

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 699 525**

51 Int. Cl.:

C08G 73/10 (2006.01)

C08L 79/08 (2006.01)

H05K 1/05 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **28.06.2012 PCT/US2012/044627**

87 Fecha y número de publicación internacional: **03.01.2013 WO13003580**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **28.06.2012 E 12732761 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **29.08.2018 EP 2726538**

54 Título: **Resinas de polieterimida con niveles muy bajos de contaminación residual**

30 Prioridad:

30.06.2011 US 201113174433

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

11.02.2019

73 Titular/es:

**SABIC GLOBAL TECHNOLOGIES B.V. (100.0%)
Plasticslaan 1
4612 PX Bergen op Zoom, NL**

72 Inventor/es:

**LOWERY, DANIEL FRANCIS;
CHAKRAVARTI, JAMUNA y
ROYER, AARON**

74 Agente/Representante:

CURELL AGUILÁ, Mireia

ES 2 699 525 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

Resinas de polieterimida con niveles muy bajos de contaminación residual.

5 **Antecedentes de la invención**

La invención se refiere en general a artículos con niveles muy bajos de contaminación residual, y más específicamente a artículos que comprenden un componente de poliimida encaperuzado en el extremo (del inglés, "endcapped") con monoamina con niveles muy bajos de contaminación residual.

10 Las polieterimidias son una clase de polímeros que presentan un excelente comportamiento a temperatura elevada, y se pueden procesar para obtener artículos moldeados, fibras, películas, espumas, etc. Las resinas de poliimida, tales como los grados 1000 o 1010 de las resinas ULTEM®, con un intervalo de viscosidad en estado fundido (MI) de 0,8-1,1 y 1,6-2,0, respectivamente, encuentran uso amplio en aplicaciones en las que se requiere un comportamiento a alta temperatura y una fácil procesabilidad. Sin embargo, estas resinas no cumplen los requisitos exigentes de limpieza que están dictados por aplicaciones finales más novedosas y de calidad superior. Las aplicaciones de calidad superior de las polieterimidias, tales como en semiconductores o fibras, requieren que la resina tenga niveles muy bajos de contaminación, o que la procesabilidad y/o el comportamiento del producto se vean afectados adversamente de manera muy baja.

20 Los contaminantes habituales de las resinas podrían ser de naturaleza orgánica o inorgánica. Los contaminantes orgánicos son mayoritariamente especies de menor peso molecular. Una de tales especies de bajo peso molecular es la imida de la m-fenilendiamina del anhídrido ftálico (PAMI), formada por la reacción de dos moles de anhídrido ftálico, que se usa como un encaperuzamiento en la reacción polimérica, y un molde m-fenilendiamina (mPD), que es uno de los monómeros. Se ha encontrado que esta molécula se "deposita" sobre partes del equipo durante la operación de moldeo. La solicitud de patente US nº 6.919.422 B2, que se incorpora en la presente memoria como referencia en su totalidad, proporciona detalles de una composición de poliimida que resuelve el problema de la precipitación anterior sustituyendo el agente encaperuzante PAMI por un agente encaperuzante monoamínico, tal como anilina. De este modo, en lugar de PAMI, se forma una molécula más grande en la reacción de 2 moles de anilina con un mol del monómero de dianhídrido. Esta molécula no se deposita en el grado en el que lo hace PAMI. Un contaminante inorgánico habitual es el estabilizador Irgafos 168 y su versión oxidada. El estabilizador se añade al polímero antes de la extrusión para reducir el color de la resina final. Se encuentra estabilizador residual en una cantidad medible en los peletes de resina tras la extrusión. El estabilizador residual está relacionado con mayores recuentos de partículas en la resina.

35 **Breve resumen de la invención**

Una forma de realización se refiere a una unidad de disco que comprende: un disco; y un artículo que encierra por lo menos una superficie del disco. El artículo comprende un componente de poliimida seleccionado de polieterimidias, polieterimida sulfonas, y sus combinaciones. La composición contiene menos de 5 ppb de residuos de fósforo liberables. El componente de poliimida está encaperuzado en el extremo con una monoamina.

45 En una forma de realización, se describe una composición que comprende un componente de poliimida encaperuzado en el extremo con monoamina, seleccionado de polieterimidias encaperuzadas con monoamina, polieterimida sulfonas encaperuzadas con monoamina, y sus combinaciones. Basado en el análisis de espectrometría de masas con cromatografía de gases de un enjuague de la superficie de la composición realizado a temperatura ambiente, la composición puede tener por lo menos una superficie con menos de o igual a 5 ppb de residuos de fósforo liberables, y menos de o igual a 5 ppb de residuos de compuesto orgánico volátil liberable. La composición también puede comprender menos de o igual a 10 ppb de residuos liberables combinados.

50 La presente descripción describe un procedimiento para hilar en estado fundido fibras, comprendiendo el procedimiento fundir la composición para formar una masa fundida, hacer pasar la masa fundida a través de una hilera para formar fibras, y estirar las fibras.

55 Una forma de realización se refiere a una unidad de disco, en la que el artículo comprende: (a) de 60 a 99 por ciento en peso de un componente de poliimida seleccionado de polieterimidias, polieterimida sulfonas, y sus combinaciones, en el que la composición contiene menos de 5 ppb de residuos de fósforo liberables, en el que el componente de poliimida está encaperuzado en el extremo con monoamina; y (b) de 1 a 40 por ciento en peso de una carga.

60 Una forma de realización se refiere a una unidad de disco que comprende: un disco, un cerramiento del disco que encierra por lo menos una superficie del disco, y un cabezal que actúa sobre el disco. El cerramiento del disco puede comprender un componente de poliimida seleccionado de polieterimidias, polieterimida sulfonas, y sus combinaciones. El componente de poliimida contiene menos de 5 ppb de residuos de fósforo liberables. El

componente de poliimida está encaperuzado en el extremo con monoamina. El cabezal que actúa sobre el disco puede comprender un elemento de lectura, un elemento de escritura, un preamplificador, y un interconector. El interconector puede comprender una primera línea de transmisión, una segunda línea de transmisión que acopla el cabezal al preamplificador, y una red de compensación operable para compensar una discontinuidad de la impedancia en las líneas de transmisión primera y segunda. La red de compensación puede comprender un primer trazado, y un segundo trazado conectado en paralelo con las líneas de transmisión primera y segunda. Una forma de los primer y segundo trazados puede variar para formar por lo menos un primer condensador.

La presente descripción también describe un método para producir un componente de poliimida seleccionado de polieterimidias, polieterimida sulfonas, y sus combinaciones. El componente de poliimida contiene menos de 5 ppb de residuos de fósforo liberables. La composición puede comprender menos de 10 ppb de contaminantes liberables combinados. El método puede comprender encaperuzar con monoamina el componente de poliimida.

Descripción detallada de la invención

La invención se basa en el descubrimiento notable de que es posible obtener artículos a partir de polieterimidias y polieterimida sulfonas que tienen cantidades bajas de residuos de fósforo liberables y cantidades bajas de residuos de compuesto orgánico volátil liberable. Ventajosamente, la cantidad relativamente baja de residuos de fósforo liberables y de compuesto orgánico volátil liberable hace a nuestras composiciones y artículos adecuados para muchas aplicaciones electrónicas que requieran polímeros que son limpios, tales como aplicaciones para unidades de disco duro.

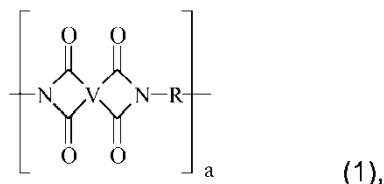
La presente invención se puede entender más fácilmente haciendo referencia a la siguiente descripción detallada de formas de realización preferidas de la invención, así como a los ejemplos incluidos en ella.

En la presente memoria se supone que todos los valores numéricos están modificados por la expresión "alrededor de", ya sea que se indique explícitamente o no. La expresión "alrededor de" se refiere generalmente a un intervalo de números que un experto en la materia consideraría equivalente al valor citado (es decir, que tiene la misma función o resultado). En muchos casos, la expresión "alrededor de" puede incluir números que se redondean a la cifra significativa más aproximada. "Un" o "una", como se usa en la presente memoria, incluyen uno o más de uno de los referentes. "O" significa "y/o".

