

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 826 751**

51 Int. Cl.:

C08G 64/20 (2006.01)
C08G 64/40 (2006.01)
C08K 5/00 (2006.01)
C08K 5/5313 (2006.01)
C08K 5/13 (2006.01)
C08K 5/06 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **29.06.2017 PCT/KR2017/006904**
 87 Fecha y número de publicación internacional: **08.03.2018 WO18043899**
 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **29.06.2017 E 17846824 (5)**
 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **12.08.2020 EP 3508512**

54 Título: **Procedimiento para preparar policarbonato**

30 Prioridad:

31.08.2016 KR 20160111868

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

19.05.2021

73 Titular/es:

**LG CHEM, LTD. (100.0%)
 128, Yeoui-daero, Yeongdeungpo-gu,
 Seoul 07336, KR**

72 Inventor/es:

**KO, UN;
 CHUN, BYOUNGKUE;
 HONG, MOO HO;
 SON, YOUNG WOOK y
 KO, TAE YUN**

74 Agente/Representante:

LÓPEZ CAMBA, María Emilia

ES 2 826 751 T3

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

DESCRIPCIÓN

Procedimiento para preparar policarbonato

5 La presente invención proporciona un procedimiento para preparar un policarbonato eliminando un disolvente de una solución de polimerización de policarbonato sin afectar a las propiedades físicas del policarbonato.

10 Los policarbonatos son resinas preparadas por condensación o polimerización de un diol aromático tal como el bisfenol A con un precursor de carbonato tal como el fosgeno, y tienen una excelente resistencia al impacto, estabilidad dimensional, resistencia al calor y transparencia. Por tanto, se aplican en una gran variedad de campos como materiales exteriores de productos eléctricos y electrónicos, piezas de automóviles, materiales de construcción y componentes ópticos. El procedimiento para preparar policarbonatos puede dividirse en un procedimiento de polimerización por fusión y un procedimiento de polimerización en fase sólida sin utilizar un fosgeno, y un procedimiento de polimerización interfacial utilizando un fosgeno.

15 Primero, el procedimiento de polimerización por fusión es un procedimiento de realizar la polimerización en un estado en el que el monómero en bruto se funde, y tiene la ventaja de tener un bajo riesgo porque no utiliza materiales tóxicos, pero se necesitan instalaciones de alta temperatura y alto vacío durante el tratamiento de los reactivos de alta viscosidad, por lo que existe el problema de que la calidad se deteriore. El procedimiento de polimerización en fase sólida es un procedimiento de realizar la polimerización a una temperatura inferior a la temperatura de fusión posterior a la cristalización de los prepolímeros de policarbonato de bajo peso molecular. En el procedimiento de polimerización en fase sólida, dado que no se utilizan materiales tóxicos y la reacción se realiza en un estado sólido, puede inhibir el deterioro de la calidad. Sin embargo, tiene la desventaja de que requiere un equipo de alta presión y es difícil de aplicar a un procedimiento continuo.

20 Tal y como se ha descrito en la patente estadounidense n.º 3.799.953, el procedimiento de polimerización interfacial es un procedimiento en el que un compuesto aromático hidroxilo tal como el bisfenol A y un fosgeno gaseoso se mezclan en un disolvente orgánico para llevar a cabo una reacción de polimerización en la interfaz entre la capa de solución acuosa y la capa de disolvente orgánico. Este procedimiento tiene una ventaja de que el policarbonato puede producirse con relativa facilidad mediante un procedimiento continuo, pero es necesaria una etapa de eliminación del disolvente orgánico.

25 Dado que los policarbonatos producidos por el procedimiento de polimerización interfacial descrito anteriormente se disuelven en un disolvente orgánico, se requiere un procedimiento de eliminación del disolvente para obtener partículas de polímero, y este procedimiento se denomina generalmente procedimiento de solidificación.

30 A este respecto, las patentes estadounidenses n.º 4.546.172 y 6.214.892 describen un procedimiento para obtener partículas de polímero dispersables en agua mediante la pulverización de una solución en la que se disuelve un policarbonato en agua que se mantiene a una temperatura superior al punto de ebullición de un disolvente, seguido de la vaporización del disolvente. Sin embargo, en el caso del procedimiento anterior, dado que el disolvente se evapora rápidamente, la velocidad de formación de las partículas es rápida, pero tiene la desventaja de que no solo se puede producir un gran aglomerado viscoso de partículas, sino que también se requiere un procedimiento de secado adicional para eliminar el agua presente en los poros en las partículas porosas y se requiere mucha energía para tal procedimiento de secado.

