

República Federativa do Brasil  
Ministério do Desenvolvimento, Indústria  
e do Comércio Exterior  
Instituto Nacional da Propriedade Industrial.

(21) **PI0806334-6 A2**

(22) Data de Depósito: 19/08/2008  
(43) Data da Publicação: 06/09/2011  
(RPI 2122)



(51) *Int.Cl.:*  
C08G 64/40

**(54) Título:** PROCESSO PARA A PRODUÇÃO DE RESINA DE POLICARBONATO AROMÁTICA

**(30) Prioridade Unionista:** 20/08/2007 JP 2007-213451, 28/08/2007 JP 2007-220979

**(73) Titular(es):** Mitsubishi Chemical Corporation

**(72) Inventor(es):** Kouji Iwaki, Ryuui Uchimura

**(74) Procurador(es):** Dannemann, Siemsen, Bigler & Ipanema Moreira

**(86) Pedido Internacional:** PCT JP2008002239 de 19/08/2008

**(87) Publicação Internacional:** WO 2009/034680 de 19/03/2009

**(57) Resumo:** PROCESSO PARA A PRODUÇÃO DE RESINA DE POLICARBONATO AROMÁTICA. A presente invenção refere-se a um processo para a produção de uma resina de polycarbonato aromática tendo um menor conteúdo de matérias estranhas ou fenóis que é impedida de sofrer de retenção prolongada e deterioração da resina em um filtro. Quando produzindo uma resina de polycarbonato aromática purificada tratando a resina de polycarbonato aromática derretida com um filtro de polímero, um filtro tendo uma razão de concentração do átomo de cromo em relação ao átomo de ferro (Cr/Fe) não menor do que 1,5 quando medida em uma superfície mais externa do mesmo pela espectroscopia do fotoelétron do raio X é usado como o filtro de polímero. Em uma modalidade preferida da presente invenção, o filtro de polímero é um filtro compreendendo uma camada de película de carbono tendo uma espessura não maior do que 10 nm em uma superfície mais externa do mesmo, e uma camada de película de óxido tendo uma espessura na sua direção de profundidade não menor do que 100 nm quando medida pela espectroscopia do elétron Auger.

Relatório Descritivo da Patente de Invenção para "**PROCESSO PARA A PRODUÇÃO DE RESINA DE POLICARBONATO AROMÁTICA**".

Campo Técnico

A presente invenção refere-se a um processo para a produção de uma resina de polycarbonato aromática. Mais particularmente, a presente invenção refere-se a um processo para a produção de uma resina de polycarbonato aromática tendo um menor conteúdo de matérias estranhas usando um filtro de polímero específico e também a um processo para a produção de resinas de polycarbonato aromáticas que é capaz de proporcionar produtos de qualidade diferentes que são diferentes no peso molecular médio da viscosidade (Mv) ou grau de ramificação um do outro pela troca da operação do processo mudando as condições de reação em um método de transesterificação.

Técnica Antecedente

Resinas de polycarbonato aromáticas têm sido extensivamente usadas em várias aplicações porque elas são excelentes na resistência térmica, propriedades mecânicas tais como resistência ao impacto, estabilidade dimensional e transparência.

Como o método para a produção de resinas de polycarbonato aromáticas, são conhecidos um método de polimerização de fundido (método de transesterificação), um método de polimerização interfacial (método de foscênio), etc. Entretanto, em qualquer um desses métodos convencionais, desde que as matérias estranhas são geradas em um aparelho de reação ou uma trajetória de fluxo de substâncias de alta viscosidade depois da reação, é necessário remover as matérias estranhas dele. Por essa razão, tem sido adotado o método de tratamento de uma resina de polycarbonato aromática derretida com um filtro de polímero, e várias propostas para um tal método foram relatadas.

Por exemplo, foi proposto o método de purgar o alojamento de filtro e os elementos de metal com água ou nitrogênio (Documentos de Patente 1 e 2); o método de tratamento conduzido sob uma pressão diferencial específica usando um filtro retendo partículas tendo um diâmetro de partícu-

la específico (Documento de Patente 3); o método usando um filtro tendo uma estrutura específica (Documento de Patente 4) e o método usando um ou mais dispositivos de filtro acomodando um laminado constituído de uma pluralidade de elementos de filtro do tipo de disco nos quais cada elemento de filtro tem um diâmetro externo menor do que 38,1 cm (15 polegadas), a razão do diâmetro interno em relação ao diâmetro externo (diâmetro interno/diâmetro externo) maior do que 1/7 e um tamanho de malha menor do que 40  $\mu\text{m}$  (Documento de Patente 5). Esses métodos propostos são baseados na descoberta que quando o ar retido no filtro entra em contato com uma resina derretida, a resina passa por decomposição térmica para, dessa maneira, gerar substâncias em forma de gel (Documentos de Patente 1 e 2) ou a descoberta que a resina é retida e deteriorada no filtro (Documentos de Patente 3 a 5).

Além disso, quanto ao método de mistura e fusão de um composto de di-hidróxi aromático e um diéster carbônico e a seguir filtragem da mistura fundida resultante que é para ser conduzida antes da policondensação do fundido, foi proposto o método no qual um filtro usado nela é tratado por qualquer um de um método de lavagem do filtro com uma solução de lavagem compreendendo pelo menos um ácido selecionado do grupo consistindo de ácido ortofosfórico, ácido nítrico e ácido oxálico, e um método de envelhecimento do filtro em uma temperatura de 150 a 250°C por 12 a 48 h (Documento de Patente 6). Esse método foi proposto para evitar uma tal desvantagem que quando tratando uma resina de polycarbonato aromática com um filtro de polímero, o filtro de polímero é aquecido para uma temperatura muito mais alta do que o ponto de fusão do polímero graças a uma perda de pressão, dessa maneira causando a formação de géis ou a decomposição ou a carbonização do polycarbonato.

No método de transesterificação, a resina de polycarbonato aromática é produzida submetendo o composto de di-hidróxi aromático e o diéster carbônico, ambos mantidos em um estado derretido, à policondensação na presença de um catalisador enquanto removendo fenóis subproduzidos, do sistema de reação. No caso em que é planejado obter produtos de quali-

dades diferentes que são diferentes no peso molecular médio da viscosidade (Mv) ou grau de ramificação um do outro, a operação é trocada mudando as condições da reação (policondensação) em uma série de processos usando uma única instalação de produção. Por exemplo, quando o modo de operação é trocado da produção do produto tendo um grande Mv para a produção do produto tendo um pequeno Mv, do ponto de vista de uma boa produtividade, é importante reduzir o tempo necessário até retornar para um estado estável (um tal estado no qual o produto em especificação tendo um pequeno Mv é obtido depois que a influência adversa das condições da reação prévias é dissipada).

Como o método de produção das resinas de polycarbonato aromáticas no qual a operação é trocada em tal maneira como descrito acima, foi proposto o método aperfeiçoado de acompanhar ou monitorar o número de lentes tipo olho de peixe na resina de polycarbonato aromática e determinar o tempo para conduzir um procedimento para limpar uma fase gasosa de um reator (Documento de Patente 7).

De acordo com o método acima, desde que o tempo para conduzir o procedimento para limpar uma fase gasosa de um reator pode ser adequadamente determinado, é possível produzir a resina de polycarbonato aromática tendo um número menor de lentes tipo olho de peixe e exibindo uma excelente coloração em uma maneira eficiente. Entretanto, o método falha em considerar como reduzir o tempo necessário até retornar para um estado estável depois de trocar a operação.

Documento de Patente 1: Pedido de Patente Japonês Apresentado Aberto (KOKAI) Nº 11-291237 (1999)

Documento de Patente 2: Pedido de Patente Japonês Apresentado Aberto (KOKAI) Nº 11-291304 (1999)

Documento de Patente 3: Pedido de Patente Japonês Apresentado Aberto (KOKAI) Nº 2000-219737

Documento de Patente 4: Pedido de Patente Japonês Apresentado Aberto (KOKAI) Nº 2001-9214

Documento de Patente 5: PCT Pamphlet WO 01/83584

Documento de Patente 6: Pedido de Patente Japonês Apresentado Aberto (KOKAI) Nº 2003-48975

Documento de Patente 7: Pedido de Patente Japonês Apresentado Aberto (KOKAI) Nº 2007-31621

## 5 Descrição da Invenção

### Problema a Ser Resolvido pela Invenção

Um objetivo da presente invenção é proporcionar um processo para a produção de uma resina de polycarbonato aromática (resina de polycarbonato aromática purificada) tendo um menor conteúdo de matérias estranhas ou fenóis que é impedida de sofrer de retenção prolongada e deterioração da resina em um filtro.

Um outro objetivo da presente invenção é proporcionar um processo aperfeiçoado para a produção de resinas de polycarbonato aromáticas no qual produtos de qualidade diferentes que são diferentes no peso molecular médio da viscosidade (Mv) ou grau de ramificação um do outro são obtidos trocando a operação do processo mudando as condições da reação no método de transesterificação, sendo que o tempo exigido até retornar para um estado estável depois da troca da operação pode ser encurtado para, dessa maneira, produzir a resina de polycarbonato aromática tendo um menor número de lentes tipo olho de peixe e exibindo uma excelente coloração em uma maneira eficiente.

### Meios Para Resolução do Problema

Como um resultado do estudo intenso dos presentes inventores, foi verificado que quando modificando um filtro, tal que uma superfície mais externa do mesmo é mantida em uma condição específica, a resina a ser tratada com ele pode ser impedida de sofrer de retenção prolongada e deterioração no filtro bem como ação catalítica indesejável devido aos metais essenciais do filtro, dessa maneira obtendo uma resina de polycarbonato aromática tendo um menor conteúdo de matérias estranhas ou fenóis.

A presente invenção foi atingida com base na descoberta acima. Isto é, em um aspecto da presente invenção, é proporcionado um processo para a produção de uma resina de polycarbonato aromática purificada, com-

preendendo a etapa de tratar uma resina de polycarbonato aromática derretida com um filtro de polímero, sendo que a razão de concentração do átomo de cromo em relação ao átomo de ferro (Cr/Fe) que estão presentes em uma superfície mais externa do filtro do polímero quando medida pela espectroscopia do fotoelétron do raio X não é menor do que 1,5 (primeira invenção).