La presente descripción describe resinas poliméricas con niveles muy bajos de contaminación residual. Estos polímeros son adecuados para aplicaciones que tienen requisitos de limpieza extremadamente restrictivos. Estas resinas pueden ser artículos de, pero sin limitarse a, unidades de disco de almacenamiento de datos, fibras, membranas, partes usadas en la industria de semiconductores, etc., por citar unas pocas aplicaciones.

La expresión "limpia", como se usa en esta solicitud, significa que nuestra composición (o un artículo obtenido con nuestra composición) tiene por lo menos una superficie que libera menos de o igual a 5 ppb de residuos de fósforo, menos de o igual a 5 ppb de residuos de compuesto orgánico volátil, de manera que la composición como un todo contiene menos de o igual a 10 ppb de residuos liberados cuando la superficie se expone a condiciones de uso, por ejemplo basado en análisis de espectroscopía de masas con cromatografía de gases de un aclarado de la superficie de la composición realizado a temperatura ambiente.

La forma de realización se refiere a un componente de poliimida encaperuzado en el extremo con monoamina. La poliimida se puede seleccionar de polieterimidias, siloxano polieterimidias, polieterimida sulfonas, y sus combinaciones. Las polieterimidias tienen la fórmula (1):

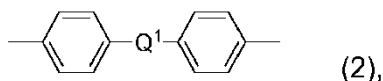


en la que a es mayor que 1, por ejemplo 10 a 1.000 o más, o más preferentemente 10 a 500.

El grupo V en la fórmula (1) es un enlazador tetravalente que contiene un grupo éter (una "polieterimida" como se usa en la presente memoria), o una combinación de grupos éter y grupos arilensulfona (una "polieterimida sulfona"). Tales enlazadores incluyen, pero no se limitan a: (a) grupos monocíclicos y policíclicos saturados, insaturados o aromáticos, sustituidos o no sustituidos, que tienen 5 a 50 átomos de carbono, opcionalmente sustituidos con grupos éter, grupos arilensulfona, o una combinación de grupos éter y grupos arilensulfona; y (b) grupos alquilo saturados o insaturados, lineales o ramificados, sustituidos o no sustituidos, que tienen 1 a 30 átomos de carbono y opcionalmente sustituidos con grupos éter o una combinación de grupos éter, grupos arilensulfona, y grupos arilensulfona; o combinaciones que comprenden por lo menos uno de los anteriores.

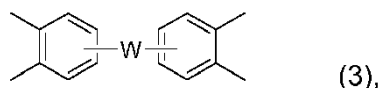
Sustituciones adicionales adecuadas incluyen, pero no se limitan a, éteres, amidas, ésteres, y combinaciones que comprenden por lo menos uno de los anteriores.

5 El grupo R en la fórmula (1) incluye, pero no se limita a, grupos orgánicos divalentes sustituidos o no sustituidos, tales como: (a) grupos hidrocarbonados aromáticos que tienen 6 a 20 átomos de carbono, y sus derivados halogenados; (b) grupos alquileo de cadena lineal o ramificada que tienen 2 a 20 átomos de carbono; (c) grupos cicloalquileo que tienen 3 a 20 átomos de carbono, o (d) grupos divalentes de fórmula (2):

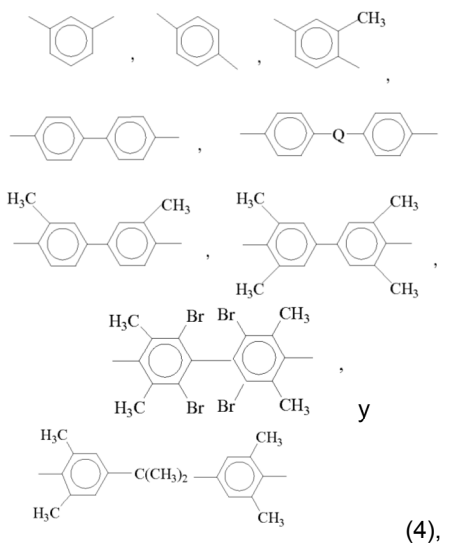


10 en la que Q¹ incluye, pero no se limita a, un resto divalente tal como -O-, -S-, -C(O)-, -SO₂-, -SO-, -C_yH_{2y}- (siendo y un número entero de 1 a 5), y sus derivados halogenados, incluyendo grupos perfluoroalquileo.

15 En una forma de realización, los enlazadores V incluyen, pero no se limitan a, grupos aromáticos tetravalentes de fórmula (3):

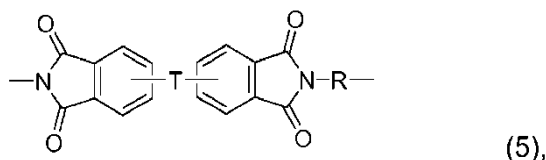


20 en la que W es un resto divalente que incluye -O-, -SO₂-, o un grupo de la fórmula -O-Z-O-, en el que los enlaces divalentes del -O- o del grupo -O-Z-O- están en las posiciones 3,3', 3,4', 4,3', o 4,4', y en la que Z incluye, pero no se limita a, grupos divalentes de fórmulas (4):



25 en las que Q incluye, pero no se limita a, un resto divalente que incluye -O-, -S-, -C(O)-, -SO₂-, -SO-, -C_yH_{2y}- (siendo y un número entero de 1 a 5), y sus derivados halogenados, incluyendo grupos perfluoroalquileo.

30 En una forma de realización específica, la polieterimida comprende más de 1, específicamente 10 a 1.000, o más específicamente, 10 a 500 unidades estructurales, de fórmula (5):

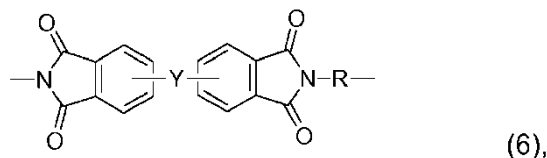


35 en la que T es -O- o un grupo de la fórmula -O-Z-O-, en el que los enlaces divalentes del -O- o del grupo -O-Z-O- están en las posiciones 3,3', 3,4', 4,3', o 4,4'; Z es un grupo divalente de fórmula (3) como se define anteriormente; y R es un grupo divalente de fórmula (2) como se define anteriormente.

40 En otra forma de realización específica, las polieterimida sulfonas son poliimidas que comprenden grupos éter y grupos sulfona en las que por lo menos 50% en moles de los enlazadores V y los grupos R en la fórmula (1) comprenden un grupo arileno sulfona divalente. Por ejemplo, todos los enlazadores V, pero no los grupos R,

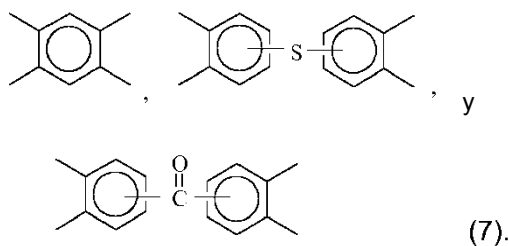
pueden contener un grupo arileno sulfona; o todos los grupos R, pero no los enlazadores V, pueden contener un grupo arileno sulfona; o una arileno sulfona puede estar presente en cierta fracción de los enlazadores V y grupos R, con la condición de que la fracción en moles total de V y los grupos R que contienen un grupo aril sulfona sea mayor o igual a 50% en moles.

Incluso más específicamente, las polieterimida sulfonas pueden comprender más de 1, específicamente 10 a 1.000, o más específicamente, 10 a 500 unidades estructurales de fórmula (6):



en la que Y es -O-, -SO₂-, o un grupo de fórmula -O-Z-O-, en el que los enlaces divalentes del -O-, SO₂-, o del grupo -O-Z-O- están en las posiciones 3,3', 3,4', 4,3', o 4,4', en el que Z es un grupo divalente de fórmula (3) como se define anteriormente, y R es un grupo divalente de fórmula (2) como se define anteriormente, con la condición de que más del 50% en moles de la suma de moles de Y + moles de R, en la fórmula (2), contengan grupos -SO₂-.