35 Además, las patentes estadounidenses 4.668.768 y 7.947.803 describen un procedimiento de utilizar un antidisolvente como un procedimiento para obtener partículas de polímero a partir de una solución de polímero. En el procedimiento, las partículas de polímero se obtienen utilizando un antidisolvente que se mezcla completamente con un disolvente, pero no disuelve los polímeros. Sin embargo, existen problemas de que se debe utilizar una cantidad excesiva de antidisolvente en comparación con la solución polimérica, y que se requiere un procedimiento adicional para aislar el antidisolvente del disolvente.

40 Recientemente, en lugar del procedimiento descrito anteriormente, se ha utilizado un procedimiento de eliminación de un disolvente a partir de una solución en la que se disuelve un policarbonato utilizando vapor a alta temperatura y alta humedad de un eyector de vapor. El procedimiento tiene las ventajas de que se puede aumentar el tamaño del eyector de vapor y la instalación es relativamente sencilla.

45 Sin embargo, como el vapor está a temperatura elevada, la decoloración y la hidrólisis del policarbonato se producen en el procedimiento de eliminación del disolvente. Si se produce la decoloración, puede ser difícil recuperar el policarbonato en un procedimiento posterior y, además, la hidrólisis da lugar a una disminución del peso molecular y a una disminución de las propiedades físicas del policarbonato. Por lo tanto, existe la necesidad de un procedimiento que no afecte a las propiedades físicas del policarbonato mientras se elimina un disolvente de una solución en la que el policarbonato se disuelve utilizando vapor.

50 Los documentos US2003/027905A1 y EP2792711A1 también se consideran como técnica anterior relevante.

En este sentido, los autores de la invención actuales han realizado una amplia investigación para desarrollar un procedimiento de eliminación de un disolvente a partir de una solución de polimerización de policarbonato y han descubierto que, cuando se añade un antioxidante y un agente resistente a la hidrólisis a una solución de polimerización de policarbonato y, a continuación, se elimina un disolvente mediante vapor, el disolvente puede eliminarse de forma eficaz sin afectar a las propiedades físicas del policarbonato, con lo que se completa la presente invención.

Es un objeto de la presente invención proporcionar un procedimiento para preparar un policarbonato eliminando un disolvente de una solución de polimerización de policarbonato sin afectar a las propiedades físicas del policarbonato.

Para alcanzar el objeto mencionado anteriormente, la presente invención proporciona un procedimiento para preparar un policarbonato que comprende las etapas de:

- 1) añadir un antioxidante, y un agente resistente a la hidrólisis que tiene un anillo alifático fusionado con epoxi a una solución de polimerización de policarbonato; y
- 2) eliminar un disolvente de la solución de polimerización de policarbonato utilizando vapor,

donde el antioxidante comprende un antioxidante basado en fosfito, y un antioxidante basado en fenol impedido.

El término «solución de polimerización de policarbonato», cuando se utiliza en la presente invención, se refiere a una solución en la cual un policarbonato preparado por un procedimiento de polimerización se disuelve en un disolvente orgánico. Específicamente, la solución de polimerización de policarbonato se refiere a una solución de polimerización de policarbonato preparada por el procedimiento de polimerización interfacial.

El policarbonato preparado por el procedimiento de polimerización interfacial descrito anteriormente se encuentra en estado de disolución en un disolvente orgánico, por lo que se necesita un procedimiento de eliminación del disolvente orgánico. Por consiguiente, la presente invención está caracterizada por añadir un antioxidante y un agente resistente a la hidrólisis que tiene un anillo alifático fusionado con epoxi a una solución de polimerización de policarbonato para inhibir la disminución de las propiedades físicas del policarbonato debido al vapor a alta temperatura, antes de eliminar el disolvente orgánico que utiliza vapor en la etapa 2, como se describe más adelante.

En lo sucesivo, la presente invención se describirá en detalle para cada etapa.

