



(19)대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(51) 。 Int. Cl.	(45) 공고일자	2007년02월27일
C08G 64/20 (2006.01)	(11) 등록번호	10-0686675
	(24) 등록일자	2007년02월16일

(21) 출원번호	10-2002-7005680	(65) 공개번호	10-2002-0053836
(22) 출원일자	2002년05월02일	(43) 공개일자	2002년07월05일
심사청구일자	2005년10월14일		
번역문 제출일자	2002년05월02일		
(86) 국제출원번호	PCT/EP2000/010397	(87) 국제공개번호	WO 2001/32746
국제출원일자	2000년10월23일	국제공개일자	2001년05월10일

(81) 지정국

국내특허 : 알바니아, 아르메니아, 오스트리아, 오스트레일리아, 아제르바이잔, 보스니아 헤르체고비나, 바베이도스, 불가리아, 브라질, 벨라루스, 캐나다, 스위스, 중국, 쿠바, 체코, 독일, 덴마크, 에스토니아, 스페인, 핀란드, 영국, 그루지야, 헝가리, 아이슬란드, 일본, 케냐, 키르기스스탄, 북한, 대한민국, 카자흐스탄, 세인트루시아, 스리랑카, 리베이라, 레소토, 리투아니아, 룩셈부르크, 라트비아, 몰도바, 마다가스카르, 마케도니아공화국, 몽고, 말라위, 멕시코, 노르웨이, 뉴질랜드, 슬로베니아, 슬로바키아, 타지키스탄, 투르크멘, 터키, 트리니다드토바고, 우크라이나, 우간다, 미국, 우즈베키스탄, 베트남, 폴란드, 포르투갈, 루마니아, 러시아, 수단, 스웨덴, 싱가포르, 아랍에미리트, 안티구와바부다, 코스타리카, 도미니카, 알제리, 모로코, 남아프리카, 벨리제, 모잠비크, 그라나다, 가나, 감비아, 크로아티아, 인도네시아, 인도, 시에라리온, 세르비아 앤 몬테네그로, 짐바브웨, 탄자니아, 이스라엘,

AP ARIPO특허 : 케냐, 레소토, 말라위, 수단, 스와질랜드, 우간다, 시에라리온, 가나, 감비아, 짐바브웨, 모잠비크, 탄자니아,

EA 유라시아특허 : 아르메니아, 아제르바이잔, 벨라루스, 키르기스스탄, 카자흐스탄, 몰도바, 러시아, 타지키스탄, 투르크멘,

EP 유럽특허 : 오스트리아, 벨기에, 스위스, 독일, 덴마크, 스페인, 프랑스, 영국, 그리스, 아일랜드, 이탈리아, 룩셈부르크, 모나코, 네덜란드, 포르투갈, 스웨덴, 핀란드, 사이프러스,

OA OAPI특허 : 부르키나파소, 베닌, 중앙아프리카, 콩고, 코트디부아르, 카메룬, 가봉, 기니, 말리, 모리타니, 니제르, 세네갈, 차드, 토고, 기니 비사우,

(30) 우선권주장 19952848.9 1999년11월03일 독일(DE)

(73) 특허권자 바이엘 악티엔게젤샤프트
독일 테-51368 레버쿠젠

바이엘안트베르펜엔.파우
벨기에왕국안트베르펜베2040헬델라안420하벤507

(72) 발명자 뵈디거,미카엘
독일41539도르마겐반호프스트라췌41

켈링,스테펜

벨기에베-9100신티니클라스데카우베르스트라트52

브루인셀즈,프랑키

벨기에베-9170신티-길리스-바스오우데몰렌스트라트9게

판마이르벤,디르크

벨기에베-9100니우브케르켄-바스기젤스트라트59

데클라인,렌

벨기에베-2990부스트베젤크루이스베크30

(74) 대리인

장수길

김영

(56) 선행기술조사문헌

EP460646 A *

* 심사관에 의하여 인용된 문헌

심사관 : 신귀임

전체 청구항 수 : 총 7 항

(54) 폴리카보네이트의 제조 방법

(57) 요약

본 발명은 금속 또는 알칼리 토금속 함량이 낮은 공급원료를 사용하여 폴리카보네이트를 제조하는 방법에 관한 것이다.

