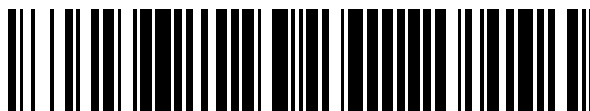


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 379 457**

51 Int. Cl.:
C08G 63/193 (2006.01)
C08G 64/06 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 96 Número de solicitud europea: **09174216 .3**
96 Fecha de presentación: **27.10.2009**
97 Número de publicación de la solicitud: **2180014**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **28.04.2010**

54 Título: **Método para producir resina termoplástica, resina de poliéster y resina de policarbonato, y sus aplicaciones**

30 Prioridad:
27.10.2008 JP 2008275098

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
26.04.2012

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
26.04.2012

73 Titular/es:
MITSUBISHI GAS CHEMICAL COMPANY, INC.
MITSUBISHI BUILDING, 5-2 MARUNOUCHI 2-
CHOME
CHIYODA-KU, TOKYO 100-8324, JP

72 Inventor/es:
Kato, Noriyuki;
Yamada, Toshiaki;
Yoshida, Shu;
Hagiwara, Jun;
Furuhashi, Hiroki;
Kaneko, Kazuaki y
Kameyama, Keiichi

74 Agente/Representante:
García-Cabrerizo y del Santo, Pedro

ES 2 379 457 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

Método para producir resina termoplástica, resina de poliéster y resina de policarbonato, y sus aplicaciones.

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

CAMPO TÉCNICO

- 5 La presente invención se refiere a un método para producir resina termoplástica. La invención también se refiere a una resina de poliéster y una resina de policarbonato, producidas de acuerdo con el método, y a aplicaciones de esas resinas.

TÉCNICA ANTECEDENTE

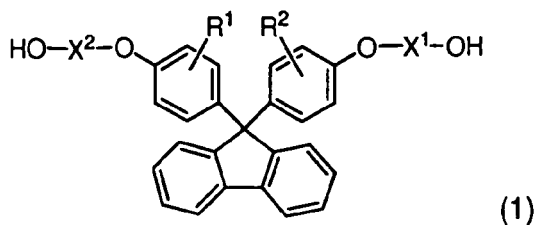
- 10 Las resinas termoplásticas tales como resina de policarbonato que tiene un esqueleto de bisfenoxietanol-fluoreno (Patentes Japonesas N° 2843214 y 3331121) y resina de poliéster (JP-A N° 10-101787 y 10-101786) son excelentes en cuanto a baja birrefringencia y resistencia al calor y se usan de forma diversa como materiales ópticos.

RESUMEN DE LA INVENCION

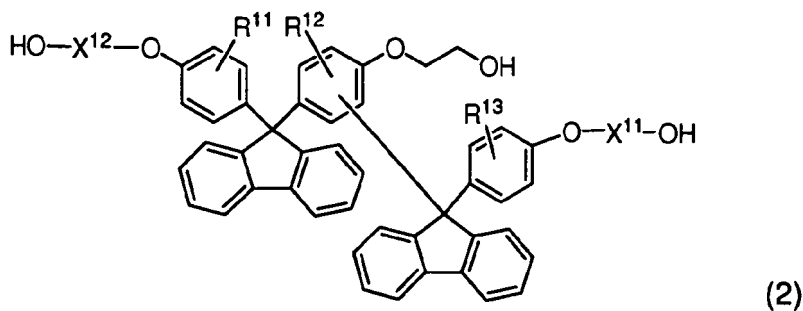
- 15 Sin embargo, la resistencia mecánica de estas resinas es relativamente mala y sus aplicaciones son limitadas. Además, las resinas tienen otro problema en que el rendimiento a la hora de conformarlas de forma continua es bajo. Por consiguiente, se desea mejorar la resistencia mecánica de las resinas.

- 20 Los inventores de la presente invención han realizado estudios diligentes con el fin de producir una resina termoplástica que tiene un esqueleto de fluoreno y una resistencia excelente y, como resultado, han descubierto que es eficaz usar, como monómero, una composición que comprende un compuesto dihidroxilado que contiene fluoreno representado mediante la fórmula (1) y un compuesto específico en una cantidad específica, y en base a este descubrimiento, los inventores han realizado la presente invención.

- 25 Específicamente, la invención se refiere a un método para producir una resina termoplástica, que comprende usar una composición que comprende al menos un compuesto dihidroxilado que contiene fluoreno representado por la fórmula (1) y un compuesto hidroxilado que contiene fluoreno representado por la fórmula (2) en una cantidad de 0,5 partes en peso a 1,5 partes en peso con respecto a 100 partes en peso del compuesto dihidroxilado que contiene fluoreno de fórmula (1), para producir una resina termoplástica tal como resina de poliéster, resina de policarbonato, etc.



- 30 En la fórmula (1), R¹ y R², cada uno independientemente, representan un átomo de hidrógeno o un grupo metilo; y X¹ y X², cada uno independientemente, representan un grupo alquileo C₂₋₄, por ejemplo etileno, n-propileno, isopropileno, n-butileno sec. butileno y/o terc. butileno.

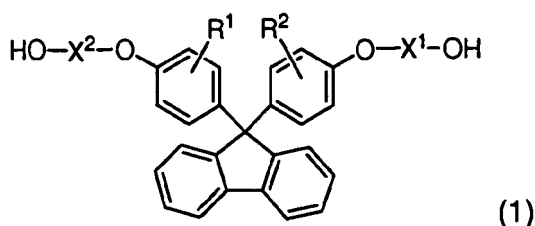


En la fórmula (2), R^{11} , R^{12} y R^{13} , cada uno independientemente, representan un átomo de hidrógeno o un grupo metilo; y X^{11} y X^{12} , cada uno independientemente, representan un grupo alquileo C_{2-4} , por ejemplo etileno, n-propileno, isopropileno, n-butileno sec. butileno y/o terc. butileno.

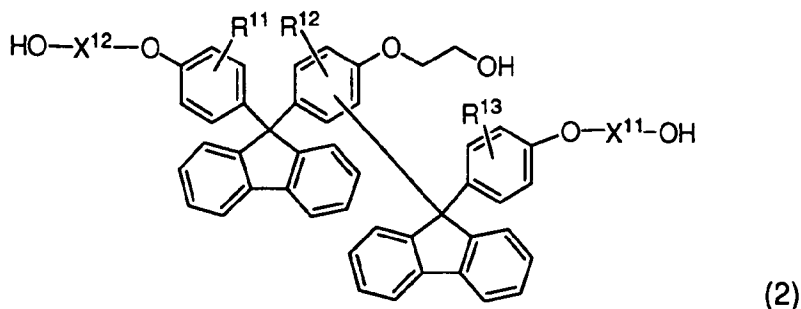
De acuerdo con la invención, se proporciona una resina termoplástica que tiene un esqueleto de fluoreno y que tiene una alta resistencia mecánica. También de acuerdo con la invención, se proporcionan una resina de poliéster y una resina de policarbonato que tienen un esqueleto de fluoreno y una alta resistencia mecánica y son adecuadas para aplicaciones ópticas.

DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA INVENCION

La invención se refiere a un método para producir una resina termoplástica que tiene un esqueleto de fluoreno. La invención se caracteriza por usar una composición que contiene un compuesto dihidroxilado que contiene fluoreno de fórmula (1) y un compuesto hidroxilado que contiene fluoreno de fórmula (2).



En la fórmula (1), R^1 y R^2 , cada uno independientemente, representan un átomo de hidrógeno o un grupo metilo; y X^1 y X^2 , cada uno independientemente, representan un grupo alquileo C_{2-4} .