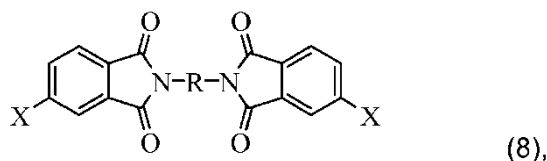
Debe apreciarse que las polieterimidas y polieterimida sulfonas pueden comprender opcionalmente enlazadores V que no contengan grupos éter o éter y sulfona, por ejemplo los enlazadores de la fórmula (7):



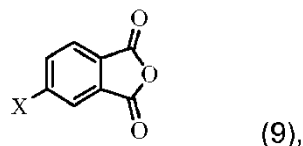
Las unidades imida que contienen tales enlazadores generalmente están presentes en cantidades que oscilan de 0 a 10% en moles del número total de unidades, específicamente 0 a 5% en moles. En una forma de realización, no hay enlazadores V adicionales en las polieterimidas y polieterimida sulfonas.

En otra forma de realización específica, la polieterimida comprende 10 a 500 unidades estructurales de fórmula (5), y la polieterimida sulfona contiene 10 a 500 unidades estructurales de fórmula (6).

Las polieterimidas y polieterimida sulfonas se pueden preparar mediante diversos métodos, incluyendo, pero sin limitarse a, la reacción de una bis(ftalimida) para la fórmula (8):



en la que R es como se describe anteriormente, y X es un grupo nitro o un halógeno. Las bisftalimidias (8) se pueden formar, por ejemplo, mediante la condensación del anhídrido correspondiente de fórmula (9):



en la que X es un grupo nitro o halógeno, con una diamina orgánica de la fórmula (10):



en la que R es como se describe anteriormente.

Los ejemplos ilustrativos de compuestos amínicos de fórmula (10) incluyen: etilendiamina, propilendiamina,

5 trimetilendiamina, dietilentriamina, trielentetramina, hexametilendiamina, heptametilendiamina, octametilendiamina, nonametilendiamina, decametilendiamina, 1,12-dodecanodiamina, 1,18-octadecanodiamina, 3-metilheptametilendiamina, 4,4-dimetilheptametilendiamina, 4-metilnonametilendiamina, 5-metilnonametilendiamina, 2,5-dimetilhexametilendiamina, 2,5-dimetilheptametilendiamina, 2,2-dimetilpropilendiamina, N-metil-bis(3-aminopropil)amina, 3-metoxihexametilendiamina, 1,2-bis(3-aminopropoxi)etano, sulfuro de bis(3-aminopropilo), 1,4-ciclohexanodiamina, bis-(4-aminociclohexil)metano, m-fenilendiamina, p-fenilendiamina, 2,4-diaminotolueno, 2,6-diaminotolueno, m-xililendiamina, p-xililendiamina, 2-metil-4,6-dietil-1,3-fenilen-diamina, 5-metil-4,6-dietil-1,3-fenilen-diamina, bencidina, 3,3'-dimetilbencidina, 3,3'-dimetoxibencidina, 1,5-diaminonaftaleno, bis(4-aminofenil)metano, bis(2-cloro-4-amino-3,5-dietilfenil)metano, bis(4-aminofenil)propano, 2,4-bis(b-amino-t-butil)tolueno, éter bis(p-b-amino-t-butilfenílico), bis(p-b-metil-o-aminofenil) benceno, bis(p-b-metil-o-aminopentil)benceno, 1,3-diamino-4-isopropilbenceno, éter bis(4-aminofenílico) y 1,3-bis(3-aminopropil)tetrametildisiloxano. Se pueden usar mezclas de estas aminas. Los ejemplos ilustrativos de compuestos amínicos de fórmula (10) que contienen grupos sulfona incluyen, pero no se limitan a, diamino difenil sulfona (DDS) y bis(aminofenoxifenil)sulfonas (BAPS). Se pueden usar combinaciones que comprenden cualquiera de las aminas anteriores.

20 Las polieterimididas se pueden sintetizar mediante la reacción de la bis(ftalimida) (8) con una sal de metal alcalino de un hidrocarburo aromático dihidroxi sustituido de la fórmula HO-V-OH, en la que V es como se define anteriormente, en presencia o ausencia de un catalizador de transferencia de fase. Los catalizadores adecuados de transferencia de fase se describen en la patente US nº 5.229.482. Específicamente, el hidrocarburo aromático dihidroxi sustituido es un bisfenol, tal como bisfenol A, o se puede usar una combinación de una sal de metal alcalino de un bisfenol y una sal de metal alcalino de otro hidrocarburo aromático dihidroxi sustituido.

25 En una forma de realización, la polieterimida comprende unidades estructurales de fórmula (5) en la que cada R es independientemente p-fenileno o m-fenileno, o una mezcla que comprende por lo menos uno de los anteriores; y T es un grupo de la fórmula -O-Z-O- en la que los enlaces divalentes del grupo -O-Z-O- están en las posiciones 3,3', y Z es un grupo 2,2-difenilpropano (un grupo bisfenol A). Además, la polieterimida sulfona comprende unidades estructurales de fórmula (6) en la que por lo menos 50% en moles de los grupos R son de la fórmula (4) en la que Q es -SO₂- y los restantes grupos R son independientemente p-fenileno o m-fenileno, o una combinación que comprende por lo menos uno de los anteriores; y T es un grupo de la fórmula -O-Z-O-, en la que los enlaces divalentes del grupo -O-Z-O- están en las posiciones 3,3', y Z es un grupo 2,2-difenilpropano.

35 La polieterimida y polieterimida sulfona se pueden usar solas o en combinación. En una forma de realización, solamente se usa la polieterimida. En otra forma de realización, la relación en peso de polieterimida:polieterimida sulfona puede ser de 99:1 a 50:50.

40 Las poliimididas pueden tener un peso molecular medio ponderal (Mw) de 5.000 a 100.000 gramos por mol (g/mol), según se mide mediante cromatografía de permeación en gel (GPC). En algunas formas de realización, el Mw puede ser 10.000 a 80.000. Los pesos moleculares, como se usan en la presente memoria, se refieren al peso molecular medio absoluto (Mw).

45 Las poliimididas pueden tener una viscosidad intrínseca mayor o igual a 0,2 decilitros por gramo (dl/g), según se mide en m-cresol a 25°C. Dentro de este intervalo, la viscosidad intrínseca puede ser 0,35 a 1,0 dl/g, según se mide en m-cresol a 25°C.

50 Las poliimididas pueden tener una temperatura de transición vítrea de más de 180°C, específicamente de 200°C a 500°C, según se mide usando calorimetría de barrido diferencial (DSC) mediante el ensayo de ASTM D3418. En algunas formas de realización, la poliimida, y en particular una polieterimida, tiene una temperatura de transición vítrea de 240 a 350°C.

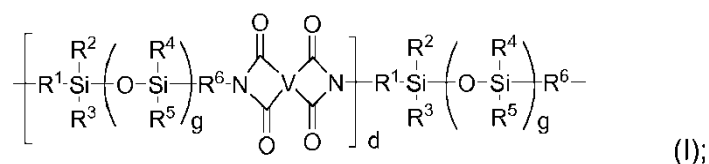
Las poliimididas pueden tener un índice de fusión de 0,1 a 10 gramos por minuto (g/min.), según se mide mediante la American Society for Testing Materials (ASTM) DI 238 a 340 a 370°C, usando un peso de 6,7 kilogramos (kg).

55 Un procedimiento para la preparación de polieterimididas que tienen la estructura (1) se denomina procedimiento de nitrodesplazamiento (X es nitro en la fórmula (8)). En un ejemplo del procedimiento de nitrodesplazamiento, N-metilftalimida se nitra con ácido nítrico al 99% para producir una mezcla de N-metil-4-nitroftalimida (4-NPI) y N-metil-3-nitroftalimida (3-NPI). Tras la purificación, la mezcla, que contiene aproximadamente 95 partes de 4-NPI y 5 partes de 3-NPI, se hace reaccionar en tolueno con la sal disódica de bisfenol-A (BPA) en presencia de un catalizador de transferencia de fase. Esta reacción produce BPA-bisimida y NaNO₂, en lo que se conoce como la etapa de nitrodesplazamiento. Tras la purificación, la BPA-bisimida se hace reaccionar con anhídrido ftálico en una reacción de intercambio de imida para producir BPA-dianhídrido (BPADA), que a su vez se hace reaccionar con meta-fenilendiamina (MPD) en orto-diclorobenceno en una etapa de imidación-polimerización, para producir el producto polieterimida.