특허청구의 범위

청구항 1.

- a) 공급원료 중 철, 크롬, 니켈, 아연, 칼슘, 마그네슘 및 알루미늄 금속 또는 이들의 동족체의 함량이 2 ppm 이하이고,
- b) 유기 용매를 분리 제거하고,
- c) 생성된 폴리카보네이트를 회수하는 것을 특징으로 하는, 알칼리 금속염 형태의 디히드록시디아릴알칸을 수산화나트륨 용액 및 유기 용매의 존재하에 비균질상의 포스젠과 반응시키는 상 계면 공정에서 의한 폴리카보네이트 제조 방법.

청구항 2.

- a) 공급원료 중 철, 크롬, 니켈, 아연, 칼슘, 마그네슘 및 알루미늄 금속 또는 이들의 동족체의 함량이 2 ppm 이하이고,
- d) 반응과정에서 형성된 수상을 분리 제거하고, 임의로 여과한 후, 분리된 유기 폴리카보네이트상을 수성액으로 세척하고, 임의로 여과한 후,
- e) 세척액으로부터 분리된 세척된 유기 폴리카보네이트상을 가열하고, 임의로 여과한 후, 1회 이상 고온에서 여과하고,
- b) 유기 용매를 분리 제거하고,

c) 생성된 폴리카보네이트를 회수하는 것을 특징으로 하는, 알칼리 금속염 형태의 디히드록시디아릴알칸을 수산화나트륨 용액 및 유기 용매의 존재하에 비균질상의 포스젠과 반응시키는 상 계면 공정에 의한 폴리카보네이트 제조 방법.

청구항 3.

제1항 또는 2항에 있어서, 공급원료가 철, 크롬, 니켈, 아연, 칼슘, 마그네슘 및 알루미늄 금속 또는 이들의 동족체를 1 ppm 미만으로 함유하는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 4.

제1항 또는 2항에 있어서, 사용된 수산화나트륨 용액이 100 중량%의 NaOH 함량에 대하여 0.5 중량% 이하의 알칼리 토 금속 또는 이의 동족체 및(또는) 0.5 중량% 이하의 철을 함유하는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 5.

제1항 또는 2항에 있어서, 수산화나트륨 용액 이외의 공급원료인 비스페놀 중 철, 크롬, 니켈, 아연, 칼슘, 마그네슘 및 알루미늄 금속 또는 이들의 동족체의 함량이 2 ppm 이하인 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 6.

제1항 또는 2항에 있어서, 공급원료의 군 중에서 최소한 수산화나트륨 용액을 반응 개시 전에 여과하는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 7.

제2항에 있어서, 2 μm 미만의 공극 크기를 갖는 필터를 최종 여과 단계에서 사용하는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 8.

삭제

청구항 9.

삭제

청구항 10.

삭제

청구항 11.

삭제

청구항 12.

삭제

청구항 13.

삭제

청구항 14.

삭제

청구항 15.

삭제

명세서

기술분야

본 발명은 폴리카보네이트의 제조 방법, 본 방법에 의하여 얻을 수 있는 특히 고순도의 폴리카보네이트 기재 및 폴리카보네이트 기재로부터 제조될 수 있는 성형품에 관한 것이다.

발명의 상세한 설명

폴리카보네이트는 소위 상 계면 공정 (phase boundary process)에 의해 제조되는데, 여기서는 알칼리 금속염 형태의 디히드록시디아릴알칸이 수산화나트륨 용액과 같은 무기 염기 및 폴리카보네이트 산물이 쉽게 녹을 수 있는 유기 용매의 존재하에 비균질상의 포스겐과 반응한다. 반응하는 동안 수상은 유기상에 분산되고, 반응후 폴리카보네이트를 함유하는 유기상은 수성액으로 세척되고, 그 과정에서 특히 전해질이 제거되어야 하며, 이후 세척액이 분리된다 (H. Schnell "Chemistry and Physics of Polycarbonates", Polymer Review, vol. IX p.33 et seq, Interscience Publishers, New York 1964).