Em um outro aspecto da presente invenção, é proporcionado um processo para a produção de resinas de polycarbonato aromáticas no qual depois de produzir uma resina de polycarbonato A tendo um peso molecular médio da viscosidade  $M_a$ , as condições de produção são mudadas para produzir uma resina de polycarbonato B tendo um peso molecular médio da viscosidade  $M_b$  menor do que o peso molecular médio da viscosidade  $M_a$  usando as mesmas instalações de produção como usado para a produção da resina de polycarbonato A, o dito processo compreendendo pelo menos uma etapa de policondensação de condução da reação de transesterificação de um composto di-hidróxi aromático com um composto de diéster carbônico e uma etapa de purificação permitindo a passagem da resina de polycarbonato aromática derretida resultante através de um filtro de polímero usando uma extrusora de fusão para remover as matérias estranhas dela, sendo que um filtro tendo um tamanho de malha maior (diâmetro de abertura) é usado como o filtro de polímero quando produzindo a resina de polycarbonato A, e um filtro tendo um tamanho de malha menor (diâmetro de abertura) é usado como o filtro de polímero quando produzindo a resina de polycarbonato B; quando trocando a operação do processo de produção da resina de polycarbonato A para a produção da resina de polycarbonato B, o filtro de polímero tendo um tamanho de malha maior é trocado para o filtro de polímero tendo um tamanho de malha menor e a diferença entre o número de lentes tipo olho de peixe na resina quando medido 2 h antes da mudança dos filtros de polímero e essa quando medida 1 h antes da mudança dos filtros de polímero não é maior do que 10 (segunda invenção).

Além do que, no outro aspecto da presente invenção, é proporcionado um processo para produzir resinas de polycarbonato aromáticas no qual depois de produzir uma resina de polycarbonato C tendo um grau de

ramificação Nc, as condições de produção são mudadas para produzir uma resina de polycarbonato D tendo um grau de ramificação Nd menor do que o grau de ramificação Nc usando as mesmas instalações de produção como usado para a produção da resina de polycarbonato C, o dito processo compreendendo pelo menos uma etapa de policondensação de condução da reação de transesterificação de um composto de di-hidróxi aromático com um composto de diéster carbônico e uma etapa de purificação permitindo a passagem da resina de polycarbonato aromática derretida resultante através de um filtro de polímero usando uma extrusora de fusão para remover as 5 matérias estranhas dela, sendo que um filtro tendo um tamanho de malha maior (diâmetro de abertura) é usado como o filtro de polímero quando produzindo a resina de polycarbonato C e um filtro tendo um tamanho de malha menor (diâmetro de abertura) é usado como o filtro de polímero quando produzindo a resina de polycarbonato D, quando trocando a operação do processo de produção da resina de polycarbonato C para a produção da resina 10 de polycarbonato D, o filtro de polímero tendo um tamanho de malha maior é trocado para o filtro tendo um tamanho de malha menor e a diferença entre o número de lentes tipo olho de peixe na resina quando medida 2 h antes da mudança dos filtros de polímero e essa quando medida 1 h antes da mudança dos filtros de polímero não é maior do que 10 (terceira invenção).

#### Efeito da Invenção

De acordo com a primeira invenção, é possível produzir uma resina de polycarbonato aromática tendo um menor conteúdo de matéria estranha ou fenóis. De acordo com a segunda e terceira invenções, é possível 25 produzir resinas de polycarbonato aromáticas tendo um menor número de lentes tipo olho de peixe e exibindo uma excelente coloração em uma maneira eficiente, que são obtidos como produtos de qualidades diferentes que são diferentes no peso molecular médio da viscosidade ou grau de ramificação um do outro.

#### 30 Modalidades Preferidas para Execução da Invenção

A presente invenção é descrita em mais detalhes abaixo. A resina de polycarbonato aromática usada na presente invenção inclui polímeros

ou copolímeros de policarbonato termoplástico ramificado ou não-ramificado que são produzidos pela reação de um composto de hidróxi aromático ou uma mistura do composto de hidróxi aromático e uma pequena quantidade de um composto de poli-hidróxi com fosgênio ou um diéster carbônico.

- 5 A resina de policarbonato aromática pode ser produzida por métodos convencionalmente conhecidos tais como, por exemplo, um método de polimerização de fundido (método de transesterificação) e um método de polimerização interfacial (método de fosgênio). Além do que, de acordo com o método de polimerização de fundido, pode ser produzida uma tal resina de  
10 policarbonato aromática na qual a quantidade de grupos hidroxila finais é bem controlada.

Exemplos do composto de di-hidróxi aromático usado como a matéria-prima da resina de policarbonato aromática podem incluir bis(hidroxiaril)alcanos tais como 2,2-bis(4-hidroxifenil)propano (pseudônimo:  
15 bisfenol A), 2,2-bis(3,5-bibromo-4-hidroxifenil)propano (pseudônimo: tetrabromobisfenol A), bis(4-hidroxifenil)metano, 1,1-bis(4-hidroxifenil)etano, 2,2-bis(4-hidroxifenil)butano, 2,2-bis(4-hidroxifenil)octano, 2,2-bis(4-hidróxi-3-metilfenil)propano, 1,1-bis(3-tert-butil-4-hidroxifenil)propano, 2,2-bis(4-hidróxi-3,5-dimetilfenil)propano, 2,2-bis(3-bromo-4-hidroxifenil)propano, 2,2-bis(3,5-dicloro-4-hidroxifenil)propano, 2,2-bis(3-fenil-4-hidroxifenil)propano,  
20 2,2-bis(3-ciclo-hexil-4-hidroxifenil)propano, 1,1-bis(4-hidroxifenil)-1-feniletano, bis(4-hidroxifenil)difenilmetano, 2,2-bis(4-hidroxifenil)-1,1,1-tricloropropano, 2,2-bis(4-hidroxifenil)-1,1,1,3,3,3-hexacloropropano e 2,2-bis(4-hidroxifenil)-1,1,1,3,3,3-hexafluoropropano; bis(hidroxiaril)cicloalcanos  
25 tais como 1,1-bis(4-hidroxifenil)ciclopentano, 1,1-bis(4-hidroxifenil)ciclo-hexano e 1,1-bis(4-hidroxifenil)-3,3,5-trimetilciclo-hexano; bisfenóis tendo uma estrutura cardo tais como 9,9-bis(4-hidroxifenil)fluoreno e 9,9-bis(4-hidróxi-3-metilfenil)fluoreno; éteres de di-hidroxiaril tais como 4,4'-di-hidroxi-difenil éter e 4,4'-di-hidróxi-3,3'-dimetildifenil éter; sulfetos de  
30 di-hidroxiarila tais como 4,4'-di-hidroxi-difenil sulfeto e 4,4'-di-hidróxi-3,3'-dimetildifenil sulfeto; di-idroxiaril sulfoxidos tais como 4,4'-di-hidroxi-difenil sulfoxido e 4,4'-di-hidróxi-3,3'-dimetildifenil sulfoxido; di-hidroxiaril sulfonas

tais como 4,4'-di-hidroxidifenil sulfona e 4,4'-di-hidróxi-3,3'-dimetildifenil sulfona; hidroquinona; resorcina; e 4,4'-di-hidroxidifenil. Entre esses compostos de di-hidróxi aromáticos, são preferidos bis(4-hidroxifenil)alcanos e mais preferido é bisfenol A do ponto de vista de uma boa resistência de impacto da resina de policarbonato aromática resultante. Além disso, com a finalidade de aumentar o retardamento à chama da resina de policarbonato aromática resultante, também podem ser usados esses compostos formados pela união de um ou mais grupos de fosfônio de tetralquila de ácido sulfônico nos compostos de di-hidróxi aromáticos acima. Esses compostos de di-hidróxi aromáticos podem ser usados em combinação de quaisquer dois ou mais dos mesmos.

A resina de policarbonato aromática ramificada pode ser obtida por um tal método de polimerização interfacial no qual uma parte do composto de di-hidróxi aromático acima é substituída por um composto de polihidróxi tais como fluoroglucina, 4,6-dimetil-2,4,6-tris(4-hidroxifenil)hepteno-2,4,6-dimetil-2,4,6-tris(4-hidroxifenil)heptano, 2,6-dimetil-2,4,6-tris(4-hidroxifenil)hepteno-3, 1,3,5-tris(4-hidroxifenil)benzeno e 1,1,1-tris(4-hidroxifenil)etano, ou 3,3-bis(4-hidroxiaril)óxi-indol (pseudônimo: isatin bisfenol), 5-cloroisatin, 5,7-dicloroisatin, 5-bromoisatin, etc. A quantidade do composto de polidiidróxi ou similar com o qual uma parte do composto de di-hidróxi aromático é substituída é geralmente de 0,01 a 10 % em mol e preferivelmente 0,1 a 2 % em mol com base no composto de di-hidróxi aromático. Por outro lado, no método de polimerização do fundido, a resina de policarbonato aromática ramificada pode ser obtida opcionalmente adicionando o agente de ramificação acima e controlando bem a temperatura da reação e a quantidade do catalisador usado.

A reação pelo método de polimerização interfacial pode ser conduzida na maneira seguinte usando o composto de di-hidróxi aromático, opcionalmente junto com um controlador de peso molecular (agente de parada final) e um antioxidante para impedir a oxidação do composto de di-hidróxi aromático. Isto é, o composto de di-hidróxi aromático é reagido com o fosgênio na presença de um solvente orgânico inerte para a reação e uma solu-

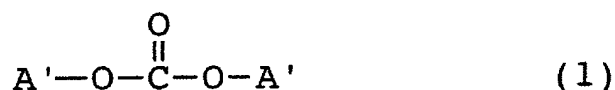
ção aquosa alcalina enquanto mantendo o sistema de reação em um pH geralmente não menor do que 9 e, então, um catalisador de polimerização tal como uma amina terciária e um sal de amônio quaternário é adicionado no sistema de reação para conduzir a polimerização interfacial, dessa maneira obtendo um policarbonato. Nesse meio tempo, a temperatura da reação é, por exemplo, 0 a 40°C e o tempo de reação é, por exemplo, de vários minutos (por exemplo, 10 minutos) a várias horas (por exemplo, 6 h).

Exemplos do solvente orgânico inerte para a reação podem incluir hidrocarbonetos clorados tais como cloreto de metileno, 1-2-dicloroetano, clorofórmio, monoclorobenzeno e diclorobenzeno e hidrocarbonetos aromáticos tais como benzeno, tolueno e xileno. Exemplos do composto alcalino usado na solução aquosa alcalina podem incluir hidroxidos de metais alcalinos tais como hidróxido de sódio e hidróxido de potássio.

Exemplos do controlador de peso molecular podem incluir compostos tendo um grupo de hidroxila fenólica monovalente. Exemplos específicos do controlador de peso molecular podem incluir m-metil fenol, p-metil fenol, m-propil fenol, p-propil fenol, p-tert-butil fenol e fenóis substituídos com alquila de p cadeia longa. A quantidade do controlador de peso molecular usado é geralmente 50 a 0,5 mol e preferivelmente 30 a 1 mol com base em 100 mol do composto de di-hidróxi aromático.

O método de transesterificação de fusão pode ser conduzido, por exemplo, submetendo o diéster carbônico e o composto de di-hidróxi aromático à reação de transesterificação.