Añadir un antioxidante y un agente resistente a la hidrólisis que tiene un anillo alifático fusionado con epoxi a una solución de polimerización de policarbonato (Etapas 1)

La etapa 1 es una etapa de añadir un antioxidante y un agente resistente a la hidrólisis que tiene un anillo alifático fusionado con epoxi a una solución de polimerización de policarbonato para inhibir la disminución de las propiedades físicas del policarbonato debido al vapor a alta temperatura que se utilizará en la etapa 2 descrita más adelante.

Preferentemente, la solución de polimerización de policarbonato se refiere a una solución de polimerización de policarbonato preparada por el procedimiento de polimerización interfacial. La polimerización interfacial del policarbonato es ampliamente conocida en la técnica, y se refiere a la polimerización de un compuesto de diol aromático y un precursor de carbonato en la presencia de un aglutinante de ácidos, agua y un disolvente orgánico.

El compuesto de diol aromático y el precursor de carbonato no están particularmente limitados mientras se utilicen para la producción de policarbonato. Por ejemplo, como el compuesto de diol, puede mencionarse el bisfenol A, 1,1-bis(4-hidroxifenil)etano, bis(4-hidroxifenil)metano, bis(4-hidroxifenil)éter, bis(4-hidroxifenil)sulfona, bis(4-hidroxifenil)sulfóxido, bis(4-hidroxifenil)sulfuro, bis(4-hidroxifenil)cetona, 2,2-bis(4-hidroxifenil)butano, 1,1-bis(4-hidroxifenil)ciclohexano, 2,2-bis(4-hidroxi-3,5-dibromofenil)propano, 2,2-bis(4-hidroxi-3,5-diclorofenil)propano, 2,2-bis(4-hidroxi-3-bromofenil)propano, 2,2-bis(4-hidroxi-3-clorofenil)propano, 2,2-bis(4-hidroxi-3-metilfenil)propano, 2,2-bis(4-hidroxi-3,5-dimetilfenil)propano, 1,1-bis(4-hidroxifenil)-1-feniletano, bis(4-hidroxifenil)difenilmetano, o α,ω -bis[3-(*o*-hidroxifenil)propil]polidimetilsiloxano. Además, por ejemplo, como precursor del carbonato, puede mencionarse el carbonato de dimetilo, el carbonato de dietilo, el carbonato de dibutilo, el carbonato de dicitlohexilo, el carbonato de difenilo, el carbonato de ditolilo, el carbonato de bis(clorofenilo), el carbonato de di-*m*-cresilo, el carbonato de dinaftilo, el carbonato de bis(difenilo), el fosgeno, el trifosgeno, el difosgeno, el bromofosgeno o el bis(haluro de alcilo).

Como aglutinante de ácidos, por ejemplo, se puede utilizar un hidróxido metálico alcalino tal como el hidróxido de sodio, hidróxido de potasio y similares, o un compuesto de amina como la piridina y similares.

El disolvente orgánico no está particularmente limitado mientras sea un disolvente típicamente utilizado en la polimerización del policarbonato y, por ejemplo, se puede utilizar un hidrocarburo halogenado tal como el cloruro de metileno, el clorobenceno y similares.

Además, en la polimerización interfacial, se pueden utilizar adicionalmente un acelerador de reacción, por ejemplo, un compuesto de amina terciaria como trietilamina, bromuro de tetra-*n*-butilamonio, bromuro de tetra-*n*-butilfosfonio, un

compuesto de amonio cuaternario, un compuesto de fosfonio cuaternario y similares para acelerar la reacción. La temperatura de reacción para la polimerización interfacial es preferentemente de 0 a 40 °C, y el tiempo de reacción es preferentemente de 10 minutos a 5 horas. Asimismo, durante la reacción de polimerización interfacial, el pH se mantiene preferentemente en 9 o más, u 11 o más.

5 La concentración del policarbonato en la solución de polimerización de policarbonato es preferentemente del 10 % al 35 % en peso.

10 El antioxidante añadido a la solución de polimerización de policarbonato se añade para inhibir la disminución de las propiedades físicas del policarbonato debido al vapor a alta temperatura que se utilizará en la etapa 2 descrita más adelante, y el antioxidante incluye un antioxidante a base de fosfito y un antioxidante a base de fenol impedido.