폴리카보네이트를 함유하는 용액을 세척하기 위하여 EP-A-264 885는 수성 세척액을 폴리카보네이트 용액과 교반하고 원심분리로 수상을 분리해 내는 것을 제안한다.

일본 특허 출원 JP-A-07 19 67 83은 폴리카보네이트 제조 방법을 기술하고 있는데, 여기서는 유리한 색 특성을 얻기 위하여 사용되는 수산화 나트륨 용액의 철 함량이 2 ppm 미만으로 되어야 한다.

본 발명의 목적은 순수 폴리카보네이트 또는 폴리카보네이트 기재의 제조를 위한 대안적이고 개선된 방법을 제공하는 것 및 낮은 외래 입자 함량을 가진 폴리카보네이트 성형품을 제공하는 것이다.

놀랍게도, 특정 방법이 사용될 경우에 낮은 외래 입자 함량을 가진 폴리카보네이트 및 폴리카보네이트 기재가 얻어질 수 있다는 것이 현재 발견되었다.

따라서, 본 출원은 알칼리 금속염 형태의 디히드록시디아릴알칸을 수산화나트륨 용액 및 유기 용매의 존재하에 비균질상의 포스겐과 반응시키고,

- a) 공급원료 중 철, 크롬, 니켈, 아연, 칼슘, 마그네슘, 알루미늄 금속 또는 이들의 동족체의 함량이 낮고,
- b) 유기 용매를 분리 제거하고,
- c) 생성된 폴리카보네이트를 회수하는 것을 특징으로 하는, 상 계면 공정에 의한 폴리카보네이트 제조 방법을 제공한다.

본 발명에서, 언급된 금속 또는 이의 화학적 동족체의 함량이 낮다는 것은 바람직하게는 2 ppm 이하, 보다 바람직하게는 1 ppm 이하, 특히 바람직하게는 0.5 ppm 이하, 가장 바람직하게는 0.2 ppm 이하의 총 금속량 (특히, 상기 나열된 금속 및 이의 동족체)이 공급원료에 함유되는 것을 의미한다. 알칼리 금속은 상기 제한값으로부터 배제된다.

바람직하게는 공급원료인 수산화나트륨 용액 중 언급된 금속의 함량이 낮아야 한다. 특히, 100 중량% NaOH 함량에 대하여, 수산화나트륨 용액은 각각의 경우 1 ppm 이하, 바람직하게는 0.5 ppm 이하, 보다 바람직하게는 0.3 ppm 이하의 알칼리 토금속 또는 이의 동족체를 함유하여야 한다. 특히 공급원료인 수산화나트륨 용액은, 100 중량% NaOH 함량에 대하여, 1 ppm 이하, 바람직하게는 0.5 ppm 이하, 보다 바람직하게는 0.1 ppm 이하의 철을 함유하여야 한다.

본 발명에 따른 방법에서 수산화나트륨 용액은 바람직하게는 20 내지 55 중량%, 특히 바람직하게는 30 내지 50 중량% 용액으로 사용된다.

상기에서 언급된 제한값을 가지는 수산화나트륨 용액은 문헌으로부터 공지된 막 공정 (membrane process)에 의하여 얻을 수 있다.

바람직한 실시태양에 있어서, 수산화나트륨 용액 이외의 공급원료인 비스페놀, 특히 비스페놀 및 물, 가장 바람직하게는 비스페놀, 물 및 유기 용매 중 금속 함량이 낮고, 특히 철, 크롬, 니켈, 아연, 칼슘, 마그네슘 및 알루미늄 함량이 낮다.

여기에, 소듐 비스페놀레이트 (용액)가 수산화나트륨 용액 및 비스페놀(들)로부터 미리 제조되는 실시태양이 또한 포함된다.

이러한 금속함량이 낮은 공급원료는 바람직한 실시태양에서 용매가 증류되고, 비스페놀이 결정화되고, 바람직하게는 수차례 결정화되거나 또는 증류되고 완전히 탈이온화된 물이 사용되는 절차에 의해 얻을 수 있다.