Exemplos do diéster carbônico podem incluir compostos representados pela seguinte fórmula geral (1):



Na fórmula geral (1), A' é um grupo de hidrocarboneto monovalente ramificado ou cíclico, linear, substituído ou não substituído tendo 1 a 10 átomos de carbono. Os dois grupos A' podem ser os mesmos ou diferentes. Enquanto isso, exemplos do grupo substituinte que pode ser unido no grupo A' podem incluir um átomo de halogênio, um grupo de alquila tendo 1 a 10

átomos de carbono, um grupo de alcóxi tendo 1 a 10 átomos de carbono, um grupo fenil, um grupo fenóxi, um grupo vinil, um grupo ciano, um grupo éster, um grupo amida e um grupo nitro.

Exemplos específicos do diéster carbônico podem incluir carbonato de difenil, carbonatos de difenila substituídos tal como carbonato de ditolila e carbonatos de dialquila, tais como carbonato de dimetila, carbonato de dietila e carbonato de di-terc-butila. Entre esses diésteres carbônicos, são preferidos carbonato de difenila (a seguir citado meramente como "DPC") e carbonatos de difenila substituídos. Esses diésteres carbônicos podem ser usados na forma de uma mistura de qualquer dois ou mais dos mesmos.

Além disso, uma parte do diéster carbônico acima pode ser substituída por um ácido dicarboxílico ou um éster do ácido dicarboxílico. A proporção do ácido dicarboxílico ou do éster do ácido dicarboxílico com o qual uma parte do diéster carbônico pode ser substituída, geralmente não é maior do que 50 % em mol e preferivelmente não maior do que 30 % em mol. Exemplos típicos do ácido dicarboxílico ou do éster de ácido dicarboxílico podem incluir ácido tereftálico, ácido isoftálico, tereftalato de difenila e isoftalato de difenila. Quando uma parte do diéster carbônico é substituída por esses compostos, os produtos de reação de transesterificação obtidos são carbonatos de poliéster.

Também, com a produção dos policarbonatos por um método de transesterificação, o diéster carbônico (incluindo o ácido dicarboxílico ou o éster do ácido dicarboxílico usado para substituir uma parte do diéster carbônico; isto é similarmente aplicado nas descrições subsequentes) é usado em uma quantidade excessiva em relação ao composto do di-hidróxi aromático. Isto é, a razão (razão molar) do diéster carbônico em relação ao composto de di-hidróxi aromático geralmente é 1,00 a 1,30, de preferência 1,01 a 1,20 e mais preferivelmente 1,05 a 1,20. Quando a razão molar é muito pequena, o conteúdo dos grupos hidroxila finais nos policarbonatos aromáticos resultantes tende a ser aumentado, resultando em estabilidade térmica deteriorada das resinas. Enquanto que, quando a razão molar é muito grande, a taxa de reação da transesterificação tende a ser diminuída, de modo que

tende a ser difícil produzir policarbonatos aromáticos tendo um peso molecular desejado. Além do que, desde que a quantidade do diéster carbônico residual nas resinas obtidas é aumentada, odor livre tende a ser gerado com a moldagem ou a partir do produto moldado resultante. Portanto, o conteúdo dos grupos hidroxila finais nos policarbonatos aromáticos obtidos preferivelmente não é menor do que 100 ppm. Pelo controle do conteúdo dos grupos hidroxila finais para a faixa acima especificada, é possível impedir a redução no peso molecular dos policarbonatos aromáticos obtidos e permitir que os policarbonatos aromáticos exibam um tom de cor mais excelente.

Em geral, os policarbonatos tendo um peso molecular desejado e um conteúdo desejado dos grupos de hidróxi finais podem ser obtidos controlando adequadamente a razão de mistura entre o diéster carbônico e o composto de di-hidróxi aromático ou ajustando o grau do vácuo usado com a reação. Como o método mais positivo, pode ser usado um tal método de controle conhecido no qual um agente de parada final é separadamente adicionado na reação. Exemplos do agente de parada final usado no método acima podem incluir fenóis monovalentes, ácidos carboxílicos monovalentes e diésteres carbônicos. O conteúdo dos grupos hidroxila finais nos policarbonatos tem uma grande influência na estabilidade térmica, estabilidade da hidrólise, tom de cor, etc., dos produtos de policarbonato. O conteúdo dos grupos hidroxila finais nos policarbonatos varia dependendo das suas aplicações, e geralmente não é maior do que 1.000 ppm e preferivelmente não é maior do que 700 ppm a fim de permitir que os policarbonatos exibam propriedades práticas.

Quando produzindo os policarbonatos por um método de transesterificação, a transesterificação é geralmente conduzida na presença de um catalisador de transesterificação. O catalisador de transesterificação usado no método acima não é particularmente limitado e é preferivelmente um composto de metal alcalino e/ou um composto de metal de terras alcalinas. O catalisador de transesterificação pode ser usado em combinação com um composto básico como um componente auxiliar tal como um composto de boro básico, um composto de fósforo básico, um composto de amônio

básico e um composto com base em amina. Entre esses catalisadores de transesterificação, do ponto de vista prático, são preferidos os compostos de metal alcalino. Esses catalisadores de transesterificação podem ser usados em combinação de quaisquer dois ou mais dos mesmos. A quantidade do catalisador de transesterificação usado fica na faixa de geralmente  $1 \times 10^{-9}$  a  $1 \times 10^{-1}$  mol, preferivelmente  $1 \times 10^{-7}$  a  $1 \times 10^{-3}$  mol e mais preferivelmente  $1 \times 10^{-7}$  a  $1 \times 10^{-6}$  mol com base em 1 mol do composto de di-hidróxi aromático.

Exemplos dos compostos de metal alcalino podem incluir compostos de metal alcalino inorgânico tais como hidroxidos, carbonatos e compostos de hidrogenocarbonato de metais alcalinos, e compostos de metal alcalino orgânico tal como sais de metais alcalinos com álcoois (ou fenóis) ou ácidos carboxílicos orgânicos. Exemplos do metal alcalino usado nos compostos do metal alcalino podem incluir lítio, sódio, potássio, rubídio e césio. Entre esses compostos de metal alcalino, são preferidos os compostos de césio e mais preferidos são carbonato de césio, hidrogenocarbonato de césio e hidróxido de césio.

A reação de transesterificação entre o composto de di-hidróxi aromático e o diéster carbônico pode ser conduzida na maneira seguinte.

Primeiro, na etapa de preparação da matéria-prima, uma solução de fundido misturada das matérias-primas é preparada em uma atmosfera de gás inerte tais como nitrogênio e argônio usando um aparelho de recipiente de agitação do tipo em lote, do tipo semilote ou do tipo contínuo. Por exemplo, quando usando bisfenol A como o composto de di-hidróxi aromático e carbonato de difenila como o diéster carbônico, a temperatura usada na fusão e mistura fica na faixa de geralmente 120 a 180°C e preferivelmente 125 a 160°C.

A seguir, na etapa de policondensação, o composto de di-hidróxi aromático e o composto de diéster carbônico são submetidos à reação de transesterificação. A reação de transesterificação é continuamente conduzida em uma maneira de múltiplos estágios, geralmente em dois ou mais estágios e de preferência em 3 a 7 estágios. Condições de reação específicas

nos recipientes de estágio respectivo incluem temperatura: 150 a 320°C; pressão: de pressões normais a pressão reduzida ( $1,01 \times 10^6$  Pa a 1,3 Pa) e tempo de permanência médio: 5 a 150 minutos.

Nos reatores respectivos usados na operação de múltiplos estágios, de modo a efetivamente remover fenóis subproduzidos com o procedimento da reação de policondensação do sistema de reação, a temperatura e o grau de vácuo é aumentado gradualmente dentro das faixas das condições de reação especificadas acima e finalmente a pressão é reduzida para não mais do que 266,6 Pa (2 Torr), por meio do que a reação de policondensação do fundido pode ser conduzida enquanto removendo os subprodutos, tal como compostos de hidróxi aromático do sistema de reação. Enquanto isso, a fim de impedir que os policarbonatos aromáticos obtidos sejam deteriorados na qualidade tal como coloração, a temperatura da reação e o tempo de permanência são preferivelmente mantidos tão baixos quanto possíveis e tão curtos quanto possíveis, respectivamente, dentro das faixas das condições de reação acima especificadas.

A policondensação do fundido pode ser conduzida por um método em lote ou um método contínuo e é preferivelmente conduzida por um método contínuo do ponto de vista de uma boa estabilidade da composição da resina da presente invenção. Exemplos de um agente de desativação para o catalisador podem incluir compostos capazes de neutralizar o catalisador de transesterificação, por exemplo, compostos de ácido contendo enxofre ou derivados formados a partir dele. O composto capaz de neutralizar o catalisador de transesterificação pode ser usado em uma quantidade de geralmente 0,5 a 10 equivalentes e preferivelmente 1 a 5 equivalentes com base em 1 equivalente do metal alcalino contido no catalisador. Além do que, o composto capaz de neutralizar o catalisador de transesterificação pode ser usado em uma quantidade de geralmente 1 a 100 ppm e preferivelmente 1 a 20 ppm com base nos policarbonatos.

O peso molecular médio da viscosidade da resina de policarbonato aromática não é particularmente limitado, e geralmente não é menor do que 10.000 e preferivelmente não menor do que 15.000. Enquanto isso, o

peso molecular médio da viscosidade como usado nesse sentido significa o valor obtido pelo método seguinte. Isto é, usando um viscosímetro Ubbelohde, a viscosidade intrínseca  $[\eta]$  de uma solução de uma amostra de resina de polycarbonato aromática no cloreto de metileno é medida em 20°C e o

5 peso molecular médio da viscosidade foi calculado de acordo com as fórmulas (1) e (2) seguintes:

$$\eta_{sp}/C = [\eta] \times (1 + 0,28\eta_{sp}) \quad (1)$$

$$[\eta] = 1,23 \times 10^{-4} \times (Mv)^{0,83} \quad (2)$$

Na fórmula (2),  $\eta_{sp}$  é uma viscosidade intrínseca  $[\eta]$  de uma solução de uma amostra de resina de polycarbonato aromática no cloreto de metileno quando medida em 20°C e C é a concentração da solução do cloreto de metileno, sendo que a solução do cloreto de metileno usada tem uma

10 concentração da amostra de resina de polycarbonato aromática de 0,6 g/dL.

#### Primeira Invenção

A primeira invenção é caracterizada em que quando tratando a resina de polycarbonato aromática assim produzida com um filtro de polímero, um filtro no qual a razão de concentração do átomo de cromo em relação

15 ao átomo de ferro (Cr/Fe) que estão presentes em uma superfície mais externa do mesmo quando medida pela espectroscopia de fotoelêtron de raio X não é menor do que 1,5 é usado como o filtro de polímero.