En la fórmula (2), R^{11} , R^{12} y R^{13} , cada uno independientemente, representan un átomo de hidrógeno o un grupo metilo; y X^{11} y X^{12} , cada uno independientemente, representan un grupo alquileo C_{2-4} .

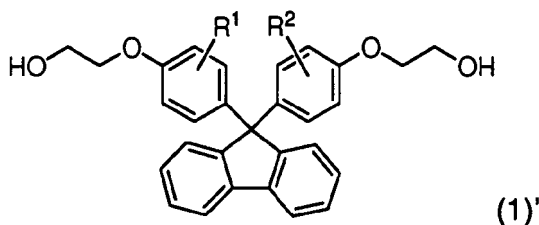
Los ejemplos del compuesto representado mediante la fórmula (1) incluyen 9,9-bis(4-(2-hidroxiatoxi)fenil)fluoreno, 9,9-bis(4-(2-hidroxiatoxi)-3-metilfenil)fluoreno, 9,9-bis(4-(2-hidroxiatoxi)-3,5-dimetilfenil)fluoreno, 9,9-bis(4-(2-hidroxiatoxi)-3-terc-butilfenil)fluoreno, 9,9-bis(4-(2-hidroxiatoxi)-3-isopropilfenil)fluoreno, 9,9-bis(4-(2-hidroxiatoxi)-3-ciclohexilfenil)fluoreno y 9,9-bis(4-(2-hidroxiatoxi)fenil)fluoreno. De acuerdo con la invención, puede usarse un tipo del compuesto de fórmula (1) en solitario o pueden usarse varios tipos del compuesto de fórmula (1) en combinación.

En el método de producción de la invención, se usa una composición que comprende un compuesto hidroxilado que contiene fluoreno de fórmula (2) junto con un compuesto de fórmula (1) en una cantidad de 0,5 partes en peso a 1,5 partes en peso con respecto a 100 partes en peso del compuesto de fórmula (1). Cuando el contenido del compuesto de fórmula (2) está dentro del intervalo mencionado anteriormente, entonces la resistencia mecánica de la resina termoplástica tal como resina de poliéster y resina de policarbonato producida puede tener una resistencia mecánica mejorada (en comparación con la resistencia de la resina producida en un caso en el que el contenido del compuesto (2) está fuera del intervalo), y además, la resistencia de la resina no fluctúa; o sea, el método de producción proporciona una resina termoplástica que tiene una resistencia mecánica mejorada de forma estable. El uso de la composición que comprende el compuesto de fórmula (2) para que esté dentro del intervalo mencionado anteriormente tiene poca influencia sobre las propiedades intrínsecas de la resina termoplástica producida, y puede contribuir a menudo a mejorar las propiedades de la resina.

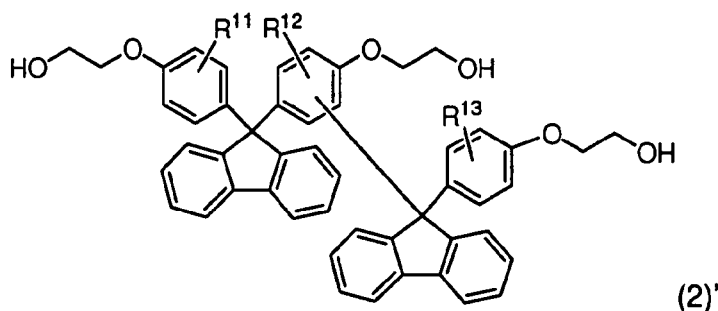
El compuesto de fórmula (1) puede contener el compuesto de fórmula (2) como una impureza que se produce de forma secundaria en el proceso de su producción; y en tal caso, las condiciones de reacción en la producción del compuesto de fórmula (1) y las condiciones de purificación después de su producción se determinan

adecuadamente, de modo que el contenido del compuesto de fórmula (2) en el producto pudiera estar en el intervalo mencionado anteriormente, con lo cual puede prepararse una composición que contiene el compuesto de fórmula (2) en la proporción mencionada anteriormente. El contenido del compuesto de fórmula (2) tiende a aumentar a una temperatura de reacción más alta y durante un periodo de tiempo de reacción más largo. Por otro lado, puede darse un caso en el que el compuesto de fórmula (1) contiene el compuesto de fórmula (2) en una cantidad menor que el intervalo mencionado anteriormente, o no lo contiene en absoluto; y en tal caso, el compuesto de fórmula (2) puede añadirse intencionadamente al compuesto de fórmula (1) para preparar, de este modo, una composición que contiene el compuesto de fórmula (2) en una proporción que está en el intervalo mencionado anteriormente. El compuesto de fórmula (2) a añadir puede ser, por ejemplo, uno obtenido mediante separación en cromatografía de líquidos de alta resolución (HPLC) o similar.

De acuerdo con un ejemplo del método para producir una resina termoplástica que tiene un esqueleto de fluoreno de la invención, se usa la composición que contiene un compuesto dihidroxilado que contiene fluoreno representado por la fórmula (1) y un compuesto hidroxilado que contiene fluoreno representado por la fórmula (2), en los que X^1 y X^2 en la fórmula (1) y X^{11} y X^{12} en la fórmula (2) son etileno, es decir, se usa la composición que contiene un compuesto dihidroxilado que contiene fluoreno representado por la fórmula (1)' y un compuesto hidroxilado que contiene fluoreno representado por la fórmula (2)'.



En la fórmula (1)', R^1 y R^2 , cada uno independientemente, representan un átomo de hidrógeno o un grupo metilo.



En la fórmula (2)', R^{11} , R^{12} y R^{13} , cada uno independientemente, representan un átomo de hidrógeno o un grupo metilo.

Una realización del método de producción de la invención es para producir una resina de poliéster. En esta realización, se usa una composición que comprende al menos un componente de diol que contiene al menos un compuesto de fórmula (1) y un componente de ácido dicarboxílico que contiene un ácido dicarboxílico y/o su derivado respectivo. En esta realización, el componente de diol reacciona con el componente de ácido dicarboxílico para producir una resina de poliéster. En esta realización, el compuesto de fórmula (2) puede participar en la reacción, sirviendo como componente de diol, o puede permanecer sin reaccionar.

El componente de diol y el compuesto de ácido dicarboxílico a usar en esta realización pueden estar, cada uno, en forma de un único componente de los mismos o también pueden ser una mezcla que contiene dos o más compuestos diferentes de un componente de diol y/o un componente dicarboxílico como componentes de copolimerización.

Los ejemplos del otro compuesto de diol, que puede usarse como componente de diol junto con el compuesto representado por la fórmula (1), incluyen alquilenglicoles (por ejemplo alquilenglicoles C_{2-12} de cadena lineal o ramificada tales como etilenglicol, propilenglicol, trimetilenglicol, 1,3-butanodiol, tetrametilenglicol (1,4-butanodiol), hexanodiol, neopentilglicol, octanodiol y decanodiol); y (poli)oxialquilenglicoles (por ejemplo dietilenglicol, trietilenglicol y dipropilenglicol). Cada uno de estos compuestos de diol puede usarse en solitario o en combinación con otro u otros dioles.

Preferentemente, el compuesto de diol, que puede usarse junto con el compuesto representado por la fórmula (1), se selecciona entre alquilenglicoles C₂₋₁₂ de cadena lineal o ramificada, más preferentemente se selecciona entre alquilenglicoles C₂₋₆ de cadena lineal o ramificada, y aún más preferentemente se selecciona entre alquilenglicoles C₂₋₄ de cadena lineal o ramificada (por ejemplo etilenglicol, propilenglicol y tetrametilenglicol (1,4-butanodiol)).