15 Entre los ejemplos de antioxidantes a base de fosfito se incluye al menos uno seleccionado de entre el grupo que consiste en PEP-36 (bis(2,6-di-ter-butil-4-metilfenil)pentaeritrol-difosfito) y DP9228 (bis(2,4-dicumilfenil)pentaeritrol-difosfato). Además, entre los ejemplos de antioxidante a base de fenol impedido figura el IR1010 ([3-[3-(4-hidroxi-3,5-diterc-butilfenil)propanoiloxi]-2,2-bis[3-(4-hidroxi-3,5-diterc-butilfenil)propanoiloximetil]propil] 3-(4-hidroxi-3,5-diterc-butilfenil)propanoato).

20 Asimismo, el antioxidante se añade preferentemente en una cantidad de 100 ppm en peso a 1000 ppm en peso con respecto al policarbonato en la solución de polimerización de policarbonato. Cuando la cantidad añadida es inferior a 100 ppm en peso, el efecto de inhibir la disminución de las propiedades físicas del policarbonato es insignificante. Cuando la cantidad añadida es superior a 1000 ppm en peso, el efecto de inhibir la disminución de las propiedades físicas del policarbonato no aumenta sustancialmente, y las propiedades físicas del policarbonato pueden más bien deteriorarse. Más preferentemente, el antioxidante se añade en una cantidad de 150 ppm en peso o más, 200 ppm en peso o más, 250 ppm en peso o más, o 300 ppm en peso o más, o 900 ppm en peso o menos, 800 ppm en peso o menos, 700 ppm en peso o menos, o 600 ppm en peso o menos con respecto al policarbonato en la solución de polimerización de policarbonato.

30 El agente resistente a la hidrólisis que tiene un anillo alifático fusionado con epoxi añadido a la solución de polimerización de policarbonato se añade para inhibir la disminución de las propiedades físicas del policarbonato causada por el vapor a alta temperatura que se utilizará en la etapa 2 descrita más adelante.

35 Preferentemente, el agente resistente a la hidrólisis que tiene un anillo alifático fusionado con epoxi puede preferentemente tener 2 o más anillos alifáticos fusionados con epoxi. Entre los ejemplos de agente resistente a la hidrólisis que tiene un anillo alifático fusionado con epoxi se incluyen el C-2021P (3,4-epoxiciclohexilmetil 3,4-epoxiciclohexanecarboxilato).

40 Además, el agente resistente a la hidrólisis que tiene un anillo alifático fusionado con epoxi se añade preferentemente en una cantidad de 100 ppm en peso a 1000 ppm en peso con respecto al policarbonato en la solución de polimerización de policarbonato. Cuando la cantidad añadida es superior a 1000 ppm en peso, el efecto de inhibir la disminución de las propiedades físicas del policarbonato no aumenta sustancialmente, y las propiedades físicas del policarbonato pueden más bien deteriorarse. Más preferentemente, el agente resistente a la hidrólisis que tiene un anillo alifático fusionado con epoxi se añade en una cantidad de 110 ppm en peso o más, 120 ppm en peso o más, 130 ppm en peso o más, o 140 ppm en peso o más, 900 ppm en peso o menos, 800 ppm en peso o menos, 700 ppm en peso o menos, 600 ppm en peso o menos, o 500 ppm en peso o menos con respecto al policarbonato en la solución de polimerización de policarbonato.

Eliminación de un disolvente de la solución de polimerización de policarbonato utilizando vapor (etapa 2)

50 La etapa 2 es una etapa de preparar un policarbonato eliminando un disolvente de la reacción de polimerización de policarbonato a la cual se añade el antioxidante y el agente resistente a la hidrólisis que tiene un anillo alifático fusionado con epoxi en la etapa 1. El policarbonato preparado en la etapa 2 está presente como un sólido porque se ha eliminado el disolvente.

55 Específicamente, se utiliza un eyector de vapor para eliminar el disolvente en la solución de polimerización de policarbonato. El eyector de vapor es bien conocido en la técnica y utiliza vapor a alta temperatura y alta presión para eliminar el disolvente de la solución de polimerización de policarbonato. Es decir, el disolvente puede eliminarse de tal forma en la cual el vapor a alta temperatura y alta presión superior al punto de ebullición del disolvente de la solución de polimerización de policarbonato se pone en contacto con la solución de polimerización de policarbonato para evaporar el disolvente.