65 Una ruta química alternativa a las polieterimididas que tienen la estructura (1) es un procedimiento denominado

como el procedimiento de clorodesplazamiento (X es Cl en la fórmula (8)). El procedimiento de clorodesplazamiento se ilustra según lo siguiente: se hacen reaccionar anhídrido 4-cloroftálico y meta-fenilendiamina en presencia de una cantidad catalítica de catalizador de fenilfosfinato sódico para producir la biscloroftalimida de meta-fenilendiamina (CAS nº 148935-94-8). La biscloroftalimida se somete entonces a

- 5 polimerización mediante reacción de clorodesplazamiento con la sal disódica de BPA en presencia de un catalizador en orto-diclorobenceno o disolvente anisólico. Como alternativa, se pueden emplear mezclas de anhídrido 3-cloro- y 4-cloroftálico para proporcionar una mezcla de biscloroftalimidias isoméricas, que se puede polimerizar mediante clorodesplazamiento con la sal disódica de BPA como se describe anteriormente.
- 10 Las polieterimidias de siloxano pueden incluir copolímeros de bloques de polisiloxano/poliimida que tienen un contenido de siloxano mayor que 0 y menor que 40 por ciento en peso (% en peso), basado en el peso total del copolímero de bloques. El copolímero de bloques comprende un bloque de siloxano de Fórmula (I):



- 15 en la que R¹⁻⁶ se seleccionan, independientemente en cada aparición, de grupos monocíclicos saturados, insaturados, o aromáticos, sustituidos o no sustituidos, que tienen 5 a 30 átomos de carbono, grupos policíclicos saturados, insaturados, o aromáticos, sustituidos o no sustituidos, que tienen 5 a 30 átomos de carbono, grupos alquilo sustituidos o no sustituidos que tienen 1 a 30 átomos de carbono, y grupos alquenilo sustituidos o no
- 20 sustituidos que tienen 2 a 30 átomos de carbono, V es un enlazador tetravalente seleccionado de grupos monocíclicos y policíclicos saturados, insaturados, o aromáticos, sustituidos o no sustituidos, que tienen 5 a 50 átomos de carbono, grupos alquilo sustituidos o no sustituidos que tienen 1 a 30 átomos de carbono, grupos alquenilo sustituidos o no sustituidos que tienen 2 a 30 átomos de carbono, y combinaciones que comprenden por lo menos uno de los enlazadores anteriores, g es igual a 1 a 30, y d es 2 a 20. Las siloxano polieterimidias
- 25 comercialmente disponibles se pueden obtener de SABIC Innovative Plastics con el nombre comercial SILTEM* (*marca de SABIC Innovative Plastics B.V.).

- Una forma de realización se refiere a una unidad de disco, que comprende: un disco; y un artículo que encierra por lo menos una superficie del disco. El artículo comprende un componente de poliimida seleccionado de polieterimidias, polieterimida sulfonas, y sus combinaciones. La composición contiene menos de 5 ppb de
- 30 residuos de fósforo liberables. El componente de poliimida está encaperuzado en el extremo con monoamina. El componente de poliimida puede estar encaperuzado en el extremo con anilina.

- La composición comprende un componente de poliimida encaperuzado en el extremo con monoamina. El componente de poliimida encaperuzado en el extremo con monoamina puede estar encaperuzado en el extremo con anilina. El componente encaperuzado en el extremo con monoamina se puede seleccionar de polieterimidias encaperuzadas en el extremo con monoamina, polieterimida sulfonas encaperuzadas en el extremo con
- 35 monoamina, y sus combinaciones.

- En base al análisis de espectroscopía de masas con cromatografía de gases de un aclarado de la superficie de la composición llevado a cabo a temperatura ambiente, la composición puede tener por lo menos una superficie con una cantidad de residuos de fósforo liberables dentro de un intervalo que tiene un límite inferior y/o un límite superior. El intervalo puede incluir o excluir el límite inferior y/o el límite superior. El límite inferior y/o el límite superior se pueden seleccionar de 0, 0,5, 1, 1,5, 2, 2,5, 3, 3,5, 4, 4,5, 5, 5,5, 6, 6,5, 7, 7,5, 8, 8,5, 9, 9,5, 10, 10,5,
- 40 11, 11,5, 12, 12,5, 13, 13,5, 14, 14,5, 15, 15,5, 16, 16,5, 17, 17,5, 18, 18,5, 19, 19,5, y 20 ppb. Por ejemplo, por lo menos una superficie de la composición puede tener ≤ 5 ppb de residuos de fósforo liberables, menos de 3 ppb de fósforo, o menos de 1 ppb de fósforo.

- En base a un análisis de espectroscopía de masas con cromatografía de gases de un aclarado de la superficie de la composición llevado a cabo a temperatura ambiente, la composición puede tener por lo menos una superficie con una cantidad de residuos de compuesto orgánico volátil liberables dentro de un intervalo que tiene un límite inferior y/o un límite superior. El intervalo puede incluir o excluir el límite inferior y/o el límite superior. El límite inferior y/o el límite superior se pueden seleccionar de 0, 0,5, 1, 1,5, 2, 2,5, 3, 3,5, 4, 4,5, 5, 5,5, 6, 6,5, 7, 7,5, 8, 8,5, 9, 9,5, 10, 10,5, 11, 11,5, 12, 12,5, 13, 13,5, 14, 14,5, 15, 15,5, 16, 16,5, 17, 17,5, 18, 18,5, 19, 19,5, y
- 45 20 ppb. Por ejemplo, por lo menos una superficie de la composición puede tener ≤ 5 ppb de residuos de compuesto orgánico volátil liberables.

- La composición puede tener una cantidad de residuos liberables combinados dentro de un intervalo que tiene un límite inferior y/o un límite superior. El intervalo puede incluir o excluir el límite inferior y/o el límite superior. El límite inferior y/o el límite superior se pueden seleccionar de 0, 0,5, 1, 1,5, 2, 2,5, 3, 3,5, 4, 4,5, 5, 5,5, 6, 6,5, 7, 7,5, 8, 8,5, 9, 9,5, 10, 10,5, 11, 11,5, 12, 12,5, 13, 13,5, 14, 14,5, 15, 15,5, 16, 16,5, 17, 17,5, 18, 18,5, 19, 19,5, y
- 60

20 ppb. Por ejemplo, la composición también puede comprender ≤ 10 ppb de residuos liberables combinados.

La composición puede comprender además una carga seleccionada del grupo de cargas orgánicas, cargas inorgánicas, y sus combinaciones. La composición puede comprender además una carga seleccionada del grupo de fibras de carbono, fibras de vidrio, minerales, y sus combinaciones.

La composición puede comprender además uno o más estabilizadores en una cantidad dentro de un intervalo que tiene un límite inferior y/o un límite superior. El intervalo puede incluir o excluir el límite inferior y/o el límite superior. El límite inferior y/o el límite superior se pueden seleccionar de 0, 0,001, 0,002, 0,003, 0,004, 0,005, 0,01, 0,015, 0,02, 0,025, 0,03, 0,035, 0,04, 0,045, 0,05, 0,1, 0,15, 0,2, 0,25, 0,3, 0,35, 0,4, 0,45, 0,5, 1, 1,5, 2, 2,5, 3, 3,5, 4, 4,5, y 5 por ciento en peso, basado en el peso total de la composición. Por ejemplo, la composición puede contener menos de 2 por ciento en peso de un estabilizador, menos de 1 por ciento en peso de un estabilizador, menos de 0,001 por ciento en peso de un estabilizador, o ningún estabilizador.