완전히 탈이온화된 물은 바람직하게는 탈염되고, 탈기되고(되거나), 탈규화된다. 품질 표준은 예를 들어, 전기전도도 (물속에 미량으로 존재하는 염의 이오노겐 물질에 대한 합계 파라미터)이며, 본 발명에 따른 방법에서 완전히 탈이온화된 물은 0.2 $\mu\text{S}/\text{cm}$ (DIN 38404 C 8) 이하의 전기전도도 및 0.02 mg/kg (VGB 3.3.1.1) 이하의 SiO_2 농도로 특징지워진다. 완전히 탈이온된 물에 존재하는 용존산소의 함량은 바람직하게는 1 ppm 미만, 더 바람직하게는 100 ppb 미만이다. 상기 산소 함량은 바람직하게 모든 출발 물질 및 공정 단계에서 측정된다.

더욱 바람직한 실시태양에서는, 공급원료의 군 중에서 최소한 수산화나트륨 용액, 바람직하게는 또한 비스페놀을 추가하여, 특히 바람직하게는 수산화나트륨 용액, 비스페놀 및 물, 가장 바람직하게는 수산화나트륨 용액, 비스페놀, 물 및 유기 용매가 반응이 개시되기 전에 최소한 한번, 바람직하게는 두번, 가장 바람직하게는 단계적으로 세번 여과된다.

본 발명은 또한 알칼리 금속염 형태의 디히드록시디아릴알칸을 수산화나트륨 용액 및 유기 용매의 존재하에 비균질상의 포스젠과 반응시키고,

- a) 공급원료 중 철, 크롬, 니켈, 아연, 칼슘, 마그네슘, 알루미늄 금속 또는 이들의 동족체의 함량이 낮고,
- d) 반응과정에서 형성된 수상을 분리 제거하고, 분리된 유기 폴리카보네이트상을 수성액으로 세척하고,
- e) 세척액으로부터 분리된 세척된 유기 폴리카보네이트상을 가열하고, 임의로 여과한 후, 1회 이상 고온에서 여과하고,
- b) 유기 용매를 분리 제거하고,
- c) 생성된 폴리카보네이트를 회수하는 것을 특징으로 하는, 상 계면 공정에 의한 폴리카보네이트 제조 방법을 제공한다.

바람직한 실시태양에서, 반응 혼합물을 d) 단계 과정에서 반응 직후 여과하고(하거나), 생성된 분리된 유기 폴리카보네이트상을 여과하고(하거나), e) 단계 과정에서 분리된 유기 폴리카보네이트상을 여과한다.

바람직하게는 상기 여과 중에서 2회 이상 수행되고, 특히 3회의 여과 모두가 수행된다.

바람직한 실시태양에서, 특히 고온 여과의 경우에, 여과는 1회 이상, 바람직하게는 2회, 특히 바람직하게는 3회 이상, 특히 단계적으로 이루어진다. 단계적 여과에서는, 거친 필터를 처음에 사용하고, 그 다음에 더 미세한 필터로 교환한다. d) 단계 과정에서 2상 매체 (two-phase media)의 여과는 더 거친 필터로 수행하는 것이 바람직하다.

e) 단계 과정에서는 작은 공극 크기를 가지는 필터가 고온 여과용으로 사용된다. 이를 위하여, 폴리카보네이트상은 가능한 최대 균질성의 용액으로 존재하는 것이 중요하다. 이것은 일반적으로 수성 세척액의 잔류물을 아직 함유하는 유기 폴리카보네이트상을 가열함으로써 달성된다. 세척액이 여기에 용해되고, 투명한 용액이 형성된다. 전에 용해되었던 불순물, 특히 용해된 알칼리 금속염이 석출되고 여과될 수 있다.

상기 방법 이외에, 균질의 용액을 얻기 위하여 공지된 동결 방법 (freezing-out process)이 사용될 수 있다.

본 발명에 따른 여과를 수행하기 위하여 막 필터 및 소결 금속 필터 또는 주머니 필터가 필터로 사용된다. 필터의 공극 크기는 일반적으로 0.01 내지 5 μm 이고, 바람직하게는 0.02 내지 1.5 μm , 보다 바람직하게는 약 0.05 내지 1.0 μm 이다. 이러한 필터는 예를 들어, 폴 GmbH사 (D-63363 Dreieich) 및 크렙스비게 GmbH사 (D-42477 Radevormwald) (SIKA-R CU1AS 형)로부터 구매가능하다.

