(19) **日本国特許庁(JP)**

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開2004-67990 (P2004-67990A)

(43) 公開日 平成16年3月4日(2004.3.4)

4 J O 2 9

(51) Int.C1.⁷

FI

テーマコード (参考)

CO8G 64/16 CO8G 64/30

(33) 優先権主張国

CO8G 64/16 COSG 64/30

審査請求 未請求 請求項の数 3 OL (全 10 頁)

(21) 出願番号 特願2003-39586 (P2003-39586) 平成15年2月18日 (2003.2.18) (22) 出願日 (31) 優先権主張番号 特願2002-171278 (P2002-171278) (32) 優先日 平成14年6月12日 (2002.6.12)

日本国 (JP)

(71) 出願人 000004466

三菱瓦斯化学株式会社

東京都千代田区丸の内2丁目5番2号

(74) 代理人 100117891

弁理士 永井 隆

(72) 発明者 藤森 崇泰

茨城県つくば市和台22番地 三菱瓦斯化

学株式会社総合研究所内

(72) 発明者 加藤 宣之

茨城県つくば市和台22番地 三菱瓦斯化

学株式会社総合研究所内

Fターム(参考) 4J029 AA09 AB01 AB04 AD10 AE04

BB08A BB08B BC09 BD06A BD06C BF23 BF30 HA01 HC04A HC05A

HC05B

(54) 【発明の名称】 ポリカーボネート共重合体

(57)【要約】

【課題】光弾性係数が小さいため複屈折が小さく、耐熱性および成形性にも優れたポリカ ーボネート樹脂を提供する。

【解決手段】一般式(1)で表されるジヒドロキシ化合物90~5モル%と、一般式(2) および / または構造式 (4) で表されるジヒドロキシ化合物 1 0 ~ 9 5 モル%から誘導 されてなるポリカーボネート樹脂。

【化1】

10

(式中、R₁ ~R₄ はそれぞれ独立に、水素原子、炭素数1~20のアルキル基、炭 素数6~20のシクロアルキル基または炭素数6~20のアリール基を表し、Xは炭素数 2 ~ 1 0 のアルキレン基、炭素数 6 ~ 2 0 のシクロアルキレン基または炭素数 6 ~ 2 0 の

【特許請求の範囲】

【請求項1】

一般式(1)で表されるジヒドロキシ化合物 9 0 ~ 5 モル%と、一般式(2)および / または構造式(4)で表されるジヒドロキシ化合物 1 0 ~ 9 5 モル%から誘導されてなるポリカーボネート樹脂。

【化1】

$$R_1$$
 R_2 $O-X-OH$

$$R_3$$
 C R_4 (1)

(式中、R₁ ~ R₄ はそれぞれ独立に、水素原子、炭素数 1 ~ 2 0 のアルキル基、炭素数 6 ~ 2 0 のシクロアルキル基または炭素数 6 ~ 2 0 のアリール基を表し、 X は炭素数 2 ~ 1 0 のアルキレン基、炭素数 6 ~ 2 0 のシクロアルキレン基または炭素数 6 ~ 2 0 のアリーレン基を表す。)

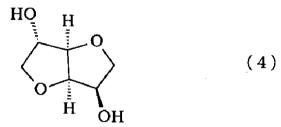
 $HO-CH_2-Y-CH_2-OH$ (2)

(式中、 Y は炭素数 4 ~ 1 2 のアルキレン基または炭素数 5 ~ 2 0 のシクロアルキレン基または下記式 (3) に示すような連結構造を表す。)

【化2】

$$\begin{array}{c|c}
CH_3 & O & CH_3 \\
-C-CH & CH-C & (3) \\
CH_3 & O & CH_3
\end{array}$$

【化3】



【請求項2】

前記一般式(1)で表されるジヒドロキシ化合物と、前記一般式(2)および/または前記構造式(4)で表されるジヒドロキシ化合物とを、重合触媒の存在下、炭酸ジエステルと反応させることを特徴とする請求項1に記載のポリカーボネート樹脂の製造方法。