La composición se puede utilizar en un artículo. El artículo puede ser circular, y puede tener un diámetro dentro de un intervalo que tiene un límite inferior y/o un límite superior. El intervalo puede incluir o excluir el límite inferior y/o el límite superior. El límite inferior y/o el límite superior se pueden seleccionar de 1, 1,5, 2, 2,5, 3, 3,5, 4, 4,5, 5, 5,5, 6, 6,5, 7, 7,5, 8, 8,5, 9, 9,5, y 10 cm. Por ejemplo, el artículo puede ser circular, y puede tener un diámetro que oscila de 2 cm a 5 cm. El artículo puede tener un grosor dentro de un intervalo que tiene un límite inferior y/o un límite superior. El intervalo puede incluir o excluir el límite inferior y/o el límite superior. El límite inferior y/o el límite superior se pueden seleccionar de 0,1, 0,2, 0,3, 0,4, 0,5, 0,6, 0,7, 0,8, 0,9, 1, 1,1, 1,2, 1,3, 1,4, 1,5, 1,6, 1,7, 1,8, 1,9, 2, 2,5, 3, 3,5, 4, 4,5, 5, 5,5, 6, 6,5, 7, 7,5, 8, 8,5, 9, 9,5, y 10 mm. Por ejemplo, el artículo puede tener un grosor que oscila de 0,5 mm a 2 mm.

En base a un análisis de espectroscopía de masas con cromatografía de gases de vapores liberados a 350 grados Celsius, durante 15 minutos, la composición según la primera forma de realización puede tener por lo menos una superficie que puede tener una cantidad de compuestos volátiles inorgánicos y compuestos volátiles orgánicos liberables combinados dentro de un intervalo que tiene un límite inferior y/o un límite superior. El intervalo puede incluir o excluir el límite inferior y/o el límite superior. El límite inferior y/o el límite superior se pueden seleccionar de 1000, 1500, 2000, 2500, 3000, 3500, 4000, 4500, 5000, 5500, 6000, 6500, 7000, 7500, 8000, 8500, 9000, 9500, 10000, 10500, 11000, 11500, 12000, 12500, 13000, 13500, 14000, 14500, 15000, 15500, 16000, 16500, 17000, 17500, 18000, 18500, 19000, 19500, y 20000 ppb. Por ejemplo, en base a un análisis de espectroscopía de masas con cromatografía de gases de vapores liberados a 350 grados Celsius, durante 15 minutos, la composición según la primera forma de realización puede tener por lo menos una superficie que puede tener menor o igual a 20.000 ppb de compuestos volátiles inorgánicos y compuestos volátiles orgánicos liberables combinados.

La presente descripción también describe un procedimiento para hilar en estado fundido fibras, comprendiendo el procedimiento fundir la composición para formar una masa fundida, hacer pasar la masa fundida a través de una hilera para formar fibras, y estirar las fibras. Las fibras pueden exhibir una ruptura reducida de la hebra.

La composición comprende preferentemente: (a) de 60 a 99 por ciento en peso de un componente de poliimida seleccionado de polieterimidadas, polieterimida sulfonas, y sus combinaciones, en el que la composición contiene menos de 5 ppb de residuos de fósforo liberables, en el que el componente de poliimida está encaperuzado en el extremo con monoamina; y (b) de 1 a 40 por ciento en peso de una carga. El componente de poliimida puede estar encaperuzado en el extremo con anilina. La carga se puede seleccionar del grupo de cargas orgánicas, cargas inorgánicas, y sus combinaciones. La carga se puede seleccionar del grupo de fibras de carbono, fibra de vidrio, minerales, y sus combinaciones.

Una forma de realización se refiere a una unidad de disco que comprende: un disco, un cerramiento del disco que encierra por lo menos una superficie del disco, y un cabezal que actúa sobre el disco. El cerramiento del disco puede comprender un componente de poliimida seleccionado de polieterimidadas, polieterimida sulfonas, y sus combinaciones. El componente de poliimida contiene menos de 5 ppb de residuos de fósforo liberables. El componente de poliimida está encaperuzado en el extremo con monoamina. El cabezal que actúa sobre el disco puede comprender un elemento de lectura, un elemento de escritura, un preamplificador, y un interconector. El interconector puede comprender una primera línea de transmisión, una segunda línea de transmisión que acopla el cabezal al preamplificador, y una red de compensación operable para compensar una discontinuidad de la impedancia en las líneas de transmisión primera y segunda. La red de compensación puede comprender un primer trazado, y un segundo trazado conectado en paralelo con las líneas de transmisión primera y segunda. Una forma de los primer y segundo trazado puede variar para formar por lo menos un primer condensador.

La presente descripción describe además un método para producir un componente de poliimida seleccionado de polieterimidadas, polieterimida sulfonas, y sus combinaciones. El componente de poliimida contiene menos de 5 ppb de residuos de fósforo liberables. La composición puede comprender menos de 10 ppb de contaminantes liberables. El método puede comprender encaperuzar en el extremo con monoamina al componente de poliimida. El encaperuzamiento del extremo con monoamina se puede realizar en ausencia de compuestos orgánicos

volátiles y de fósforo.

De este modo, en una forma de realización, una composición comprende un componente de poliimida encaperuzado en el extremo con monoamina, por ejemplo de 60 a 99 por ciento en peso de un componente de poliimida seleccionado de polietirimidas encaperuzadas en el extremo con monoamina, polietirimida sulfonas encaperuzadas en el extremo con monoamina, y sus combinaciones, en el que la composición, basado en un análisis de espectroscopía de masas con cromatografía de gases de un aclarado de la superficie de la composición llevado a cabo a temperatura ambiente, tiene por lo menos una superficie con menos de o igual a 5 ppb, menos de 3 ppb, o menos de 1 ppb de residuos de fósforo liberables, menos de o igual a 5 ppb de residuos de compuesto orgánico volátil liberables, y en el que la composición comprende menos de o igual a 10 ppb de residuos liberables combinados; opcionalmente, en el que la composición, basado en un análisis de espectroscopía de masas con cromatografía de gases de vapores liberados a 350 grados Celsius, durante 15 minutos, tiene por lo menos una superficie que tiene menos de o igual a 20.000 ppb de compuestos volátiles inorgánicos y compuestos volátiles orgánicos liberables combinados; opcionalmente, en el que el componente de poliimida encaperuzado en el extremo con monoamina está encaperuzado en el extremo con anilina; opcionalmente, en el que la composición comprende además una carga seleccionada del grupo de cargas orgánicas, cargas inorgánicas, y sus combinaciones, por ejemplo de 1 a 40 por ciento en peso de una carga, tal como una carga seleccionada del grupo de fibras de carbono, fibras de vidrio, minerales, y sus combinaciones; opcionalmente, en el que la composición contiene menos de 2 por ciento en peso, menos de 1 por ciento en peso, o menos de 0,001 por ciento en peso de un estabilizador, o en el que la composición no contiene ningún estabilizador. Cualquiera de las composiciones anteriores se puede usar para fabricar un artículo, en el que el artículo es circular y tiene un diámetro que oscila de 2 cm a 5 cm, o de 0,5 mm a 2 mm. Cualquiera de las composiciones anteriores se puede usar en un procedimiento para hilar en estado fundido fibras, comprendiendo el procedimiento fundir la composición para formar una masa fundida, hacer pasar la masa fundida a través de una hilera para formar fibras, y estirar las fibras; opcionalmente, las fibras exhiben una ruptura reducida de la hebra. Se describe una unidad de disco que comprende un artículo que encierra por lo menos una superficie del disco que comprende cualquiera de las composiciones anteriores. Un método para producir cualquiera de los componentes de poliimida descritos anteriormente comprende encaperuzar en el extremo con monoamina la poliimida, opcionalmente en ausencia de fósforo y compuestos orgánicos volátiles.

Las diversas formas de realización se ilustran con mayor detalle mediante los siguientes ejemplos no limitativos de las reivindicaciones.

Ejemplos

Se ensayaron lado a lado cuatro grados de resina para comparar los niveles de contaminantes. Los grados de resina usados para el estudio de comparación fueron el estándar 1010 (caperuza del extremo de PA, con estabilizador), 1010 K (caperuza del extremo de anilina, con estabilizador), 1010 NS (caperuza del extremo de PA, sin estabilizador), y 1010K NS (caperuza del extremo de anilina, sin estabilizador). El primer ensayo implicó extraer los contaminantes superficiales de la resina usando tres disolventes habituales – metanol, acetonitrilo y hexano. Los contaminantes se identificaron, y sus niveles se determinaron usando GC-MS. Se realizó el mismo proceso de extracción con disolventes y análisis tras cocer la resina a 85 grados Celsius y 350 grados Celsius en un horno durante 15 minutos. El segundo ensayo implicó GC-MS de volátiles liberados de la resina a 350 grados Celsius.

