

(由本局填寫)

承辦人代碼：
大類：
I P C分類：

A6
B6

本案已向：

德國(地區) 申請專利，申請日期： 案號： ☒有 ☐無主張優先權
西元 2000 年 8 月 23 日 10052873.2

有關微生物已寄存於： 寄存日期： 寄存號碼：

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

裝訂線

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

五、發明說明 (/)

本發明係有關於一種自聚碳酸酯製造產品的改良方法與依此製得之實際產品。

5 為了藉所謂的相界面法製造聚碳酸酯，二羥基二芳基鏈烷之鹼金屬鹽類在無機鹼如：氫氧化鈉溶液的存在下，以及可溶解聚碳酸酯產品的有機溶劑中與光氣進行異相反應。反應時水相分散於有機相中，反應後含聚碳酸酯之有機相用水溶液加以清洗，主要係洗除電解質，而後分離洗液。

10 在接續的操作中將溶劑去除，最後製得顆粒形態的聚碳酸酯，進一步加工製得產品如：磁性光學物件、特別是雷射可讀之數據儲存器，汽車工業之前照燈鏡片、光學鏡片、聚碳酸酯板、膜等。為了製造這些產品，顆粒狀的材料必須再熔融，而後將熔融物進一步加工如：藉注射模塑或擠壓技術，乃依所欲之產品而定。

15 同樣的，聚碳酸酯可由熔融酯轉換法製造，製造時雙酚在熔融狀態下與二芳基碳酸酯反應釋出羥基芳基，先加工製成顆粒形態，而後必須再熔融以便藉如：注射模塑或擠壓加工予以進一步加工。

20 本發明之目的為藉一種改良的生產方法，以使聚碳酸酯產品之品質達到改善。令人驚訝的是可將聚碳酸酯熔融物直接進行加工，無需先製成顆粒即可達成此目的。當然，其他習用的純化步驟如：過濾仍然可以使用。由於材料所受之熱應力減少，使得產品品質獲得改善。此外，省略額外的操作步驟亦可達到提供一種較簡化而且相對更具效率的

五、發明說明(2)

方法以製造聚碳酸酯產品之目的。

本發明首先提供一種製造聚碳酸酯的方法，其中藉相界面法製得之聚碳酸酯溶液以水溶液加以清洗，將洗液分離後再將溶劑蒸乾，將移除洗液後之有機聚碳酸酯與含殘留洗液的混合物以間接熱交換的方式加熱，以得到透明溶液，並予過濾以分離固體物質，而後

5 A)第一階段係於一個或較多的個別步驟中，將含有 5 至 20 重量%聚合物之溶液濃縮到 60 至 75 重量%，此操作係在溫度 150°C 至 250°C 下，於管殼式熱交換器與薄膜蒸發器或蛇管蒸發器之組合中，或於管殼式熱交換器中進行，每一個案皆有一個下游分離槽，分離槽內的壓力約為 0.1 至 0.4 MPa，以常壓(即約 0.1 MPa)為較佳。

10 B)於次一步驟中，將溶液自 60 至 75 重量%濃縮到至少 95 重量%，特別是 98 至 99.9 重量%。此操作係在溫度 250°C 至 350°C 下，於具有下游分離槽之管殼式熱交換器中進行。管殼式熱交換器含有垂直的、加熱的直式管，可與或不與靜態混合器相結合，熱交換器之內徑為 5 至 30 毫米，以 5 至 15 毫米為較佳，其長度為 0.5 至 4 米，以 1 至 2 米為較佳，以聚合物為基準，通過每支熱交換管之物料量為 0.5 至 10 公斤/小時，以 3 至 7 公斤/小時為較佳。分離槽內的壓力為 0.5 kPa 至 0.1 MPa，特別是 3 kPa 至 0.1 kPa，而以 3 kPa 至 10 kPa 為較佳，

15 20 C)於第三步驟中，將含殘餘溶劑與/或其他揮發性組份之溶液移除，直到溶劑與/或其他揮發性組份為 5 至 500。

五、發明說明(3)

此操作係於溫度 250°C 至 350°C 下，特別是 260°C 至 320°C，特別最佳的是 270°C 至 310°C，最理想為 280°C 至 290°C，係於另外的管殼式熱交換器或擠壓器-蒸發器中進行，管殼式熱交換器為含有垂直的、加熱的直式管，其內徑為 5 至 30 毫米，以 10 至 20 毫米為較佳，其長度為 0.2 至 2 米，以 0.5 至 1 米為較佳，以聚合物為基準，通過每支熱交換管之物料量為 0.5 至 10 公斤/小時，以 3 至 7 公斤/小時為較佳。分離槽內的壓力為 0.05 kPa 至 0.1 Mpa，以 0.1 kPa 至 2 kPa 為較佳，

