

227060

2-



227060

MEMORIA DESCRIPTIVA
de una Patente de Invención a nombre de:
FARBENFABRIKEN BAYER AKTIENGESELLSCHAFT,
de nacionalidad alemana, domiciliada en
LEVERKUSEN (Alemania); por: "PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE POLICARBONATOS".

... ..

Por conversión de di-monooxiaril-alcanenos o mezclas de di-monooxiaril-alcanenos con dioxicombinaciones alifáticas, cicloalifáticas o aromáticas, en policarbonatos macromoleculares según la patente española Nº 217.864 y las solicitudes de patente
5 227.058 y 227.059, pueden obtenerse poliesteres macromoleculares del ácido carboxílico de elevado punto de fusión, los cuales pueden a partir de la masa fundida o de disoluciones convertirse en cuerpos moldeados como películas, fibras, cubiertas, lacas, cuerpos vaciados por inyección etc., y los cuales presentan
10 junto con buenas propiedades mecánicas un punto elevado de reblandecimiento, poca fijación de agua y excelentes propiedades eléctricas, poseen una resistencia elevada a las altas temperaturas aun en presencia de aire o de oxígeno y también contra los

227060



agentes químicos, permitiendo además orientarse mediante esti-
15 rado.

Un procedimiento para la producción de estos policarbonatos
consiste en reesterificar las dioxicombinaciones de la clase
citada con diésteres del ácido carboxílico con oxicombinaciones
monofuncionales alifáticas, cicloalifáticas o aromáticas en
20 la masa fundida disociando o separando estas oxicombinaciones
monofuncionales alifáticas, cicloalifáticas o aromáticas. Este
procedimiento que de modo sencillo conduce a productos macromo-
leculares generadores de películas y fibras tiene el inconvenien-
te de que en la reesterificación debe introducirse un exceso
25 del diéster del ácido carboxílico, pues en la práctica solo di-
fícilmente puede evitarse que se pierda una parte del diéster
con la monooxicombinación monofuncional alifática, cicloalifá-
tica o aromática que hay que separar.

Ahora bien, se ha descubierto que este inconveniente puede
30 evitarse empleando para la producción de policarbonatos macro-
moleculares por el procedimiento de reesterificación, carbona-
tos bisalquílicos, cicloalquílicos o arílicos de los di-monooxia-
ril-alcanos solos o en mezcla con las dioxicombinaciones citadas.

Los citados dicarbonatos de los di-monooxiaril-alcanos pue-
35 den obtenerse fácilmente por ejemplo haciendo reaccionar la sal
sódica de un di-monooxiaril-alcano con 2 mol de un éster del
ácido alquil-cicloalquil- o aril-clorocarboxílico. Así por ejem-
plo mediante reacción de la sal sódica del 2,2-(4,4'-dioxidife-
nil)-propano con el éster del ácido fenilclorocarboxílico en
40 medio acuoso alcalino se obtiene con rendimiento prácticamente
cuantitativo el bis-fenil-carbonato del 2,2-(4,4'-dioxidifenil)-
propano con punto de fusión $102 - 104^{\circ}$.



Para llevar a la práctica el procedimiento según el invento se prestan los carbonatos bis-alquílicos por ejemplo los de
45 bis-etilo, propilo o butilo, bis-cicloalquílicos, por ejemplo bis-ciclohexilo y metilciclohexilo y bis-arílicos, por ejemplo bis-fenilo, cresilo-, y ciclohexilfenilo, de los monooxiaril-alcanenos, por ejemplo del 2,2-difenil-(4,4'-difenil)-dicarbonato 7-propano. Pueden también emplearse ésteres mixtos del áci-
50 do bis-carboxílico de los di-monooxiaril-alcanos con oxicombinaciones monofuncionales.

Si se calientan estos carbonatos bis-alquílicos, cicloalquílicos a arílicos de los di-monooxiaril-alcanos, preferentemente a presión reducida, entonces con disociación de ésteres
55 neutros alquílicos, cicloalquílicos o arílicos del ácido oxicarbónico se obtiene un policarbonato de elevado peso molecular. Si las indicadas combinaciones se inician en mezcla con un di-monooxiaril-alcano, entonces en la reesterificación se obtienen también policarbonatos de elevado peso molecular. Si por ejemplo
60 se reesterifica 1 mol del bis-fenilcarbonato del 2,2-(4,4'-dioxidifenil)-propano con 1 mol de 2,2-(4,4'-dioxidifenil)-propano, entonces se obtiene el policarbonato del 2,2-(4,4'-dioxidifenil)-propano con separación de fenol. Este procedimiento tiene la
65 ventaja de que la cantidad separada de fenol por unidad de peso del policarbonato cromado es menor que en los otros procedimientos de reesterificación.