O filtro de polímero é um filtro servindo para remover as matérias

20 estranhas presentes na resina de polycarbonato aromática passando a resina através dele. A configuração do filtro de polímero utilizável na presente invenção pode ser geralmente de qualquer tipo conhecido, tais como um tipo de vela, um tipo de dobra e um tipo de disco em folhas. Entre esses filtros, é especialmente preferido um filtro de polímero do tipo de disco em folhas. O

25 filtro de polímero do tipo disco em folhas geralmente tem uma forma de disco circular e é construído de uma ou mais camadas obtidas usando uma ou mais telas de arame tecido tendo vários diâmetros de arame e aberturas numéricas. A tecedura do filtro de polímero pode ser uma tecedura simples, uma tecedura em sarja, uma tecedura holandesa (tatame) simples, uma te-

cedura holandesa em sarja, etc. O filtro de polímero pode também ser na forma de um pano não-tecido. O material do filtro de polímero é geralmente um material com base em aço inoxidável tais como SUS-316 e SUS-316L e o filtro de polímero pode também ser formado de metal sinterizado ou uma resina. Além disso, a precisão de filtragem absoluta do filtro de polímero é geralmente 0,5 a 50  $\mu\text{m}$  e preferivelmente 0,5 a 20  $\mu\text{m}$ .

A espectroscopia de fotoelétron de raio X (ESCA) é um método para detectar os fotoelétrons conduzidos para fora de uma amostra pelo efeito fotoelétrico. Desde que a profundidade de escape dos fotoelétrons é tão rasa quanto aproximadamente 50 Å, a composição do elemento mensurável por ESCA é somente uma composição em uma região da amostra que se estende até várias dezenas de Å a partir de uma superfície mais externa da mesma.

Em filtros de polímero comercialmente disponíveis, a razão de concentração do átomo de cromo em relação ao átomo de ferro (Cr/Fe) quando medida em uma superfície mais externa do mesmo com a compra (antes do uso) não é maior do que aproximadamente 0,3. A fim de aumentar a razão da concentração até não menos do que 1,5, os filtros de polímeros podem ser lavados, por exemplo, com ácido nítrico para dissolver o ferro como um componente de base com o ácido, dessa maneira aumentando a proporção de Cr nele.

Na presente invenção, quando regenerando o filtro de polímero já usado, o procedimento de modificação acima mencionado pode ser conduzido. Mais especificamente, o filtro de polímero que é deteriorado na capacidade de filtragem devido a maior perda de pressão é desmontado de uma extrusora de fusão e a seguir submetido ao tratamento de regeneração. Nesse caso, o filtro de polímero é lavado com ácido nítrico para conduzir a modificação de superfície acima.

O tratamento de regeneração (tratamento térmico) do filtro de polímero inclui um tratamento de torrefação para remover as substâncias orgânicas depositadas nele, seguido pelo tratamento de lavagem acima com ácido nítrico. A atmosfera do tratamento de torrefação pode ser geralmente

uma atmosfera de vapor de água e/ou uma atmosfera de oxigênio. O tempo de torrefação é geralmente 3 a 200 h e preferivelmente 5 a 100 h. A temperatura de torrefação é geralmente 260 a 480°C e preferivelmente 300 a 450°C.

5                   A superfície do filtro de polímero dessa forma torrado fica geralmente manchada. No filtro de polímero usado na presente invenção, a espessura da camada da película de carbono em uma superfície mais externa do mesmo preferivelmente não é maior do que 10 nm e a espessura de uma  
10                   camada de película de óxido em uma direção de profundidade do mesmo preferivelmente não é menor do que 100 nm, quando medida pela espectroscopia de elétron Auger (AES). AES é um método para detectar elétrons Auger gerados com a irradiação de um feixe de elétrons na amostra para medir tipos e quantidades de elementos presentes na superfície da amostra. Por exemplo, AES é conhecida como um método para conduzir a análise na  
15                   direção de profundidade usando o método de lançamento no qual a distribuição de um elemento específico na direção da profundidade é medida enquanto lançando.

Na presente invenção, o tratamento de lavagem com ácido nítrico é conduzido depois do tratamento de torrefação acima. Não é necessário  
20                   conduzir um tratamento brilhante como um tratamento de lavagem com um ácido, tais como ácido oxálico e ácido cítrico antes do tratamento de torrefação. O tratamento de lavagem com ácido nítrico é geralmente conduzido contatando suficientemente o filtro de polímero com ácido nítrico que geralmente é conduzido por um método de imersão ou um método de circulação  
25                   da solução. A concentração do ácido nítrico é geralmente 5 a 50% em peso e preferivelmente 10 a 30% em peso. A temperatura da solução quando imergindo o filtro de polímero nela ou circulando a solução através do filtro de polímero é geralmente 5 a 100°C e de preferência 50 a 90°C. O tempo de imersão é geralmente 5 a 120 minutos e preferivelmente 10 a 60 minutos.

30                   Quando conduzindo o tratamento de lavagem acima com ácido nítrico, a razão de concentração do átomo de cromo em relação ao átomo de ferro (Cr/Fe) em uma superfície mais externa do filtro é aumentada para não

menos do que 1,5 e preferivelmente não menos do que 1,8. Pelo uso do filtro de polímero tendo tais propriedades de superfície, a resina a ser filtrada pode ser impedida de sofrer de retenção prolongada e deterioração da mesma no filtro, e a ação catalítica dos metais constituintes no filtro pode ser suprimida. A razão para isso é considerada como segue, embora não claramente determinada. Isto é, é sugerido que a ação catalítica é suprimida graças à imobilização do filtro pelo tratamento de lavagem com ácido nítrico. Enquanto isso, o limite superior da frequência do tratamento de regeneração para o filtro do polímero é aproximadamente 20 vezes dos pontos de vista de resistência do filtro de polímero, etc. Quando submetendo o filtro de polímero a um tal tratamento de regeneração repetido, a razão de concentração do átomo de cromo em relação ao átomo de ferro (Cr/Fe) em uma superfície mais externa do mesmo é aproximadamente 5.

De acordo com a presente invenção, é possível produzir uma resina de policarbonato aromática que tem um número reduzido de matérias estranhas, tais como queimaduras e lentes do tipo olho de peixe e conteúdo de fenóis. A resina de policarbonato aromática da presente invenção pode também compreender aditivos convencionalmente conhecidos de acordo com as suas aplicações planejadas. Exemplos dos aditivos incluem outras resinas termoplásticas, retardadores de chama, modificadores de impacto, agentes antiestáticos, agentes de escorregamento, agentes antibloqueio, lubrificantes, agentes antinevoeiros, óleos naturais, óleos sintéticos, ceras, enchimentos orgânicos e enchimentos inorgânicos. A resina de policarbonato aromática purificada produzida pelo processo da presente invenção pode ser usada como partes mecânicas, partes de dispositivos elétricos, lojas, bem como películas, lâminas e garrafas.

A presente invenção refere-se a um processo para produzir uma resina de policarbonato aromática purificada que é caracterizada por usar um filtro de polímero que é modificado para mostrar condições específicas. Como descrito acima, o filtro de polímero é modificado pela regeneração do filtro. Portanto, de um tal ponto de vista, como descrito no presente relatório descritivo, a presente invenção também envolve, como uma invenção alter-

nativa, o processo para a produção de uma resina de polycarbonato aromática purificada tratando uma resina de polycarbonato aromática derretida com o filtro de polímero que é caracterizado por incluir um tratamento de regeneração para regenerar o filtro de polímero mostrando um desempenho de filtração deteriorado no qual o filtro de polímero é sequencialmente submetido ao tratamento de torrefação e tratamento de lavagem com ácido nítrico sem conduzir qualquer tratamento brilhante, o tratamento de lavagem com ácido nítrico é repetido depois de cada tratamento de regeneração, por meio do que a razão de concentração do átomo de cromo em relação ao átomo de ferro (Cr/Fe) em uma superfície mais externa do filtro é controlada para não menos do que 1,5.

Por referência, a mudança na condição modificada do filtro de polímero nos tratamentos respectivos acima é mostrada abaixo na tabela 1. As condições dos tratamentos respectivos mostrados na tabela 1 são como segue. Além disso, as condições de medição para ESCA e AES são descritas a seguir.

#### Tratamento com ácido nítrico

O filtro de polímero é imerso em 30% em peso de ácido nítrico (30°C) por 30 minutos.

#### 20 Tratamento de torrefação

O filtro de polímero é tratado com calor em uma atmosfera de vapor de água em 310°C por 40 h e a seguir também tratado com calor em uma atmosfera de oxigênio em 420°C por 52 h.

#### Tratamento brilhante

25 O filtro de polímero é imerso em uma solução aquosa tendo uma concentração de ácido oxálico de 5% em peso e uma concentração de ácido cítrico de 5% em peso (80°C) por 1 h.

Tabela 1

| Exemplos de referência   | Tratamento com ácido nítrico | Torrefação | Tratamento brilhante |
|--------------------------|------------------------------|------------|----------------------|
| Exemplos de referência 1 | Nenhum                       | Nenhum     | Nenhum               |
| Exemplos de referência 2 | conduzido                    | Nenhum     | Nenhum               |

| Exemplos de referência   | Tratamento com ácido nítrico | Torrefação | Tratamento brilhante |
|--------------------------|------------------------------|------------|----------------------|
| Exemplos de referência 3 | Conduzido                    | Conduzido  | Nenhum               |
| Exemplos de referência 4 | Conduzido                    | Conduzido  | Conduzido            |

Tabela 1 (continuação)

| Exemplos de referência   | ESCA  | AES                                             |                                                  |
|--------------------------|-------|-------------------------------------------------|--------------------------------------------------|
|                          | Cr/Fe | Espessura da camada da película de carbono (nm) | Espessura da camada da película de oxigênio (nm) |
| Exemplos de referência 1 | 0,3   | 19                                              | 16                                               |
| Exemplos de referência 2 | 0,9   | 13                                              | 41                                               |
| Exemplos de referência 3 | 0,1   | 13                                              | 190                                              |
| Exemplos de referência 4 | 0,5   | 7                                               | 195                                              |

### Segunda e terceira invenções

O filtro de polímero usado na etapa de purificação para remover matérias estranhas da resina de policarbonato aromática é preferivelmente o mesmo filtro de polímero como descrito na primeira invenção. Enquanto isso, a extrusora de fusão pode ser geralmente na forma de uma extrusora ventilada de hélice única ou múltipla. Em particular, uma extrusora de hélice dupla do tipo de malha é preferivelmente usada. As direções de rotação das hélices na extrusora podem ser as mesmas ou diferentes.