【請求項3】

光弾性係数が $2.7 \times 1.0^{-1.2} \text{ m}^2$ / N以下であることを特徴とする請求項 1 に記載のポリカーボネート樹脂。

【発明の詳細な説明】

[0 0 0 1]

【発明の属する技術分野】

本発明は、分子内に特定の芳香族ユニットを含有し両末端が脂肪族アルコールであるジオールと脂肪族ジオールとの共重合ポリカーボネート樹脂に関するものである。

[0002]

50

40

20

10

20

30

40

【従来の技術】

ポリカーボネート樹脂は、その透明性の高さや優れた耐熱性および力学特性から様々な光学材料に利用されている。その中でも、光学フィルム、光学ディスク、光学プリズム、ピックアップレンズといった光学材料は、複屈折が大きいと、材料内部を透過した光線の結像点がぼやけ、情報の読み取りエラー等の様々な問題を生じることが知られている。複屈折としては、成形時に流れ方向に分子が配向して生じる複屈折および成形体に加わる応力によって分子が配向して生じる複屈折がある。とりわけ後者の複屈折は分子鎖固有の複屈折であるため、ポリカーボネート樹脂の分子構造を工夫して光弾性係数を小さくするための様々な努力が行われてきた。

[00003]

例えば、側鎖方向に、分極率の大きいフルオレン構造を有するビスフェノール類を用いた全芳香族ポリカーボネート樹脂共重合体が検討されている(特許文献 1 及び特許文献 2)。しかし、これらの樹脂は、光学物性に関しては比較的優れているものの、ガラス転移温度が高く、流動性が極めて悪いため、成形性が悪いという難点を有する。特に光学ディスクのような薄板に加工するのは極めて困難である。

[0004]

また、側鎖方向に分極率の大きいフルオレン構造を有し直鎖方向にフェノール骨格を有するエーテルジオール類のホモポリカーボネート樹脂、あるいはそれらとビスフェノール類との共重合体が示されている(特許文献 3 及び特許文献 4)。しかし、これらのポリカーボネート樹脂においては、光弾性係数が大きく充分な複屈折の低減効果は得られていない

[0005]

上記の欠点を克服するために、本発明者らは、先に、側鎖方向に、分極率の大きいフルオレン構造を有するビスフェノール類とトリシクロデカン [5.2.1.0^{2,6}]ジメタノールとの共重合体を提案した(特許文献 5)。この樹脂は光弾性係数が低く、優れた低複屈折性を示す。

[0006]

【特許文献1】

特開平06-025398号公報

【特許文献2】

特開平07-109342号公報

【特許文献3】

特開平10-101787号公報

【特許文献4】

特開平10-101786号公報

【特許文献5】

特開 2 0 0 0 - 1 6 9 5 7 3 号公報

[0007]

【発明が解決しようとする課題】

本発明は、上記課題を解決しようとするものであり、光弾性係数が小さい低複屈折ポリカーボネート樹脂を提供することにある。

[00008]

【課題を解決するための手段】

本発明者らは上記課題を解決するべく検討を重ねた結果、一般式(1)で表されるジヒドロキシ化合物90~5モル%と、一般式(2)および/または構造式(4)で表されるジヒドロキシ化合物10~95モル%から誘導されてなるポリカーボネート樹脂により課題を解決することができることを見出し、本発明に到達した。

【化4】

(式中、R₁ ~ R₄ はそれぞれ独立に、水素原子、炭素数 1 ~ 2 0 のアルキル基、炭素数 6 ~ 2 0 のシクロアルキル基または炭素数 6 ~ 2 0 のアリール基を表し、 X は炭素数 2 ~ 1 0 のアルキレン基、炭素数 6 ~ 2 0 のシクロアルキレン基または炭素数 6 ~ 2 0 のアリーレン基を表す。)

 $HO - CH_2 - Y - CH_2 - OH$ (2)

