

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 369 326**

51 Int. Cl.:
C08G 64/24 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 96 Número de solicitud europea: **09002488 .6**
96 Fecha de presentación: **21.02.2009**
97 Número de publicación de la solicitud: **2098553**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **09.09.2009**

54 Título: **PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACIÓN DE POLICARBONATO SEGÚN EL PROCEDIMIENTO DE INTERFASE.**

30 Prioridad:
05.03.2008 DE 102008012613

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
29.11.2011

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
29.11.2011

73 Titular/es:
**BAYER MATERIALSCIENCE AG
DOERPERHOFSTRASSE 31
47800 KREFELD, DE**

72 Inventor/es:
**Ebert, Wolfgang, Dr.;
Kords, Christian;
Bachmann, Rolf, Dr.;
Obendorf, Lars, Dr.;
Eynde, Johan Vanden;
Ruytinx, Bert y
Seeba, Johann, Dr.**

74 Agente: **Carpintero López, Mario**

ES 2 369 326 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Procedimiento para la preparación de policarbonato según el procedimiento de interfase

La presente invención se refiere a un procedimiento continuo eficaz para la preparación de policarbonato según el procedimiento de interfase de fases, así como al uso de un dispersante especial para la mezcla de la fase orgánica y acuosa en este procedimiento.

La preparación de policarbonato según el procedimiento de interfase de fases ya fue descrito por Schnell, "Chemistry and Physics of Polycarbonates", Polymer Reviews, Volumen 9, Interscience Publishers, New York, London, Sydney 1964, p. 33-70; D.C. Prevorsek, B.T. Debona e Y. Kesten, Corporate Research Center, Allied Chemical Corporation, Morristown, New Jersey 07960: "Synthesis of Poly(ester carbonate) Copolymers" en Journal of Polymer Science, Polymer Chemistry Edition, Vol. 18, (1980); p. 75-90, D. Freitag, U. Grigo, P. R. Müller, N. Nouvertne', BAYER AG, "Polycarbonates" en Encyclopedia of Polymer Science and Engineering, Volumen 1 1, Second Edition, 1988, p. 651-692 y finalmente Dres. U. Grigo, K. Kircher y P. R. Müller "Polycarbonate" en Becker/Braun, Kunststoff-Handbuch, Volumen 3/1, Polycarbonate, Polyacetale, Polyester, Celluloseester, Carl Hanser Verlag München, Viena 1992, p. 118-145.

Además, también en los documentos EP-A 0 517 044 o EP-A 520 272, se describe el procedimiento de interfase de fases para la preparación de policarbonato.

Para la preparación de policarbonato según el procedimiento de interfase de fases, se realiza la fosgenación de una sal disódica de un bisfenol o de una mezcla de distintos bisfenoles de una solución o suspensión acuosa alcalina en presencia de un disolvente orgánico inerte o mezcla de disolventes que, además de la fase acuosa, forma una segunda fase orgánica. Los oligocarbonatos generados, existentes principalmente en la fase orgánica, se condensan con ayuda de catalizadores apropiados en policarbonatos de alto peso molecular disueltos en la fase orgánica, pudiendo controlar el peso molecular por interruptores de cadena apropiados (fenoles monofuncionales). La fase orgánica se separa finalmente y el policarbonato se aísla por medio de distintas etapas de elaboración.

Los procedimientos continuos para la preparación de condensados usando fosgeno -por ejemplo, la preparación de policarbonatos aromáticos, o poliester carbonatos o sus oligómeros- según el procedimiento de interfase de dos fases tienen la desventaja, en general, de que se debe aplicar más fosgeno para acelerar la reacción y/o mejorar la separación de fases que lo necesario para el equilibrio del producto. El exceso de fosgeno se degrada luego en la síntesis en forma de subproductos -por ejemplo, cloruro de sodio adicional o compuestos de carbonato alcalino-. Típicamente, para el procedimiento continuo de interfase de dos fases para la preparación de policarbonatos aromáticos se usan según el estado de la técnica excesos de fosgeno de un 20% en moles referido al difenolato añadido (comp. D. Freitag, U. Grigo, P. R. Müller, N. Nouvertne', BAYER AG, "Polycarbonates" en Encyclopedia of Polymer Science and Engineering, Volumen 1 1, Second Edition, 1988, p. 651-692).

En una reducción del exceso de fosgeno, se producen efectos secundarios no deseados como una mala separación de la dispersión después de la última etapa de reacción, y, con ello, elevados contenidos de agua en la solución orgánica o bien mayores contenidos de monómeros residuales o interruptores de cadena en las aguas residuales. En la literatura, se tratan diversos métodos de reducción del exceso de fosgeno.

Del documento DE-A 2 725 967, se desprende la enseñanza de que, para el rendimiento de fosgeno de un procedimiento, es ventajoso colocar la fase acuosa y orgánica que contiene fosgeno primero en un tubo y luego introducirla en un reactor de tipo tanque. El tiempo de permanencia en este tubo debería ser de entre 0,5 y 15 segundos. EL exceso de fosgeno de la reacción es de más del 10 % en moles. Este exceso de fosgeno reducido requiere una relación de fases desfavorable de fase orgánica (es decir, aceite) a agua para lograr, después de terminada la reacción, una separación efectiva de ambas fases. Además, es desventajoso el tiempo de permanencia relativamente alto para la fosgenación.

Del documento EP-A-304 691, se conoce ya un procedimiento de interfase de fases continuo para la preparación de policarbonatos. En este caso, se reúne una fase acuosa de difenoles y la cantidad justamente necesaria de hidróxido alcalino con una fase orgánica con fosgeno en un tubo usando una mezcladora estática. El exceso de fosgeno es muy elevado con 20 al 100 % en moles y el tiempo de permanencia en el tubo de reacción para la primera etapa de reacción es de 10 a 75 s. Con este procedimiento, se pueden producir únicamente prepolímeros con un peso molecular de 4000 a 12000 g/mol.

El documento EP 0 517 044 A2 describe la reducción del exceso de fosgeno por medio de una tobera anular y un tubo de flujo, en donde justamente se usa tanta soda cáustica que queda BPA sin disolver. Esta forma de proceder requiere una costosa regulación con una medición de los grupos de éster de ácido clorocarbónico por medio de cristal ATR y una posterior dosificación regulada de soda cáustica para evitar una hiperacidificación de la solución de reacción. Además, esta reacción requiere una relación de fases de aceite a agua, de modo que se forma una dispersión de agua en aceite (relación de fases aceite / agua mayor que 1). El tiempo de permanencia en el tubo de flujo es de al menos varios segundos.

Del documento EP 0 520 272 B1, se desprende que se pueda lograr un menor exceso de fosgeno por separación de la corriente de solución de BPA. En este caso, se mezcla a través de una tobera una parte de la solución de BPA con la solución de fosgeno, de modo que en esta etapa se usa un exceso de fosgeno de al menos el 20 % en moles. La mezcla reacciona luego en un tubo de flujo con un tiempo mínimo de residencia de 3 s. También aquí se exige que la dispersión sea una dispersión de agua en aceite. La ventaja del procedimiento consiste, por ejemplo, en el gran gasto de dosificación de una segunda corriente de BPA.

Una reducción del exceso de fosgeno en la preparación de policarbonato por medio del procedimiento de interfase de fases sólo se podía –siempre que fuera posible– lograr hasta ahora únicamente con relaciones de fases desfavorables para la posterior separación de ambas fases, dosificación costosa o técnica de regulación o largos tiempos de espera de los reactivos en los dispositivos de reacción.

Una reducción del exceso de fosgeno en la preparación de policarbonato por medio de un procedimiento de interfase de fases es importante cuando tal procedimiento tiene una pérdida de fosgeno por destrucción posterior del exceso claramente menor y además se producen menores cantidades de subproductos también por esta destrucción. Por ello, se requería un procedimiento para la preparación de policarbonato por medio de un procedimiento de interfase de fases, en el que se pudiese reducir el exceso de fosgeno sin que fuesen necesarias las desventajosas medidas previamente mencionadas del estado de la técnica.

Conforme a ello, la presente invención tenía por objetivo proporcionar un procedimiento de este tipo en el que se pudiera trabajar con un exceso de fosgeno lo más reducido posible, y en el que se no se presentasen las desventajas del estado de la técnica. En especial, un procedimiento de este tipo debería permitir una separación posterior eficaz de las dos fases.

Sorprendentemente se halló que un procedimiento para la preparación de policarbonato por medio de un procedimiento de interfase de fases, en el que se mezclan la fase acuosa y la fase orgánica antes de la reacción por medio de un dispersante y se realiza la etapa de fosgenación con un tiempo de permanencia de menos de 0,5 s, permite la reducción del exceso de fosgeno respecto de la suma de los dihidroxidiarilalcanos usados al 15 % en moles o menos, con preferencia 13 % en moles o menos, con preferencia especial, 10 % en moles o menos.

En este procedimiento, no se requiere una dosificación costosa por medio de dos corrientes de difenol ni una técnica de regulación costosa. El procedimiento tiene, debido al tiempo de permanencia extremadamente corto del fosgeno en el dispositivo de reacción, la ventaja de que el fosgeno reacciona en corto tiempo y el exceso reducido residual se puede llevar a la destrucción claramente más rápido. Esto tiene ventajas tanto desde un punto de vista de la técnica de seguridad como desde un punto de vista económico, ya que la manipulación del fosgeno tóxico está considerablemente limitada en tiempo, la pérdida del fosgeno que no haya reaccionado, es decir, añadido en exceso, así como la producción de subproductos de la destrucción del último están reducidas.

Por ello, es objeto de la presente invención un procedimiento para la preparación continua de policarbonatos con pesos moleculares medios en peso M_w de 15000 – 200000 g/mol según el procedimiento de interfase de fases a partir de al menos un dihidroxidiarilalcano, fosgeno y por lo menos un catalizador eventualmente en presencia por lo menos un interruptor de cadena y/o ramificador, caracterizado porque

(a) se genera una mezcla de la fase orgánica y acuosa, dispersando en un dispersor de forma continua la fase orgánica en la fase acuosa o la fase acuosa en la fase orgánica, en donde la fase orgánica contiene por lo menos un disolvente apropiado para el policarbonato y contiene el fosgeno parcial o totalmente y la fase acuosa contiene el o los dihidroxidiarilalcanos, agua y lejía alcalina, en donde se añaden entre 1,5 moles y 2,5 moles de lejía alcalina por mol de dihidroxidiarilalcano,

(b) a continuación se hace reaccionar la mezcla en un reactor con un tiempo de permanencia de menos de 0,5 s,

(c) a continuación se sigue haciendo reaccionar la mezcla de reacción con adición de más lejía alcalina y eventualmente interruptor(es) de cadena en otro reactor y

(d) a continuación se realiza una posterior condensación por adición de más lejía alcalina, eventualmente interruptor(es) de cadena y por lo menos un catalizador en por lo menos otro reactor.