A segunda invenção refere-se ao processo para a produção de resinas de policarbonato no qual depois de produzir uma resina de policarbonato A tendo um peso molecular médio da viscosidade Ma, as condições de produção são mudadas para produzir uma resina de policarbonato B tendo um peso molecular médio da viscosidade Mb menor do que o peso molecular médio da viscosidade Ma usando as mesmas instalações de produção como usado para a produção da resina de policarbonato A. O peso molecular médio da viscosidade Ma geralmente não é menor do que 15.000, de preferência não menor do que 20.000 e mais preferivelmente não menor do que 23.000. O limite superior do peso molecular médio da viscosidade Ma é geralmente 100.000. O limite inferior do peso molecular médio da viscosidade

Mb é geralmente 10.000, de preferência 13.000 e mais preferivelmente menor do que 15.000. A diferença entre o peso molecular médio da viscosidade Ma e o peso molecular médio da viscosidade Mb geralmente não é menor do que 10.000, de preferência não menor do que 2.000 e mais preferivelmente não menor do que 3.000.

Também, a terceira invenção refere-se ao processo para produzir resinas de policarbonato no qual depois de produzir uma resina de policarbonato C tendo um grau de ramificação Nc, as condições de produção são mudadas para produzir uma resina de policarbonato D tendo um grau de ramificação Nd menor do que o grau de ramificação Nc usando as mesmas instalações de produção como usadas para a produção da resina de policarbonato C. O grau de ramificação Nc é geralmente 0,2 a 1 % em mol, preferivelmente 0,3 a 1 % em mol e mais preferivelmente 0,4 a 1 % em mol. O grau de ramificação Nd é geralmente 0,05 a 0,5 % em mol, preferivelmente 0,1 a 0,5 % em mol e mais preferivelmente 0,2 a 0,5 % em mol. A diferença entre o grau de ramificação Nc e o grau de ramificação Nd geralmente não é menor do que 0,01 % em mol, preferivelmente não menor do que 0,05 % em mol e mais preferivelmente não menor do que 0,10 % em mol.

A troca entre essas operações pode ser conduzida pelo mesmo método como descrito no Pedido de Patente Japonês acima apresentado aberto (KOKAI) Nº 2-153925 (1990), isto é, mudando as condições de reação, tais como concentração do catalisador, temperatura de policondensação e tempo de permanência no reator. No processo para produzir uma resina de policarbonato aromática pelo método de transesterificação, é difícil evitar completamente a formação de unidades estruturais ramificadas com a policondensação. Em particular, quando produzindo o produto de uma tal qualidade tendo um grande peso molecular médio da viscosidade (Mv), a temperatura de policondensação ou a concentração do catalisador deve ser necessariamente aumentada, dessa maneira causando uma tal tendência que o número de lentes tipo olho de peixe que serão derivadas das unidades estruturais ramificadas é aumentado.

Além disso, quando o filtro de polímero a ser montado na extru-

sora de fusão é selecionado de acordo com o peso molecular médio da viscosidade (Mv) da resina de policarbonato produzida, o filtro de polímero tendo um maior tamanho de malha (diâmetro de abertura) é usado para produzir a resina de policarbonato A, enquanto que o filtro de polímero tendo um menor tamanho de malha é usado para produzir a resina de policarbonato B. Quando trocando a operação do processo de produção da resina de policarbonato A para a produção da resina de policarbonato B, o filtro de polímero tendo um maior tamanho de malha é trocado para esse tendo um menor tamanho de malha, e a diferença entre o número de lentes tipo olho de peixe na resina quando medida 2 h antes da troca dos filtros de polímero e essa quando medida 1 h antes da troca dos filtros de polímero não é mais do que 10. A razão porque o filtro de polímero tendo um maior tamanho de malha é usado quando produzindo a resina de policarbonato tendo um grande Mv é que o aumento excessivo na perda de pressão dependente da viscosidade que poderia ser causado na troca para deterioração leve na taxa de remoção das matérias estranhas quando usando o filtro de polímero tendo um menor tamanho de malha deve ser evitado para, dessa maneira, evitar a ocorrência de quebra do filtro de polímero. Enquanto isso, os tamanhos de malha acima são, cada um, um tamanho relativo, e os tamanhos de malha dos filtros de polímero realmente usados podem ser determinados de acordo com a qualidade da resina planejada (tal como conteúdo de lentes tipo olho de peixe nela).

Por outro lado, quando o filtro de polímero a ser montado na extrusora de fusão é selecionado de acordo com o grau de ramificação da resina de policarbonato tratada com ele, um filtro de polímero tendo um maior tamanho de malha é usado como o filtro de polímero com a produção da resina de policarbonato C, enquanto que um filtro de polímero tendo um menor tamanho de malha é usado como o filtro de polímero com a produção da resina de policarbonato D. Quando a operação do processo é trocada da produção da resina de policarbonato C para a produção da resina de policarbonato D, o filtro de polímero tendo um maior tamanho de malha é trocado por esse tendo um menor tamanho de malha e a diferença entre o núme-

ro de lentes tipo olho de peixe na resina quando medida 2 h antes da mudança dos filtros de polímero e essa quando medida 1 h antes da mudança dos filtros de polímero é controlada para não mais do que 10. A razão para isso é que a viscosidade de fundição de uma resina tendo um grande grau de ramificação se torna maior do que essa de uma resina tendo um pequeno grau de ramificação em uma faixa de taxa de cisalhamento pequena de modo que o mesmo fenômeno observado quando o Mv seja grande tende a ser causado.

A presente invenção é caracterizada em que quando a operação do processo é trocada da produção de um produto tendo um grande peso molecular médio da viscosidade para a produção de um produto tendo um pequeno peso molecular médio da viscosidade ou da produção de um produto tendo um grande grau de ramificação para a produção de um produto tendo um pequeno grau de ramificação, a mudança do filtro de polímero tendo um maior tamanho de malha para esse tendo um menor tamanho de malha não é conduzida imediatamente depois de mudar as condições de reação, mas o número de lentes tipo olho de peixe na resina de policarbonato aromática passada através do filtro de polímero é continuamente acompanhado ou monitorado como descrito acima e a mudança para o filtro de polímero tendo um menor tamanho de malha é executada com base na mudança no número de lentes tipo olho de peixe dessa forma acompanhados ou monitorados.

Com a troca da operação do processo de produção do produto tendo um grande peso molecular médio da viscosidade (Mv) para a produção do produto tendo um pequeno peso molecular médio da viscosidade (Mv), quando o filtro de polímero tendo um maior tamanho de malha é trocado para esse tendo um menor tamanho de malha imediatamente depois de mudar as condições da reação, os problemas seguintes tendem a ser causados. Isto é, quando as condições de reação são mudadas, embora o Mv da resina de policarbonato aromática no sistema de reação seja reduzido (isto é, a viscosidade da resina obtida é abaixada) em um estágio relativamente precoce, a condição do aumento no número de lentes tipo olho de

peixe na resina que é observada com a produção do produto tendo um grande Mv antes de mudar as condições de reação ainda continua por um tempo, e a seguir é gradualmente dissipada, por meio do que o sistema de reação seja retornado para um estado estável. Portanto, se o filtro de polímero é trocado para esse tendo um menor tamanho de malha imediatamente depois de mudar as condições de reação, a filtragem de uma tal resina pode ficar difícil, de modo que a resina de polycarbonato aromática compreendendo impurezas tenda a ser descarregada do filtro de polímero por um período longo de tempo.

10                   Ao contrário, quando o filtro de polímero tendo um maior tamanho de malha é continuamente usado mesmo depois de mudar as condições de reação como descrito acima, desde que o Mv da resina de polycarbonato aromática no sistema de reação seja reduzido (isto é, a viscosidade é abaixada), de modo que a filtragem da resina de polycarbonato aromática compreendendo impurezas seja favorecida.

15                   Também, com a troca da operação do processo da produção do produto tendo um grande grau de ramificação para a produção do produto tendo um pequeno grau de ramificação, quando o filtro de polímero tendo um maior tamanho de malha é mudado para esse tendo um menor tamanho de malha imediatamente depois de mudar as condições de reação, os seguintes problemas tendem a ser causados. Isto é, quando as condições de reação são mudadas, embora o grau de ramificação da resina de polycarbonato aromática no sistema de reação seja reduzido em um estágio relativamente precoce, a condição do aumento no número de lentes tipo olho de peixe na resina que é observada com a produção do produto tendo um grande grau de ramificação antes de mudar as condições de reação ainda continua por um tempo, e a seguir gradualmente dissipa, por meio do que o sistema de reação é retornado para um estado estável. Portanto, se o filtro de polímero é trocado para esse tendo um tamanho de malha menor imediatamente depois de mudar as condições de reação, a filtragem de uma tal resina pode se tornar difícil, de modo que a resina de polycarbonato aromática compreendendo impurezas tenda a ser descarregada do filtro de polímero

por um longo período de tempo.

Ao contrário, quando o filtro de polímero tendo um maior tamanho de malha é continuamente usado mesmo depois de mudar as condições de reação como descrito acima, desde que o grau de ramificação da resina de policarbonato aromática no sistema de reação seja reduzido, desse modo a filtragem da resina de policarbonato aromática compreendendo impurezas é favorecida.

Dessa maneira, na presente invenção, com a troca da operação do processo de produção do produto tendo um grande peso molecular médio da viscosidade (Mv) ou um grande grau de ramificação para a produção do produto tendo um pequeno peso molecular médio da viscosidade (Mv) ou um pequeno grau de ramificação, o filtro de polímero tendo um maior tamanho de malha é ainda continuamente usado por um tempo mesmo depois de mudar as condições de reação. Entretanto, se uma tal condição é mantida por um tempo excessivamente longo, a taxa de remoção das impurezas é mantida em um baixo nível, de modo que o sistema de reação seja dificilmente controlado para um estado estável para obter o produto tendo um pequeno Mv ou um pequeno grau de ramificação.

Por essa razão, na presente invenção, o número de lentes tipo olho de peixe na resina de policarbonato aromática passada através do filtro de polímero é acompanhado ou monitorado, e o filtro de polímero é trocado para esse tendo um menor tamanho de malha com base na mudança no número de lentes tipo olho de peixe assim acompanhado ou monitorado. Depois de mudar as condições de reação, o processo é alterado como segue. Isto é, a viscosidade da fusão da resina de policarbonato aromática resultante é abaixada, a perda de pressão da extrusora de fusão é reduzida e o número de lentes tipo olho de peixe na resina de policarbonato aromática passada através do filtro de polímero é gradualmente diminuído e a seguir alcança um valor aproximadamente constante.