其熔融物直接用來製造聚碳酸酯產品。

在直接使用熔融物時，於 C 中所示之溫度較為有利，因為這些溫度必然比在最後蒸發步驟最方便使用的擠壓器溫度為低，其結果使產品受到較低的熱應力，而使產品有較佳的品質。省略習用之顆粒材料再熔融步驟可使方法簡化，並使產品遭受較低的熱應力，因此產品的品質獲得改善。

此外，由習知蒸發法製得的聚碳酸酯熔融物如：使用擠壓器-蒸發器亦可直接進一步加工，可任意地冷卻至適合的溫度。以相同方法由熔融酯交換法得到的聚碳酸酯熔融物亦可直接進一步加工，可任意地冷卻至適合的溫度。

A 與 B 所用的蒸發系統為已有商品之裝置，由於步驟 C 需達到其所需溫度，故必須使用特殊的蒸發裝置。依熔融物之加工產品，例如：製造聚碳酸酯板時使用蒸發器即已足夠。適合此目的之管式蒸發器與擠壓器-蒸發器已於未曾發

五、發明說明(4)

表之德國專利申請案號 19957458.8 中作為實例，但並不受其局限。

5 依照本發明，“聚碳酸酯”一詞係同時包括均質聚碳酸酯與共聚碳酸酯及其混合物。依本發明之聚碳酸酯可為芳族聚碳酸酯或聚碳酸酯與芳族聚碳酸酯之混合物，隨後將以“聚碳酸酯”取代前述之聚合物。

10 依本發明之聚碳酸酯係藉所謂之相界面法(H. Schnell, “聚碳酸酯之化學與物性”, Polymer Review, 第 IXS 卷, 第 22 頁起, Interscience 出版社, 1964 年於紐約出版)製得，其中的含聚碳酸酯溶液隨後用清洗液加以清洗，並將洗液分離後再將溶液蒸乾。

此外，聚碳酸酯亦可藉所謂之酯轉換法(D. G. LeGrand 等人, “聚碳酸酯科學與技術手冊”, 第 12 頁起, Marcel Dekker 出版社, 2000 年於紐約州 Basel 出版)製得。

15 由個別製造方法最後得到的熔融物不需緊接著造粒，而可直接進一步加工製成最終的產品。

20 依本發明較適合用作起始化合物者為一般分子式為 HO-Z-OH 之雙酚，其中 Z 為二價有機基團，含有 6 至 30 個碳原子，其中包括一個或多個芳基基團。這些化合物例如為：雙酚，其隸屬於基團包括：二羥基二苯基、雙(二羥基苯基)烷烴、二氫化茛雙酚、雙(羥基苯基)醚、雙(羥基苯基)砜、雙(羥基苯基)酮與 α, α' -雙(羥基苯基)二異丙基苯。

特別較佳者為雙酚，隸屬於前述基團之化合物為：2, 2-雙(4-羥基苯基)丙烷(雙酚-A)、四烷基雙酚-A、4, 4-(間-

五、發明說明(5)

伸苯基二異苯基)二酚(雙酚-M)、1,1-雙(4-羥基苯基)-3,3,5-三甲基環己酮以及其任意混合物。特別較佳的共聚碳酸酯為那些以雙酚-A 單體與 1,1-雙(4-羥基苯基)-3,3,5-三甲基環己烷為基體者。依本發明可使用之雙
5 酚化合物可與羧酸化合物，特別是光氣與二苯基碳酸酯進行反應。

依本發明之聚碳酸酯可藉前述之酚、至少一種芳族二羧酸與任意的羧酸進行反應而獲得。適合的芳族二羧酸如：鄰-酞酸、對-酞酸、異苯二甲酸、3,3'-或 4,4'-二苯基二
10 羧酸與二苯甲酮二羧酸。

製程中使用的惰性有機溶劑以二氯甲烷或二氯乙烷與氯苯之混合物為較佳。

此反應可藉觸媒予以催化，觸媒如：第三胺、N-烷基-六氫吡啶或鎘鹽，而以使用三丁胺、三乙胺與 N-乙基-六
15 氫吡啶為較佳。單官能基酚如：酚、枯基酚、對第三基酚或 4-(1,1,3,3,-四甲基丁基)酚可用作鏈終止劑與莫耳質量控制劑。如：靛紅二甲酚可用作分支劑。