훨씬 더 양호한 필터 유효 수명은 본 발명에 따른 방법과의 결합에 의해 이루어질 수 있다.

일반적으로 다른 공정 단계의 수행이 공지되어 있다. 예를 들어, 반응 도중 수상이 유기상내에서 유화된다. 그러면 다양한 크기의 액적이 형성된다. 반응후 폴리카보네이트 함유 유기상은 일반적으로 수성액으로 수차례 세척되고, 각 세척 작업후 수상으로부터 가능한 한 멀리 분리된다. 세척은 바람직하게는 매우 미세하게 여과된, 금속 함량이 낮은 물로 실시한다. 중합체 용액은 세척 및 세척액의 분리후에 일반적으로 혼탁하다. 촉매, HCl 또는 H_3PO_4 와 같은 회석된 미네랄산 및 추후의 정제를 위하여 완전히 탈염된 물을 분리하기 위한 수성액이 세척액으로 사용된다. 세척액내의 HCl 또는 H_3PO_4 농도는, 예를 들어, 0.5 내지 1.0 중량%가 될 수 있다. 예를 들어 그리고 바람직하게, 유기상은 5회 세척된다.

유기상으로부터 세척액을 분리하기 위해 사용될 수 있는 상 분리 장치는 대체로 공지된 분리 용기, 상 분리기, 원심분리기 또는 응집기, 또는 이들 장치들의 결합이 있다.

고순도의 폴리카보네이트를 얻기 위하여, 용매는 증발된다. 증발은 몇가지 증발기 단계에서 일어날 수 있다. 본 발명의 더욱 바람직한 실시태양에 따라, 용매 또는 용매의 일부는 분무 건조에 의해 제거될 수 있다. 그러면 고순도의 폴리카보네이트는 분말로서 얻어진다. 동일한 내용이 유기 용액으로부터 침전후 잔류물의 건조에 의해 고순도의 폴리카보네이트를 얻는데 적용된다. 예를 들어, 압출이 잔류 용매의 증발을 위한 적당한 방법이다. 또다른 기술로는 스트랜드 증발 기술 (strand evaporation technology)이 있다.

공급원료로서 바람직하게 사용되어야 할 화합물은 일반 화학식 HO-Z-OH 의 비스페놀이고, 여기서 Z는 1 이상의 방향족기를 함유하는, 6 내지 30개의 탄소 원자를 갖는 유기 라디칼이다. 그러한 화합물의 예는 디히드록시 디페닐, 비스(히드록시페닐) 알칸, 인단 비스페놀, 비스(히드록시페닐) 에테르, 비스(히드록시페닐) 술폰, 비스(히드록시페닐) 케톤 및 α, α' -비스(히드록시페닐) 디이소프로필 벤젠 군에 속하는 비스페놀이다.

전술한 화합물 군에 속하는 특히 바람직한 비스페놀은 2,2-비스(4-히드록시페닐) 프로판 (비스페놀 A/BPA), 테트라알킬 비스페놀 A, 4,4-(메타-페닐렌디이소프로필) 디페놀 (비스페놀 M), 1,1-비스(4-히드록시페닐)-3,3,5-트리메틸 시클로헥산 및 임의로 이의 혼합물이다. 특히 바람직한 코폴리카보네이트는 단량체 비스페놀 A 및 1,1-비스(4-히드록시페닐)-3,3,5-트리메틸 시클로헥산을 기재로 한 것들이다. 본 발명에 따라 사용되어야 할 비스페놀 화합물은 탄산 화합물, 특히 포스젠과 반응시킨다.

폴리에스테르 카보네이트는 이미 언급한 비스페놀, 1 이상의 방향족 디카르복실산 및 임의로 탄산을 반응시킴으로써 얻을 수 있다. 적당한 방향족 디카르복실산은, 예를 들어, 오르쏘프탈산, 테레프탈산, 이소프탈산, 3,3'- 또는 4,4'-디페닐 디카르복실산 및 벤조페논 디카르복실산이다.