5 En muchos casos, se usa al menos etilenglicol como componente de diol.

10 El otro diol (por ejemplo, etilenglicol) es útil como componente de polimerización para mejorar la reactividad de polimerización y para hacer flexible a la resina producida. La introducción de un componente de polimerización puede rebajar a menudo el índice de refracción, la resistencia al calor y la capacidad de absorción de agua de la resina producida; y desde este punto de vista, en general, la proporción de copolimerización es preferentemente pequeña.

La proporción del diol de fórmula (1) con respecto al otro diol, o es decir, la proporción (en moles) de diol de fórmula (1)/otro diol puede seleccionarse entre un intervalo de 100/0 a 10/90 aproximadamente. En general, el intervalo puede ser de 99/1 a 50/50 aproximadamente, preferentemente de 99/1 a 60/40 aproximadamente, más preferentemente de 99/1 a 70/30 aproximadamente.

15 El componente de ácido dicarboxílico incluye ácidos dicarboxílicos, derivados de ácido dicarboxílico (derivados de ácido dicarboxílico capaces de formar un enlace éster, es decir, derivados de ácido dicarboxílico que forman un éster), etc. Pueden usarse uno o más tipos diferentes de componentes de ácido dicarboxílico de forma individual o combinados. Por ejemplo, como componente de ácido dicarboxílico, son utilizables un ácido dicarboxílico y su derivado.

20 Los ejemplos del ácido dicarboxílico típico incluyen ácidos dicarboxílicos alifáticos tales como ácidos alcanodicarboxílicos (por ejemplo ácido oxálico, ácido malónico, ácido succínico, ácido glutárico y ácido adípico) y ácidos alquenodicarboxílicos (por ejemplo ácido maleico y ácido fumárico); ácidos dicarboxílicos alicíclicos tales como ácidos cicloalcanodicarboxílicos (por ejemplo ácido ciclohexanodicarboxílico) y ácido di- o tri-
25 cicloalcanodicarboxílico (por ejemplo ácido decalindicarboxílico, ácido norbornenodicarboxílico y ácido adamantanodicarboxílico); y ácidos dicarboxílicos aromáticos tales como ácidos arenodicarboxílicos (por ejemplo ácido tereftálico, ácido isoftálico, ácido ftálico, ácido 2,6-naftalenodicarboxílico, ácido 1,8-naftalenodicarboxílico y ácido antracenodicarboxílico) y ácido bifenildicarboxílico (por ejemplo ácido 2,2'-bifenildicarboxílico). Cualesquiera derivados reactivos de los mismos, es decir, cualesquiera derivados de los mismos, que pueden formar un enlace o
30 enlaces éster, tales como anhídridos de los mismos (por ejemplo anhídrido del ácido hexahidroftálico y anhídrido del ácido tetrahidroftálico), ésteres de alquilo inferior (por ejemplo C₁₋₄) de los mismos (por ejemplo ésteres dimetílicos de los mismos, ésteres dietílicos, ésteres di-n-propílicos, ésteres di-iso-propílicos, ésteres di-n-butílicos, ésteres di-sec.-butílicos y ésteres di-terc.-butílicos de los mismos) y haluros de ácido correspondientes al ácido dicarboxílico, también pueden usarse.

35 Cada uno de estos ácidos dicarboxílicos puede usarse en solitario o en combinación con otro o los otros ácidos dicarboxílicos. Entre estos, el ácido ciclohexanodicarboxílico y el ácido tereftálico son preferibles en términos de su bajo coste y sus fáciles disponibilidades industriales.

40 La proporción del componente de ácido dicarboxílico con respecto al componente de diol, o sea, componente de ácido dicarboxílico/componente de diol (en moles) puede seleccionarse entre un intervalo de 1,5/1 a 0,7/1 aproximadamente, preferentemente de 1,2/1 a 0,8/1 aproximadamente, más preferentemente de 1,1/1 a 0,9/1 aproximadamente.

45 En el método de producción para una resina de poliéster en esta realización, el contenido del compuesto dihidroxilado que contiene fluoreno de fórmula (1) que estará en la composición es preferentemente al menos el 60% en peso con respecto al peso de todo el componente de diol en la composición. Específicamente, en la resina de poliéster, el contenido de la unidad constitutiva que contiene el residuo derivado del compuesto dihidroxilado que contiene fluoreno de fórmula (1) es preferentemente al menos el 60% en peso con respecto a todas las unidades constitutivas. La "unidad constitutiva que contiene el residuo derivado del compuesto dihidroxilado que contiene fluoreno de fórmula (1)" pretende indicar una unidad constitutiva que contiene un enlace éster -COO- y que comprende un residuo del compuesto de fórmula (1) y un residuo de ácido dicarboxílico. Por ejemplo, en el caso en el que no se usa ningún otro compuesto de diol aparte del compuesto dihidroxilado que contiene fluoreno de fórmula (1), la resina de poliéster resultante contendrá "una unidad constitutiva que contiene el residuo del otro componente de diol" además de la "unidad constitutiva que contiene el residuo derivado del compuesto dihidroxilado que contiene fluoreno de fórmula (1)"; y, en tal caso, la proporción de la "unidad constitutiva que contiene el residuo derivado del compuesto dihidroxilado que contiene fluoreno de fórmula (1)" es preferentemente al menos el 60% en peso en todas las unidades constitutivas que contienen un enlace éster. Cuando la proporción del compuesto de fórmula (1) se define para estar en el intervalo mencionado anteriormente, entonces puede producirse una resina de poliéster excelente en propiedades ópticas tales como refractividad. Respecto a la resistencia mecánica de la resina, el contenido del compuesto de fórmula (1) es preferentemente mayor, dado que el módulo de elasticidad de la resina podría ser mayor; sin embargo, cuando el contenido es demasiado alto, entonces la elongación a la tracción de la
55

resina puede ser baja. Por consiguiente, el contenido del compuesto de fórmula (1) es preferentemente, como máximo, el 90% en peso aproximadamente.

En esta realización, un componente de ácido dicarboxílico (ácido dicarboxílico y/o derivado de ácido dicarboxílico que forma un éster) y un componente de diol que contiene un compuesto de fórmula (1) se hacen reaccionar en diversos métodos de un método de polimerización en fundido, un método de polimerización en solución, un método de polimerización interfacial o similar para interesterificación, polimerización directa o similar dando, de este modo, una resina de poliéster. Sobre todo, se prefiere un método de polimerización en fundido que no usa un disolvente de reacción.

El método de interesterificación es un tipo de método de polimerización en fundido, y éste comprende hacer reaccionar a un dicarboxilato y un compuesto de diol en presencia de un catalizador para interesterificación retirando al alcohol formado mediante evaporación, dando de este modo un poliéster; y, en general, el método se usa para la producción de una resina de poliéster.

El método de polimerización directa comprende hacer reaccionar a un ácido dicarboxílico y un compuesto de diol mediante deshidratación para dar un compuesto de éster, seguida de interesterificación retirando el compuesto de diol en exceso mediante evaporación a presión reducida para dar una resina de poliéster. La ventaja del método de polimerización directa es que puede usarse un ácido dicarboxílico económico como material de partida sin evaporación de alcohol como en la interesterificación. Respecto al tipo del catalizador de polimerización y la cantidad del mismo, las condiciones de polimerización tales como temperatura y otras, y los aditivos tales como estabilizante al calor, inhibidor de la eterificación, inactivador del catalizador y otros en la realización de los métodos de polimerización en fundido, mencionados, son aquellos usados para métodos conocidos.