Na presente invenção, o tempo no qual a variação no número de lentes tipo olho de peixe é reduzido e o número de lentes tipo olho de peixe alcança um valor aproximadamente constante pode ser usado como o tempo

de mudança entre os filtros de polímero. Alternativamente, a mudança entre os filtros de polímero pode ser determinada com base nos dados previamente armazenados mostrando a alteração do número de lentes tipo olho de peixe. A mudança entre os filtros de polímero pode ser conduzida de acordo com um método comum parando temporariamente o abastecimento da resina proveniente da extrusora de fusão. A frase "variação no número de lentes tipo olho de peixe é reduzida e o número de lentes tipo olho de peixe alcança um valor aproximadamente constante" como usada aqui significa que quando o número de lentes tipo olho de peixe é medido com a passagem do tempo, a diferença entre o número de lentes tipo olho de peixe quando medido antes de 1 h e essa quando medida no tempo presente não é maior do que 10.

De acordo com a presente invenção, com a produção das resinas de polycarbonato aromáticas de qualidade diferentes que são diferentes no peso molecular médio da viscosidade (Mv) ou grau de ramificação uma da outra, é possível produzir as resinas de polycarbonato aromáticas tendo um menor número de lentes tipo olho de peixe e exibindo uma excelente coloração em uma maneira eficiente.

As resinas de polycarbonato aromáticas obtidas nas invenções respectivas acima podem também compreender aditivos convencionalmente conhecidos de acordo com as exigências. Como os aditivos, podem ser usados, por exemplo, esses aditivos apropriadamente selecionados de outras resinas termoplásticas, retardadores de chama, modificadores de impacto, agentes antiestáticos, agentes de escorregamento, agentes antibloqueio, lubrificantes, agentes antinevoeiro, óleos naturais, óleos sintéticos, ceras, enchimentos orgânicos e enchimentos inorgânicos. As resinas de polycarbonato aromáticas produzidas pelo processo da presente invenção podem ser usadas como partes mecânicas, partes de dispositivos elétricos ou aparelhos, diversos, bem como películas, lâminas e garrafas.

### 30 Exemplos

A presente invenção é descrita em mais detalhes abaixo pelos exemplos seguintes. Entretanto, esses exemplos são somente ilustrativos e

não planejados para limitar o escopo da presente invenção. As propriedades respectivas foram medidas pelos métodos seguintes.

(1) Espectroscopia de fotoelétron de raio X (ESCA)

Uma porção de material de filtro (porção fibrosa) do filtro de polímero foi cortada para formar uma amostra tendo um tamanho de 1 cm quadrado e a razão de concentração de átomo de cromo em relação ao átomo de ferro em uma superfície mais externa da amostra foi medida usando "Quantum 2000" fabricado por PHI Corp. Usando um raio  $\alpha$  AIK em monocromático como uma fonte de raio X excitada, um feixe de 20  $\mu\text{m}\phi$  do raio X foi irradiado perto de uma porção central da amostra fibrosa. O espectro de energia dos elétrons descarregados da superfície da amostra com a irradiação com o raio X foi medido sob as seguintes condições: ângulo de amostragem: 45°, energia passando através do interior do espectroscópio: 58,7 eV. Os picos de fotoelétron respectivos: C1s, O1s, Cr2p, Fe2p e Ni2p observados no espectro foram submetidos ao tratamento de subtração de fundo para calcular as suas intensidades integradas que foram então convertidas em concentrações atômicas usando um coeficiente de correção de sensibilidade anexo ao aparelho.

(2) Espectroscopia do elétron Auger (AES)

A análise de uma camada de película de óxido do filtro na sua direção de profundidade pelo método AES foi conduzida usando "JAMP-7800" fabricado por Nippon Denshi Co., Ltd., sob as seguintes condições de medição. Na medição de AES, um feixe de elétrons (voltagem de aceleração: 10 kV, corrente da amostra:  $1,7 \times 10^{-8}$  A, diâmetro da sonda: aproximadamente 1  $\mu\text{m}$ ) foi irradiado na superfície da amostra para medir a intensidade de pico dos elétrons Auger descarregados dela. As intensidades de pico dos elementos respectivos foram convertidas em concentrações atômicas usando um coeficiente de correção de sensibilidade anexo ao aparelho. O lançamento do íon foi conduzido usando uma pistola de íon de Ar para irradiar um feixe de "Ar + íon" acelerado em 1 keV para a superfície da amostra. O lançamento do íon de Ar e a medição de AES foram alternadamente repetidos para continuamente acompanhar ou monitorar a mudança

na composição elementar da amostra, de modo que a espessura de uma porção na qual a concentração do oxigênio foi reduzida até metade da concentração de oxigênio na superfície da amostra foi determinada como a "espessura da camada da película de óxido" enquanto que a espessura de uma porção na qual a concentração do carbono foi reduzida até metade da concentração de carbono na superfície da amostra foi determinada como a "espessura da camada da película de carbono". Nesse caso, as espessuras respectivas foram calculadas em termos da profundidade de  $\text{SiO}_2$ .

(3) Número de lentes tipo olho de peixe (F/E):

Os péletes de resina de policarbonato aromática resultantes foram secadas em  $130^\circ\text{C}$  por 5 h e a seguir submetidas à moldagem por extrusão em  $320^\circ\text{C}$  para obter uma película tendo uma largura de 140 mm e uma espessura de  $70\ \mu\text{m}$ . A moldagem por extrusão foi conduzida usando uma extrusora de hélice única de  $30\ \text{mm}\phi$  fabricada por Isuzu Kako Co., Ltd. A seguir, usando um aparelho de inspeção de material estranho ótico "GX40K" fabricado por Dia Instruments Co. Ltd., o número de lentes tipo olho de peixe (tamanho: 50 a  $500\ \mu\text{m}$ ) em uma porção da película (volume:  $952\ \text{cm}^3$ ) tendo uma largura de 80 mm (selecionado de uma porção central da película), um comprimento de 1,7 m e uma espessura de  $70\ \mu\text{m}$  foi medido. Mais especificamente, no caso em que a luz irradiada para a amostra é usada em uma quantidade de 800 mV, o número de lentes tipo olho de peixe quando medido quando a quantidade de luz absorvida nela está na faixa de 100 a 300 mV é expressa por (A), enquanto o número de lentes tipo olho de peixe quando medido quando a quantidade de luz absorvida nela está na faixa de mais do que 300 mV é expressa por (B). O número de lentes tipo olho de peixe é calculado de acordo com a seguinte fórmula (1):

$$\text{Número de lentes tipo olho de peixe} = (A) - (B) \quad (1)$$

A medição foi repetida duas vezes, e o número de lentes tipo olho de peixe foi determinado como um valor médio dos valores obtidos a partir das medições.

(4) Quantidade de monômeros residuais

Uma solução preparada dissolvendo 1,2 g dos péletes de resina

de polycarbonato aromática assim obtidas em 7 mL de cloreto de metileno foi misturada com 23 mL de acetona enquanto agitando para precipitar novamente a resina de polycarbonato aromática. O supernadante resultante foi medido pela cromatografia líquida ("LC-10AT" fabricada por Shimadzu Seisakusho Co., Ltd., coluna: "MCI GEL ODS" (tamanho de poro de gel: 5  $\mu$ m), 4,6 mm ID x 150 mm L, detector: UV 219 nm, eluente: acetonitrila/água = 4/6 (razão de volume)) para quantitativamente determinar quantidades de fenol residual, bisfenol residual A (BPA) e carbonato de difenila residual (DPC) na resina.

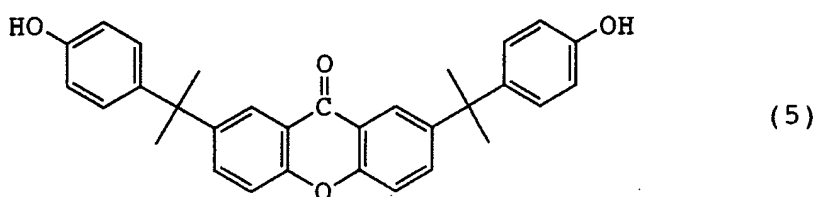
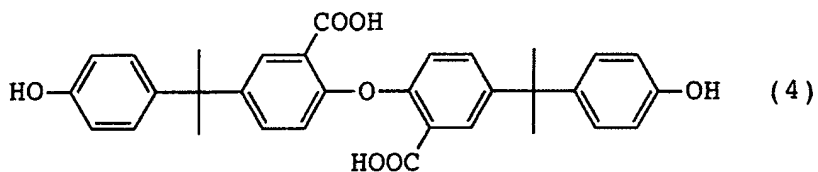
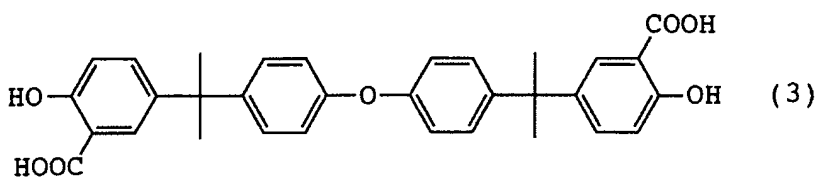
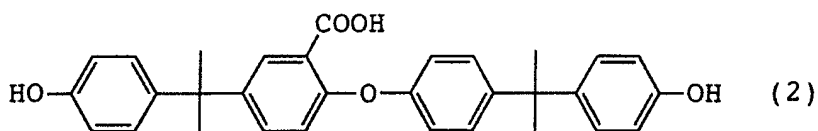
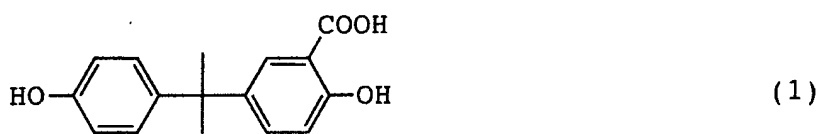
#### 10 (5) Coloração

Os péletes de resina de polycarbonatos aromática obtidas foram secas em 120°C por 5 h e a seguir moldadas usando uma máquina de moldagem a injeção "J100SS-2" fabricada por Nippon Seikosho Co., Ltd., em uma temperatura de barril de 300°C e uma temperatura de molde de 90°C, dessa maneira obtendo uma lâmina tendo uma espessura de 3 mm e um tamanho de 100 mm quadrados. A coloração da lâmina foi observada a olho nú e avaliada.