(式中、 Y は炭素数 4 ~ 1 2 のアルキレン基または炭素数 5 ~ 2 0 のシクロアルキレン基 または下記式(3) に示すような連結構造を表す。)

【化5】

$$\begin{array}{c|c}
CH_3 & O & CH_3 \\
-C-CH & CH-C- \\
CH_3 & O & CH_3
\end{array}$$
(3)

【化6】

$$\begin{array}{c}
HO \\
H \\
OH
\end{array}$$

$$\begin{array}{c}
H \\
OH
\end{array}$$

[0009]

【発明の実施の形態】

本発明におけるポリカーボネート樹脂は、前記一般式(1)のジヒドロキシ化合物と、前記一般式(2)および / または前記構造式(4)のジヒドロキシ化合物とを、重合触媒の存在下、炭酸ジエステルと反応させることによって製造される。

[0010]

本発明に使用される前記一般式(1)のジヒドロキシ化合物としては、具体的には、9,9・ビス(4・(2・ヒドロキシエトキシ)フェニル)フルオレン、9,9・ビス(4・(2・ヒドロキシエトキシ)・3・イソプロピルフェニル)フルオレン、9,9・ビス(4・(2・ヒドロキシエトキシ)・3・イソブチルフェニル)フルオレン、9,9・ビス(4・(2・ヒドロキシエトキシ)・3・tert・ブチルフェニル)フルオレン、9,9・ビス(4・(2・ヒドロキシエトキシ)・3・bondatelyのフェニル)フルオレン、9,9・ビス(4・(2・ヒドロキシエトキシ)・3・シクロヘキシルフェニル)フルオレン、9,9・ビス(4・(2・ヒドロキシエトキシ)・3・フェニルフェニル)フルオレン、9,9・ビス(4・(2・ヒドロキシエトキシ)・3・まメチルフェニル)フルオレン9,9・ビス(4・(2・ヒドロキシエトキシ)・3・tert・ブチル・6・メチルフェニル)フルオレン9,9・ビス(4・(3・ヒドロキシ・2,2・ジメチルプロポキシ)フェニル)フルオレン等が例示される。

[0011]

40

10

20

30

40

50

本発明に使用される前記一般式(2)のジヒドロキシ化合物としては、具体的には、トリシクロデカン [5.2.1.0^{2.6}]ジメタノール、ペンタシクロペンタデカンジメタノール、シクロヘキサン・1,4・ジメタノール、デカリン・2,6・ジメタノール、デカリン・1,5・ジメタノール、ノルボルナンジメタノール、1,4・ブタンジオール、1,5・ペンタンジオール、1,6・ヘキサンジオール、1,8・オクタンジオール、1,9・ノナンジオール、1,10・デカンジオール、スピログリコール等が例示される。また、前記構造式(4)で表される1,4,3,6・ソルビドが例示される。

[0012]

本発明におけるポリカーボネート樹脂としては、光弾性係数が $2.7 \times 1.0^{-1.2}$ m 2 / N 以下である樹脂が好適である。光弾性係数が $2.7 \times 1.0^{-1.2}$ m 2 / N を越えると、複屈折が大きくなり、例えば光ディスク基板として用いたときに信号の読みとり誤差が大きくなる等の弊害が生じ好ましくない。

[0 0 1 3]

本発明におけるポリカーボネート樹脂は、ランダム、ブロックあるいは交互共重合構造を含むものであり、優れた光学物性、力学物性、耐熱性および成形特性を示す。

[0014]

また、本発明におけるポリカーボネート樹脂のガラス転移温度は95 以上165 以下であることが好ましく、より好ましくは105 以上165 以下である。ガラス転移温度が95 より低いと耐熱性が悪くなり、使用環境が限定されるため好ましくない。また、ガラス転移温度が165 より高いと、流動性が悪くなり、成形条件が厳しくなるため好ましくなく、また、流動性を確保するために低分子量に抑えると脆くなるため好ましくない。

[0015]