La Tabla 1 resume los materiales utilizados en los Ejemplos.

Material	Descripción	Fuente
PEI 1	Resina Ultem® 1010	SABIC Innovative Plastics
PEI 2	Resina Ultem® 1010 K	SABIC Innovative Plastics
PEI 3	Resina de polietirimida encaperuzada en el extremo con anhídrido ftálico, libre de estabilizador	SABIC Innovative Plastics
PEI 4	Resina de polietirimida libre de estabilizador, encaperuzada en el extremo con anilina	SABIC Innovative Plastics

Procedimiento de preparación de PEI 3

El material experimental, etiquetado como PEI 3 anterior, se obtuvo según el siguiente procedimiento. Síntesis de PEI estándar sin estabilizador de fosfito o de fenol impedido añadido. En una vasija de reacción, se cargaron 552,7 kg de dianhídrido de 2,2-bis[4-(3,4-dicarboxifenoxi)fenil]propano, en lo sucesivo denominado dianhídrido de bisfenol-A o "BPADA" (composición aproximada, 97,6% en moles de BPADA, 2,4% en moles de mono-N-metilimida de BPADA), 8,12 kg de anhídrido ftálico (PA) y 1155 litros de o-diclorobenceno (ODCB). La mezcla de reacción se calentó hasta 150-160°C. Se añadió, a lo largo de 30 minutos, m-fenilendiamina (MPD) fundida (116,3 kg), a 140-150°C. Después de que la adición de MPD estuvo terminada, la mezcla de reacción se calentó

hasta 180°C con eliminación de agua. Una vez que la imidación estuvo esencialmente terminada y no se desprendió más agua, la mezcla de reacción se movió a un tanque de retención mantenido a 170°C, y después se alimentó a un sistema de eliminación de disolvente. El disolvente se eliminó usando un evaporador de película barrida, que reduce el ODCB hasta menos de 500 ppm. El polímero fundido se extruyó en hebras, se enfrió en un baño de agua, y se cortó para dar peletes acabados. El polímero resultante tuvo un Mw de alrededor de 31.200 g/mol.

Procedimiento de preparación de PEI 4

El material experimental, etiquetado como PEI 4 anterior, se obtuvo según el siguiente procedimiento. Síntesis de PEI encaperuzada en el extremo con anilina, sin estabilizador de fosfito o de fenol impedido añadido. En una vasija de reacción, se cargaron 567 kg de BPADA (composición aproximada, 97,6% en moles de BPADA, 2,4% en moles de mono-N-metilimida de BPADA), y 1155 litros de o-diclorobenceno (ODCB). La mezcla de reacción se calentó hasta 150-160°C. Se añadió, a lo largo de 30 minutos, MPD fundida (113,4 kg), a 140-150°C. Simultáneamente, se añadieron 5,1 kg de anilina. Tanto la anilina como la MPD se bombearon a través de la mezcladora estática mientras se añadían al BPADA. Después de que la adición de MPD estuvo terminada, la mezcla de reacción se calentó hasta 180°C con eliminación de agua. La mezcla de reacción se movió a un tanque de retención mantenido a 170°C, y después se alimentó a un sistema de eliminación de disolvente. El disolvente se eliminó usando un evaporador de película barrida, que reduce el ODCB hasta menos de 500 ppm. El polímero fundido se extruyó en hebras, se enfrió en un baño de agua, y se cortó para dar peletes acabados. El polímero resultante tuvo un Mw de alrededor de 31.200 g/mol.

Procedimiento de ensayo analítico para determinar la limpieza

A continuación se describe el procedimiento de ensayo analítico para determinar si las composiciones fueron limpias. Para los fines de la invención, "limpia" significa que nuestra composición (o un artículo obtenido con nuestra composición) tuvo por lo menos una superficie que libera menos de o igual a 5 ppb de residuos de fósforo, menos de o igual a 5 ppb de residuos de compuestos orgánicos volátiles, de manera que la composición como un todo liberó menos de o igual a 10 ppb de residuos.

Se ensayaron lado a lado cuatro grados de resina (PEI 1, PEI 2, PEI 3, y PEI 4) para comparar los niveles de contaminantes. Los grados de resina usados para el estudio de comparación fueron PEI (resina de polieterimida encaperuzada en el extremo con anhídrido ftálico, con estabilizador), PEI 2 (caperuza en el extremo con anilina, con estabilizador) y PEI 3 (caperuza en el extremo con anhídrido ftálico, sin estabilizador), PEI 4 (caperuza en el extremo con anilina, sin estabilizador).

El primer ensayo implicó extraer los contaminantes superficiales de la resina usando acetonitrilo. Se identificaron los contaminantes, y sus niveles se determinaron usando GC-MS. El segundo ensayo consistió en una desorción térmica tras cocer la resina a 350°C en un horno durante 15 minutos.

Análisis de espectroscopía de masas con cromatografía de gases (GC-MS) de aclarado de la superficie de la composición:

Se llevó a cabo el análisis de GC-MS en un instrumento de GC-MS Agilent 5975. Para separar los analitos de interés, se usó una columna TR-5MS (30M x 0,25 mm ID x 0,25 µ de grosor de película). Se llevó a cabo una inyección de 3 µl usando un muestreador de líquidos automático. El puerto de inyección se mantuvo a 300°C, y se llevó a cabo una inyección sin división con un caudal de purga de 1,0 ml/min. El horno se mantuvo inicialmente a 35°C durante 1 min., y después se elevó gradualmente a 15°C/min. hasta 300°C, y se mantuvo durante 31,33 min. El espectrómetro de masas se hizo funcionar en modo de barrido (33-700 uma). Los resultados se resumen en la Tabla 2.

Tiempo de elución	Identificación	Área del pico	ng/g
13,99	patrón interno (D-10 antraceno, descrito posteriormente en el Ejemplo 1)	7922513	N/A
17,24	9-octadecenamida	1305986	8,2
19,44	13-docosenamida	345387	2,2
N/A: No aplicable			

Ejemplo 1 (composición para uso en la invención)

Se puso en marcha el procedimiento de análisis de GC-MS anterior. Más particularmente, se vertió una muestra de 5 gramos de PEI 4 directamente en un vial de centelleo de 40 ml. Se añadió una alícuota de 10 ml de acetonitrilo (grado HRGC) al vial mediante una pipeta. El vial se tapó entonces y se colocó en un agitador mecánico durante 5 min. La disolución de lavado se separó entonces de los peletes vertiéndola en un nuevo vial

de centelleo de 40 ml. El vial de centelleo se colocó entonces bajo una purga de nitrógeno, para evaporar el disolvente hasta sequedad. Se añadió una alícuota de 0,3 ml de acetonitrilo al residuo del lavado, y se agitó durante 15 min. para redissolver el residuo. La disolución se transfirió entonces a un vial de depósito de pequeño volumen, y se evaporó hasta sequedad bajo la purga de nitrógeno. Entonces se añadió una disolución de 50 ul de 2 ppm de antraceno D-10 al vial de depósito de pequeño volumen, y se analizó mediante GC-MS. N.D. es “no detectado”.

En la Tabla 3 se resumen los resultados del Ejemplo 1. Se encontró que PEI 4 es el más limpio según el protocolo de ensayo anterior, y se espera que se comporte mejor durante el procesamiento y comportamiento de la pieza final.

Tiempo de elución	Identificación	Área del pico	ng/g
13,99	patrón interno	6151522	
16,17	Hexadecanamida	201395	1,6
17,24	9-octadecenamida	303938	2,4
17,36	Octadecanamida	0	N.D.
18,1	ftalato de di-octilo	0	N.D.
19,44	13-docosenamida	0	N.D.
28,23	Fosfito impedido	0	N.D.
33,49	Molécula orgánica de C20-C40	0	N.D.

Los resultados del Ejemplo 1 muestran que nuestra composición tuvo por lo menos una superficie que libera menos de o = 5 ppb de residuos de fósforo liberables, menos de o = 5 ppb de residuos de compuestos orgánicos volátiles liberables, y en el que la composición liberó menos de o = 10 ppb de residuos liberables, fue limpia.