#### (6) Grau de ramificação

O grau de ramificação foi expresso por uma razão (% em mol) de mols totais de compostos ramificados representados pelas fórmulas (1) a (5) seguintes com base em 1 mol de unidade essencial de bisfenol A. Mais especificamente, os conteúdos dos compostos respectivos foram determinados como segue. Isto é, 1 g de polycarbonato aromático (amostra) foi dissolvido em 100 mL de cloreto de metileno e a seguir 18 mL de uma solução de metanol a 28% de metóxido de sódio e 80 mL de metanol foram adicionados na solução resultante. Além do que, depois de adicionar 25 mL de água pura na solução, a mistura obtida foi agitada em temperatura ambiente por 2 h para hidrolisar completamente a amostra. A seguir, a solução resultante foi neutralizada adicionando 1N de ácido clorídrico a ela para separar a camada de cloreto de metileno dela, dessa maneira obtendo um hidrolisado. A seguir, 0,05 g do hidrolisado foi dissolvido em 10 mL de acetonitrila e a solução resultante foi medida usando uma cromatografia líquida de alta pressão de

fase invertida (HPLC). Na cromatografia líquida de alta pressão de fase invertida, usando um solvente misturado compreendendo acetonitrila e 10 mM de solução aquosa de acetato de amônio como um eluente, a medição foi conduzida em uma temperatura de coluna de 40°C sob a condição que a razão de mistura de acetonitrila em relação à 10 mM da solução aquosa de acetato de amônio variou com um gradiente de 20/80 no início da medição até 80/20. Na medição, um detector de UV "SPD-6A" (comprimento de onda de detecção de UV: 280 nm) fabricado por Shimadzu Seisakusho Co., Ltd., foi usado. Os compostos ramificados representados pelas fórmulas (1) a (5) seguintes foram respectivamente identificados usando um LC-MS "Agilent-1100" fabricado por Agilent Co., Ltd., e um RMN "AL-400" fabricado por Nippon Denshi Co., Ltd. Os conteúdos dos compostos respectivos foram calculados a partir das áreas de pico dos compostos em relação a uma área de pico do bisfenol A com base em uma curva de calibração do bisfenol A previamente preparado.



Exemplo e exemplo comparativo relacionado com a primeira invençãoExemplo comparativo 1A e exemplo 1A:

Usando uma instalação de produção principalmente constituída de primeiro a quarto reatores (todos reatores de agitação verticais), um quinto reator (reator de agitação horizontal) e uma extrusora de fusão de hélice dupla (diâmetro da hélice: 0,046 m, L/D = 36) adaptada em uma saída da mesma com um filtro de polímero, resinas de policarbonato aromáticas de duas qualidades diferentes tendo pesos moleculares médios da viscosidade (Mv) de aproximadamente 25.500 e aproximadamente 21.000, respectivamente, foram alternadamente produzidas a cada 1 mês pelo método de transesterificação comum. O filtro de polímero usado foi um filtro de polímero do tipo de disco em folhas comercialmente disponível (fabricado por Nagase Sangyo Co., Ltd., do tipo de pano não-tecido metálico tendo uma precisão de filtragem absoluta de 50  $\mu$ m (material: SUS316L)) compreendendo 90 discos em folhas adaptados em uma coluna central (a seguir citado meramente como "P/F"). Antes de ser usado, o P/F foi lavado com ácido nítrico (imerso em 30 % em peso de ácido nítrico (30°C) por 30 minutos) e a seguir lavado com água e seco. O P/F tinha uma razão de concentração de átomo de cromo em relação ao átomo de ferro (Cr/Fe) de 0,9 quando medida em uma superfície mais externa do mesmo, uma espessura da camada de película de carbono de 13 nm quando medida na superfície mais externa da mesma e a espessura da camada de película de oxido de 41 nm quando medida em uma direção de profundidade do mesmo.

A mudança entre os filtros de polímero (P/F) de qualidades diferentes foi feita a cada operação de troca do processo de produção entre produtos de qualidades diferentes. Antes de reutilizado, o P/F respectivo foi submetido ao tratamento de regeneração incluindo os seguintes procedimentos: (1) torrefação do filtro (tratamento com calor do filtro em 310°C por 40 h em uma atmosfera de vapor de água e a seguir tratamento com calor do filtro em 420°C por 52 h em uma atmosfera de oxigênio); (2) lavagem do filtro com ácido nítrico (imersão do filtro em 30 % em peso de ácido nítrico (30°C) por 30 minutos) e (3) lavagem do filtro com água, seguido pela seca-

gem.

O P/F para a qualidade ramificada foi analisado pela espectroscopia de fotoelétron de raio X e espectroscopia de elétron Auger de acordo com os métodos (1) e (2) acima mencionados para determinar a composição da sua superfície. Além disso, o número de lentes tipo olho de peixe, quantida-

5 dades de monômeros residuais e coloração dos péletes de resina de polycarbonato aromática resultantes foram medidos toda vez com a mudança do P/F de acordo com os métodos (3) a (5) acima mencionados. Os resultados são mostrados na tabela 2. Enquanto isso, na tabela 2, todos os valores me-

10 didos de ESC e AES para o P/F significam os valores obtidos com a iniciação dos períodos de uso respectivos do P/F. Por exemplo, o valor numérico "1,4" aparecendo na coluna "Cr/Fe" da tabela 2 significa o valor obtido me-

15 dindo a razão Cr/Fe do P/F que foi submetido ao tratamento de regeneração acima depois de usado por 1 mês, antes de começar o 3° período do mês (da iniciação da troca da operação) de uso do P/F. Também, o número de lentes tipo olho de peixe, quantidades de monômeros residuais e coloração dos péletes de resina de polycarbonato aromática resultantes foram medidos a cada 8 h durante 2 dias imediatamente depois da troca da operação. Os valores numéricos mostrados na tabela 2 são, cada um, um valor médio cal-

20 culado a partir desses valores medidos.

Tabela 2

Dados para a qualidade ramificada

| Período decorrido da iniciação da troca da operação | ESCA  | AES                                             |                                                  | Número de P/F |
|-----------------------------------------------------|-------|-------------------------------------------------|--------------------------------------------------|---------------|
|                                                     | Cr/Fe | Espessura da camada da película de carbono (nm) | Espessura da camada da película de oxigênio (nm) |               |
| 1 mês                                               | 0,9   | 13                                              | 41                                               | 4890          |
| 3 meses**                                           | 1,4   | 11                                              | 82                                               | 1694          |
| 5 meses                                             | 1,8   | 6                                               | 163                                              | 211           |
| 7 meses                                             | 2,2   | 7                                               | 460                                              | 153           |
| 9 meses                                             | 3,3   | 5                                               | 1083                                             | 147           |

Tabela 2 (continuação)

| Período decorrido da iniciação da troca da operação | Quantidades de monômeros residuais |     |     | Coloração    |
|-----------------------------------------------------|------------------------------------|-----|-----|--------------|
|                                                     | PhOH                               | BPA | DPC |              |
| 1 mês*                                              | 78                                 | 38  | 72  | Avermelhada  |
| 3 meses**                                           | 66                                 | 34  | 61  | Avermelhada  |
| 5 meses                                             | 33                                 | 37  | 44  | Transparente |
| 7 meses                                             | 34                                 | 36  | 48  | Transparente |
| 9 meses                                             | 33                                 | 32  | 45  | Transparente |

Nota \*, \*\*: O "um mês" e "três meses" na tabela 2 correspondem com os exemplos comparativos respectivos.

Exemplo e exemplos comparativos relacionados com a segunda e a terceira

#### 5 invenções

Exemplo 1B:

Carbonato de difenila (DPC) e bisfenol A (BPA) foram misturados um com o outro em uma razão molar predeterminada (DPC/BPA = 1,050) em uma atmosfera de gás nitrogênio para preparar uma solução de fusão de matéria-prima. A solução de fusão de matéria-prima dessa maneira preparada foi continuamente alimentada para o primeiro reator de agitação vertical tendo uma capacidade de 100 L que foi controlada para uma temperatura de 220°C e uma pressão de  $1,33 \times 10^4$  Pa através de um tubo de entrada da matéria-prima em uma taxa de fluxo de 88,7 kg/h. O grau de abertura de uma válvula provida em uma linha de descarga de polímero conectada em um fundo do reator foi controlado tal que o tempo de permanência no primeiro reator foi 60 minutos, dessa maneira mantendo constante o nível de líquido no reator. Simultaneamente com o início da alimentação da solução de fusão da matéria-prima, uma solução aquosa de carbonato de cério como um catalisador foi continuamente alimentada para o primeiro reator em uma taxa de alimentação de 1,0  $\mu\text{mol}$  por 1 mol de bisfenol A (2,0  $\mu\text{mol}$  em termos de cério metálico por 1 mol de bisfenol A).

A solução de reação retirada do fundo do reator foi alimentada de maneira sucessiva e sequencial para o segundo e o terceiro reatores de

agitação verticais (cada um tendo uma capacidade de 100 L) e a seguir para o quarto reator de agitação horizontal (capacidade: 150 L) em uma maneira contínua, e o polímero obtido foi retirado de um orifício de descarga de polímero provido no fundo do quarto reator. A seguir, o polímero resultante foi introduzido enquanto mantido em um estado derretido em uma extrusora de hélice dupla (diâmetro da hélice: 0,046 m,  $L/D = 36$ ) adaptada em uma saída da matriz do mesmo com um filtro de polímero e continuamente misturado com p-toluenosulfonato de butila (em uma quantidade de 4 mols com base em 1 mol de carbonato de cézio usado como o catalisador), e o material misturado resultante foi extrusado em fitas através da matriz e cortado usando um cortador, dessa maneira obtendo péletes de resina de polycarbonato aromática de uma qualidade de alto peso molecular ( $M_v$ : 25.500).

As condições de reação do segundo ao quarto reatores foram respectivamente controladas, tal que o segundo reator foi operado sob as condições de  $240^{\circ}\text{C}$ ,  $2,00 \times 10^3$  Pa e 75 rpm; o terceiro reator foi operado sob as condições de  $270^{\circ}\text{C}$ , 66,7 Pa e 75 rpm e o quarto reator foi operado sob as condições de  $290^{\circ}\text{C}$ , 67 Pa e 5 rpm. Essas condições de reação foram alteradas para temperatura mais alta, vácuo mais elevado e velocidade de agitação menor à medida que a reação prosseguia. Além disso, durante a reação, os níveis de líquido nos reatores respectivos foram controlados, tal que o tempo de permanência no segundo e terceiro reatores foi 60 minutos, e o tempo de permanência no quarto reator foi 90 minutos, enquanto simultaneamente destilando os fenôis subproduzidos.

O filtro de polímero usado acima era um filtro de polímero do tipo de disco em folhas comercialmente disponível (fabricado por Nagase Sangyo Co., Ltd.; tipo de pano não-tecido metálico tendo uma precisão de filtração absoluta de  $50\ \mu\text{m}$  (material: SUS316L) compreendendo 90 discos em folhas adaptados em uma coluna central (a seguir citado meramente como um "filtro de polímero A").