본 방법에서 사용된 불활성 유기 용매는, 예를 들어, 디클로로메탄, 다양한 디클로로에탄 및 클로로프로판 화합물, 클로로벤젠 및 클로로톨루엔, 바람직하게는 디클로로메탄 및 디클로로메탄과 클로로벤젠의 혼합물이 사용된다.

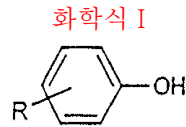
반응은 3차 아민, N-알킬피페리딘 또는 오늄염과 같은 촉매에 의해 가속될 수 있다. 트리부틸아민, 트리에틸아민 및 N-에틸피페리딘이 바람직하게 사용된다. 페놀, 쿠밀 페놀, p-tert.-부틸페놀 또는 4-(1,1,3,3-테트라메틸부틸) 페놀과 같은 단일작용기 페놀이 연쇄 종결제 및 분자량 조절제로서 사용될 수 있다. 예를 들어, 이사틴-비스크레졸이 분지제 (branching agent)로서 사용될 수 있다.

고순도의 폴리카보네이트를 제조하기 위하여, 비스페놀은 수성 알칼리상, 바람직하게는 수산화나트륨 용액에 용해된다. 코폴리카보네이트의 제조에 임의로 필요한 연쇄 종결제는 수성 알칼리상에 비스페놀 몰 당 1.0 내지 20.0 몰%의 양으로 용해되거나, 또는 불활성 유기상의 벌크로 수성 알칼리상에 첨가된다. 포스젠은 남은 반응 성분을 함유하는 믹스내로 통과되고, 중합반응이 수행된다.

임의로 사용될 연쇄 종결제는 모노페놀과 모노카르복실산 모두이다. 적당한 모노페놀은 페놀 그 자체, 크레졸, p-tert.-부틸페놀, p-쿠밀페놀, p-n-옥틸페놀, p-이소-옥틸페놀, p-n-노닐페놀 및 p-이소-노닐페놀과 같은 알킬 페놀, p-클로로페놀, 2,4-디클로로페놀, p-브로모페놀 및 2,4,6-트리브로모페놀과 같은 할로페놀 뿐만 아니라 이의 혼합물이다.

적당한 모노카르복실산은 벤조산, 알킬벤조산 및 할로벤조산이다.

바람직한 연쇄 종결제는 화학식 (I)의 페놀이다.



상기 식에서, R은 수소, tert.-부틸 또는 분지되거나 분지되지 않은 C₈- 및(또는) C₉-알킬 라디칼이다.

바람직한 연쇄 종결제는 페놀 및 p-tert.-부틸페놀이다.

사용될 연쇄 종결제의 양은 각 경우에 사용된 디페놀의 몰수에 대하여 0.1 몰% 내지 5 몰%이다. 연쇄 종결제는 포스겐화 전, 도중 또는 후에 첨가될 수 있다.

분지제는 또한 임의로 반응에 첨가될 수 있다. 바람직한 분지제는 폴리카보네이트 화학에서 공지된 3작용기 또는 3작용기 이상의 화합물이고, 특히 3 이상의 페놀 OH기를 갖는 것들이다.

예로서 및 바람직하게, 분지제는 또한 플로로글루시놀, 4,6-디메틸-2,4,6-트리-(4-히드록시페닐)헵트-2-엔, 4,6-디메틸-2,4,6-트리-(4-히드록시페닐)헵탄, 1,3,5-트리-(4-히드록시페닐)벤젠, 1,1,1-트리-(4-히드록시페닐)에탄, 트리-(4-히드록시페닐)페닐메탄, 2,2-비스[4,4-비스(4-히드록시페닐)시클로헥실]프로판, 2,4-비스(4-히드록시페닐 이소프로필)페놀, 2,6-비스(2-히드록시-5'-메틸벤질)-4-메틸페놀, 2-(4-히드록시페닐)-2-(2,4-디히드록시페닐)프로판, 헥사-(4-(4-히드록시페닐 이소프로필)페닐)오르쏘테레프탈산 에스테르, 테트라-(4-히드록시페닐)메탄, 테트라-(4-(4-히드록시페닐 이소프로필)페놀시)메탄 및 1,4-비스(4',4"-디히드록시트리페닐)메틸)벤젠 및 2,4-디히드록시벤조산, 트리메식산, 염화시아누르 및 3,3-비스(3-메틸-4-히드록시페닐)-2-옥소-2,3-디히드로인돌이다.