En la dispersión de la fase orgánica en la fase acuosa o la fase acuosa en la fase orgánica por medio del dispersor, se puede generar una dispersión de aceite en agua o de agua en aceite, en donde por aceite se ha de entender la fase orgánica. Con preferencia, en la dispersión se genera una dispersión de aceite en agua. Con preferencia, por medio del dispersor se dispersa de forma continua la fase orgánica en la fase acuosa.

De acuerdo con la definición, en el caso de una dispersión de aceite en agua se trata de aquella en la que el agua forma la fase externa (continua) y el aceite forma la fase interna (dispersada), es decir, gotitas de aceite en agua están distribuidas en agua. En el caso de una dispersión de agua en aceite, se trata en consecuencia de aquella en la que el aceite forma la fase externa y el agua forma la fase interna.

La fase orgánica puede contener el fosgeno necesario antes de la dispersión ya total o parcialmente. Con preferencia, la fase orgánica contiene ya antes de la dispersión todo el fosgeno necesario incluso del exceso de fosgeno utilizado.

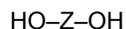
- 5 La incorporación del fosgeno en la fase orgánica se puede realizar en forma gaseosa o líquida. El exceso utilizado de fosgeno, respecto de la suma de los dihidroxidiarilalcanos utilizados es con preferencia únicamente del 15 % en moles o menos, con preferencia especial, del 13 % en moles o menos, con preferencia muy especial, del 10 % en moles o menos. Con preferencia, el exceso usado de fosgeno, referido a la suma de los dihidroxidiarilalcanos usados es de entre el 3 y el 15 % en moles, con preferencia de entre el 3 y el 13 % en moles, con preferencia muy especial, de entre el 5 y el 10 % en moles.
- 10 El valor del pH de la fase acuosa se debe mantener durante la eventualmente única o múltiple dosificación posterior de lejía alcalina durante y después de la dosificación de fosgeno en el intervalo alcalino preferentemente entre 8,5 y 12, mientras que después de la adición del catalizador debería ser de entre 10 y 14. Eventualmente, la dosificación posterior de la lejía alcalina también se puede realizar en forma de una correspondiente dosificación posterior de solución de dihidroxidiarilalcano en lejía alcalina.
- 15 La dosificación de fosgeno se realiza antes de la mezcla con la fase acuosa en forma total o parcial directamente en la fase orgánica. Eventuales cantidades parciales de fosgeno también se pueden dosificar en la dispersión antes de la dispersión en la fase acuosa o también después de la dispersión. Además, el fosgeno se puede dosificar total o parcialmente en una corriente parcial realimentada de la mezcla de síntesis de ambas fases, en donde esta corriente parcial se retorna con preferencia antes de la adición del catalizador. En otra forma de realización, se mezcla la fase acuosa descrita con la fase orgánica que contiene el fosgeno y luego después de un tiempo de permanencia de menos de 5 segundos se añade a la corriente parcial retornada antes mencionada o las dos fases, la fase acuosa descrita con la fase orgánica que contiene el fosgeno se mezclan directamente en la corriente parcial retornada antes mencionada. Con preferencia especial, la dosificación de fosgeno completa se realiza antes de la mezcla con la fase acuosa directamente en la fase orgánica. En todas estas formas de realización, se deben tener en cuenta los intervalos de valores pH antes descritos y eventualmente conservar por única o múltiple dosificación posterior de sosa cáustica o correspondiente dosificación posterior de solución de bisfenolato. Asimismo, el intervalo de temperaturas se debe mantener eventualmente por enfriamiento o dilución.
- 20
- 25

La fase orgánica puede estar compuesta por uno o por mezclas de varios disolventes. Los disolventes apropiados son hidrocarburos clorados aromáticos y/o alifáticos, con preferencia diclorometano, tricloroetileno, 1,1,1-tricloroetano, 1,1,2-tricloroetano y clorobenceno y sus mezclas. Sin embargo, también se pueden usar hidrocarburos aromáticos tales como benceno, tolueno, m-/p-/o-xileno o éteres aromáticos tales como anisol solo, en mezcla o adicionalmente o en mezcla con hidrocarburos clorados, se prefieren diclorometano y clorobenceno y sus mezclas. Otra forma de realización de la síntesis utiliza disolventes que no disuelven policarbonato sino que sólo lo hinchan. Por ello, también se pueden usar no disolventes para policarbonatos en combinación con disolventes, donde entonces también como disolventes se pueden usar disolventes solubles en la fase acuosa tales como tetrahidrofurano, 1,3- o 1,4-dioxano o 1,3-dioxolano, si el par disolvente conforma la segunda fase orgánica.

30

35

Los dihidroxidiarilalcanos apropiados –previa y posteriormente mencionados, por ejemplo, como difenol– son aquellos de la fórmula general,



- 40 en donde Z es un resto orgánico divalente con 6 a 30 átomos de carbono, que contiene uno o varios grupos aromáticos. Los ejemplos de tales compuestos que se pueden usar en el procedimiento según la invención son dihidroxidiarilalcanos tales como hidroquinona, resorcina, dihidroxdifenilo, bis-(hidroxifenil)-alcanos, bis(hidroxifenil)-cicloalcanos, bis-(hidroxifenil)-sulfuros, bis-(hidroxifenil)-éter, bis-(hidroxifenil)-cetonas, bis-(hidroxifenil)-sulfonas, bis-(hidroxifenil)-sulfóxidos, α, α' -bis-(hidroxifenil)-diisopropilbencenos, así como sus compuestos alquilados, de núcleo alquilado y de núcleo halogenado.
- 45

Los dihidroxidiarilalcanos preferidos son 4,4'-dihidroxdifenilo, 2,2-bis-(4-hidroxifenil)-1-fenil-propano, 1,1-bis-(4-hidroxifenil)-fenil-etano, 2,2-bis-(4-hidroxifenil)propano (bisfenol A (BPA)), 2,4-bis-(4-hidroxifenil)-2-metilbutano, 1,3-bis-[2-(4-hidroxifenil)-2-propil]benceno (bisfenol M), 2,2-bis-(3-metil-4-hidroxifenil)-propano, bis-(3,5-dimetil-4-hidroxifenil)-metano, 2,2-bis-(3,5-dimetil-4-hidroxifenil)-propano, bis-(3,5-dimetil-4-hidroxifenil)-sulfona, 2,4-bis-(3,5-dimetil-4-hidroxifenil)-2-metilbutano, 1,3-bis-[2-(3,5-dimetil-4-hidroxifenil)-2-propil]-benceno, 1,1-bis-(4-hidroxifenil)-ciclohexina y 1,1-bis-(4-hidroxifenil)-3,3,5-trimetilciclohexano (bisfenol TMC).

50

Los dihidroxidiarilalcanos de especial preferencia son 4,4'-dihidroxdifenilo, 1,1-bis-(4-hidroxifenil)-feniletano, 2,2-bis-(4-hidroxifenil)-propano (bisfenol A (BPA)), 2,2-bis(3,5-dimetil-4-hidroxifenil)-propano, 1,1-bis-(4-hidroxifenil)-ciclohexano y 1,1-bis-(4-hidroxifenil)-3,3,5-trimetilciclohexano (bisfenol TMC).

- 55 Este y otros dihidroxidiarilalcanos apropiados se describen, por ejemplo, en los documentos US-A 2.999.835, US-A 3.148.172 US-A 2.991.273, US-A 3 271 367, US-A 4.982.014 y US-A 2.999.846, en las publicaciones alemanas DE-A 1 570 703, DE-A 2 063 050, DE-A 2 036 052, DE-A 2 211 956 y DE-A 3 832 396, la patente francesa FR-A 1 561 518, en la monografía de H. Schnell, Chemistry and Physics of Polycarbonates, Interscience Publishers, New

York 1964, p. 28ff; S.102ff y de D.G. Legrand, J.T. Bendler, Handbook of Polycarbonate Science and Technology, Marcel Dekker New York 2000, p. 72ff.

En el caso de la preparación de homopolicarbonatos según la invención, se usa sólo un dihidroxidiarilalcano, en el caso de la preparación de copolicarbonatos según la invención se usan varios dihidroxidiarilalcanos, en donde de hecho se pueden contaminar los dihidroxidiarilalcanos usados como también todos los demás productos químicos y excipientes añadidos a la síntesis con las impurezas provenientes de su propia síntesis, manipulación y almacenamiento, a pesar de que es deseable trabajar con materias primas lo más limpias posibles.

Por lejía alcalina se entiende en el marco de la invención preferentemente soda cáustica, potasa cáustica o mezclas de ellas, con preferencia especial, soda cáustica.

La fase acuosa en el procedimiento de interfase de fases para preparar el policarbonato contiene lejía alcalina, uno o varios dihidroxidiarilalcanos y agua, en donde la concentración de esta solución acuosa respecto de la suma de los dihidroxidiarilalcanos, no como sal alcalina sino como dihidroxidiarilalcano libre, es con preferencia de entre 1 y 30 % en peso, con preferencia especial, de entre 3 y 25 % en peso, con preferencia muy especial, de entre 8 y 17 % en peso referido al peso total de la fase acuosa. La fase orgánica en el procedimiento de interfase de fases para preparar el policarbonato contiene preferentemente 12 a 22 % en peso de policarbonatos con un M_w mayor que 45000, referido al peso total de la fase orgánica, y preferentemente de 12 a 40 % en peso, con preferencia especial, de 15 a 30 % en peso de policarbonatos con un M_w de 45000 o menos, referido al peso total de la fase orgánica. En este caso, con mayores concentraciones puede ser necesario atemperar las soluciones. El hidróxido alcalino utilizado para la solución de los dihidroxidiarilalcanos, por ejemplo, hidróxido de sodio o de potasio, se puede usar sólido o como correspondiente lejía alcalina acuosa. La concentración de la lejía alcalina se rige por la concentración blanco de la solución pretendida de dihidroxidiarilalcano, pero por lo general es de entre 5 y 25 % en peso, con preferencia de 5 y 10 % en peso referido a la lejía alcalina al 100%, o se elige de forma concentrada y luego se diluye con agua. En el procedimiento con posterior dilución, se usan lejías alcalinas con concentraciones de entre 15 y 75 % en peso, con preferencia de entre 25 y 55 % en peso, eventualmente calentadas. El contenido de álcali por mol de dihidroxidiarilalcano depende de la estructura del dihidroxidiarilalcano, pero, por lo general, se mueve de 1,5 moles de álcali / mol de dihidroxidiarilalcano a 2,5 moles de álcali / mol de dihidroxidiarilalcano, con preferencia de 1,8 a 2,2 moles de álcali / mol de dihidroxidiarilalcano y en el caso de especial preferencia, usando bisfenol A como único dihidroxidiarilalcano, de 1,85 a 2,15 moles de álcali. Si se usan más de un dihidroxidiarilalcano, entonces se pueden disolver juntos. Como la solubilidad de los dihidroxidiarilalcanos depende mucho de la cantidad de álcali utilizada, puede ser ventajoso, en lugar de una solución con dos dihidroxidiarilalcanos, tener mejor dos soluciones con un dihidroxidiarilalcano disuelto en una lejía alcalina apropiada que luego se dosifica por separado, de modo tal que se produzca la correcta relación de mezcla. Además, puede ser ventajoso disolver o los dihidroxidiarilalcanos no en lejía alcalina sino en solución de dihidroxidiarilalcano diluida provista de álcali adicional. Los procesos de solución pueden provenir de dihidroxidiarilalcanos sólidos, mayormente en escamas o en forma granulada o también de dihidroxidiarilalcanos fundidos. El hidróxido alcalino empleado o bien la lejía alcalina se puede haber preparado en el caso de hidróxido de sodio o soda cáustica, por ejemplo, según el procedimiento de amalgama o el procedimiento de membrana mencionado. Ambos procedimientos se usan desde hace mucho tiempo y son habituales para el experto. Con preferencia, en el caso de la soda cáustica, se usan aquellos preparados según el procedimiento de membrana.