Más particularmente, nuestros resultados muestran que los artículos moldeados a partir del material de resina usado anteriormente (una polieterimida encaperuzada con anilina y libre de estabilizador) liberaron una cantidad combinada detectable de 4,0 ppb, sustancialmente por debajo de la cantidad de residuos obtenida con los ejemplos comparativos como se describe posteriormente más abajo.

Ejemplo 2 (Comparativo)

Se puso en marcha un análisis de GC-MS con aclarado de acetonitrilo (ACN) de PEI 1 (Resina Ultem® 1010). Se vertió una muestra de 5 gramos de PEI 1 directamente en un vial de centelleo de 40 ml. Se añadió una alícuota de 10 ml de acetonitrilo (grado HRGC) al vial mediante una pipeta. El vial se tapó entonces y se colocó en un agitador mecánico durante 5 min. La disolución de lavado se separó entonces de los peletes vertiéndola en un nuevo vial de centelleo de 40 ml. El vial de centelleo se colocó entonces bajo una purga de nitrógeno, para evaporar el disolvente hasta sequedad. Se añadió una alícuota de 0,3 ml de acetonitrilo al residuo del lavado, y se agitó durante 15 min. para redissolver el residuo. La disolución se transfirió entonces a un vial de depósito de pequeño volumen, y se evaporó hasta sequedad bajo la purga de nitrógeno. Entonces se añadió una disolución de 50 ul de 2 ppm de antraceno D-10 al vial de depósito de pequeño volumen, y se analizó mediante GC-MS. N.D. es “no detectado”. Para medir los resultados, se utilizaron los procedimientos “Procedimiento de ensayo analítico” y “Análisis mediante GC MS” descritos anteriormente.

Los resultados del Ejemplo 2 se resumen en la Tabla 4.

Tiempo de elución	Identificación	Área del pico	ng/g
13,99	patrón interno	11892575	
16,17	Hexadecanamida		N.D.
17,24	9-octadecenamida	1260016	5,2
17,36	Octadecanamida		N.D.
18,1	ftalato de di-octilo	197172	0,8
19,44	13-docosenamida	509232	2,1
28,2	Fosfito impedido	3969834	16,4
33,5	Molécula orgánica de C20-C40	2750055	11,3

Los resultados del Ejemplo 2 muestran que se encontró que los artículos obtenidos a partir de PEI 1 están contaminados por el protocolo de ensayo anterior, y no se espera que se comporten durante el procesamiento y el comportamiento de la pieza final. Nuestros resultados muestran que la composición respectiva (que no estaba encaperuzada en el extremo con anilina) no era limpia. Más particularmente, nuestros resultados mostraron que los artículos moldeados a partir del material de resina usado anteriormente liberaron una cantidad combinada detectable de 35,8 ppb, sustancialmente por encima de la cantidad de residuos obtenida para nuestra invención.

Ejemplo 3 (comparativo)

- Se puso en marcha un análisis de GC-MS con aclarado de acetonitrilo (ACN) de PEI 2 (ULTEM® PEI 1010K). Se vertió una muestra de 5 gramos de PEI 2 (Resina ULTEM® PEI 1010K) directamente en un vial de centelleo de 40 ml. Se añadió una alícuota de 10 ml de acetonitrilo (grado HRGC) al vial mediante una pipeta. El vial se tapó entonces y se colocó en un agitador mecánico durante 5 min. La disolución de lavado se separó entonces de los peletes vertiéndola en un nuevo vial de centelleo de 40 ml. El vial de centelleo se colocó entonces bajo una purga de nitrógeno, para evaporar el disolvente hasta sequedad. Se añadió una alícuota de 0,3 ml de acetonitrilo al residuo del lavado, y se agitó durante 15 min. para redissolver el residuo. La disolución se transfirió entonces a un vial de depósito de pequeño volumen, y se evaporó hasta sequedad bajo la purga de nitrógeno. Entonces se añadió una disolución de 50 ul de 2 ppm de antraceno D-10 al vial de depósito de pequeño volumen, y se analizó mediante GC-MS. N.D. es “no detectado”. Para medir los resultados, se utilizaron los procedimientos “Procedimiento de ensayo analítico” y “Análisis mediante GC MS” descritos anteriormente.
- Los resultados del Ejemplo 3 se resumen en la Tabla 5. Se encontró que PEI 2 está contaminada por el protocolo de ensayo anterior, y no se espera que se comporte durante el procesamiento y el comportamiento de la pieza final.

Tiempo de elución	Identificación	Área del pico	ng/g
13,99	patrón interno	9477817	
16,17	Hexadecanamida		N.D.
17,24	9-octadecenamida	1942940	10,2
17,36	Octadecanamida	287835	1,5
18,1	ftalato de di-octilo	239276	1,3
19,44	13-docosenamida	829302	4,4
28,23	Fosfito impedido	4211276	22,1
33,5	Molécula orgánica de C20-C40		N.D.

- Los resultados del Ejemplo 3 muestran que los artículos obtenidos a partir de PEI 2 no eran limpios. Más particularmente, nuestros resultados muestran que los artículos moldeados a partir del material de resina usado anteriormente liberaron cantidad combinada detectable de 39,5 ppb, sustancialmente por encima de la cantidad de residuos obtenida para nuestra invención.

Ejemplo 4 (Comparativo)

- Se puso en marcha un análisis de GC-MS con aclarado de acetonitrilo (ACN) de PEI 3. Se vertió una muestra de 5 gramos de PEI 3 (la muestra de polieterimida experimental descrita anteriormente) directamente en un vial de centelleo de 40 ml. Se añadió una alícuota de 10 ml de acetonitrilo (grado HRGC) al vial mediante una pipeta. El vial se tapó entonces y se colocó en un agitador mecánico durante 5 min. La disolución de lavado se separó entonces de los peletes vertiéndola en un nuevo vial de centelleo de 40 ml. El vial de centelleo se colocó entonces bajo una purga de nitrógeno, para evaporar el disolvente hasta sequedad. Se añadió una alícuota de 0,3 ml de acetonitrilo al residuo del lavado, y se agitó durante 15 min. para redissolver el residuo. La disolución se transfirió entonces a un vial de depósito de pequeño volumen, y se evaporó hasta sequedad bajo la purga de nitrógeno. Entonces se añadió una disolución de 50 ul de 2 ppm de antraceno D-10 al vial de depósito de pequeño volumen, y se analizó mediante GC-MS. N.D. es “no detectado”. Para medir los resultados, se utilizaron los procedimientos “Procedimiento de ensayo analítico” y “Análisis mediante GC MS” descritos anteriormente.

- Los resultados del Ejemplo 4 se resumen en la Tabla 6. Se encontró que la resina EXUM0236 estaba contaminada por el protocolo de ensayo anterior, y no se espera que se comporte durante el procesamiento y el comportamiento de la pieza final.

Tiempo de elución	Identificación	Área del pico	ng/g
13,99	patrón interno	11798309	
16,17	Hexadecanamida		N.D.
17,24	9-octadecenamida	1234298	5,1
17,36	Octadecanamida	213926	0,9
18,1	ftalato de di-octilo	267399	1,1
19,44	13-docosenamida	580567	2,4
28,23	Fosfito impedido		N.D.
33,49	Molécula orgánica de C20-C40	2151969	8,9

- Los presentes resultados muestran que cuando una composición que comprende un componente de poliimida seleccionado de entre polieterimidias, polieterimida sulfonas, y sus combinaciones; en la que el componente de

poliimida está libre de fósforo, no está encaperuzado en el extremo con anilina, y la composición no es limpia. Más particularmente, nuestros resultados muestran que los artículos moldeados a partir del material de resina usado anteriormente liberó una cantidad combinada detectable de 18,4 ppb, sustancialmente por encima de la cantidad de residuos obtenida para nuestra invención.

5

Ejemplo 5 (composición para uso en la invención)

El propósito de este ejemplo fue determinar los residuos liberables de artículos obtenidos a partir de nuestra resina de polieterimida encaperuzada en el extremo con anilina, a mayores temperaturas que las realizadas a temperatura ambiente (la temperatura a la que se llevó a cabo el análisis de espectroscopía de masas con cromatografía de gases a 350 durante 15 minutos (también denominado como Desorción Térmica).