Esta reesterificación se realiza generalmente a temperaturas entre 50 y 350°, preferentemente entre 120 y 280°, y en presencia de un gas indiferente, como nitrógeno, y a presión
70 reducida. Puede acelerarse agregando catalizadores. Ofrece ventajas especiales el empleo de catalizadores básicos en la reesterificación, los cuales preferentemente hacia el final de esta



se neutralizan con sustancias fijadoras de las bases, especialmente sustancias volátiles.

75 Ejemplo 1.

Una mezcla de 46,8 partes en peso del bis-fenilcarbonato del 2,2-(4,4'-dioxidifenil)-propano, 0,008 partes en peso de hidruro cálcico y 0,008 partes en peso de benzoato sódico se funde agitando y bajo nitrógeno. El difenilcarbonato disociado se separa por destilación a 200° bajo una presión de 2 torr. Continuando el caldeo a 280° bajo una presión de 0,2 torr se neutraliza el catalizador alcalino introduciendo 0,05 partes en pesa de sulfato de dimetilo y agitando. Se sigue luego agitando durante otra media hora a 280° y 0,2 torr, eliminándose el exceso de sulfato de dimetilo y se obtiene un policarbonato incoloro, macromolecular, termoplástico, que se reblandece a unos 230° posee un coeficiente K de 52, medido en m-cresol y permite elaborarse a partir de disoluciones por ejemplo en cloruro de metileno, o de la masa fundida en hilos, fibras estirables cuerpos vaciados por inyección etc.

90 Ejemplo 2.

Una mezcla de 38 partes en peso del bis-fenilcarbonato del 2,2-(4,4'-dioxidifenil)-propano, 8 partes en peso del bis-etilcarbonato del 2,2-(4,4'-dioxidifenil)-propano y 0,001 partes en peso de la sal sódica del 2,2-(4,4'-dioxidifenil)-propano se funde bajo atmósfera de nitrógeno y agitando. Los carbonatos neutros disociados se eliminan por destilación a 200° y 5 torr. Siguiendo calentando a 260 - 280° bajo una presión de 0,2 torr, se obtiene una masa fundida muy viscosa, en la que luego para neutralizar el álcali se introducen agitando 0,05 partes en peso del éster fenílico del ácido clorocarboxílico. El exceso



de este éster se elimina agitando durante media hora a 280° y 0,2 torr. La sustancia artificial macromolecular e incolora así obtenida con un punto de reblandecimiento de unos 230° y un
105 coeficiente K de 51, medido en m-cresol, se parece en sus propiedades al producto descrito en el ejemplo 1.

Ejemplo 3.

Una mezcla de 550 partes en peso del bis-fenilcarbonato del 2,2-(4,4'-dioxidifenil)-propano, 228 partes en peso del
110 2,2-(4,4'-dioxidifenil)-propano y 0,015 partes en peso de la sal sódica del 2,2-(4,4'-dioxidifenil)-propano se funde agitando bajo corriente de nitrógeno. A temperaturas entre 150 y 200° se separa por destilación al vacío con trompa neumática el fenol disociado. Después de calentar otras tres horas a 280° a una
115 presión de 0,5 torr se obtiene una masa fundida muy viscosa. Después de terminada la condensación se neutraliza el álcali contenido en el catalizador agregando 0,3 partes en peso de sulfato de dimetilo y el exceso de este sulfato se elimina a vacío elevado. Se obtiene una sustancia artificial cuyas pro-
120 piedades corresponden a las descritas en el ejemplo 1 y la cual permite elaborarse de la masa fundida a temperaturas superiores a 300° sin descomponerse.

- . N O T A . -

Se reivindica como nuevo y de propia invención:

125 1.- Procedimiento para la producción de policarbonatos macromoleculares a base de di-monooxi-aril-alcanenos, por el método de reesterificación, caracterizado porque se calientan carbonatos bis-arílicos, alquílicos o cicloalquílicos de los di-monooxiaril-alcanos solos o en mezcla con di-monooxiaril-
130 alcanenos u otras dioxicombinaciones.



2.- PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE POLICARBONATOS.

Tal como se describe y reivindica en la presente Memoria Descriptiva que consta de seis hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 2 de Marzo de 1.956.

ANTONIO FERNANDEZ PASCUA
F. R.