El peso molecular promedio en peso de la resina de poliéster producida en esta realización es generalmente de 20.000 a 60.000 aproximadamente. En una realización del uso del polímero para aplicaciones ópticas, el peso molecular promedio en peso del polímero es preferentemente de 20.000 a 70.000 aproximadamente, más preferentemente de 25.000 a 60.000 aproximadamente.

Otra realización de la invención es un método de producción de una resina de policarbonato. En esta realización, se usa una composición que comprende un componente dihidroxilado que contiene al menos un compuesto de fórmula (1), un componente de carbonato de diéster, y un catalizador tal como un catalizador de compuesto básico, un catalizador de interesterificación, un catalizador mixto de los dos o similar. En esta realización, el componente dihidroxilado y el componente de carbonato de diéster se hacen reaccionar en presencia del catalizador para dar una resina de policarbonato. En esta realización, el compuesto de fórmula (2) puede participar en la reacción, sirviendo como componente dihidroxilado, o puede permanecer sin reaccionar.

El componente dihidroxilado y el componente de carbonato de diéster que se usarán en esta realización pueden estar, cada uno, en forma de un único componente de los mismos o también puede ser una mezcla que contiene dos o más compuestos diferentes de un componente dihidroxilado y/o un componente de carbonato de diéster como componentes de copolimerización.

Los ejemplos del compuesto dihidroxilado, que pueden usarse como componente dihidroxilado junto con el compuesto representado por la fórmula (1), incluyen dioles lineales tales como etilenglicol, 1,3-propanodiol, 1,4-butanodiol, 1,5-pentanodiol y 1,6-hexanodiol; y dioles cíclicos tales como triciclo[5.2.1.0^{2,6}]decanodimetanol, 4,10-dimetiltriciclo[5.2.1.0^{2,6}]decanodimetanol, 4,4,10,10-tetratriciclo[5.2.1.0^{2,6}]decanodimetanol, 1,2,3,4,5,6,7,8,9,10-decametiltriciclo[5.2.1.0^{2,6}]decanodimetanol, 3,9-bis(2-hidroxi-1,1-dietil)-2,4,8,10-tetraoxoespiro(5.5)undecano, 3,9-bis(2-hidroxi-1,1-dietil)-2,4,8,10-tetraoxoespiro(5.5)undecano, 3,9-bis(2-hidroxi-1,1-dipropil)-2,4,8,10-tetraoxoespiro(5.5)undecano y 1,4-ciclohexanodiol (cuerpo trans- o cis o cualesquiera mezclas de los mismos). Cada uno de estos compuestos dihidroxilados puede usarse en solitario o en combinación con el otro o los otros compuestos dihidroxilados.

Los ejemplos del bisfenol, que pueden usarse junto con el compuesto representado por la fórmula (1), incluyen 1,1'-bifenil-4,4'-diol, bis(4-hidroxifenil)metano, 1,1-bis(4-hidroxifenil)etano, bis(4-hidroxifenil)éter, bis(4-hidroxifenil)sulfóxido, bis(4-hidroxifenil)sulfuro, bis(4-hidroxifenil)sulfona, bis(4-hidroxifenil)cetona, 2,2-bis(4-hidroxifenil)propano, 2,2-bis(4-hidroxi-3-t-butilfenil)propano, 2,2-bis(4-hidroxi-3-metilfenil)propano, 1,1-bis(4-hidroxifenil)ciclopentano, 1,1-bis(4-hidroxifenil)ciclohexano, 2,2-bis(4-hidroxifenil)hexafluoropropano, bis(4-hidroxifenil)difenilmetano, 1,1-bis(4-hidroxifenil)-1-feniletano, 9,9-bis(4-hidroxifenil)fluoreno, 9,9-bis(4-hidroxi-3-metilfenil)fluoreno, α,ω -bis[2-(p-hidroxifenil)etil]polidimetilsiloxano, α,ω -[bis[3-(o-hidroxifenil)propil]polidimetilsiloxano, 4,4'-[1,3-fenilenbis(1-metiletilideno)]bisfenol y 1,1-bis(4-hidroxifenil)-1-feniletano. Cada uno de estos puede usarse en solitario o en combinación con los otros. Entre estos, el 2,2-bis(4-hidroxifenil)propano (bisfenol A: BPA) es especialmente preferible.

Los ejemplos del carbonato de diéster incluyen carbonato de difenilo, carbonato de ditolilo, carbonato de bis(clorofenilo), carbonato de m-cresilo, carbonato de dimetilo, carbonato de dietilo, carbonato de dibutilo y carbonato de dicitlohexilo. Entre estos, el carbonato de difenilo es especialmente preferible.

Preferentemente, el carbonato de diéster tal como carbonato de difenilo o similar se usa en una proporción de 0,90 a 1,15 moles aproximadamente con respecto a un mol del total de los compuestos dihidroxilados, más preferentemente en una proporción de 0,95 a 1,05 moles aproximadamente.

5 En el método de producción para una resina de policarbonato en esta realización, el contenido del compuesto dihidroxilado que contiene fluoreno de fórmula (1) que estará en la composición es preferentemente al menos el 60% en peso con respecto al peso de todo el componente dihidroxilado en la composición. Específicamente, en la resina de policarbonato, el contenido de la unidad constitutiva que contiene el residuo derivado del compuesto dihidroxilado que contiene fluoreno de fórmula (1) es preferentemente al menos el 60% en peso con respecto a todas las unidades constitutivas. La "unidad constitutiva que contiene el residuo derivado del compuesto dihidroxilado que contiene fluoreno de fórmula (1)" pretende indicar una unidad constitutiva que contiene un enlace carbonato -O-CO-O- y que comprende un residuo del compuesto de fórmula (1) y un residuo de carbonato de diéster. Por ejemplo, en el caso en el que se use cualquier otro compuesto dihidroxilado diferente del compuesto dihidroxilado que contiene fluoreno de fórmula (1), la resina de policarbonato resultante contendrá "una unidad constitutiva que contiene el residuo del otro componente hidroxilado" además de la "unidad constitutiva que contiene el residuo derivado del compuesto dihidroxilado que contiene fluoreno de fórmula (1)"; y, en tal caso, la proporción de la "unidad constitutiva que contiene el residuo derivado del compuesto dihidroxilado que contiene fluoreno de fórmula (1)" es preferentemente al menos el 60% en peso en todas las unidades constitutivas que contienen un enlace carbonato. Cuando la proporción del compuesto de fórmula (1) se define para estar en el intervalo mencionado anteriormente, entonces puede producirse una resina de policarbonato excelente en propiedades ópticas tales como refractividad. Respecto a la resistencia mecánica de la resina, el contenido del compuesto de fórmula (1) es preferentemente mayor, dado que el módulo de elasticidad de la resina podría ser mayor; sin embargo, cuando el contenido es demasiado alto, entonces la elongación a la tracción de la resina puede ser baja. Por consiguiente, el contenido del compuesto de fórmula (1) es preferentemente, como máximo, el 90% en peso aproximadamente.

25 En el método de producción para una resina de policarbonato en esta realización, un componente de compuesto dihidroxilado se hace reaccionar con un componente de carbonato de diéster en presencia de un catalizador. Los ejemplos del catalizador utilizador incluyen un catalizador de compuesto básico, un catalizador de interesterificación, y un catalizador mixto de los dos.

El catalizador de compuesto básico incluye un compuesto de metal alcalino y/o un compuesto de metal alcalinotérreo, un compuesto que contiene nitrógeno, etc.

30 Los ejemplos preferidos del catalizador de compuesto básico incluyen sales de ácido orgánico, sales inorgánicas, óxidos, hidróxidos, hidruros o alcóxidos de metal alcalino o compuestos de metal alcalinotérreo o similares, así como hidróxidos de amonio cuaternario y sus sales, aminas, etc. Uno o más de estos compuestos pueden usarse en este documento de forma individual o combinados.