A operação acima foi continuada por um mês e a seguir a razão molar de DPC/BPA foi gradualmente aumentada até alcançar 1,090 em cujo momento a quantidade da solução aquosa de carbonato de cézio alimentada

foi reduzida para a metade, e a temperatura do quarto reator foi diminuída, dessa forma mudando as condições de produção para essas para a produção de uma qualidade de baixo peso molecular (Mv: 15.000).

O número de lentes tipo olho de peixe na resina de policarbonato aromática passada através do filtro de polímero (A) foi acompanhado e medido a cada uma hora. Depois de 1 h do tempo no qual o número de lentes tipo olho de peixe foi mantido aproximadamente em um valor constante predeterminado (140) (o tempo decorrido de 18 h depois de mudar as condições de reação), a mudança entre os filtros de polímero foi executada e a produção dos péletes da resina de policarbonato aromática tendo uma qualidade de baixo peso molecular (Mv: 15.000) foi continuada. O filtro de polímero usado para a produção da qualidade de baixo peso molecular foi um filtro de polímero do tipo de disco em folhas comercialmente disponível (fabricado por Nippon Pole Co., Ltd.; tipo de pano não-tecido metálico tendo uma precisão de filtragem absoluta de 10  $\mu\text{m}$  (material: SUS316L)) compreendendo 120 discos em folhas adaptados em uma coluna central (a seguir citado meramente como um "filtro de polímero B"). Propriedades da resina de policarbonato aromática passada através do filtro de polímero (B) foram medidas. Como um resultado, foi confirmado que a resina de policarbonato aromática obtida tinha um peso molecular médio da viscosidade (Mv) de 15.100 e o número de lentes tipo olho de peixe nela era 24 e a sua coloração era transparente.

#### Exemplo comparativo 1B:

O mesmo procedimento como definido no exemplo 1B foi conduzido, exceto que depois de produzir os péletes da resina de policarbonato aromática tendo uma qualidade de alto peso molecular, as condições de produção foram trocadas para essas para a produção da qualidade de baixo peso molecular e simultaneamente o filtro de polímero (A) foi trocado para o filtro de polímero (B), dessa maneira obtendo resinas de policarbonato aromáticas. Como um resultado, foi confirmado que levou 92 h depois de mudar as condições de reação até que as propriedades da resina de policarbonato aromática passadas através do filtro de polímero (B) se tornassem aproxi-

madamente idênticas a essas da resina de polycarbonato aromática obtida no exemplo 1B (Nv: 15.000, número de lentes tipo olho de peixe: 33).

Exemplo 2B:

Separadamente, da mesma maneira como no exemplo 1B, a  
5 operação para a produção da resina de polycarbonato aromática tendo uma  
qualidade de alto peso molecular (qualidade de alto grau de ramificação)  
(grau de ramificação: 0,48 % em mol) foi continuada por um mês. A seguir,  
as condições de produção foram alteradas, tal que a quantidade da solução  
aquosa de carbonato de cézio alimentada foi reduzida para metade e o tem-  
10 po de permanência no quarto reator foi de 120 minutos, dessa maneira pro-  
duzindo uma qualidade de pequeno grau de ramificação (grau de ramifica-  
ção: 0,27 % em mol, Mv: 25.600).

O número de lentes tipo olho de peixe na resina de polycarbona-  
to aromática passada através do filtro de polímero (A) foi acompanhado e  
15 medido a cada hora. Depois de 1 h do tempo no qual o número de lentes  
tipo olho de peixe foi mantido aproximadamente em um valor constante pre-  
determinado (427) (o tempo decorrido de 11 h depois de mudar as condi-  
ções de reação), a mudança entre os filtros de polímero foi executada e a  
produção dos péletes da resina de polycarbonato aromática tendo uma quali-  
20 dade de pequeno grau de ramificação (grau de ramificação: 0,27 % em mol)  
foi continuada. O filtro de polímero usado para a produção da qualidade de  
pequeno grau de ramificação foi um filtro de polímero do tipo de disco em  
folhas comercialmente disponível (fabricado por Nagase Sangyo Co., Ltd;  
tipo de pano não-tecido metálico tendo uma precisão de filtragem absoluta  
25 de 20  $\mu$ m (material: SUS316L)) compreendendo 90 discos em folhas adap-  
tados em uma coluna central (a seguir citado meramente como um "filtro de  
polímero B"). As propriedades da resina de polycarbonato aromática passada  
através do filtro de polímero (B') foram medidas. Como um resultado, foi con-  
firmado que a resina de polycarbonato aromática obtida tinha um peso mole-  
30 cular médio da viscosidade (Mv) de 25.500 e um grau de ramificação de 0,27  
% em mol e o número de lentes tipo olho de peixe nela era 255 e a sua colo-  
ração era transparente.

Exemplo comparativo 2B:

O mesmo procedimento como definido no exemplo 2B foi conduzido, exceto que depois de produzir péletes da resina de policarbonato aromática tendo uma qualidade de alto grau de ramificação, as condições de produção foram alteradas para essas para a produção da qualidade de pequeno grau de ramificação e simultaneamente o filtro de polímero (A) foi trocado para o filtro de polímero (B'), dessa maneira obtendo resinas de policarbonato aromáticas. Nesse caso, foi confirmado que levou 52 h depois de mudar as condições de reação até que as propriedades da resina de policarbonato aromática passada através do filtro de polímero (B') se tornassem aproximadamente idênticas a essas da resina de policarbonato aromática obtida no exemplo 2B (Mv: 25.600, número de lentes tipo olho de peixe: 263).

## REIVINDICAÇÕES

1. Processo para a produção de uma resina de polycarbonato aromática purificada, compreendendo a etapa de tratar uma resina de polycarbonato aromática derretida com um filtro de polímero, sendo que a razão  
5 de concentração do átomo de cromo em relação ao átomo de ferro (Cr/Fe) que estão presentes em uma superfície mais externa do filtro do polímero quando medida pela espectroscopia do fotoelétron do raio X não é menor do que 1,5.

2. Processo de acordo com a reivindicação 1, no qual o filtro de  
10 polímero compreende uma camada de película de carbono tendo uma espessura não maior do que 10 nm em uma superfície mais externa da mesma e uma camada de película de óxido tendo uma espessura na sua direção de profundidade não menor do que 100 nm quando medida pela espectroscopia de elétron Auger.

15 3. Processo de acordo com a reivindicação 1 ou 2, no qual a resina de polycarbonato aromática é obtida submetendo um diéster carbônico e um composto di-hidróxi aromático à reação de transesterificação.

4. Processo para a produção de resinas de polycarbonato aromáticas no qual depois de produzir uma resina de polycarbonato A tendo um  
20 peso molecular médio da viscosidade  $M_a$ , as condições de produção são mudadas para produzir uma resina de polycarbonato B tendo um peso molecular médio da viscosidade  $M_b$  menor do que o peso molecular médio da viscosidade  $M_a$  usando as mesmas instalações de produção como usado para a produção da resina de polycarbonato A, o dito processo compreen-  
25 dendo pelo menos uma etapa de policondensação de condução da reação de transesterificação de um composto di-hidróxi aromático com um composto de diéster carbônico e uma etapa de purificação permitindo a passagem da resina de polycarbonato aromática derretida resultante através de um filtro de polímero usando uma extrusora de fusão para remover as matérias es-  
30 tranhas dela, sendo que um filtro tendo um tamanho de malha maior (diâmetro de abertura) é usado como o filtro de polímero quando produzindo a resina de polycarbonato A, e um filtro tendo um tamanho de malha menor (diâ-

metro de abertura) é usado como o filtro de polímero quando produzindo a resina de polycarbonato B; quando trocando a operação do processo de produção da resina de polycarbonato A para a produção da resina de polycarbonato B, o filtro de polímero tendo um tamanho de malha maior é trocado para o filtro de polímero tendo um tamanho de malha menor e a diferença entre o número de lentes tipo olho de peixe na resina quando medido 2 h antes da mudança dos filtros de polímero e essa quando medida 1 h antes da mudança dos filtros de polímero não é maior do que 10.

5. Processo de acordo com a reivindicação 4, no qual o filtro de polímero como definido na reivindicação 1 ou 2 é usado como os filtros de polímero respectivos.

6. Processo para a produção de resinas de polycarbonato aromáticas no qual depois de produzir uma resina de polycarbonato C tendo um grau de ramificação Nc, as condições de produção são mudadas para produzir uma resina de polycarbonato D tendo um grau de ramificação Nd menor do que o grau de ramificação Nc usando as mesmas instalações de produção como usado para a produção da resina de polycarbonato C, o dito processo compreendendo pelo menos uma etapa de policondensação de condução da reação de transesterificação de um composto de di-hidróxi aromático com um composto de diéster carbônico e uma etapa de purificação permitindo a passagem da resina de polycarbonato aromática derretida resultante através de um filtro de polímero usando uma extrusora de fusão para remover as matérias estranhas dela, sendo que um filtro tendo um tamanho de malha maior (diâmetro de abertura) é usado como o filtro de polímero quando produzindo a resina de polycarbonato C, e um filtro tendo um tamanho de malha menor (diâmetro de abertura) é usado como o filtro de polímero quando produzindo a resina de polycarbonato D, quando trocando a operação do processo de produção da resina de polycarbonato C para a produção da resina de polycarbonato D, o filtro de polímero tendo um tamanho de malha maior é trocado para o filtro tendo um tamanho de malha menor; e a diferença entre o número de lentes tipo olho de peixe na resina quando medida 2 h antes da mudança dos filtros de polímero e essa quando medida 1 h antes

da mudança dos filtros de polímero não é maior do que 10.

7. Processo de acordo com a reivindicação 6, no qual o filtro de polímero, como definido na reivindicação 1 ou 2, é usado como os filtros de polímero respectivos.

## RESUMO

Patente de Invenção: **"PROCESSO PARA A PRODUÇÃO DE RESINA DE POLICARBONATO AROMÁTICA"**

A presente invenção refere-se a um processo para a produção

5 de uma resina de polycarbonato aromática tendo um menor conteúdo de matérias estranhas ou fenóis que é impedida de sofrer de retenção prolongada e deterioração da resina em um filtro. Quando produzindo uma resina de polycarbonato aromática purificada tratando a resina de polycarbonato aromática derretida com um filtro de polímero, um filtro tendo uma razão de con-

10 centração do átomo de cromo em relação ao átomo de ferro (Cr/Fe) não menor do que 1,5 quando medida em uma superfície mais externa do mesmo pela espectroscopia do fotoelétron do raio X é usado como o filtro de polímero. Em uma modalidade preferida da presente invenção, o filtro de polímero é um filtro compreendendo uma camada de película de carbono tendo

15 uma espessura não maior do que 10 nm em uma superfície mais externa do mesmo, e uma camada de película de óxido tendo uma espessura na sua direção de profundidade não menor do que 100 nm quando medida pela espectroscopia do elétron Auger.