En una solución acuosa de este tipo y/o la fase acuosa, el o los dihidroxidiarilalcanos están presentes total o parcialmente en forma de las correspondientes sales alcalinas o bien sales dialcalinas.

Una dosificación eventualmente practicada de dihidroxidiarilalcanos se puede realizar después o durante la introducción de fosgeno hasta que haya fosgeno o sus productos de reacción directos, los ésteres de ácido clorocarbónico, en la solución de reacción.

Como catalizadores para el procedimiento según la invención son apropiados preferentemente aminas terciarias tales como, por ejemplo, trietilamina, tributilamina, trioctilamina, N-etilpiperidina, N-metilpiperidina o N-i/n-propilpiperidina, sales de amonio cuaternario tales como, por ejemplo, de tetrabutilamonio, de tributilbencilamonio, hidróxido, cloruro, bromuro, hidrógeno-sulfato o tetrafluoroborato de tetraetilamonio, así como los compuestos de fosfonio correspondientes a los compuestos de amonio antes mencionados. Estos compuestos se describen en la literatura como catalizadores típicos de interfases, se pueden obtener en comercios y son habituales para el experto. Los catalizadores se pueden añadir solos, en mezcla o durante o después de la síntesis, eventualmente también antes de la fosgenación, pero preferentemente se usan dosificaciones después de la incorporación de fosgeno, a menos que se use un compuesto onio —es decir, compuesto de amonio o fosfonio— o mezclas de compuestos de onio como catalizadores. En el caso de una catálisis de sal de onio de este tipo, se prefiere una adición antes de la dosificación de fosgeno. La dosificación del catalizador o de los catalizadores se puede realizar en sustancia, en un disolvente inerte, con preferencia la fase o una de las fases orgánicas en la síntesis de policarbonato, o también como solución acuosa. En el caso de usar aminas terciarias como catalizador, por ejemplo, su dosificación se puede realizar en solución acuosa como sus sales de amonio con ácidos, con preferencia ácidos minerales, en especial, ácido clorhídrico. Al usar varios catalizadores o la dosificación de cantidades parciales de la cantidad total de catalizador, se pueden realizar de hecho diferentes formas de dosificación en distintos sitios o en distintos momentos. La cantidad total de los catalizadores usados es de 0,001 a 10 % en moles, con preferencia de 0,01 a 8

% en moles, con preferencia especial, de 0,05 a 5 % en moles referido a los moles de dihidroxidiarilalcanos empleados.

5 Para regular el peso molecular, eventualmente puede ser necesaria la adición de uno o varios interruptores de cadena monofuncionales como fenol o alquilfenoles, en especial, fenol, p-ter.-butilfenol, iso-octilfenol, cumilfenol, sus ésteres de ácido clorocarbónico o cloruros de ácido de ácidos monocarboxílicos o bien mezclas de estos interruptores de cadena. Estos interruptores de cadena se llevan a reacción eventualmente con el o con los dihidroxidiarilalcanos o se añaden en cualquier momento a la síntesis, mientras aún haya en la mezcla de reacción fosgeno o grupos terminales de ácido clorocarbónico o bien en el caso de los cloruros de ácido y ésteres de ácido clorocarbónico como interruptores de cadena hasta que haya suficiente cantidad de grupos terminales fenólicos del polímero en formación. Con preferencia, el o los interruptores de cadena se añaden después de la fosgenación en un sitio o en un momento, donde ya no hay más fosgeno, pero el catalizador ya no se dosificó, es decir, se pueden dosificar antes del catalizador, con el catalizador o paralelamente al catalizador.

10 Del mismo modo, se pueden añadir a la síntesis eventualmente uno o varios ramificadores o mezclas de ramificadores. Usualmente, sin embargo, estos ramificadores se añaden antes del o de los interruptores de cadena. Por ejemplo, como ramificadores se usan trisfenoles, cuarterfenoles, cloruros de ácidos de ácidos tri- o tetracarboxílicos o también mezclas de los polifenoles o los cloruros de ácidos.

20 Son ejemplos de compuestos apropiados como ramificadores con tres o más de tres grupos hidroxilo fenólicos son floroglucina, 4,6-dimetil-2,4,6-tri-(4-hidroxifenil)-hepten-2,4,6-dimetil-2,4,6-tri-(4-hidroxifenil)-heptano, 1,3,5-tri-(4-hidroxifenil)-benceno, 1,1,1-tri-(4-hidroxifenil)-etano, tri-(4-hidroxifenil)-fenilmetano, 2,2-bis-(4,4-bis-(4-hidroxifenil)-ciclohexil]-propano, 2,4-bis-(4-hidroxifenil-isopropil)-fenol, tetra-(4-hidroxifenil)-metano.

Son ejemplos de tales compuestos trifuncionales apropiados como ramificadores son ácido 2,4-dihidroxibenzoico, ácido trimesínico, cloruro de cianuro y 3,3-bis-(3-metil-4-hidroxifenil)-2-oxo-2,3-dihidroindol.

Los ramificadores de especial preferencia 3,3-bis-(3-metil-4-hidroxifenil)-2-oxo-2,3-dihidroindol y 1,1,1-tri-(4-hidroxifenil)-etano.

25 En el caso del peso molecular medio indicado en el marco de esta invención, se trata de medio ponderado (M_w), que se calcularon por cromatografía de permeación de gel (GPC) (usando estándar de policarbonato).

30 La síntesis de policarbonatos a partir de dihidroxidiarilalcanos y fosgeno en medio alcalino es una reacción exotérmica y se lleva a cabo según la invención preferentemente en un intervalo de temperaturas de $-5\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $100\text{ }^{\circ}\text{C}$, con preferencia especial, de $15\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $80\text{ }^{\circ}\text{C}$, con preferencia muy especial, de 25 a $65\text{ }^{\circ}\text{C}$, en donde se debe trabajar según el disolventes o mezcla de disolventes eventualmente con sobrepresión. Según el reactor utilizado, se puede trabajar a distintas presiones. A modo de ejemplo, se puede trabajar preferentemente a una presión de 50 a 2000 kPa (absoluta).

35 La realización de la síntesis de policarbonato se realiza de modo continuo. Toda la reacción, es decir, la reacción y posterior condensación se puede realizar por ello en tanques agitados, reactores tubulares, reactores de bombeo o cascadas de tanques agitados o sus combinaciones, en donde al usar los órganos de mezcla ya mencionados se debe asegurar que la fase acuosa y orgánica se disgreguen en lo posible recién cuando la mezcla de síntesis haya reaccionado, es decir, cuando no hay contenido cloro saponificable de fosgeno o ésteres de ácido clorocarbónico. En una forma de realización preferida del procedimiento según la invención, la etapa (b) se lleva a cabo en un tubo de flujo. En una disposición tal, se puede realizar con particular preferencia el tiempo de permanencia extremadamente breve de menos de 0,5 s de la mezcla llevada a cabo. En otra forma de realización preferida del procedimiento según la invención, la etapa (c) se lleva a cabo en un reactor de bombeo. En otra forma de realización preferida del procedimiento según la invención, la etapa (d) se lleva a cabo en un reactor de bombeo seguido de otros reactores de permanencia.

45 Las dos fases que forman la mezcla de reacción, es decir, la fase orgánica y acuosa, se mezclan según la invención por medio de un dispersor. Como dispersores son apropiados preferentemente toberas o dispersores de chorro, en especial, aquellos que permiten una dirección preferente de la dosificación. Los dispersores apropiados en el marco de la invención son conocidos por el experto y se describen, por ejemplo, en los documentos EP-A 1 368 407 y EP-A 1 599 520.

50 Como toberas se tienen en cuenta, por ejemplo, toberas hendidas, toberas de ranura anular, toberas perforadas, toberas Lefos o toberas de chorro plano.

Las toberas apropiadas según la invención pueden ser aquellas con una pérdida energética específica de referentemente $0,02\text{-}e5$ a $5,0\text{-}e6$ W/L (Watt/litro), con preferencia especial, $0,5\text{-}e5$ a $1\text{-}e6$ W/l. Los aparatos de este tipo se conocen como dispersores de chorro, dispersores de diafragma perforado o homogeneizadores de alta presión.

55 La presión a usar puede ser con preferencia de 0,001 a 1 MPa, con preferencia especial, 0,001 a 0,5 MPa.

La Fig. 1 describe un dispersor preferido según la invención para la operación continua. A través de la alimentación 20 se añade por medio de la bomba 21 por la tubería 22 la fase acuosa u orgánica –con preferencia la fase acuosa– al dispersor de chorro 1. Además, a través de la alimentación 10 por medio de la bomba 11 por la tubería 12 se añade la otra fase –fase orgánica o acuosa, con preferencia la fase orgánica–. Después de la dispersión en el dispersor de chorro 1, la dispersión se conduce al correspondiente reactor, con preferencia a un tubo de flujo (no representado en la Fig. 1).

La Fig. 2 muestra una representación ampliada del dispersor de chorro de la Fig. 1. La fase acuosa u orgánica se introduce a lo largo de la flecha 22 en el espacio de preemulsión 15. La otra fase se introduce en dirección de la flecha 12 a través de la tobera de predispersión 13 en el espacio de predispersión 15. Con 14 se designan grandes gotitas de la fase que se dispersa en la otra. Después de pasar por el dispersor de chorro, la dispersión abandona el dispersor de chorro en dirección de la flecha 5.