35 Los ejemplos del compuesto de metal alcalino incluyen hidróxido sódico, hidróxido potásico, hidróxido de cesio, hidróxido de litio, hidrogenocarbonato sódico, carbonato sódico, carbonato potásico, carbonato de cesio, carbonato de litio, acetato sódico, acetato potásico, acetato de cesio, acetato de litio, estearato sódico, estearato potásico, estearato de cesio, estearato de litio, borofenilato sódico, benzoato sódico, benzoato potásico, benzoato de cesio, benzoato de litio, hidrogenofosfato disódico, hidrogenofosfato dipotásico, hidrogenofosfato de dilitio, fenilfosfato disódico, bisfenol A disódico, bisfenol A dipotásico, bisfenol A de dicesio, bisfenol A de dilitio, fenol sódico, fenol potásico, fenol de cesio y fenol de litio.

40 Los ejemplos del compuesto de metal alcalinotérreo incluyen hidróxido de magnesio, hidróxido de calcio, hidróxido de estroncio, hidróxido de bario, hidrogenocarbonato de magnesio, hidrogenocarbonato de calcio, hidrogenocarbonato de estroncio, hidrogenocarbonato de bario, carbonato de magnesio, carbonato de calcio, carbonato de estroncio, carbonato de bario, acetato de magnesio, acetato de calcio, acetato de estroncio, acetato de bario, estearato de magnesio, estearato de calcio, benzoato de calcio y fenilfosfato de magnesio.

45 Los ejemplos del compuesto que contiene nitrógeno incluyen hidróxidos de amonio cuaternario que tienen un alquilo o arilo tal como hidróxido de tetrametilamonio, hidróxido de tetraetilamonio, hidróxido de tetrapropilamonio, hidróxido de tetrabutilamonio e hidróxido de trimetilbencilamonio; aminas terciarias tales como trietilamina, dimetilbencilamina y trifenilamina; aminas secundarias tales como dietilamina y dibutilamina; aminas primarias tales como propilamina y butilamina; imidazoles tales como 2-metilimidazol, 2-fenilimidazol y benzoimidazol; y bases o sales básicas tales como amoníaco, borohidruro de tetrametilamonio, borohidruro de tetrabutilamonio, tetrafenilborato de tetrabutilamonio y tetrafenilborato de tetrafenilamonio.

Como catalizador de interesterificación, son preferibles sales de zinc, sales de estaño, sales de zirconio y sales de plomo; y cada una de éstas puede usarse en solitario o en combinación con las otras.

55 Los ejemplos del catalizador de interesterificación incluyen acetato de zinc, benzoato de zinc, 2-etilhexanoato de zinc, cloruro de estaño (II), cloruro de estaño (IV), acetato de estaño (II), acetato de estaño (IV), dilaurato de dibutilestaño, óxido de dibutilestaño, dimetóxido de dibutilestaño, acetilacetato de zirconio, oxiacetato de zirconio, tetrabutóxido de zirconio, acetato de plomo (II) y acetato de plomo (IV).

El catalizador puede usarse en una cantidad generalmente de 10^{-9} a 10^{-3} moles aproximadamente con respecto a 1 mol del total de los compuestos dihidroxilados, preferentemente de 10^{-7} a 10^{-4} moles aproximadamente.

En esta realización, un componente dihidroxilado y un componente de carbonato de diéster se hacen reaccionar en presencia del catalizador mencionado anteriormente de acuerdo con un método de policondensación en fundido para dar una resina de policarbonato. En el método de policondensación en fundido, los materiales mencionados anteriormente se hacen reaccionar, en presencia del catalizador, mediante interesterificación con calor y a presión normal o presión reducida para policondensación en fundido retirando el producto secundario. La reacción es generalmente una reacción de dos o más fases múltiples. Un ejemplo del método de policondensación en fundido se describe a continuación.

La reacción de primera fase se alcanza a una temperatura de 120 a 220°C, preferentemente de 160 a 200°C, durante de 1 a 5 horas, preferentemente durante de 0,5 a 3 horas, a desde presión normal a una presión de 200 Torr. A continuación, la temperatura se eleva gradualmente hasta una temperatura final de 230 a 260°C mientras la presión se reduce gradualmente hasta una presión final de, como máximo, 1 Torr, lo que requiere de 1 a 3 horas, y la reacción continúa. Finalmente, a la presión reducida de, como máximo, 1 Torr, la policondensación se promueve a una temperatura de 230 a 260°C, y después de la reacción, el sistema llega a tener una viscosidad predeterminada, la presión en el sistema se restaura y la reacción termina de este modo. El tiempo de reacción transcurrido a, como máximo, 1 Torr es de 0,1 a 2 horas, y el tiempo de reacción global es de 1 a 6 horas, generalmente de 2 a 5 horas.

La reacción puede ser una reacción continua o una reacción discontinua. El aparato de reacción para su uso para la reacción mencionada anteriormente puede ser un reactor vertical equipado con un aspa agitadora de tipo ancla, un aspa agitadora Maxblend, un aspa agitadora de tipo cinta helicoidal o similar, o puede ser un reactor horizontal equipado con un aspa en forma de pala, un aspa en forma de red, un aspa en forma de monóculo o similar; y se prefiere un aparato de reacción construido combinando adecuadamente estos reactores, considerando la viscosidad del producto polimérico.

Después de la reacción de polimerización, preferentemente, el catalizador se retira o se inactiva para no restarle estabilidad térmica y estabilidad de hidrólisis de la resina de policarbonato obtenida. En general, puede añadirse una sustancia ácida conocida para inactivar el catalizador. Los ejemplos de la sustancia ácida que se usará para inactivar el catalizador incluyen ácidos sulfónicos aromáticos tales como ácido p-toluenosulfónico; ésteres de sulfonato aromáticos tales como p-toluenesulfonato de butilo y p-toluenesulfonato de hexilo; sales de sulfonato aromáticas tales como dodecilsulfonato de tetrabutilsulfonio; compuestos de halógeno orgánicos tales como cloruro de estearilo, cloruro de benzoilo y cloruro p-toluenosulfónico; ácidos alquilsulfúricos tales como ácido dimetilsulfúrico; y compuestos de halógeno orgánicos tales como cloruro de bencilo.

La inactivación del catalizador puede venir seguida por una etapa de retirada del compuesto de bajo punto de ebullición del polímero mediante vaporización a una presión de 0,1 a 1 Torr y a una temperatura de 200 a 350°C. Para esta etapa, se usa preferentemente un reactor horizontal equipado con un aspa agitador excelente en la capacidad de renovación de la superficie tal como un aspa en forma de pala, un aspa en forma de red, un aspa en forma de monóculo o similar, o un evaporador de película fina.

El peso molecular promedio en peso de la resina de policarbonato producida en esta realización es generalmente de 2.000 a 100.000 aproximadamente. En una realización del uso del polímero para aplicaciones ópticas, el peso molecular promedio en peso del polímero es preferentemente de 5.000 a 70.000 aproximadamente, más preferentemente de 10.000 a 50.000 aproximadamente.

La composición que comprende compuestos de fórmulas (1) y (2) en una proporción predeterminada para su uso en el método de producción de la invención puede contener diversos aditivos, además de los componentes monoméricos y el catalizador usados en las realizaciones mencionadas anteriormente. Por ejemplo, antioxidante, pigmento, colorante, agente de refuerzo, carga, absorbente de UV, lubricante, agente de liberación, agente nucleante, plastificante, mejorador de la fluidez, agente antiestático, agente antimicrobiano y otros pueden añadirse a la composición además del estabilizante al calor y estabilizante de hidrólisis mencionados anteriormente.

