明異物数(N)が少なく、フィルム外観検査及びプレート色調(YI)が良好な芳香族ポリカーボネート樹脂が得られることが分かる(実施例1)。

また、図1に示す連続製造装置において、製造運転停止後、先ず製造装置内を原料モノマーの熔融混合物により洗浄し、さらに、その後フェノールにより洗浄することにより、10 μm 以上の透明異物数(N)が少なく、フィルム外観検査及びプレート色調(YI)が良好な芳香族ポリカーボネート樹脂が得られることが分かる(実施例2)。

一方、反応器の内温と圧力を定常運転時の数値に設定しない場合(比較例1)及びパッチスタートの場合(比較例2)は、良好な芳香族ポリカーボネート樹脂が得られないことが分かる。

【0077】

以上、詳述したように、本実施の形態では、芳香族ポリカーボネート樹脂を連続的に製

造方法において、上述したような起動方法と停止方法との両方を実施することにより、スタート時から色調が良く、異物の少ない芳香族ポリカーボネート樹脂を製造することが可能である。

また、こうして得られた芳香族ポリカーボネート樹脂は、シート等の建築材料、水用ボトル等の容器、自動車用ヘッドランプレンズ、眼鏡等の光学用レンズ類、光ディスク等の光学用記録材料、液晶ディスプレイの導光板等に好適に使用することができる。

【図面の簡単な説明】

【0078】

【図1】芳香族ポリカーボネートの製造装置の一例を示す図である。

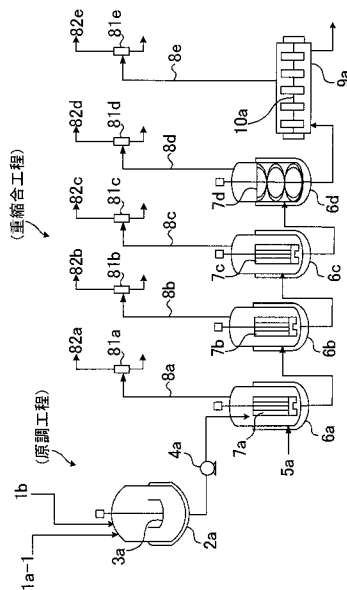
【符号の説明】

【0079】

2 a ... 原料混合槽、3 a ... アンカー型攪拌翼、4 a ... 原料供給ポンプ、5 a ... 触媒供給口、6 a ... 第1 縦型攪拌反応器、6 b ... 第2 縦型攪拌反応器、6 c ... 第3 縦型攪拌反応器、6 d ... 第4 縦型攪拌反応器、7 a , 7 b , 7 c ... マックスブレンド翼、7 d ... ヘリカルリボン翼、8 a , 8 b , 8 c , 8 d , 8 e ... 留出管、9 a ... 第5 横型攪拌反応器、10 a ... 攪拌翼、81 a , 81 b , 81 c , 81 d , 81 e ... 凝縮器、82 a , 82 b , 82 c , 82 d , 82 e ... 減圧装置

10

【図1】



フロントページの続き

(72)発明者 内村 竜次

福岡県北九州市八幡西区黒崎城石1番1号 三菱化学株式会社内

審査官 吉 澤 英一

(56)参考文献 特開2002-363276(JP,A)
国際公開第99/055764(WO,A1)
特開平06-056984(JP,A)
特開2000-063507(JP,A)
特開2003-138001(JP,A)
特開2002-020478(JP,A)
特開2005-042014(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
C08G 64/30