Preferentemente, la temperatura del vapor es de 210 °C a 230 °C. Además, la presión del vapor es de 17 a 23 kgf/cm².

65 La temperatura del vapor es alta, pero, como se ha descrito anteriormente, la solución de polimerización de policarbonato incluye el antioxidante y el agente resistente a la hidrólisis que tiene un anillo alifático fundido con epoxi, y, por lo tanto, es posible eliminar eficazmente el disolvente a la vez que se inhibe la disminución de las propiedades

físicas del policarbonato.

Específicamente, el policarbonato preparado en la etapa 2 tiene un valor del IA de 1,0 o inferior medido según la norma ASTM D1925.

5 Además, el policarbonato preparado en la etapa 2 tiene una reducción en el peso molecular medio en peso de 400 g/mol o menos después de dejarlo reposar a 85 °C a una humedad relativa del 85 % durante 168 horas.

10 Asimismo, el policarbonato preparado en la etapa 2 tiene una reducción en la resistencia al impacto a temperatura ambiente (medida a 23 °C según la norma ASTM D256 [1/8 de pulgada, ensayo de Izod]) de 100 J/m o menos tras dejarlo reposar durante 168 horas a 85 °C y a una humedad relativa del 85 %.

15 Según una realización de la presente invención, el policarbonato preparado mediante el procedimiento de preparación según la presente invención exhibe efectos excelentes en el IA, reducción en el peso molecular medio en peso, y reducción en la resistencia al impacto a temperatura ambiente.

20 Como se ha descrito anteriormente, el procedimiento para preparar un policarbonato según la presente invención puede efectivamente eliminar un disolvente sin afectar a las propiedades físicas del policarbonato añadiendo un antioxidante y un agente resistente a la hidrólisis que tiene un anillo alifático fusionado con epoxi y, a continuación, eliminando el disolvente utilizando vapor.

A continuación, se proporcionan ejemplos preferidos para ayudar en la comprensión de la presente invención. Sin embargo, los siguientes ejemplos se proporcionan únicamente a modo ilustrativo de la invención y no deben interpretarse como limitantes del alcance de la presente invención.

25 **Ejemplo de preparación: solución de polimerización de policarbonato**

Se añadieron 978,4 g de bisfenol A (BPA), 1620 g de una solución acuosa de NaOH al 32 % y 7500 g de agua destilada a un reactor de vidrio de 20 l, y tras confirmar que el BPA se había disuelto completamente en una atmósfera de nitrógeno, se añadieron y mezclaron 3670 g de cloruro de metileno y 18,3 g de p-terc-butilfenol (PTBP). Se añadió 3850 g de cloruro de metileno gota a gota durante 1 hora, en el que se disolvieron 542,5 g de trifosgeno (TPG). En este momento, el pH se mantuvo en 12 utilizando una solución acuosa de NaOH. Una vez terminada la adición en forma de gotas, la mezcla se envejeció durante 15 minutos. A continuación, se disolvieron 195,7 g de trietilamina en cloruro de metileno y se añadieron a la mezcla. Después de 10 minutos, se ajustó el pH a 3 con una solución acuosa de ácido clorhídrico 1 N, y el resultante se lavó con agua destilada tres veces para obtener 8645 g de una solución de polimerización de policarbonato. El peso del policarbonato disuelto en la solución de polimerización de policarbonato fue de 1125 g, y la concentración del mismo fue de aproximadamente el 13 % en peso.

40 **Ejemplo 1**

Se mezclaron 0,2250 g de IR1010, 0,3374 g de PEP-36 y 0,2250 g de C-2021P con 4975 g de la solución de polimerización de policarbonato preparada en el ejemplo de preparación. El vapor (temperatura: 220 °C, presión: 20 kgf/cm²) se pulverizó sobre la solución mezclada utilizando un eyector de vapor para obtener un policarbonato sólido.

45 **Ejemplo 2**

Se mezclaron 0,1688 g de IR1010, 0,3936 g de PEP-36 y 0,2250 g de C-2021P con 4975 g de la solución de polimerización de policarbonato preparada en el ejemplo de preparación. El vapor (temperatura: 220 °C, presión: 20 kgf/cm²) se pulverizó sobre la solución mezclada utilizando un eyector de vapor para obtener un policarbonato sólido.