La resina termoplástica tal como resina de poliéster, resina de policarbonato y similares, producida de acuerdo con el método de producción de la invención puede usarse en diversas aplicaciones. De acuerdo con el método de producción de la invención, puede proporcionarse una resina termoplástica que tiene una resistencia mejorada que no merma las propiedades intrínsecas de la resina. Por consiguiente, las resinas termoplásticas usadas hasta la fecha en diversas aplicaciones pueden sustituirse por resinas termoplásticas producidas de acuerdo con el método de producción de la invención, mejorando su resistencia sin mermar las propiedades intrínsecas de éstas. En particular, las resinas termoplásticas producidas de acuerdo con el método de producción de la invención son útiles como materiales para miembros ópticos, tales como películas ópticas, discos ópticos, prismas ópticos, lentes ópticas, etc. Se requiere que los materiales de resina para su uso para aplicaciones ópticas tengan una alta transmitancia y una alta refractividad, y a menudo se requiere que tengan una alta resistencia mecánica. Los ejemplos de la resina termoplástica a producir de acuerdo con el método de producción de la invención son una resina de poliéster y una resina de policarbonato, y estas resinas termoplásticas tienen una tensión máxima de 50

MPa a 110 MPa (más preferentemente de 60 MPa a 100 MPa), una transmitancia total de la luz de al menos el 87% (más preferentemente al menos el 88%), y un índice de refracción a rayos d a 23°C de al menos 1,58 (preferentemente al menos 1,60), y son favorables para aplicaciones ópticas.

EJEMPLOS

5 La invención se describe en referencia a los siguientes ejemplos. A menos que se indique específicamente otra cosa, “%” y “parte” en los ejemplos son en peso. Las propiedades físicas de los poliésteres y policarbonatos obtenidos en los siguientes ejemplos se midieron de la siguiente manera:

Peso molecular promedio en peso (Pm) en base a poliestireno:

10 La muestra de resina se analiza mediante GPC, usando cloroformo como disolvente de desarrollo y en base a un poliestireno convencional que tiene un peso molecular conocido (distribución de peso molecular = 1), preparando de este modo una curva de calibrado de la misma. En base a la curva de calibrado, el peso molecular promedio en peso de la muestra se computa a partir del tiempo de retención en la GPC.

Transmitancia total de la luz:

15 La muestra de resina se moldea por prensado en una pieza en forma de paralelepípedo rectangular de 3 mm de grosor x 8 mm x 8 mm, y se analiza con el colorímetro de Nippon Denshoku Kogyo MODELO 1001 DP.

Índice de refracción:

La muestra de resina se moldea por prensado en una pieza en forma de paralelepípedo rectangular de 3 mm de grosor x 8 mm x 8 mm, y se analiza con el refractómetro de Atago.

Resistencia a la flexión:

20 La muestra de resina se corta en una pieza en forma de tira que tiene un grosor de 3,2 mm, y usando el autógrafa de Shimadzu Seisakusho Modelo AG500B, esto se ensaya para la flexión de acuerdo con la norma JISK-7110 a temperatura ambiente y a una velocidad de flexión de 1,5 mm/minuto, y se determina su resistencia a la flexión.

Cuantificación del compuesto hidroxilado que contiene fluoreno de fórmula (2) en el compuesto de fórmula (1):

25 10 mg de la muestra se disuelven en 10 ml de metanol. Usando la columna de Tosoh, “ODS-80ts” y usando un disolvente de metanol/agua, esto se analiza mediante cromatografía de líquidos de alta resolución a una longitud de onda de 254 nm. El programa de gradiente es de 0 a 5 minutos (metanol al 70%), de 5 a 30 minutos (metanol del 70% al 100%), y de 30 a 45 minutos (metanol al 100%). Los datos de HPLC se procesan para dar una curva de calibrado, en la que se lee el contenido del compuesto.

30 El compuesto de fórmula (2) se identifica mediante H-RMN (disolvente DMSO: 3,70 (8H, t), 3,90 (8H, t), 6,80 (8H, t), 7,00 (8H, t), 7,36 (4H, t), 7,40 (8H, t), 7,70 (4H, t)), y mediante espectrometría de masas (Pm: 754,3).

1. Ejemplo de producción 1:

35 150,6 g (0,84 mmoles) de fluorenona que tiene una pureza del 99,5% en peso y 460,6 g (3,32 moles) de fenoxietanol (de Yokkaichi Gosei) se colocaron en una cámara que tenía una capacidad interna de 2000 ml y equipado con un agitador, un tubo condensador y una bureta, a continuación se le añadieron 2,18 g (0,02 moles) de ácido β-mercaptopropiónico, y se le añadieron gota a gota 239,1 g de ácido sulfúrico al 100% durante 3 horas. A continuación, la reacción se dejó continuar durante 24 horas mientras que la temperatura de reacción se mantuvo a 75°C. Después de la reacción, se añadieron 664 g de metanol al líquido de reacción, que a continuación se mantuvo en agitación durante 1 hora. Esto se enfrió durante una noche para precipitar un producto de reacción, que se separó a continuación mediante filtración. El sólido resultante se lavó con metanol, y se disolvió con calor en tolueno. La capa orgánica se lavó dos veces con agua. La capa orgánica se enfrió para recristalización, y el cristal resultante se secó. Obtenidas de este modo, la pureza de 9,9-bis(4-(2-hidroxietoxi)fenil)fluoreno era del 96,1%, y la del compuesto (2) era del 1,60%; y el rendimiento era del 82%.

2. Ejemplo de producción 2:

45 En éste, el proceso era el mismo que en el ejemplo de producción 1, excepto que la temperatura de reacción era de 60°C y el tiempo de reacción era de 6 horas. Obtenidas de este modo, la pureza de 9,9-bis(4-(2-hidroxietoxi)fenil)fluoreno era del 97,1%, y la del compuesto (2) era del 1,45%; y el rendimiento era del 79%.

3. Ejemplo de producción 3:

9,9-Bis(4-2-hidroxietoxi)fenil]fluoreno obtenido en el ejemplo de producción 2 se recristalizó tres veces a partir de tolueno, a continuación se filtró y se secó. Obtenidas de este modo, la pureza de 9,9-bis(4-(2-hidroxietoxi)fenil]fluoreno era del 98,1%, y la del compuesto (2) era del 0,25%.

5 4. Ejemplo de producción 4:

El compuesto (2) separado en HPLC se añadió al 9,9-bis[4-(2-hidroxietoxi)fenil]fluoreno obtenido en el ejemplo de producción 3. Obtenidas de este modo, la pureza de 9,9-bis[4-(2-hidroxietoxi)fenil]fluoreno era del 97,5%, y la del compuesto (2) era del 0,41%.

5. Ejemplo 1: Producción de poliéster A

10 52 g (0,30 moles) de ácido 1,4-ciclohexanodicarboxílico, 41 g (0,66 moles) de etilenglicol, y 120 g (0,27 moles) de 9,9-bis[4-(2-hidroxietoxi)fenil]fluoreno que contenía el 1,45% del compuesto de fórmula (2) se colocaron en un reactor, y se calentaron gradualmente y se fundieron en su interior con agitación para esterificación, y a continuación se les añadieron 0,06 partes en peso de óxido de germanio. Esto se calentó gradualmente hasta alcanzar 270°C y a no más de 1 Torr, y el etilenglicol se retiró a presión reducida. A continuación, el contenido se extrajo del reactor, y de este modo se obtuvieron gránulos de resina de copoliéster que tenían un esqueleto de fluoreno.