10

Se llevó a cabo un análisis mediante GC-MS de Desorción Térmica de PEI 4. Una muestra de -100 mg de cada conjunto de PEI 4 se analizó por separado mediante GC-MS de desorción térmica. Las muestras se calentaron a 350°C durante 15 min., y los compuestos desorbidos se atraparon criogénicamente (-120°C). La trampa se calentó entonces rápidamente hasta 350°C, y los compuestos desprendidos se analizaron mediante GC-MS.

15

Los resultados del Ejemplo 5 se resumen en la Tabla 7. Se encontró que la resina PEI 4 es la más limpia por el protocolo de ensayo anterior, y se espera que se comporte mejor durante el procesamiento y el comportamiento de la pieza final.

20

Tiempo de elución	Identificación	Área del pico	ng/g (ppb)
Tiempo	Identificación	Área del pico	ng/g
10,49	Metilbenzofurano	1,08E+08	841
13,56	terc-butilfenol		N.D.
14,1	anhídrido ftálico		N.D.
14,92	desconocido, MW=204		N.D.
15,04	desconocido, MW=188		N.D.
15,24	2,3-dihidro-3,3,5,6-tetrametil 1H-Inden-1-ona, MW=188		N.D.
16,05	di-terc-butilfenol		N.D.
16,39	desconocido, MW=206	1,10E+08	860
16,32	isómero de di-terc-butilfenol		N.D.
18,75	MW=210	1,78E+09	13896
22,34	2-fenil-1H-isoindol-1,3(2H)diona, MW=223	31206119	243
25,91	MW=238, mono-amina		N.D.
26,48	desconocido, MW=293	22551323	176
28,85	desconocido, MW=315	36088586	281
30,29	desconocido, MW=380	18626867	145
30,95	desconocido, MW=355	1,04E+08	811
31,22	Fosfito impedido		N.D.

Los resultados del Ejemplo 5 muestran que los artículos obtenidos a partir de nuestra composición fueron limpios. Los resultados también muestran que los artículos moldeados a partir del material de resina usado anteriormente liberaron una cantidad combinada detectable de 17253 ppb, sustancialmente por debajo de la cantidad de residuos obtenida con el Ejemplo Comparativo 6.

25

Ejemplo 6 (Comparativo)

Se llevó a cabo un análisis mediante GC-MS de Desorción Térmica de PEI 1. Una muestra de -100 mg de cada conjunto de ULTEM® PEI 1010 se analizó por separado mediante GC-MS de desorción térmica. Las muestras se calentaron a 350°C durante 15 min., y los compuestos desorbidos se atraparon criogénicamente (-120°C). La trampa se calentó entonces rápidamente hasta 350°C, y los compuestos desprendidos se analizaron mediante GC-MS.

30

Los resultados del Ejemplo 6 se resumen en la Tabla 8. Se encontró que la resina PEI 1 está contaminada por el protocolo de ensayo anterior, y no se espera que se comporte durante el procesamiento y el comportamiento de la pieza final.

35

Tiempo de elución	Identificación	Área del pico	ng/g
10,49	metilbenzofurano		N.D.
13,56	terc-butilfenol	1,25E+08	970
14,1	anhídrido ftálico	2,20E+08	1716

Tiempo de elución	Identificación	Área del pico	ng/g
14,92	desconocido, MW=204	16091438	125
15,04	desconocido, MW=188	27346159	213
15,24	2,3-dihidro-3,3,5,6-tetrametil 1H-Inden-1-ona, MW=188	41131277	321
16,05	di-terc-butilfenol	1,65E+09	12878
16,39	desconocido, MW=206		N.D.
16,32	isómero de di-terc-butilfenol	1,34E+09	10472
18,71	MW=210	2,75E+08	2142
22,34	2-fenil-1H-isoindol-1,3(2H)diona, MW=223		N.D.
25,91	MW=238, mono-amina	67511207	526
26,37	desconocido, MW=293	43221302	337
28,85	desconocido, MW=315		N.D.
30,29	desconocido, MW=380		N.D.
30,95	desconocido, MW=355		N.D.
31,22	Fosfito impedido	5,25E+09	40900
32,2	Fosfito impedido	1,58E+09	12306

- 5 Los resultados del Ejemplo 6 muestran que cuando una composición que comprende un componente de poliimida seleccionado de entre polieterimidias, polieterimida sulfonas, y sus combinaciones; en la que el componente de poliimida no está libre de fósforo, no está encaperuzado en el extremo con anilina, y la composición no es limpia. Los resultados también muestran que los artículos moldeados a partir del material de resina usado anteriormente liberaron una cantidad combinada detectable de 82906 ppb, sustancialmente por encima de la cantidad de residuos obtenida para nuestra invención.

REIVINDICACIONES

1. Unidad de disco que comprende:
- 5 un disco; y
un artículo que encierra por lo menos una superficie del disco,
- en la que el artículo comprende un componente de poliimida seleccionado de entre polieterimidias, polieterimida sulfonas, y combinaciones de las mismas,
- 10 en la que la composición contiene menos de 5 ppb de fósforo liberable, y
en la que el componente de poliimida está encaperuzado en el extremo con monoamina.
2. Unidad de disco según la reivindicación 1 que comprende además
- 15 un cabezal accionado sobre el disco, comprendiendo el cabezal
- un elemento de lectura,
un elemento de escritura,
20 un preamplificador, y
una interconexión, comprendiendo la interconexión
- una primera línea de transmisión,
- 25 una segunda línea de transmisión que acopla el cabezal al preamplificador, y
- una red de compensación que puede funcionar para compensar una discontinuidad de impedancia en las primera y segunda líneas de transmisión, comprendiendo la red de compensación
- 30 un primer trazado, y
- un segundo trazado conectado en paralelo con las primera y segunda líneas de transmisión,
- 35 en la que la forma de los primer y segundo trazados varía para formar por lo menos un primer condensador.
3. Unidad de disco según la reivindicación 1 o 2, en la que el componente de poliimida contiene menos de 3 ppb de fósforo.
- 40 4. Unidad de disco según la reivindicación 1 o 2, en la que el componente de poliimida contiene menos de 1 ppb de fósforo.
5. Unidad de disco según la reivindicación 1 o 2, en la que el artículo comprende
- 45 (a) de 60 a 99 por ciento en peso de un componente de poliimida seleccionado de entre polieterimidias, polieterimida sulfonas, y combinaciones de las mismas, en la que la composición contiene menos de 5 ppb de residuos de fósforo liberables, en la que el componente de poliimida está encaperuzado en el extremo con monoamina; y
- 50 (b) de 1 a 40 por ciento en peso de una carga.
6. Unidad de disco según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en la que el componente de poliimida encaperuzado en el extremo con monoamina está encaperuzado en el extremo con anilina.
- 55 7. Unidad de disco según la reivindicación 1 o 2, en la que el componente de poliimida comprende además una carga seleccionada de entre el grupo de cargas orgánicas, cargas inorgánicas, y combinaciones de las mismas.
8. Unidad de disco según la reivindicación 5, en la que la carga se selecciona de entre el grupo de cargas orgánicas, cargas inorgánicas, y combinaciones de las mismas.
- 60 9. Unidad de disco según la reivindicación 7 o 9, en la que la carga se selecciona de entre el grupo de fibras de carbono, fibras de vidrio, minerales, y combinaciones de los mismos.
- 65 10. Unidad de disco según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que el componente de poliimida contiene menos de 2 por ciento en peso de un estabilizador.

11. Unidad de disco según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que el componente de poliimida contiene menos de 1 por ciento en peso de un estabilizador.
- 5 12. Unidad de disco según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que el componente de poliimida contiene menos de 0,001 por ciento en peso de un estabilizador.
13. Unidad de disco según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que el componente de poliimida no contiene un estabilizador.
- 10 14. Unidad de disco según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que el artículo, sobre la base de un análisis por cromatografía de gases-espectroscopía de masas de los vapores liberados a 350 grados Celsius, durante 15 minutos, presenta por lo menos una superficie que presenta menos de o igual a 20.000 ppb de compuestos volátiles inorgánicos y compuestos volátiles orgánicos liberables combinados.