Sin embargo, también se pueden operar dispersores con una presión de aplicación claramente menor. Esto se logra al usar varias perforaciones y/o cuando las perforaciones presentan diámetros más grandes, de modo que aumenta la superficie total de todas las perforaciones. La cantidad necesaria y el diámetro de las perforaciones se pueden calcular por la pérdida de presión. Estos métodos de cálculo se describen en la literatura y son conocidos por el experto.

En formas de realización preferidas del procedimiento según la invención, se usan aquellos dispersores en los que se alimentan la fase orgánica y la fase acuosa con preferencia separadas entre sí a través de una bomba a un predispersor. Con preferencia, la presión de estas bombas es de 2,5 MPa como máximo, con preferencia de 0,001 a 0,5 MPa.

A continuación, se realiza una homogeneización de la predispersión con preferencia en una tobera de homogeneización asimismo a una presión de 2,5 MPa como máximo, con preferencia de 0,001 a 0,5 MPa. En formas de realización preferidas del procedimiento según la invención, el dispersor contiene, según ello, un predispersor y una tobera de homogeneización.

Como predispersores son apropiadas todas las toberas tales como, por ejemplo, toberas hendidas, toberas de ranura anular, toberas perforadas, toberas Lefos o toberas de chorro plano, así como dispersores de chorro. Como toberas de homogeneización son apropiadas asimismo todas las toberas tales como, por ejemplo, toberas hendidas, toberas de ranura anular, toberas perforadas, toberas Lefos o toberas de chorro plano, así como dispersores de chorro.

En la Fig. 3, se representa una forma de realización preferida de un predispersor 5, tal como se usa para la preparación de una predispersión 9 de fase acuosa y orgánica. La fase orgánica 2 se comprime en un mezclador 5 a través de una perforación de tobera 11 en la fase acuosa 1 en una cámara de premezcla 12. La fase orgánica 2 y la fase acuosa 1 se comprimen juntas a través de una perforación de tobera 13, con lo cual se forma una predispersión 9. Por el contrario, también la fase acuosa 1 se puede presionar en el mezclador 5 en la fase orgánica 2.

La Fig. 4 muestra una forma de realización preferida de una tobera de homogeneización. De acuerdo con la Fig. 4, aparece la predispersión 9 en el homogeneizador formado como dispersor de chorro (tobera de homogeneización) 7, que está compuesto por un tubo y un inserto 16 con perforaciones laterales de tobera. La predispersión 9 se presiona a través de perforaciones de tobera. En el extremo opuesto, sale la dispersión 10 del dispersor de chorro 7. Tal dispersor de chorro se conoce del documento DE-A 195 10 651. Con preferencia, se puede tratar de uno de este tipo según la Fig. 2. También se pueden utilizar dispersores de chorro similares según el principio.

La Fig. 5 muestra una forma de realización preferida de un dispersor en donde la fase acuosa 2 se puede introducir en dirección de la flecha 11 y la fase orgánica 1 en dirección de la flecha 10 a través de un diafragma perforado 3 en el espacio de predispersión 5. La mezcla bifásica predispersa –también denominada predispersión– se presiona a través del diafragma perforado 4 y así se somete a la posterior dispersión (homogeneización). La dispersión 6 abandona el dispersor a través del tubo de flujo 7 en dirección de la flecha 12.

También es objeto de la presente invención el uso de uno de los dispersores previamente descritos para generar una mezcla de fase orgánica y acuosa en la preparación de policarbonato según el procedimiento de la invención.

En especial, son apropiados para ello aquellos dispersores, con los que la mezcla generada de fase orgánica y acuosa es una dispersión de aceite en agua.

Una mezcla según la invención de la fase orgánica y acuosa según la invención por medio de tales dispersores permite entre otras cosas un tiempo de permanencia claramente reducido de menos de 0,5 s, con preferencia incluso menos de 250 ms de la mezcla en el reactor de la etapa de procedimiento (b) con un producto de reacción también alto. Un elevado consumo energético en la dispersión de las dos corrientes (fase orgánica y acuosa) ofrece ventajas, por las que se pueden formar pequeñas gotas, con preferencia menores que 5 μm y el fosgeno reacciona en tiempos inferiores a 0,5 s, con preferencia inferiores a 250 ms. Esto permite tanto el uso de dispositivos más pequeños (reactores) para la producción completa de fosgeno y reduce el tiempo de manipulación de estos reactivos venenosos.

El procedimiento según la invención permite, a pesar del pequeño exceso de fosgeno, al final de la reacción, una buena separación de fases y tanto un bajo contenido de agua en la fase orgánica como también un bajo contenido de monómeros residuales en la fase acuosa.

5 Para el procesamiento se deja reposar para la separación de fases la mezcla de reacción al menos bifásica reaccionada, que contiene a lo sumo trazas, con preferencia menos de 2 ppm de ésteres de ácido clorocarbónico. La fase alcalina acuosa se conduce eventualmente de forma total o parcial a la síntesis de policarbonato como fase acuosa o al tratamiento de aguas residuales, donde se separan las partes de disolvente y catalizador y eventualmente se retornan a la síntesis de policarbonato. En otra variante del procesamiento, se separan después de la separación de las contaminaciones orgánicas, en especial, de disolventes y restos de polímeros, y
10 eventualmente después de la regulación de un determinado valor de pH, por ejemplo, por adición de soda cáustica, se separa la sal que se puede llevar, por ejemplo, a la electrólisis alcalina de cloro, mientras se lleva a la fase acuosa eventualmente otra vez a la síntesis del policarbonato.

La fase orgánica que contiene policarbonato se puede purificar luego para separar las contaminaciones de tipo alcalino, iónico o catalítico de distintas maneras conocidas por el experto.

15 La fase orgánica contiene en general también después de uno o varios procesos de decantación, eventualmente sustentados por pasos a través de calderas de sedimentación, calderas de agitación, coalescedores o separadores o bien combinaciones de estas medidas –en donde eventualmente se puede dosificar agua en cada una o en algunas etapas de separación en ciertas circunstancias usando órganos de mezcla activos o pasivos–, también porcentajes de la fase alcalina acuosa en finas gotitas, así como del o de los catalizadores. Después de esta
20 separación bruta de la fase acuosa alcalina, se puede lavar la fase orgánica una o varias veces con ácidos diluidos, ácidos minerales, ácidos carboxílicos, ácidos hidroxicarboxílicos y/o ácidos sulfónicos. Se prefieren ácidos minerales acuosos, en especial, ácido clorhídrico, ácido fosforoso, ácido fosfórico o mezclas de estos ácidos. La concentración de estos ácidos debe estar con preferencia en el intervalo del 0,001 al 50 % en peso, con preferencia del 0,01 al 5 % en peso. Además, la fase orgánica se puede lavar repetidamente con agua desalinizada o destilada. La separación
25 de la fase orgánica eventualmente dispersada con partes de la fase acuosa después de las distintas etapas de lavada se realiza por medio de calderas de deposición, calderas de agitación, coalescedores o separadores o bien combinaciones de estas medidas, en donde el agua de lavado se puede dosificar entre las etapas de lavado eventualmente usando órganos de mezcla activos o pasivos. Entre estas etapas de lavado o incluso después del lavado, se pueden añadir eventualmente ácidos, con preferencia disueltos en el disolvente en que se basa la solución polimérica. Con preferencia, se usan aquí gas ácido clorhídrico, ácido fosfórico o ácido fosforoso, que también se pueden usar eventualmente como mezclas. La solución purificada de policarbonato así obtenida deberá
30 contener preferentemente después del último proceso de separación no más del 5 % en peso, con preferencia menos del 1 % en peso, con preferencia muy especial, menos del 0,5 % en peso de agua.

35 El aislamiento del policarbonato de la solución se puede realizar por evaporación del disolvente por medio de temperatura, vacío u otro gas de arrastre calentado. Otros métodos de aislamiento son, por ejemplo, cristalización y precipitación.

Si la concentración de la solución de policarbonato y eventualmente también el aislamiento del policarbonato también se realiza por destilación del disolvente, eventualmente por sobrecalentamiento y relajación, entonces se habla de un “procedimiento rápido”. Tal procedimiento es conocido por el experto y se describe, por ejemplo, en
40 “Thermische Trennverfahren”, VCH Verlagsanstalt 198b, p. 114. Si en lugar de ello se pulveriza un gas portador calentado junto con la solución por evaporar, entonces se hala de una “evaporación por pulverización/secado por pulverización”, que se describe a título ilustrativo en Vauck, “Grundoperationen chemischer Verfahrenstechnik”, Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie 2000, 11. Auflage, p. 690. Todos estos procedimientos se describen en la literatura de patentes y en manuales y son conocidos por los expertos.

45 Al separar el disolvente por temperatura (destilación) o bien por el procedimiento rápido técnicamente más efectivo, se obtienen masas fundidas de policarbonato altamente concentradas. En el procedimiento rápido, se calientan repetidamente soluciones poliméricas bajo ligera sobrepresión a temperaturas por encima del punto de ebullición a presión normal y estas soluciones sobrecalentadas respecto de la presión normal se relajan luego en un recipiente con menor presión, por ejemplo, presión normal. En este caso, puede resultar ventajoso que las etapas de
50 concentración o, dicho de otro modo, los niveles de temperatura del sobrecalentamiento no sean demasiado grandes, sino que es preferible elegir un procedimiento de dos a cuatro etapas.

De las masas fundidas de policarbonato altamente concentradas así obtenidas, se pueden eliminar los restos del disolvente ya sea directamente de la masa fundida con extrusores de evaporación (comp., por ejemplo, los documentos BE–A 866 991, EP–A 0 411 510, US–A 4 980 105, DEA 33 32 065), evaporadores de capa fina (comp.,
55 por ejemplo, documento EP–A 0 267 025), evaporadores moleculares por gravedad, evaporadores de tramos o por compactación por fricción (comp., por ejemplo, documento EP–A 0 460 450), eventualmente también usando un agente de arrastre como nitrógeno o dióxido de carbono o usando vacío (comp., por ejemplo, los documentos EP–A 0 039 96, EP–A 0 256 003, US–A 4 423 207), alternativamente también por posterior cristalización (comp., por ejemplo, el documento DE–A 34 29 960) y/o calentamiento de los restos del disolvente en la fase sólida (comp., por

ejemplo, los documentos US-A 3 986 269, DE-A 20 53 876). También estos procedimientos y los dispositivos necesarios para ello se describen en la literatura y son corrientes para el experto.