15 El 90% molar del componente de diol introducido en la resina de poliéster obtenida era uno derivado de 9,9-bis[4-(2-hidroxietoxi)fenil]fluoreno.

20 El peso molecular promedio en peso Pm de la resina de poliéster era de 41000, la transmitancia total de la luz de la misma era del 88%, y el índice de refracción de la misma era de 1,632. La resistencia a la flexión de la resina era de 85 MPa.

6. Ejemplo 2: Producción de poliéster A'

Gránulos de resina de copoliéster que tenían un esqueleto de fluoreno se produjeron de la misma manera que en el ejemplo 1, para los cuales, sin embargo, se usó 9,9-bis[4-(2-hidroxietoxi)fenil]fluoreno que contenía el 0,41% del compuesto de fórmula (2).

25 El peso molecular promedio en peso Pm de la resina de poliéster era de 42000, la transmitancia total de la luz de la misma era del 89%, y el índice de refracción de la misma era de 1,632. La resistencia a la flexión de la resina era de 84 MPa.

7. Ejemplo 3: Producción de poliéster B

30 58 g (0,35 moles) de ácido tereftálico, 41 g (0,67 moles) de etilenglicol, y 92 g (0,62 moles) de 9,9-bis[4-(2-hidroxietoxi)fenil]fluoreno preparado para contener el 1,45% del compuesto de fórmula (2) se colocaron en un reactor, a continuación se calentaron gradualmente con agitación para alcanzar 270°C y no más de 1 Torr, y el etilenglicol se retiró a presión reducida. A continuación, el contenido se extrajo del reactor y, de este modo, se obtuvieron gránulos de resina de copoliéster que tenían un esqueleto de fluoreno.

35 El 70% molar del componente de diol introducido en la resina de poliéster obtenida era uno derivado de 9,9-bis[4-(2-hidroxietoxi)fenil]fluoreno.

El peso molecular promedio en peso Pm de la resina de poliéster era de 38000, la transmitancia total de la luz de la misma era del 89%, y el índice de refracción de la misma era de 1,607. La resistencia a la flexión de la resina era de 81 MPa.

8. Ejemplo 4: Producción de poliéster B'

40 Gránulos de resina de copoliéster que tenían un esqueleto de fluoreno se produjeron de la misma manera que en el ejemplo 3, para los cuales, sin embargo, se usó 9,9-bis[4-(2-hidroxietoxi)fenil]fluoreno que contenía el 0,41% del compuesto de fórmula (2).

45 El peso molecular promedio en peso Pm de la resina de poliéster era de 38500, la transmitancia total de la luz de la misma era del 89%, y el índice de refracción de la misma era de 1,607. La resistencia a la flexión de la resina era de 83 MPa.

9. Ejemplo 5: Producción de policarbonato A

50 19,18 g (0,0437 moles) de 9,9-bis[4-(2-hidroxietoxi)fenil]fluoreno que contenía el 1,45% del compuesto de fórmula (2), 11,75 g (0,0459 moles) de carbonato de difenilo, y 0,0268 g ($3,19 \times 10^{-4}$ moles) de hidrogenocarbonato sódico se colocaron en un reactor de 50 litros equipado con un agitador y una unidad de destilación, se agitó con calor a 215°C durante 1 hora en una atmósfera de nitrógeno a 760 Torr. A continuación, la presión se redujo a 150 Torr, lo que

- requirió 15 minutos, y esto se mantuvo a 150 Torr a 215°C durante 20 minutos para interesterificación. Además, esto se calentó a 240°C a una tasa de calentamiento de 37,5°C/h, y se mantuvo a 240°C a 150 Torr durante 10 minutos. A continuación, la presión se redujo a 120 Torr, lo que requirió 10 minutos, y esto se mantuvo a 240°C a 120 Torr durante 70 minutos. A continuación, la presión se redujo a 100 Torr, lo que requirió 10 minutos, y esto se mantuvo a 240°C a 100 Torr durante 10 minutos. Adicionalmente, la presión se redujo a 1 Torr, lo que requirió 40 minutos, y esto se agitó a 240°C a 1 Torr durante 10 minutos para polimerización. Después de la reacción, la presión en el interior del reactor se incrementó introduciendo nitrógeno en su interior, y la resina de policarbonato se extrajo mientras se granulaba.
- 5 El peso molecular promedio en peso Pm de la resina de policarbonato era de 24300, la transmitancia total de la luz de la misma era del 90%, y el índice de refracción de la misma era de 1,634. La resistencia a la flexión de la resina era de 84 MPa.
- 10 10. Ejemplo 6: Producción de policarbonato A'
- Se produjeron gránulos de resina de policarbonato que tenían un esqueleto de fluoreno de la misma manera que en el ejemplo 5, para los cuales, sin embargo, se usó 9,9-bis[4-(2-hidroxietoxi)fenil]fluoreno que contenía el 0,41% del compuesto de fórmula (2).
- 15 El peso molecular promedio en peso Pm de la resina de policarbonato era de 25000, la transmitancia total de la luz de la misma era del 89%, y el índice de refracción de la misma era de 1,634. La resistencia a la flexión de la resina era de 85 MPa.
11. Ejemplo 7: Producción de policarbonato B
- 20 43,9 g (0,100 moles) de 9,9-bis(4-(2-hidroxietoxi)fenil)fluoreno (BPEF) preparado para contener el 1,45% del compuesto de fórmula (2), 19,6 g (0,100 moles) de triciclo[5.2.1.0^{2,6}]decanodimetanol (TCDDM), 43,7 g (0,204 moles) de carbonato de difenilo y 1,0 x 10⁻⁴ g (1,2 x 10⁻⁶ moles, añadidos en forma de una solución acuosa al 0,1%) de hidrogenocarbonato sódico se colocaron en un reactor de 50 litros equipado con un agitador y una unidad de destilación, y se procesaron para polimerización de la misma manera que en el ejemplo 5.
- 25 El peso molecular promedio en peso Pm de la resina de policarbonato era de 24300, la transmitancia total de la luz de la misma era del 89%, y el índice de refracción de la misma era de 1,603. La resistencia a la flexión de la resina era de 86 MPa.
12. Ejemplo 8: Producción de policarbonato B'
- 30 Gránulos de resina de copoliéster que tenían un esqueleto de fluoreno se produjeron de la misma manera que en el ejemplo 7, para los cuales, sin embargo, se usó 9,9-bis[4-(2-hidroxietoxi)fenil]fluoreno que contenía el 0,41% del compuesto de fórmula (2).
- El peso molecular promedio en peso Pm de la resina de policarbonato era de 24900, la transmitancia total de la luz de la misma era del 89%, y el índice de refracción de la misma era de 1,603. La resistencia a la flexión de la resina era de 83 MPa.
- 35 13. Ejemplos comparativos 1 y 2: Producción de poliéster A" y poliéster A""
- Se produjeron resinas de poliéster mediante polimerización de la misma manera que en el ejemplo 1, para las cuales, sin embargo, se usó el compuesto (1) que contenía el 1,60% (ejemplo comparativo 1) o el 0,25% (ejemplo comparativo 2) del compuesto (2).
- 40 El peso molecular promedio en peso Pm, la transmitancia total de la luz, el índice de refracción y la resistencia a la flexión de las resinas de poliéster obtenidas se midieron, y los datos se muestran en la Tabla 1 a continuación.
14. Ejemplos comparativos 3 y 4: Producción de poliéster B" y poliéster B""
- Se produjeron resinas de poliéster mediante polimerización de la misma manera que en el ejemplo 3, para las cuales, sin embargo, se usó el compuesto (1) que contenía el 1,60% (ejemplo comparativo 3) o el 0,25% (ejemplo comparativo 4) del compuesto (2).
- 45 El peso molecular promedio en peso Pm, la transmitancia total de la luz, el índice de refracción y la resistencia a la flexión de las resinas de poliéster obtenidas se midieron, y los datos se muestran en la Tabla 1 a continuación.
15. Ejemplos comparativos 5 y 6: Producción de policarbonato A" y policarbonato A""
- Se produjeron resinas de policarbonato mediante polimerización de la misma manera que en el ejemplo 5, para las cuales, sin embargo, se usó el compuesto (1) que contenía el 1,60% (ejemplo comparativo 5) o el 0,25% (ejemplo comparativo 6) del compuesto (2).
- 50

El peso molecular promedio en peso Pm, la transmitancia total de la luz, el índice de refracción y la resistencia a la flexión de las resinas de policarbonato obtenidas se midieron, y los datos se muestran en la Tabla 1 a continuación.

