

AÑO 1.959

Expediente núm.



248993

248993

REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL

PATENTE DE INVENCIÓN

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se acompaña a la solicitud de

una **PATENTE DE** INVENCIÓN por 20 años, en España

a favor de

ERRATA: ERIC BAYER AG, de nacionalidad

Alemania domiciliado en ESSEN (Alemania)

calle de núm.

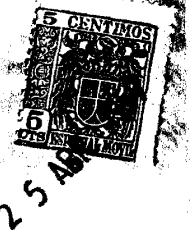
por:

Procedimiento novedoso para la obtención de policar-
bonatos lineales cristalinos"

Nº 14564

Agente Sr. Fermín Candelas.

248993



MEMORIA DESCRIPTIVA
de una Patente de Invención a nombre de:
FARBENFABRIKEN BAYER AKTIENGESELLSCHAFT,
de nacionalidad alemana, domiciliada en
LEVERKUSEN (Alemania); por: "PROCEDIMIEN-
TO MEJORADO PARA LA OBTENCION DE POLICAR-
BONATOS LINEALES CRISTALINOS".-

... ..

5

Los policarbonatos lineales además de por trans-
esterificación con dioxicombinaciones orgánicas de diéste-
res del ácido carbónico en masa fundida, pueden obtenerse
por reacción de dioxicombinaciones orgánicas con fosgeno o
con ésteres del ácido bis-clorocarboxílico de dioxicombinaciones orgánicas en presencia de medios fijadores del ácido y preferentemente, de disolventes orgánicos que disuelvan los policarbonatos. Entonces se originan disoluciones más o menos muy viscosas de los policarbonatos en estos disolventes.

10

En los procedimientos hasta ahora descritos, en los que se trabaja con fosgeno o con ésteres del ácido bis-clorocarboxílico y los citados disolventes inertes, el disolvente se elimina de la disolución viscosa originada, dado el



15 caso después de separarla de otra fase, por ejemplo acuosa,
y por regla general después de separada por lavado con agua
mediante destilación o mediante destilación con vapor de
agua, después de lo cual queda una masa sólida, viscosa,
elástica, o se precipita el policarbonato de la disolución
20 viscosa agregando un disolvente miscible con el primero
pero que no disuelve el policarbonato. Pero el desarrollo
del trabajo en una instalación industrial va acompañado
de dificultades considerables.

Ahora bien se ha descubierto que los policarbonatos poseen en muchos casos, al emplear disolventes adecuados, un tan grande poder de cristalización que se llega a su cristalización partiendo de las disoluciones viscosas cuando estas disoluciones se dejan reposar durante un tiempo suficientemente largo. Entonces las disoluciones se solidifican en masas duras pero desmenuzables que pueden triturarse fácilmente. De los granulados así obtenidos puede el disolvente eliminarse facilísimamente, por ejemplo mediante caldeo en un aparato secador o mediante caldeo en agua o en disolventes que no lo disuelvan.

35 El procedimiento mejorado según el invento para la obtención de policarbonatos lineales cristalizados mediante reacción de dioxicombinaciones orgánicas con fosgeno o con ésteres del ácido bis-clorocarboxílico de dioxicombinaciones orgánicas en presencia de medios que fijen el ácido y de disolventes orgánicos inertes que disuelvan los policarbonatos, consiste según esto en emplear disolventes
40 de los que los policarbonatos se separen cristalinos, en hacer reposar las disoluciones de los policarbonatos viscosas primeramente obtenidas en disolventes dado el caso



25 AB

45 después de aislar, lavar y concentrar las mismas, hasta que mediante cristalización de los policarbonatos se conviertan en masas duras, pero desmenuzables, en triturar estas masas y en eliminar de las mismas el o los disolventes.

50 Los policarbonatos para cuya obtención ventajosamente puede emplearse el presente invento son por ejemplo los derivados de dioxicombinaciones aromáticas, por ejemplo resorcinas, hidroquinona, dioxidifenilo y particularmente los de dioxidiarilalcanos y -cicloalcanos, por ejemplo
55 2,2-(4,4'-dioxidifenil)-propano, 2,2-(4,4'-dioxidifenil)-butano o -pentano o -hexano, 1,1-(4,4'-dioxidifenil)-etano o -butano o -isobutano o -ciclohexano, 2,2-(4,4'-dioxi-3,3'-
60 dimetildifenil)-propano, 2,2-(4,4'-dioxi-3,3', 5,5'-tetraclorodifenil)-propano, y además los obtenidos de otras dioxicombinaciones aromáticas polinucleares, como 4,4'-dioxi-
65 difenilsulfona, sulfuro de 4,4'-dioxidifenilo o sulfóxido de 4,4'-dioxidifenilo, éter 4,4'-dioxidifenílico; y además los de las mezclas de los indicados dioxidiarilalcanos o de las mezclas de otras dioxicombinaciones mono o binucleares con otras dioxicombinaciones aromáticas o alifáticas.

65 Los disolventes de la clase que se ha de emplear son por ejemplo el cloruro de metileno, cloroformo, cloruro de etileno, clorobenzol, benzol, toluol, xilol, acetato de etilo o de butilo, acetato del éter glicolmonomético o etílico, éter dibutílico y anisol. Mediante ensayos sencillos
70 pueden determinarse fácilmente los disolventes en cada caso adecuado.