5 Los granulados de policarbonato, de ser posible, se pueden obtener por hilado directo de la masa fundida y posterior granulación o también por uso de extrusores de salida de los que se devana en aire o con líquido, mayormente agua. Si se usan extrusores, entonces se pueden añadir aditivos a la masa fundida de policarbonato antes del extrusor, eventualmente usando mezcladores estáticos o extrusores secundarios en este extrusor.

10 Alternativamente, la solución de policarbonato se puede someter a una evaporación por pulverización. En el caso de una pulverización, se atomiza la solución de policarbonato eventualmente después del calentamiento en un recipiente con subpresión o por medio de una tobera con un gas portador calentado, por ejemplo, nitrógeno, argón o vapor de agua en un recipiente con presión normal. En ambos casos, se obtiene, en función de la concentración de la solución polimérica, polvo (diluido) o copos (concentrados) de polímero, del que se deben eliminar eventualmente también los últimos restos del disolvente como antes. A continuación, se puede obtener un granulado por medio de un extrusor de compuestos y posterior devanado. También aquí se pueden añadir aditivos, tal como se describió antes, en la periferia o al extrusor en sí. A menudo, puede ser necesario efectuar una etapa de compactación para el polvo polimérico antes de la extrusión debido a la escasa densidad aparente de los polvos y los copos.

20 De la solución de policarbonato lavada y eventualmente aún concentrada se puede precipitar el polímero por adición de un no disolvente para policarbonato. Los no disolventes actúan en este caso como agentes precipitantes. Aquí es ventajoso añadir recién una pequeña cantidad de no disolvente y eventualmente aplicar también tiempos de espera entre las adiciones de las cargas de disolventes. Además puede ser ventajoso emplear distintos no disolventes. Se usan como agentes precipitantes, por ejemplo, hidrocarburos alifáticos o cicloalifáticos, en especial, heptano, i-octano o ciclohexano, alcoholes tales como, por ejemplo, metanol, etanol o i-propanol, cetonas tales como, por ejemplo, acetona, o mezclas de ellos. En la precipitación, se añade por lo general la solución polimérica lentamente al agente precipitante. Los policarbonatos obtenidos de esta manera se procesan en un granulado y eventualmente se aditivan tal como se describió en la evaporación por pulverización.

25 De acuerdo con otro procedimiento, se cristalizan productos de precipitación y cristalización o productos solidificados amorfos en forma de grano fino por paso de vapores de uno o varios no disolventes para policarbonato, con simultáneo calentamiento por debajo de la temperatura vítrea y luego se condensa en mayores pesos moleculares. Si en este caso se trata de oligómeros eventualmente con distintos grupos terminales (extremos fenólicos y de interruptores de cadena), entonces se habla de condensación de fase sólida.

30 La adición de aditivos sirve para prolongar la utilidad o la mejora de la estabilidad del color (estabilizantes), la simplificación del procesamiento (por ejemplo, de desmoldeo, adyuvantes de fluencia, antiestáticos) o la adecuación de las propiedades de los polímeros a determinadas solicitudes (modificadores de resiliencia como cauchos; agentes ignífugos, colorantes, fibras de vidrio).

35 Estos aditivos se pueden añadir a la masa fundida polimérica solos o en cualquier mezcla, juntos o en varias mezclas diferentes. Esto se puede realizar directamente durante el aislamiento del polímero o también después de fundir el granulado en una llamada etapa de formación de compuesto. En este caso, los aditivos o bien sus mezclas se pueden añadir como sólido, con preferencia como polvo o como masa fundida a la masa fundida polimérica. Otro tipo de dosificación es el uso de mezclas madre o mezclas de mezclas madre de aditivos o mezclas de aditivos.

40 Los aditivos apropiados se describen, por ejemplo, en "Additives for Plastics Handbook, John Murphy, Elsevier, Oxford 1999", en "Plastics Additives Handbook, Hans Zweifel, Hanser, München 2001".

45 Los antioxidantes o bien termoestabilizantes apropiados son, por ejemplo: monofenoles alquilados, alquiltiometilfenoles, hidroquinonas e hidroquinonas alquiladas, tocoferoles, tioidifenileteres hidroxilados, alquildibisfenoles, compuestos de O-, N- y S-bencilo, malonatos hidroxibencilados, compuestos aromáticos de hidroxibencilo, compuestos de triazina, acilaminofenoles, ésteres de ácido β -(3,5-di-ter-butil-4-hidroxifenil)propiónico, ésteres de ácido β -(5-ter-butil-4-hidroxi-3-metilfenil)propiónico, ésteres de ácido β -(3,5-diciclohexil-4-hidroxifenil)propiónico, ésteres de ácido 3,5-di-ter-butil-4-hidroxifenilacético, amidas de ácido β -(3,5-di-ter-butil-4-hidroxifenil)propiónico, tiosinergistas apropiados, antioxidantes secundarios, fosfitos, fosfonitos, fosfonatos y fosfanos, benzofuranona o indolinona.

50 Los antioxidantes o bien termoestabilizantes apropiados son fosfitos, fosfonatos y fosfanos orgánicos, mayormente aquellos en los que los radicales orgánicos están compuestos total o parcialmente por radicales aromáticos eventualmente sustituidos.

Como agentes complejantes para metales pesados y para la neutralización de trazas alcalinas son apropiados, por ejemplo, ácidos o- o m-fosfóricos, fosfatos o fosfitos parcial o totalmente esterificados.

55 Como agentes fotoprotectores (absorbedores de UV) son apropiados, por ejemplo, 2-(2'-hidroxifenil)benzotriazoles, 2-hidroxibenzofenonas, ésteres de ácidos benzoicos sustituidos y no sustituidos, acrilatos, aminas estéricamente impedidos, oxamidas, 2-(2'-hidroxifenil)-1,3,5-triazinas o benzotriazoles sustituidos, se prefieren en especial los benzotriazoles sustituidos.

Los polipropilenglicoles se pueden usar solos o en combinación por ejemplo con sulfonas o sulfonamidas como estabilizantes contra el daño causado por rayos gamma.

Estos y otros estabilizantes se pueden usar solos o en combinaciones y añadir en las formas mencionadas al polímero.

- 5 Además, se pueden añadir coadyuvantes de procesamiento como agentes de desmoldeo, como, por ejemplo, derivados de ácidos grasos de cadena larga. Se prefieren, por ejemplo, tetraestearato de pentaeritritol y monoestearato de glicerina. Se usan solos o en mezcla con preferencia en una cantidad del 0,02 al 1 % en peso, referido a la masa de la composición. Los aditivos antillamas apropiados son ésteres de fosfato, es decir, trifenilfosfato, ésteres de ácido resorcindifosfórico, compuestos con contenido de bromo tales como ésteres bromados de ácido fosfórico, oligocarbonatos bromados y policarbonatos, así como preferentemente sales de ácidos sulfónicos orgánicos fluorados. Los agentes de resiliencia apropiados son caucho de butadieno con estireno-acrilnitrilo injertado o metacrilato de metilo, cauchos de etileno-propileno con anhídrido de ácido maleico injertado, cauchos de acrilato de etilo y de butilo con metacrilato de metilo injertado o estireno-acrilnitrilo, redes interpenetrantes de siloxano y acrilato con metacrilato de metilo injertado o estireno-acrilnitrilo.
- 10
- 15 Además, se pueden añadir colorantes como colorantes o pigmentos orgánicos, así como pigmentos inorgánicos, absorbedores de IR, solos, en mezcla o también en combinación con estabilizantes, fibras de vidrio, esferas de vidrio (huecas) o rellenos inorgánicos.

- Las masas fundidas de policarbonato que se generaron por aislamiento del polímero o por formación del compuesto se pueden hilar a través de una cabeza de tobera en forma de cordón, se pueden enfriar con gas, por ejemplo, aire o nitrógeno, o un líquido refrigerante, mayormente agua y los cordones solidificados se pueden granular en granuladores habituales en comercios con cuchillas que se hallan por ejemplo en un rodillo giratorio, en aire, bajo gas de protección como nitrógeno o argón o bajo agua. Según sea la ejecución con aparatos, se producen en este caso granulados en forma de columna con sección redonda o elíptica y superficie áspera o lisa. Los cantos de corte pueden ser lisos o pueden presentar un corte tipo vidrio con cantos partidos o también con restos que quedan en los cantos cortados. Se desea un granulado de forma lo más homogénea posible con la menor cantidad de restos posible en los cantos cortados. Además, se debe mantener la proporción de polvo lo más baja posible en el granulado, con preferencia por debajo de 100 mg/kg de granulado. El diámetro de los granos de granulado debe ser de entre 0,5 mm y 10 mm, con preferencia de entre 1 y 8 mm, con preferencia especial, de entre 3 y 6 mm, mientras que el largo de los granos del granulado debe estar entre 1 y 10 mm, con preferencia entre 2 y 8 mm y el peso debe estar entre 10 y 50 mg, con preferencia entre 15 y 30 mg. Se prefiere un granulado cuya relación de diámetro, con sección elíptica del diámetro medio, al largo sea de 0,8 a 1,2, con preferencia especial, uno con una relación de aproximadamente 1. Estos parámetros están sujetos a distribuciones de tamaños, con preferencia son las distribuciones más pequeñas posibles, es decir, granulados de dimensión homogénea.
- 20
- 25
- 30

- El enfriamiento, hilado, granulación y posterior transporte del granulado con gas o líquido y el ulterior almacenamiento, eventualmente después de un proceso de mezcladura u homogeneización, se deben realizar de modo tal que no se produzcan contaminaciones a pesar de la carga estática eventualmente existente sobre la superficie del polímero, del cordón o del granulado, como, por ejemplo, polvo, material de abrasión de las máquinas, lubricantes de tipo aerosol y otros líquidos, así como sales provenientes de baños de agua o refrigeraciones posiblemente utilizadas.
- 35

- Los policarbonatos preparados según la invención son apropiados, por ejemplo, para la preparación de extruidos y cuerpos moldeados, en especial, aquellos para usar en el área transparente, muy especialmente en el área de aplicaciones ópticas tales como, por ejemplo, placas, placas nervadas, acristalamientos, difusores, recubrimientos de lámparas o almacenadores ópticos de datos tales como CD de audio, CD-R(W), DVD, DVD-R(W), minidisks en sus formas de realización de lectura o de una sola grabación o eventualmente de múltiples grabaciones.
- 40

- Otras aplicaciones son, por ejemplo, pero sin limitar el objeto de la presente invención:
- 45

1. Discos de seguridad que son necesarios, de modo conocido, en muchas áreas de edificios, vehículos y aviones, así como carteles de cascos.