依本發明藉相界面法製造高純度聚碳酸酯時，將雙酚溶於鹼性水相中，以氫氧化鈉溶液為較佳。製造共聚碳酸
20 酯時可任意依需要使用鏈終止劑，使其在鹼性水相中每莫耳雙酚溶解 1.0 至 20.0 莫耳%之量，或以固體形態於惰性有機相中加入，而後將光氣加至含有其他反應組份之混合器中，使進行聚合反應。

聚碳酸酯的一部份碳酸酯基團，最多至 80 莫耳%，以

五、發明說明(6)

20 至 50 莫耳%為較佳，可用芳族二羧酸酯基團取代。

於本發明之進一步發展中，熱塑性聚碳酸酯具有平均分子量 M_w 與低於 $2.5 \cdot 10^4$ 微米/公克之異質顆粒指數。以原子吸收光譜測定時，其鈉含量以少於 30 ppb 為較佳。

5 反應時水相乳化於有機相中，在此過程中形成大小不同的液滴。反應後含有聚碳酸酯之有機相通常用水溶液清洗數次，並於每次清洗後儘量將水相分離。以稀礦酸如：HCl 或 H_3PO_4 作為洗液分離觸媒，並使用脫礦水作進一步的純化。洗液中 HCl 或 H_3PO_4 的濃度可為如：0.5 至 1.0 重量%。

10 可使用理論上已知之分離槽、相離槽、離心機或凝結器或這些裝置之組合作為相分離裝置，以將洗液自有機相移除。

前述 A 至 C 步驟之溶劑必須蒸除以獲得高純度的聚碳酸酯。

15 除了前述之溶液聚碳酸酯法外，亦可使用熔融酯轉換法製造聚碳酸酯熔融物。

20 於熔融酯轉換法中，聚碳酸酯係以兩個步驟製造。起始之第一步驟由芳族二酚、二芳基碳酸酯與觸媒在溫度 80°C 至 320°C 及壓力 1000 毫巴至 0.01 毫巴下合成寡聚碳酸酯，以 1 莫耳雙酚為基準，四級銨化合物與/或磷化合物之加入量為 10^{-4} 至 10^{-8} 莫耳。第一步驟中反應物之熔融發生於溫度 80°C 至 180°C ，以 100°C 至 150°C 為較佳，維持於常壓下至多 5 小時，以 0.25 至 3 小時為較佳，而後加入觸媒並抽真空(1 巴至 0.5 毫巴)，而且提高溫度(至 290°C)將單

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明(7)

5 酚蒸除後可得到寡聚碳酸酯。於第二步驟中，以 1 莫耳雙酚為基準，加入鹼金屬鹽與鹼土金屬鹽，其量在 10^{-4} 至 10^{-8} 莫耳間，於溫度 240°C 至 320°C ，以 260°C 至 300°C 為較佳，壓力於 500 毫巴至 0.01 毫巴下，此寡聚碳酸酯於短時間內 (<3 小時) 即生成聚碳酸酯。

由前面的敘述可得知，進行熔融酯轉換法時未曾使用溶劑，因此不同於溶劑聚碳酸酯法，不需要蒸發器/擠壓器-蒸發器或擠壓器。

10 使用不同方法製得之聚碳酸酯熔融物，其後直接進一步加工製成所欲之產品，無需經過中間步驟如：造粒與再熔融；在此加工步驟之前，當然仍可使用其他的傳統純化步驟如：過濾。

15 這些產品可藉注入模塑、擠壓或澆注(膜)法製得。這些產品包括下列舉例，但不受其侷限，如：溫室鑲嵌玻璃用之聚碳酸酯板、其形式為夾板或雙層板、實心板，磁性光學之資料儲存/微碟、光碟片、DVD、光學鏡片與稜鏡、光纖、汽車的鑲嵌玻璃、前照燈、膜、醫療設備、包裝(如：食物與醫療用品等)、電器外罩與電器用品(如：電腦外罩、手機零件等)、眼鏡之鏡片與鏡架、家用品(如：電器用品如：電熨斗等)、玩具等。