55 **Ejemplo 3**

Se mezclaron 0,2250 g de IR1010, 0,3374 g de DP9228 y 0,2250 g de C-2021P con 4975 g de la solución de polimerización de policarbonato preparada en el ejemplo de preparación. El vapor (temperatura: 220 °C, presión: 20 kgf/cm²) se pulverizó sobre la solución mezclada utilizando un eyector de vapor para obtener un policarbonato sólido.

60 **Ejemplo 4**

Se mezclaron 0,1688 g de IR1010, 0,3936 g de DP9228 y 0,2250 g de C-2021P con 4975 g de la solución de polimerización de policarbonato preparada en el ejemplo de preparación. El vapor (temperatura: 220 °C, presión: 20 kgf/cm²) se pulverizó sobre la solución mezclada utilizando un eyector de vapor para obtener un policarbonato sólido.

Ejemplo comparativo 1

5 Se mezclaron 0,5623 g de P-168 con 4975 g de la solución de polimerización de policarbonato preparada en el ejemplo de preparación. El vapor (temperatura: 220 °C, presión: 20 kgf/cm²) se pulverizó sobre la solución mezclada utilizando un eyector de vapor para obtener un policarbonato sólido.

Ejemplo comparativo 2

10 Se mezclaron 0,2250 g de IR1010 y 0,3374 g de PEP-36 con 4975 g de la solución de polimerización de policarbonato preparada en el ejemplo de preparación. El vapor (temperatura: 220 °C, presión: 20 kgf/cm²) se pulverizó sobre la solución mezclada utilizando un eyector de vapor para obtener un policarbonato sólido.

Ejemplo comparativo 3

15 Se mezclaron 0,2250 g de IR1010, 0,3374 g de PEP-36 y 0,2250 g de ADR4370 con 4975 g de la solución de polimerización de policarbonato preparada en el ejemplo de preparación. El vapor (temperatura: 220 °C, presión: 20 kgf/cm²) se pulverizó sobre la solución mezclada utilizando un eyector de vapor para obtener un policarbonato sólido.

Ejemplo experimental

20 A cada policarbonato sólido preparado en «Ejemplos» y «Ejemplos comparativos» se le añadieron 0,050 partes en peso de tris(2,4-di-terc-butilfenil)fosfito, 0,010 partes en peso de octadecil-3-(3,5-di-terc-butil-4-hidroxifenil)propionato y 0,030 partes en peso de tetrastearato de pentaeritritol, granulado utilizando una extrusora de doble tornillo de Φ 30 mm provista de un respiradero, y luego moldeado por inyección a una temperatura de cilindro de 300 °C y una temperatura de moldeo de 80 °C utilizando un dispositivo de moldeo por inyección N-20C de JSW, Ltd., para fabricar cada espécimen moldeado.

25 Las propiedades de los especímenes mencionados se midieron mediante los siguientes métodos, y los resultados se muestran en la tabla 1 que figura a continuación.

30 1) IA (Índice de amarilleamiento): El espécimen (longitud/anchura/grosor = 60 mm/40 mm/3 mm) se moldeó por inyección a 300 °C, y luego se midió el IA (índice de amarilleamiento) del espécimen utilizando Color-Eye 7000A (X-Rite) según la norma ASTM D1925. Mientras tanto, las condiciones de medición para el IA (índice de amarilleamiento) fueron las siguientes:

- Medición de la temperatura: temperatura ambiente (23 °C)
- Tamaño de la abertura: amplia área de visión
- Procedimiento de medición: la transmitancia se midió en el rango espectral (360 nm a 750 nm)

40 2) Reducción del peso molecular medio en peso (ΔP_m) y reducción de la resistencia al impacto a temperatura ambiente (Δ Ensayo de impacto de Izod): El peso molecular medio en peso (P_{m0}) se midió a través de calibración según el estándar PC utilizando la serie Agilent 1200. Además, la resistencia al impacto a temperatura ambiente (NII0) se midió a 23 °C según la norma ASTM D256 (1/8 de pulgada, ensayo de Izod). Posteriormente, se dejó reposar el espécimen durante 168 horas a 85 °C y a una humedad relativa del 85 % utilizando un termohigrostatato (JEIO TECH, TH-KE) y, a continuación, se midió el peso molecular medio en peso (P_{m1}) y la resistencia al impacto a temperatura ambiente (NII1) de la misma manera, y se midió la diferencia entre ambos ($P_{m0}-P_{m1}$ and NII0-NII1).