2. Láminas.

3. Cuerpos soplados (ver, por ejemplo, la patente US 2 964 794), por ejemplo, botellas de agua de 1 a 5 galones.

4. Placas transparentes, como placas macizas o en especial placas de cámaras huecas, por ejemplo, para cubrir edificios tales como estaciones de trenes, invernaderos e instalaciones de luz eléctrica.
- 50

5. Memorias ópticas de datos tales como, CD de audio, CD-R(W), DCD, DVD-R(W), minidisks y los posteriores desarrollos.

6. Carcasas de semáforos o señales de tránsito.

7. Plásticos espumados esponjados con superficie abierta o cerrada eventualmente imprimible.
8. Hilos y cables (véase, por ejemplo, el documento DE-AS 1 137 167).
9. Aplicaciones luminotécnicas, eventualmente usando fibras de vidrio para aplicaciones en el ámbito translúcido.
- 5 10. Usos translúcidos con un contenido de sulfato de bario y/o dióxido de titanio y/u óxido de circonio, o bien, cauchos de acrilato poliméricos orgánicos (documentos EP-A 634 445, EP-A 269324) para fabricar piezas moldeadas transparentes y difusoras de luz.
11. Piezas de precisión de fundición por inyección tales como soportes, por ejemplo, portales; aquí se usan eventualmente policarbonatos con fibras de vidrio y un contenido eventualmente adicional de 1 – 10% en peso de disulfuro de molibdeno (respecto de la masa moldeada total).
- 10 12. Partes de equipos ópticos, en especial lentes para cámaras fotográficas y filmadoras (documento DE-A 27 01 173).
13. Portadores de transmisión de la luz, en especial cables conductores de luz (documento EP-A1 0 089 801) y regletas de iluminación.
- 15 14. Electroaislantes para conductores eléctricos y para cajas de tomacorriente y conectores, así como condensadores.
- 15 15. Carcasas de teléfonos móviles.
16. Dispositivos de interfase de red.
17. Materiales de soporte para fotoconductores orgánicos.
18. Luminarias, reflectores, discos difusores de luz o lentes internos.
- 20 19. Aplicaciones médicas como oxigenadores, dializadores.
20. Aplicaciones en comestibles tales como botellas, vajilla y moldes de chocolate.
21. Aplicaciones en el sector del automóvil, como acristalamientos o en forma de mezclas con ABS como guardabarros.
22. Artículos deportivos tales como barras de slalom, correas de botas de esquí.
- 25 23. Artículos domésticos tales como pilas de cocina, lavabos y buzones de cartas.
24. Carcasas tales como cajas de distribución eléctrica.
25. Carcasas para aparatos eléctricos tales como cepillos de dientes, secadores de pelo, máquinas de café, herramientas como perforadoras, fresadoras, cepilladoras y sierras.
26. Gafas de buque transparentes de lavadoras.
- 30 27. Gafas de protección, gafas de sol, gafas de corrección óptica o sus lentes.
28. Cubiertas de lámparas.
29. Láminas de envasado.
30. Cajas de chips, portachips, cajas para obleas de Si.
31. Otras aplicaciones tales como puertas de establos o jaulas de animales.
- 35 Los siguientes ejemplos sirven para explicar la invención a modo de ejemplo y no se han de entender como limitación.

Ejemplos

A continuación se usa como dihidroxidiarilalcano 2,2'-bis-(4-hidroxifenil)-propano (bisfenol A, BPA), el disolvente de la fase orgánica es una mezcla del 50 % en peso de cloruro de metileno y 50 % en peso de monoclorobenceno.

40 **Ejemplo 1 (según la invención):**

Como dispositivos para cada una de las etapas de procedimiento, se usaron:

5 Etapa de procedimiento (a): dispersor en forma de una tobera de diafragma perforado con una predispersión (con un diafragma perforado con 5 perforaciones de 2,5 mm de diámetro cada una con un espesor del disco perforado de 2,35 y una caída de presión de 20 kPa a 5,2 m/s de velocidad de flujo), 26 ms de tiempo de permanencia en el espacio de predispersión y posterior dispersión (con otro diafragma perforado con 18 perforaciones de 1,5 mm de diámetro cada una con un espesor del disco perforado de 2,35 mm y 80 kPa de caída de presión con una velocidad de flujo de 8,9 m/s) a la que se dispersa un líquido en otro con tubo de flujo posconectado con 0,2 s de tiempo de permanencia.

10 Etapa de procedimiento (b): un reactor de bombeo equipado con un lugar de dosificación para solución de NaOH, una bomba, un intercambiador de calor, un recipiente de rebase y un sitio de extracción en T con un volumen de 140 l, equipado con una sonda de pH y una sonda de conductividad; al entrar en el reactor de bombeo, se produce la redispersión.

Etapa de procedimiento (c): Una bona de descarga y un reactor tubular de serpentín con zonas de mezcla y de espera y un volumen total de 60 l

15 Etapa de procedimiento (d): Un posterior reactor tubular de serpentín con la misma capacidad que en la Etapa de procedimiento 3 con un sitio de dosificación para catalizador al comienzo del reactor y un volumen total de 80 l.

Posterior separación de fases: recipiente de separación (tamaño 415 m³ con un estado del 50%).

En la etapa de procedimiento (a) se emplearon los siguientes caudales máxicos:

750 kg/h de solución de BPA (15,22 % en peso de BPA, referido al peso total de la solución, 2,08 mol de soda cáustica / mol de BPA)

20 53,9 kg/h de fosgeno

615,6 kg/h de mezcla de disolventes de 50 % en peso de cloruro de metileno y 50 % en peso de clorobenceno

En la etapa de procedimiento (b) se usaron adicionalmente los siguientes caudales máxicos:

9,3 kg/h de solución de NaOH con 15 % en peso de NaOH

En la etapa de procedimiento (c) se usaron adicionalmente los siguientes caudales máxicos:

25 53,0 kg/h de solución de NaOH con 15 % en peso de NaOH,

35,1 kg/h de solución de t-butilfenol (11,4 % en peso, en mezcla de disolventes de 50 % en peso de cloruro de metileno y 50 % en peso de clorobenceno)

En la etapa de procedimiento (d) se usaron adicionalmente los siguientes caudales máxicos:

30 29,5 kg/h de catalizador (3 % en peso de solución de etilpiridina en mezcla de disolventes de 50 % en peso de cloruro de metileno y 50 % en peso de clorobenceno)

La temperatura en el reactor de bombeo era de entre 42 °C (después del intercambiador de calor) y 45 °C (antes del intercambiador de calor. La temperatura en el reactor tubular en fila en la etapa de procedimiento (c) era de 46 °C, en el reactor tubular en fila en la etapa de procedimiento (d) era de 45 °C y en el recipiente de separación, era de 40 °C.

35 La dirección de dispersión se reguló de modo tal que la fase orgánica se dispersión en la fase acuosa.

Se trabajo con un exceso de fosgeno del 9,7 % en peso. Después de la separación de fases, se calcularon los siguientes valores:

BPA en aguas residuales 1 ppm

Contenido de agua en la fase orgánica después de reposar 1,07 % en peso

40 El escaso contenido de agua en la fase orgánica así como el escaso contenido de monómeros residuales BPA en las aguas residuales mostraron una excelente calidad de la separación de fases. Además, la dispersión mostró un comportamiento de separación bueno y estable.

Ejemplo 2 (según la invención):

45 Respecto de los aparatos, se trabajó como en el Ejemplo 1 con la diferencia de la inversión de la dirección de la dispersión, es decir, la fase acuosa se dispersó en la fase orgánica.

En la etapa de procedimiento (a) se usaron los siguientes caudales máxicos:

ES 2 369 326 T3

754,9 kg/h de solución de BPA (14,76 % en peso de BPA referido al peso total de la solución, 2,11 moles de soda cáustica / moles de BPA)

54,3 kg/h de fosgeno

612,2 kg/h de mezcla de disolventes de 50 % en peso de cloruro de metileno y 50 % en peso de clorobenceno

5 En la etapa de procedimiento (b) se usaron adicionalmente los siguientes caudales máxicos:

9,9 kg/h de solución de NaOH con 25 % en peso de NaOH

En la etapa de procedimiento (c) se usaron adicionalmente los siguientes caudales máxicos:

25,2 kg/h de solución de NaOH con 25 % en peso de NaOH,

10 35,3 kg/h de solución de t-butilfenol (11,4 % en peso, en mezcla de disolventes de 50 % en peso de cloruro de metileno y 50 % en peso de clorobenceno)

En la etapa de procedimiento (d) se usaron adicionalmente los siguientes caudales máxicos:

28,02 kg/h de catalizador (3 % en peso de solución de etilpiridina en mezcla de disolventes de 50 % en peso de cloruro de metileno y 50 % en peso de clorobenceno)

15 La temperatura en el reactor de bombeo era de entre 42 °C (después del intercambiador de calor) y de 45 °C (antes del intercambiador de calor. La temperatura en el reactor tubular en fila en la etapa de procedimiento (c) era de 46 °C, en el reactor tubular en fila en la etapa de procedimiento (d) era de 45 °C y en el recipiente de separación era de 40 °C.

Se trabajó con un exceso de fosgeno del 13,0 % en peso. Después de la separación de fases, se calcularon los siguientes valores:

20 BPA en aguas residuales 13 ppm

Contenido de agua en la fase orgánica después de reposar 2,5 % en peso

A pesar del alto contenido de monómeros residuales de BPA en aguas residuales, se observó con un contenido de agua en la fase orgánica aún muy bajo una separación de fases cualitativamente buena. Además, la dispersión mostró un buen y estable comportamiento de separación.

25 **Ejemplo comparativo 3:**

En lugar del dispersor, se usó en la etapa de procedimiento (a) para mezclar la fase orgánica con la fase acuosa una cruz de mezcla en la que las dos corrientes (fase acuosa y orgánica) se incorporan en sitios opuestos en el reactor de bombeo. En la etapa de procedimiento (a) se usaron los siguientes caudales máxicos:

30 744,2 kg/h de solución de BPA (14,88 % en peso de BPA referido al peso total de la solución, 2,13 mol de soda cáustica / mol de BPA)

53,7 kg/h de fosgeno

641,1 kg/h de mezcla de disolventes de 50 % en peso de cloruro de metileno y 50 % en peso de clorobenceno

En la etapa de procedimiento (b) se usaron adicionalmente los siguientes caudales máxicos:

9,8 kg/h de solución de NaOH con 25 % en peso de NaOH

35 En la etapa de procedimiento (c) se usaron adicionalmente los siguientes caudales máxicos:

25,27 kg/h de solución de NaOH con 25 % en peso de NaOH,

33,7 kg/h de solución de t-butilfenol (11,4 % en peso, en mezcla de disolventes de 50 % en peso de cloruro de metileno y 50 % en peso de clorobenceno)

En la etapa de procedimiento (d) se usaron adicionalmente los siguientes caudales máxicos:

40 30,4 kg/h de catalizador (3 % en peso de solución de etilpiridina en mezcla de disolventes de 50 % en peso de cloruro de metileno y 50 % en peso de clorobenceno)

La temperatura en el reactor de bombeo era de entre 42 °C (después del intercambiador de calor) y de 45 °C (antes del intercambiador de calor. La temperatura en el reactor tubular en fila en la etapa de procedimiento (c) era de 46

°C, en el reactor tubular en fila en la etapa de procedimiento (d) era de 45 °C y en el recipiente de separación era de 40 °C.