20 本發明方法特別適合製造需要高標準光學特性之產品，亦即透明而且無色，如：溫室與汽車的鑲嵌玻璃、前照燈、磁性光學之資料儲存/微碟、光碟片、DVD、光學鏡片與稜鏡、光纖、眼鏡之鏡片等。

五、發明說明(8)

依本發明方法特別最適合製造溫室與汽車的鑲嵌玻璃與前照燈。

其他特別最適合的用途為製造磁性光學之資料儲存/微碟、光碟片與 DVD。

5 另外特別最適合的用途為製造光學鏡片與稜鏡、光纖與眼鏡之鏡片。

用於製造負載資料之聚碳酸酯，其分子量範圍以 12,000 至 22,000 為較佳，用於鏡片與鑲嵌玻璃者為 22,000 至 32,000，用於實心板與雙層板者為 28,000 至 40,000，

10 所有的分子量資料皆指重量平均莫耳質量。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

四、中文發明摘要（發明之名稱：

自聚碳酸酯製造產品之方法

本發明係有關一種自聚碳酸酯製造產品之方法，其中聚碳酸酯係藉由相界面法或熔融酯交換法獲得，其特徵在於製造聚碳酸酯期間，生成的聚碳酸酯熔融物直接加工製成產品，而不需經過額外的中間步驟。

英文發明摘要（發明之名稱： Process for making products from polycarbonate

The invention relates to a process for making products from polycarbonate, wherein the polycarbonate is obtained by the phase interface process or by the melt transesterification, characterized in that the polycarbonate melt formed during the production of the polycarbonate is processed directly into the products, without an additional intermediate step.

92年1月28日

修正
補充

公 告 本

申請日期	90.8.20
案 號	90120328
類 別	108664/40

專利申請案第 90120328 號
ROC Patent Appln. No. 90120328
中文說明書修正頁 - 附件(一)

Amended Pages of the Chinese Specification - Encl.(I)

(民國 92 年 1 月 28 日送呈)
(Submitted on January 28, 2003)

(以上各欄由本局填註)

發 明 專 利 說 明 書 591052

一、發明 名稱	中 文	自聚碳酸酯製造產品之方法
	英 文	Process for making products from polycarbonate
二、發明 創作人	姓 名	1. 史威勒 (Christoph SCHWEMLER) 2. 艾斯納 (Thomas ELSNER) 3. 休喬根 (Jürgen HEUSER) 4. 柯蒂斯 (Christian KORDS)
	國 籍	1.- 4. 為德國(Germany)
	住、居所	1. 美國德州黎根市克洛斯廣場 2220 號 2220 Crossbrook Court, League City, TX 77573, USA 2. 德國杜斯朵夫城魯德街 8 號 Lüderitzstr. 8, 40595 Düsseldorf, Germany 3. 德國克里夫城敏克路 29a 號 Minkweg 29a, 47803 Krefeld, Germany 4. 德國克里夫城奧柏路 39 號 Am Oberfeld 39, 47829 Krefeld, Germany
三、申請人	姓 名 (名稱)	德商拜耳廠股份有限公司 Bayer Aktiengesellschaft
	國 籍	德國(Germany)
	住、居所 (事務所)	德國利佛可生城拜耳工業區 D 51368 D 51368 Leverkusen, Bayerwerk, Federal Republic of Germany
	代 表 人 姓 名	白羅夫 (Dr. Rolf Braun) 羅勞斯 (Dr. Klaus Reuter)

裝

訂

線

92年1月28日修正
補充

六、申請專利範圍

專利申請案第 90120328 號
ROC Patent Appln. No. 90120328
修正之申請專利範圍中文本-附件(三)
Amended Claims in Chinese - Ecnl. (III)
5 (民國 92 年 1 月 28 日送呈)
(Submitted on January 28, 2003)

- 10 1. 一種自聚碳酸酯製造產品之方法，其中聚碳酸酯係藉由相界面法或熔融酯交換法獲得，其特徵在於製造聚碳酸酯時，生成聚碳酸酯熔融物後直接加工製成產品，無需經過額外的中間步驟。
- 15 2. 根據申請專利範圍第 1 項之方法，其特徵在於製造聚碳酸酯之最後除氣步驟時，係使用一個或數個管殼式蒸發器或擠壓器-蒸發器。
3. 一種製自聚碳酸酯之產品，其特徵在於可根據申請專利範圍第 1 項之方法獲得。
4. 一種製自聚碳酸酯之產品，其特徵在於係根據申請專利範圍第 1 項之方法製造。

20