16. Ejemplos comparativos 7 y 8: Producción de policarbonato B" y policarbonato B'''

5 Se produjeron resinas de policarbonato mediante polimerización de la misma manera que en el ejemplo 7, para las cuales, sin embargo, se usó el compuesto (1) que contenía el 1,60% (ejemplo comparativo 7) o el 0,25% (ejemplo comparativo 8) del compuesto (2).

El peso molecular promedio en peso Pm, la transmitancia total de la luz, el índice de refracción y la resistencia a la flexión de las resinas de policarbonato obtenidas se midieron, y los datos se muestran en la Tabla 1 a continuación.

Tabla 1

	Resina termoplástica	Pm	Contenido del compuesto (2), (%)	Resistencia a la flexión (MPa)	Transmitancia total de la luz (%)	nD
Ejemplo 1	Poliéster A	41000	1,45	85	88	1,632
Ejemplo 2	Poliéster A'	42000	0,41	84	89	1,632
Ejemplo 3	Poliéster B	38000	1,45	81	89	1,607
Ejemplo 4	Poliéster B'	38500	0,41	83	89	1,607
Ejemplo 5	Policarbonato A	24300	1,45	84	90	1,634
Ejemplo 6	Policarbonato A'	25000	0,41	85	89	1,634
Ejemplo 7	Policarbonato B	24300	1,45	86	90	1,603
Ejemplo 8	Policarbonato B'	24900	0,41	83	89	1,603
Ejemplo comparativo 1	Poliéster A''	40000	1,60	32	89	1,632
Ejemplo comparativo 2	Poliéster A'''	39000	0,25	35	87	1,632
Ejemplo comparativo 3	Poliéster B''	39000	1,60	39	90	1,607
Ejemplo comparativo 4	Poliéster B'''	41000	0,25	37	89	1,607
Ejemplo comparativo 5	Policarbonato A''	25100	1,60	45	89	1,634
Ejemplo comparativo 6	Policarbonato A'''	24900	0,25	43	90	1,634
Ejemplo comparativo 7	Policarbonato B''	23900	1,60	48	90	1,603
Ejemplo comparativo 8	Policarbonato B'''	24400	0,25	44	89	1,603

10

Los datos en la Tabla anterior confirman que los poliésteres y los policarbonatos producidos en los ejemplos de acuerdo con el método de producción de la invención donde se usa una composición que contiene un compuesto de fórmula (1) y un compuesto de fórmula (2) en una proporción predeterminada, tienen una resistencia mecánica mayor (más de 50 MPa) en comparación con los poliésteres y los policarbonatos en los ejemplos comparativos en los que el contenido del compuesto de fórmula (2) no está dentro del alcance de la invención. Además, los datos

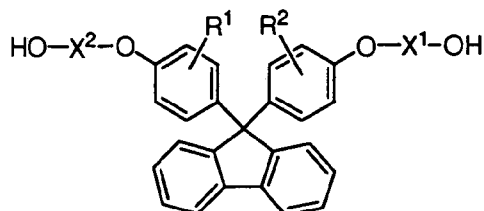
15

confirman que los poliésteres y los policarbonatos en los ejemplos tienen todos una alta transmitancia de la luz (una transmitancia total de la luz de más del 87%) y un alto índice de refracción (un índice de refracción de más de 1,60 a rayos d a 23°C) y son útiles, por lo tanto, como material de resina para aplicaciones ópticas.

- 5 La invención proporciona, de forma estable, una resina termoplástica de alta resistencia útil para diversas aplicaciones, especialmente para aplicaciones ópticas.

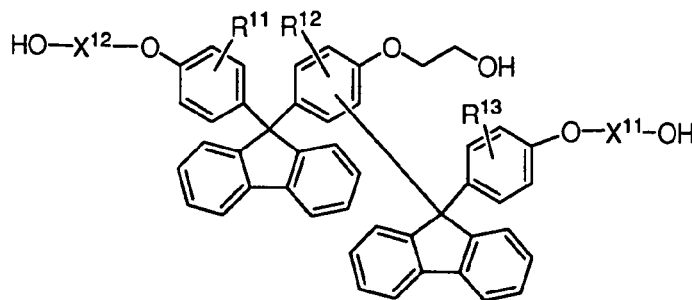
REIVINDICACIONES

- 5 1. Un método para producir una resina termoplástica, que comprende usar una composición que comprende al menos un compuesto dihidroxilado que contiene fluoreno representado mediante la siguiente fórmula (1) y un compuesto hidroxilado que contiene fluoreno representado mediante la siguiente fórmula (2) en una cantidad de 0,5 partes en peso a 1,5 partes en peso con respecto a 100 partes en peso del compuesto dihidroxilado que contiene fluoreno de fórmula (1):



(1)

en la que R^1 y R^2 , cada uno independientemente, representan un átomo de hidrógeno o un grupo metilo; y X^1 y X^2 , cada uno independientemente, representan un grupo alquileo C_{2-4} ;



(2)

- 10 en el que R^{11} , R^{12} y R^{13} , cada uno independientemente, representan un átomo de hidrógeno o un grupo metilo; y X^{11} y X^{12} , cada uno independientemente, representan un grupo alquileo C_{2-4} .
2. El método de la reivindicación 1, en el que X^1 y X^2 en la fórmula (1) y X^{11} y X^{12} en la fórmula (2) son, cada uno, un grupo etileno.
- 15 3. El método para producir una resina de poliéster de la reivindicación 1 ó 2, en el que el contenido de la unidad constitutiva que contiene el residuo derivado del compuesto dihidroxilado que contiene fluoreno de fórmula (1) en la resina de poliéster es igual a o mayor del 60% en peso de todas las unidades constitutivas en la resina.
4. El método para producir una resina de policarbonato de la reivindicación 1 ó 2, en el que el contenido de la unidad constitutiva que contiene el residuo derivado del compuesto dihidroxilado que contiene fluoreno de fórmula (1) en la resina de policarbonato es igual a o mayor del 60% en peso de todas las unidades constitutivas en la resina.
- 20 5. Una resina de poliéster producida de acuerdo con el método de la reivindicación 3, que tiene una tensión máxima de 50 MPa a 110 MPa, una transmitancia total de la luz de al menos el 87%, y un índice de refracción a rayos d a 23°C de al menos 1,60.
- 25 6. Una resina de policarbonato producida de acuerdo con el método de la reivindicación 4, que tiene una tensión máxima de 50 MPa a 110 MPa, una transmitancia total de la luz de al menos el 87%, y un índice de refracción a rayos d a 23°C de al menos 1,60.
7. Un miembro óptico que comprende al menos la resina de poliéster de la reivindicación 5.
8. Un miembro óptico que comprende al menos la resina de policarbonato de la reivindicación 6.