임의로 사용되어야 할 분지제의 양은 각 경우에 사용된 디페놀의 몰수에 대하여 0.05 몰% 내지 2 몰%이다.

분지제는 디페놀 및 연쇄 종결제와 함께 수성 알칼리상에 초기부터 도입되거나, 포스겐화 전에 유기 용매내의 용액으로서 첨가될 수 있다.

폴리카보네이트내의 카보네이트기의 일부, 80 몰% 이하, 바람직하게는 20 내지 50 몰%가 방향족 디카르복실산 에스테르기로 치환될 수 있다.

본 발명에 따른 폴리카보네이트는 호모폴리카보네이트 및 코폴리카보네이트와 이의 혼합물 모두가 될 수 있다. 본 발명에 따른 폴리카보네이트는 방향족 폴리에스테르 카보네이트 또는 방향족 폴리에스테르 카보네이트와 혼합물로서 존재하는 폴리카보네이트가 될 수 있다. 폴리카보네이트라는 용어는 본 발명에 따른 방법으로 얻어질 수 있는 폴리카보네이트 기재를 대표적으로 나타낸다.

폴리카보네이트는 12,000 내지 400,000, 바람직하게는 23,000 내지 80,000의, 그리고 특히 24,000 내지 40,000의 평균 분자량 Mw (25 °C, 디클로로메탄 내에서 100 ml 디클로로메탄 당 0.5 g의 폴리카보네이트 농도로 상대 점성도의 측정에 의해 결정됨)을 가진다.

본 발명에 따른 고순도의 폴리카보네이트 기재로부터 제조되는 본 발명에 따른 성형품은 특히, 미니 디스크, 콤팩트 디스크 또는 DVD (digital versatile disk)와 같은 광학 및 자기광학 데이터 저장 매체, 광학 렌즈 및 프리즘, 자동차 및 헤드 램프용 유리 (glazing), 온실용과 같은 다른 유형의 유리, 소위 이중벽 시트 또는 중공 체임버 시트 또는 충실 시트이다. 상기 성형품은 적당한 분자량의 본 발명에 따른 폴리카보네이트를 사용하여 사출성형 공정, 압출 공정 및 압출 취입성형 공정 등에 의해 제조된다.

데이터 캐리어용으로 바람직한 분자량 범위는 12,000 내지 22,000이고, 렌즈 및 유리용은 22,000 내지 32,000이고, 시트 및 중공 체임버 시트의 경우는 28,000 내지 40,000이다. 모든 분자량 데이터는 중량 평균 분자량에 관한 것이다.

본 발명에 따른 성형품은 임의로 표면 처리, 예를 들어 굽힘 방지 코팅을 한다.

광학 렌즈 및 필름 또는 자기광학 데이터 캐리어용 디스크를 제조하기 위하여, 바람직하게는 분자량 12,000 내지 40,000의 본 발명에 따른 폴리카보네이트가 사용되는데, 이는 상기 범위의 분자량을 가진 물질이 열가소성적으로 쉽게 성형될 수 있기 때문이다. 성형품은 사출성형 공정에 의해 제조될 수 있다. 이를 위해서, 수지를 300 내지 400℃ 온도에서 녹이고, 주형은 일반적으로 50 내지 140℃ 온도로 유지한다.

예를 들어, 시트상 데이터 저장 물질을 제조하기 위하여, 본 발명에 따른 고순도의 폴리카보네이트 제품이 이에 적합한 공지된 플라스틱 사출 성형기내에서 사용된다.

필터의 수명을 증가시키는 것 이외에, 본 발명에 따른 방법의 다른 이점은 결과의 폴리카보네이트 기재가 200 μm 압출 필름상에서 측정되는 m² 당 결점이 250 미만, 특히 150 미만의 낮은 수치에 의해 특징지워 진다는 것이다.