- 4 - 248993

75 Si por ejemplo el policarbonato se obtiene de 2,2-(4,4'-dioxidifenil)-propano en presencia de cloruro de metileno y de lejía de sosa cáustica introduciendo una corriente de fosgeno, entonces se obtiene una disolución viscosa del policarbonato, de la que por lavado puede separarse el alcalí y las sales. La masa altamente viscosa y parecida a una pasta y completamente plástica después del lavado, se torna sólida por reposo a la temperatura del local y después de 8 a 10
80 horas a concentración adecuada se solidifica en una masa sólida desmenuzable, que puede luego triturarse en un granulado que permite por caldeo eliminar el disolvente, sin que se licue o se conglutine.

85 Por el contrario, el policarbonato de 2,2-(4,4'-dioxi-3,3', 5,5'-tetraclorodifenil)-propano disuelto en cloruro de metileno solo presenta pequeña tendencia a cristalizar. Pero si como disolvente se emplea toluol, entonces también se obtiene por cristalización una masa dura que puede elaborarse en granulado.

90 La tendencia de los policarbonatos disueltos a la cristalización crece al aumentar la concentración de los policarbonatos en la disolución. El límite de la concentración viene señalado por la viscosidad de la disolución, a la que no es ya posible la elaboración con los aparatos usuales. Como
95 la viscosidad de la disolución desciende fuertemente al aumentar la temperatura, conviene muchas veces realizar temporalmente las operaciones anteriores a la cristalización, a temperaturas más elevadas para poder trabajar con concentraciones más altas en policarbonatos.



254

100

También dado el caso se puede incorporar a la disolución lavada una pequeña cantidad de un disolvente que no disuelva o como ya se ha indicado, evaporar, una porción del disolvente, dado el caso a temperaturas más altas y/o al vacío, para acelerar la cristalización.

105

Ejemplo 1.-

La disolución del policarbonato, muy viscosa y análoga a una masa obtenida por reacción de 137,5 g de 2,2-(4,4'-dioxidifenil)-propano con fosgeno en lejía de sosa cáustica y 330 g de cloruro de metileno como disolvente, se lava con agua hasta eliminación del electrolito. La masa primero todavía plástica se solidifica en el curso de 6 a 8 horas en un producto duro que se tritura en una máquina de cortar y por caldeo en agua y agitando se libera del disolvente. El material todavía humedecido con agua se separa por aspiración y luego se seca.

110

115

Ejemplo 2.-

La disolución altamente viscosa del policarbonato obtenida por reacción de 123,8 g de 2,2-(4,4'-dioxidifenil)-propano (90 mol %) y 14,6 g de 2,2-(4,4'-dioxidifenil)-butano (10 mol %) con fosgeno de lejía de sosa cáustica y 330 g de cloruro de metileno, se lava con agua hasta eliminación del electrolito. La pasta obtenida se solidifica en 8 a 10 horas en una masa dura, demanuzable que se tritura y se priva del disolvente como se ha descrito en el ejemplo 1 y se seca.

120

125

Ejemplo 3.-

La disolución del policarbonato altamente viscosa,



25 APR

130 obtenida por reacción de 123,8 g de 2,2-(4,4'-dioxidifenil)-propano (90 mol %) y 11,2 g de 4,4-dioxidifenilo (10 mol%) con fosgeno en lejía de sosa cáustica y 330 g de cloruro de metileno, se lava con agua hasta eliminación del electrolito, la disolución viscosa completamente plástica se transforma después de 4 a 6 horas en una masa dura, desmenuzable que se tritura se priva del disolvente y se seca como se ha descrito en el ejemplo 1.

Ejemplo 4.-

135 La disolución altamente viscosa del policarbonato, obtenida por reacción de 178,6 g de 2,2-(4,4'-dioxi-3,3', 5,5'-tetraclorodifenil)-propano con 71,6 g de fosgeno en lejía de sosa cáustica y 330 g de toluol por lavado con agua en la amasadora se priva del electrolito. La disolución lavada se
140 solidifica en 12 a 14 horas en una masa oscura opaca, que se tritura. El granulado obtenido se seca en un armario secador, elevando poco a poco la temperatura desde la temperatura del local a 120°.

. - . N O T A . - .

Se reivindica como nuevo y de propia invención:

145 1.- Procedimiento mejorado para la obtención de policarbonatos lineales cristalinos mediante reacción de dioxicombinaciones orgánicas con fosgeno o con ésteres del ácido bis-clorocarboxílico de dioxicombinaciones orgánicas en presencia de medios fijadores del ácido y de disolventes orgánicos inertes que disuelven los policarbonatos,
150 caracterizado porque se emplean disolventes, de los que los policarbonatos se separan cristalizados porque las disoluciones viscosas primeramente obtenidas de



248993

- 7 -

25 ABR

155 los policarbonatos en tales disolventes, se dejan reposar
dado el caso después de aislarlas, lavarlas y concentrar-
las, hasta que por cristalización de los policarbonatos se
convierten en masas duras pero desmenuzables, éstas se
trituran y de ellas se separan el o los disolventes.

160 2.- PROCEDIMIENTO MEJORADO PARA LA OBTENCION
DE POLICARBONATOS LINEALES CRISTALINOS=.

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

Madrid. 25 ABR. 1959

Carlos Juncos