Se trabajó con un exceso de fosgeno del 13,3 % en peso. Después de la separación de fases, se calcularon los siguientes valores:

5 BPA en aguas residuales 18 ppm

Contenido de agua en la fase orgánica después de reposar 3,65 % en peso

Tanto el contenido de monómeros residuales de BPA en aguas residuales como también el contenido de agua en la fase orgánica eran superiores al uso según la invención del dispersador. En la separación de fases, se observaron además grandes oscilaciones en el comportamiento de separación e inestabilidades en la separación.

10 Ejemplos 4–8:

Para seguir el efecto de la dispersión así como del curso de la fosgenación según la etapa de procedimiento (a), se realizaron otros ensayos en una instalación de laboratorio con una tobera monoperforada (según la Fig. 6), y se midieron tanto la concentración de fosgeno como también el tamaño de las gotitas de la fase dispersa en la dispersión.

15 Fig. 6: dibujo esquemático de la tobera monoperforada usada para los Ejemplos 4 – 8 como dispersor.

La Fig. 6 muestra el dibujo esquemático de la tobera monoperforada usada para los Ejemplos 4 – 8 como dispersor. La pequeña perforación 1 de la parte superior A tiene un diámetro de 0,75 mm, la pequeña perforación 2 en la parte inferior B tiene un diámetro de 1,05 mm. El diámetro 3 de la pieza tubular en la parte superior A de la tobera es de 2 mm, el diámetro 4 de la pieza tubular en la parte inferior B de la tobera es de 3 mm.

20 Como fase acuosa para los Ejemplos 4 – 8 se usó una solución al 15 % en peso de BPA (referido al peso total de la solución) con una relación molar de NaOH / BPA de 2,1. Como disolvente para la fase orgánica se usó una mezcla del 50 % en peso de cloruro de metileno y 50 % en peso de clorobenceno, a la que se añadieron en los ejemplos 7 y 8 distintas cantidades de fosgeno. Los pares de reacción se dispersaron en la tobera antes descrita, en donde la dirección de dispersión y con ello la prerregulación de la dispersión (aceite en agua o agua en aceite) se determina antes de los flujos (la de la corriente superior vertical se dispersa en la de la corriente lateral horizontal 6). La caída de la presión a través de la tobera era durante los ensayos de aproximadamente 1,50 kPa mezcla de reacción se introdujo luego a través de un capilar en una cámara de medición. El tiempo de permanencia total en esta cámara de medición era de 200 ms. La cámara se equipó opcionalmente con un cristal ATR para la medición de las concentraciones (fosgeno, éster de ácido clorocarbónico y grupos carbonato) o con una ventana para la determinación óptica de la distribución del tamaño de partículas (es decir, distribución del tamaño de las gotitas). Las mediciones se realizaron tanto de forma continua en el pasaje, como también después de cerrar las válvulas al final de la cámara (stopped flow technique).

35 Los Ejemplos 4 – 6 sirvieron únicamente para seguir la distribución del tamaño de las gotitas causadas por el dispersor. Los Ejemplos 7 y 8 sirvieron para la cuantificación del producto de reacción durante un tiempo de permanencia extremadamente corto de 200 ms.

Ejemplo 4:

40 Una corriente de disolvente sin fosgeno (155 g/min) y una corriente de fase acuosa de BPA (200 g/min) se reunieron, donde la dirección de dispersión se había regulado de modo tal que se formó una dispersión de agua en aceite. El tamaño de las gotitas dispersas era con un flujo de 46µm (diámetro de Sauter, d_{32}). El diámetro de Sauter es conocido por el experto y se describe, por ejemplo, en Zlokarnik: "Rührtechnik, Theorie und Praxis" Springer Verlag 1999, p. 232. Se puede determinar por medio de métodos conocidos de procesamiento de imágenes con microfotografías y recuento y medición de las partículas. La separación de fases estable se realizó a los 4 s.

Ejemplo 5:

45 Una corriente de disolvente sin fosgeno (155 g/min) y una corriente de fase acuosa de BPA (200 g/min) se reunieron donde la dirección de dispersión estaba regulada de modo tal que se formó una dispersión de aceite en agua. El tamaño de las gotitas dispersas era con un flujo de 53µm (diámetro de Sauter, d_{32}). La separación estable de fases se realizó a los 2 s.

Ejemplo 6 (siguiente):

50 Una corriente de disolvente con fosgeno (190 g/min) y una corriente de fase acuosa de BPA (220 g/min) con una relación molar de fosgeno a BPA de 1,09: 1 se reunieron, donde la dirección de dispersión se había regulado de modo tal que se formó una dispersión de aceite en agua. Se observó una distribución de las gotas homogénea muy fina. El tamaño de las gotitas dispersas era con un flujo por debajo del límite de resolución de 5 µm del microscopio, es decir, menor que 5 µm (diámetro de Sauter, d_{32}). Sólo 250 ms después de detener el flujo, el diámetro de las

gotitas era de 50 μm . 1 s después de detener la corriente, se produjo una rápida coalescencia. Tras algunos minutos, se produjo la separación de fases estable.

5 Los Ejemplos 4 – 6 mostraron que un tamaño claramente reducido de las partículas dispersas con una dispersión de fase acuosa y orgánica no sólo se produce al usar un dispersor, sino que el sorprendente efecto de la clara disminución de las gotitas se observa sólo en presencia de fosgeno. El ventajoso efecto del uso anterior de un dispersor es, conforme a ello, sorprendentemente alto en la reacción según la invención de fosgeno con dihidroxidiarilalcanos.

Ejemplo 7 (según la invención):

10 A la corriente orgánica se añadió fosgeno con un exceso de 20 % en moles (referido a la cantidad de sustancia de BPA usado) (365 g/min de flujo de la corriente orgánica). La relación de fases de fase orgánica a fase acuosa era de 1:1 (relación en volumen). Después de un tiempo de permanencia de 200 ms en la conducción a la cámara de medición, ya no se detectaba más fosgeno.

Ejemplo 8 (según la invención):

15 A la corriente orgánica se añadió fosgeno sin exceso (referido a la cantidad de sustancia de BPA usado) (360 g/min de flujo de la corriente orgánica). La relación de fases de fase orgánica a fase acuosa era de 0,84:1 (relación en volumen). Después de 200 ms de tiempo de permanencia en la conducción a la cámara de medición, ya no se detectaba más fosgeno.

Ejemplo comparativo 9:

20 Se usó una disposición tal como para los Ejemplos 4 – 8, pero sin la tobera representada en la Fig. 6. La reunión de las corrientes se realizó a través de una pieza en T. A la corriente orgánica se añadió fosgeno con un exceso de 20 % en moles (referido a la cantidad de sustancia de BPA usado) (365 g/min de flujo de la corriente orgánica). La relación de fases de fase orgánica a fase acuosa era de 1:1 (relación en volumen). Después de 200 ms de tiempo de permanencia en la conducción a la cámara de medición, aún se detectaba 10 % del fosgeno.

25 Los Ejemplos 7 – 9 muestran que el uso del dispersor lleva a una clara reducción del contenido de fosgeno sin reaccionar.

REIVINDICACIONES

- 5 **1.** Procedimiento para la preparación continua de policarbonatos con pesos moleculares medios M_w de 15000 – 200000 g/mol según el procedimiento de interfase a partir de por lo menos un difenol, fosgeno y por lo menos un catalizador eventualmente en presencia por lo menos un interruptor de cadena y/o ramificador, **caracterizado porque**
- 10 (a) se genera una mezcla de la fase orgánica y acuosa, dispersándose en un dispersor de forma continua la fase orgánica en la fase acuosa o la fase acuosa en la fase orgánica, en donde la fase orgánica contiene por lo menos un disolvente apropiado para el policarbonato y contiene el fosgeno parcial o totalmente y la fase acuosa contiene el o los difenoles, agua y lejía alcalina, en donde se añaden entre 1,5 moles y 2,5 moles de lejía alcalina por mol de difenol,
- (b) a continuación se hace reaccionar la mezcla en un reactor con un tiempo de permanencia inferior a 0,5 s,
- (c) a continuación la mezcla de reacción se sigue haciendo reaccionar con adición de más lejía alcalina y eventualmente interruptores de cadena en otro reactor y
- 15 (d) a continuación se lleva a cabo una posterior condensación por adición de más lejía alcalina, eventualmente interruptor(es) de cadena y en presencia de por lo menos un catalizador en por lo menos otro reactor.
- 2.** Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado porque** la mezcla generada en el dispersar es una dispersión de aceite en agua.
- 3.** Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 ó 2, **caracterizado porque** la reacción del o de los difenoles con fosgeno se realiza a temperaturas de $-5\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $100\text{ }^{\circ}\text{C}$, con preferencia de $15\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $80\text{ }^{\circ}\text{C}$.
- 20 **4.** Procedimiento de acuerdo con al menos una de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizado porque** el exceso de fosgeno utilizado respecto de la suma de los difenoles usados es del 15 % en moles o menos, con preferencia del 13 % en moles o menos, con preferencia especial, del 10 % en moles o menos.
- 25 **5.** Procedimiento de acuerdo con al menos una de las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizado porque** como difenoles se usan 4,4'-dihydroxidifenilo, 1,1-bis-(4-hidroxifenil)-fenil-etano, 2,2-bis-(4-hidroxifenil)-propano (bisfenol A), 2,2-bis(3,5-dimetil-4-hidroxifenil)-propano, 1,1-bis-(4-hidroxifenil)-ciclohexano o 1,1-bis-(4-hidroxifenil)-3,3,5-trimetilciclohexano (bisfenol TMC).
- 6.** Procedimiento de acuerdo con al menos una de las reivindicaciones 1 a 5, **caracterizado porque** como dispersores se usan toberas o dispersores de chorro.
- 30 **7.** Procedimiento de acuerdo con al menos una de las reivindicaciones 1 a 6, **caracterizado porque** como catalizador(es) se usa(n) uno o varios compuestos del grupo de las aminas terciarias, sales de amonio o fosfonio cuaternario.
- 8.** Uso de un dispersor que contiene un predispersor, una tobera de homogeneización así como al menos tres bombas para generar una mezcla de fase orgánica y acuosa en la preparación de policarbonato de acuerdo con el procedimiento de acuerdo con al menos una de las reivindicaciones 1 a 7.
- 35 **9.** Uso de acuerdo con la reivindicación 8, **caracterizado porque** la mezcla generada en el dispersor es una dispersión de aceite en agua.