45 Los resultados se muestran en la tabla 1 a continuación.

50

[Tabla 1]

	Antioxidante (ppm en peso)				Agente resistente a la hidrólisis (ppm en peso)		IA	Δpm (g/mol)	ΔNII (J/m)
	P-168	IR1010	PEP-36	DP9228	C-2021P	ADR4370			
Ej. 1	-	200	300	-	200	-	0,94	310	5
Ej. 2	-	150	350	-	200	-	0,92	370	5
Ej. 3	-	200	-	300	200	-	0,83	350	5
Ej. 4	-	150	-	350	200	-	0,81	390	6
Ej. comparativo 1	500	-	-	-	-	-	1,02	840	31
Ej. comparativo 2	-	200	300	-	-	-	0,94	2600	190
Ej. comparativo 3	-	200	300	-	-	200	1,07	380	6

Se utilizaron los siguientes antioxidantes y agentes resistentes a la hidrólisis.
P-168: tris(2,4-di-terc-butilfenil)fosfito (IRGAFOS® 168)
IR1010: [3-[3-(4-hidroxi-3,5-diterc-butilfenil)propanoiloxi]-2,2-bis[3-(4-hidroxi-3,5-diterc-butilfenil)propanoiloximetil]propil] 3-(4-hidroxi-3,5- diterc-butilfenil)propanoato
PEP-36: bis(2,6-di-ter-butil-4-metilfenil)pentaeritritol-difosfito
DP9228: bis(2,4-dicumilfenil)pentaeritritol-difosfato
C-2021 P: 3,4-epoxiciclohexilmetil 3,4-epoxiciclohexanecarboxilato
ADR4370: JONCRYL® ADR-4370

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para preparar un policarbonato que comprende las etapas de:
- 5 1) añadir un antioxidante, y un agente resistente a la hidrólisis que tiene un anillo alifático fusionado con epoxi a una solución de polimerización de policarbonato; y
2) eliminar un disolvente de la solución de polimerización de policarbonato utilizando vapor,
- 10 donde el antioxidante comprende un antioxidante basado en fosfito, y un antioxidante basado en fenol impedido.
2. El procedimiento para preparar un policarbonato de la reivindicación 1,
donde el disolvente de la solución de polimerización de policarbonato es cloruro de metileno, o clorobenceno.
3. El procedimiento para preparar un policarbonato de la reivindicación 1,
15 donde el antioxidante se añade en una cantidad de 100 ppm en peso a 1000 ppm en peso con respecto al policarbonato en la solución de polimerización de policarbonato.
4. El procedimiento para preparar un policarbonato de la reivindicación 1,
20 donde el agente resistente a la hidrólisis se añade en una cantidad de 100 ppm en peso a 1000 ppm en peso con respecto al policarbonato en la solución de polimerización de policarbonato.
5. El procedimiento para preparar un policarbonato de la reivindicación 1,
donde la temperatura del vapor es de 210 °C a 230 °C.
- 25 6. El procedimiento para preparar un policarbonato de la reivindicación 1,
donde la presión del vapor es de 17 a 23 kgf/cm².
7. El procedimiento para preparar un policarbonato de la reivindicación 1,
30 donde el policarbonato preparado tiene un valor del IA de 1,0 o inferior medido según la norma ASTM D1925.
8. El procedimiento para preparar un policarbonato de la reivindicación 1,
donde el policarbonato preparado tiene una reducción del peso molecular medio en peso de 400 g/mol o inferior tras dejarlo reposar durante 168 horas a 85 °C y a una humedad relativa del 85 %.
- 35 9. El procedimiento para preparar un policarbonato de la reivindicación 1,
donde el policarbonato preparado tiene una reducción de la resistencia al impacto a temperatura ambiente (medida a 23 °C según la norma ASTM D256 [1/8 de pulgada, ensayo de Izod]) de 100 J/m tras dejarlo reposar durante 168 horas a 85 °C y a una humedad relativa del 85 %.