하기 실시예는 본 발명을 설명하는 기능을 한다. 본 발명은 실시예로 제한되지 않는다.

실시예

실시예 1

폴리카보네이트를 제조하기 위하여, BPA (BPA는 수산화나트륨 용액과의 용해물로 지속적으로 함께 공급)를 산소를 배제시키고 수산화나트륨 용액에 혼합하였다. 사용된 수산화나트륨 용액은 상이한 농도 및 순도 (표 1 참조)를 가지며, 비스페놀을 용해시키기 위하여 여과되고 완전히 탈이온화된 물로 원래의 수산화나트륨 용액을 6.5% 수산화나트륨 용액으로 희석하였다. 이 소듐 비스페놀레이트 용액을 여과시키고 (0.6 μa 필터) 폴리카보네이트 반응에 사용하였다. 반응후 반응 용액을 1.0 μnom 주머니 필터를 통하여 여과시키고, 세척과정에 제공하였다. 여기서, 0.6% 염산으로 세척하고, 이후 여과되고 완전히 탈이온화된 물로 5회 더 세척하였다. 유기 용액을 수성액으로부터 분리하고, 유기 용액이 55℃ 까지 가열된 후 0.6 μa 필터로 먼저 여과하고, 그 다음 0.2 μa 필터로 여과하였다. 단리후, 폴리-2,2-비스(4-히드록시페닐)프로판 카보네이트가 얻어졌다. 폴리카보네이트는 Mw = 26,000의 평균 분자량을 가진다.

[표 1]

수산화나트륨 용액 품질			
	1	2	3
% NaOH	50	50	32 %
철 (ppm)	0.7	0.46	0.02
칼슘 (ppm)	2.0	0.4	<0.1
마그네슘 (ppm)	0.5	0.2	<0.1
니켈 (ppm)	0.2	0.2	<0.01
크롬 (ppm)	0.4	0.25	<0.01
아연 (ppm)	0.1	0.05	0.06
총 (ppm)	3.9	1.56	<0.3

100% NaOH 내의 농도	1	2	3
철 (ppm)	1.4	0.9	0.06
칼슘 (ppm)	4.0	0.8	<0.3
마그네슘 (ppm)	1.0	0.4	<0.3
니켈 (ppm)	0.4	0.4	<0.03
크롬 (ppm)	0.8	0.5	<0.03

아연 (ppm)	0.2	0.1	0.19
총 (ppm)	7.8	3.1	<0.9

[표 2]

	실험으로부터의 수산화나트륨		
필터 유효 수명	1	2	3
반응전 0.6 μ a 필터	12 h	10 d	30 d
반응후 1.0 μ a 필터	24 h	30 d	> 60 d
최종 필터 1 = 0.6 μ a 필터 최종 필터 2 = 0.2 μ a 필터	12 h	3 d	21 d

실험 1 내지 3으로부터의 수산화나트륨 용액으로 제조된 폴리카보네이트로부터 필름을 압출하고, 이에 대해 하기하는 공지된 방법으로 필름 레이저 스캔 검사를 거치게 하였다.

압출된 필름은 두께가 200 μ m이고, 폭이 60 mm이다. He/Ne 레이저 (0.1 mm의 "스팟 직경")는 폭을 횡단하는 5,000 Hz의 스캔 주파수와 세로 방향으로 5 m/s의 이동 속도로 필름을 스캔하였다. 통과하는 레이저빔 (직경 0.10 mm 부터)의 산란을 일으키는 모든 결점은 광전자증배기에 의해 감지되고, 소프트웨어로 계수되었다. 폴리카보네이트 kg 당 또는 필름 m² 당 광학적 결점의 수는 필름 표면 품질의 척도 및 PC 순도의 척도가 된다.

레이저 스캐너에 의한 압출된 필름의 평가			
	실험으로부터의 수산화나트륨 용액으로 제조된 PC		
표면적(m ²) 당 #	1	2	3
0.10 - 0.30 mm	121	64	23
> 0.30 mm	148	96	35
총	269	160	58