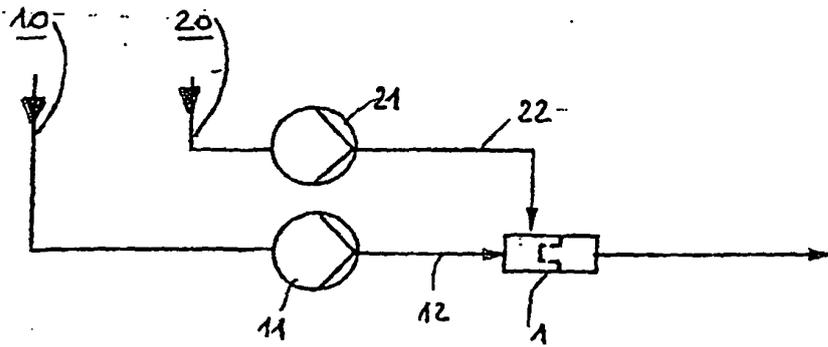


FIG. 1

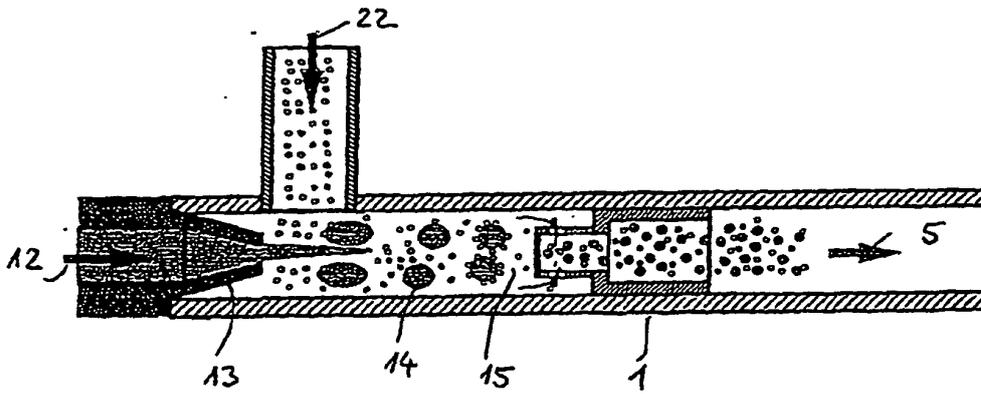


FIG. 2

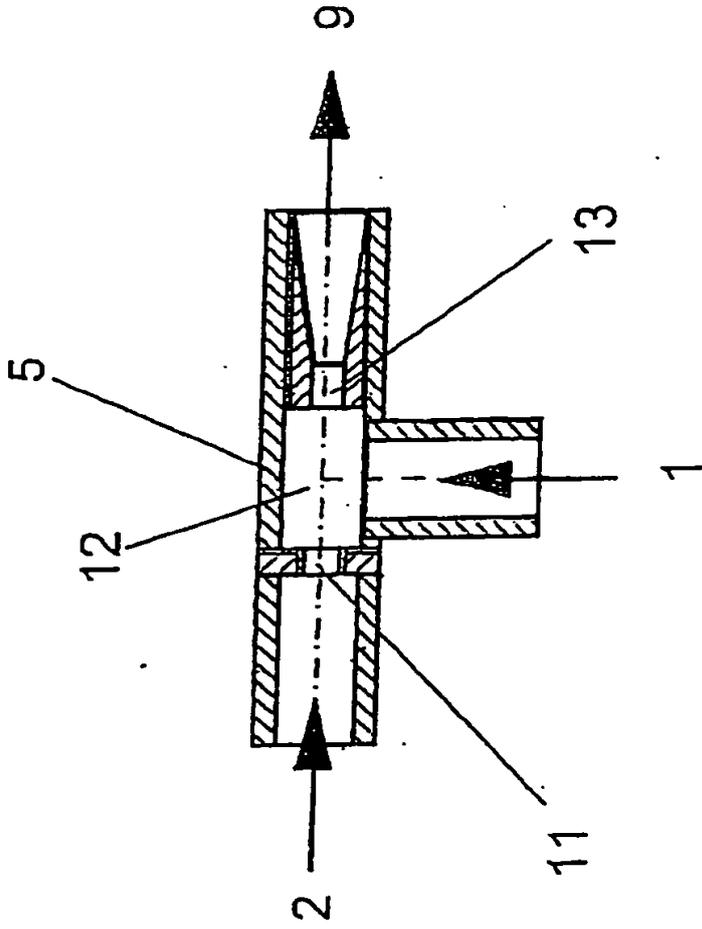


Fig. 3

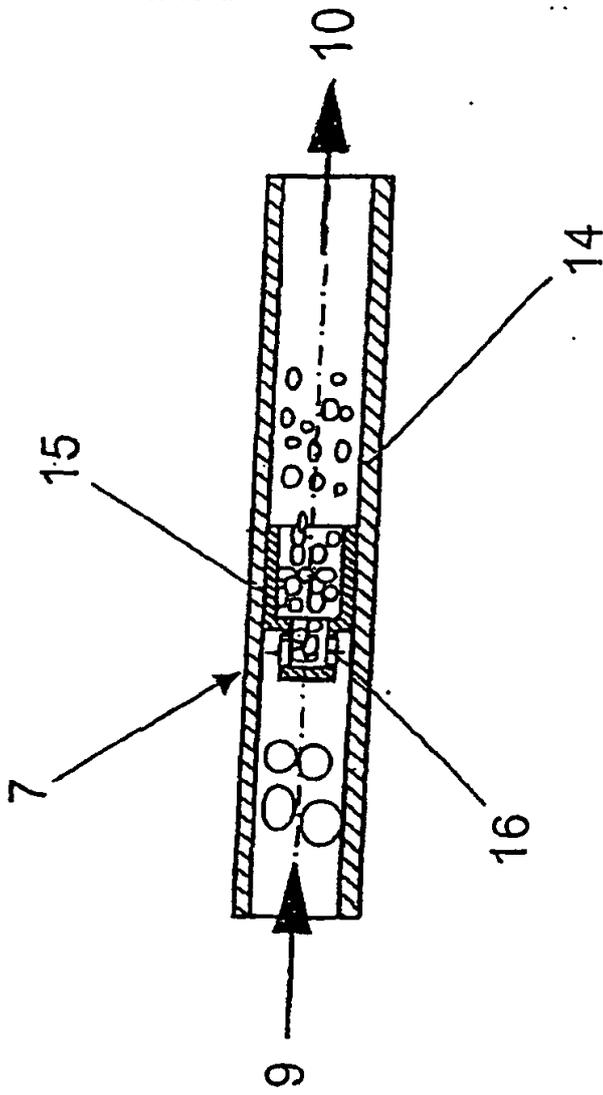


Fig. 4

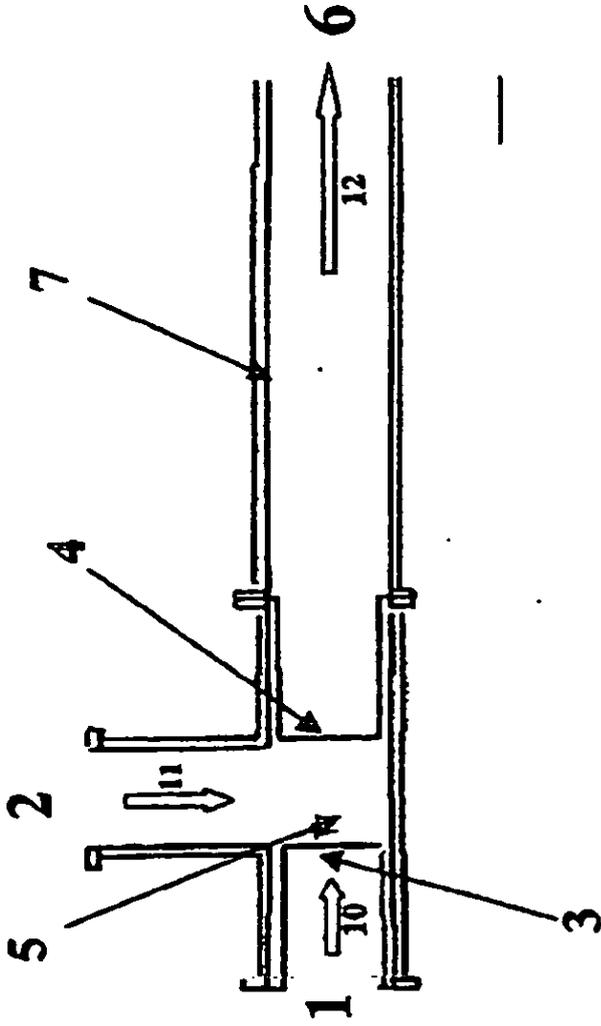


Fig. 5

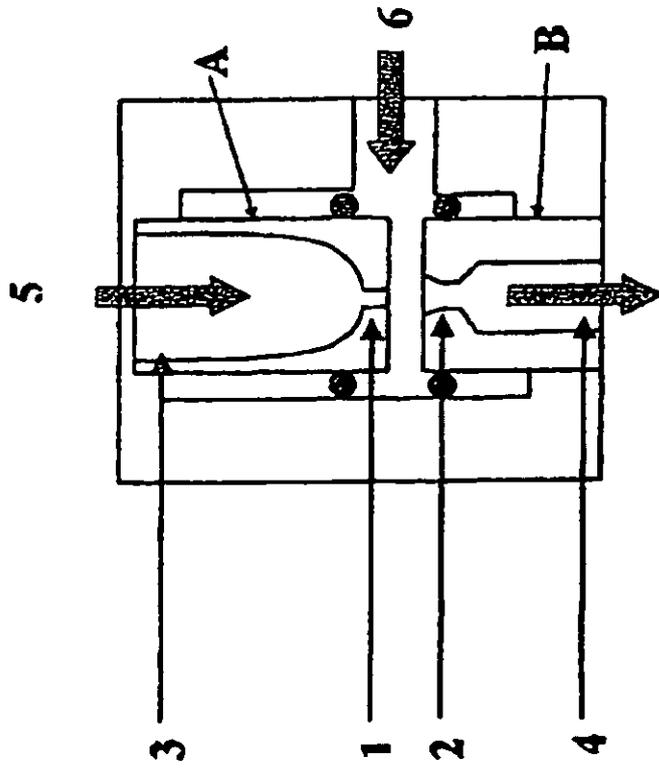


Fig. 6