本発明に用いられるポリカーボネート樹脂のポリスチレン換算重量平均分子量は、20,000~200,000であることが好ましく、更に好ましくは35,000~100,000である。ポリスチレン換算重量平均分子量が20,000未満では耐衝撃性が低くなり、200,000を越えると流動性が悪くなり成形条件が厳しくなるため好ましくない。

[0016]

以下に本発明に関わるポリカーボネート樹脂の製造方法について述べる。ジヒドロキシ化合物と炭酸ジエステルとを、塩基性化合物触媒およびエステル交換触媒から選ばれる少なくとも1種の存在下、反応させる公知の溶融重縮合法が好適に用いられる。

[0017]

本発明に用いられる炭酸ジエステルとしては、ジフェニルカーボネート、ジトリールカーボネート、ビス(クロロフェニル)カーボネート、m - クレジルカーボネート、ジメチルカーボネート、ジエチルカーボネート、ジブチルカーボネート、ジシクロヘキシルカーボネート等が挙げらる。これらの中でも特にジフェニルカーボネートが好ましい。ジフェニルカーボネートは、ジヒドロキシ化合物の合計 1 モルに対して 0 . 9 7 ~ 1 . 1 0 モルの比率で用いられることが好ましく、更に好ましくは 0 . 9 8 ~ 1 . 0 5 モルの比率である

[0 0 1 8]

塩基性化合物触媒としては、特にアルカリ金属化合物および / またはアルカリ土類金属化合物、含窒素化合物等があげられる。

[0019]

このような化合物としては、アルカリ金属およびアルカリ土類金属化合物等の有機酸塩、無機塩、酸化物、水酸化物、水素化物あるいはアルコキシドが用いられ、含窒素化合物としては、4級アンモニウムヒドロキシドおよびそれらの塩、あるいはアミン類等が好ましく用いられ、これらの化合物は単独もしくは組み合わせて用いることができる。

[0020]

アルカリ金属化合物としては、具体的には、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、水酸化

20

30

40

50

セシウム、水酸化リチウム、炭酸水素ナトリウム、炭酸ナトリウム、炭酸カリウム、炭酸セシウム、炭酸リチウム、酢酸ナトリウム、酢酸カリウム、酢酸セシウム、酢酸リチウム、ステアリン酸ナトリウム、ステアリン酸カリウム、ステアリン酸セシウム、ステアリン酸リチウム、水素化ホウ素ナトリウム、フェニル化ホウ素ナトリウム、安息香酸ナトリウム、安息香酸カリウム、安息香酸セシウム、安息香酸リチウム、リン酸水素 2 ナトリウム、リン酸水素 2 カリウム、リン酸水素 2 リチウム、フェニルリン酸 2 ナトリウム、ビスフェノール A の 2 ナトリウム塩、 2 カリウム塩、 2 セシウム塩、 2 リチウム塩、 フェノールのナトリウム塩、カリウム塩、セシウム塩、リチウム塩等が用いられる。

[0021]

アルカリ土類金属化合物としては、具体的には、水酸化マグネシウム、水酸化カルシウム、水酸化ストロンチウム、水酸化バリウム、炭酸水素マグネシウム、炭酸水素カルシウム、炭酸水素ストロンチウム、炭酸水素バリウム、炭酸マグネシウム、炭酸カルシウム、炭酸ストロンチウム、炭酸バリウム、酢酸マグネシウム、酢酸カルシウム、酢酸ストロンチウム、酢酸バリウム、ステアリン酸マグネシウム、ステアリン酸カルシウム、安息香酸カルシウム、フェニルリン酸マグネシウム等が用いられる。

[0022]

含窒素化合物としては、具体的には、テトラメチルアンモニウムヒドロキシド、テトラエチルアンモニウムヒドロキシド、テトラプロピルアンモニウムヒドロキシド等のアルキルアンモニウムヒドロキシド、トリメチルベンジルアンモニウムヒドロキシド等のアルキル、アリール、基等を有する 4 級アンモニウムヒドロキシド類、トリエチルアミン、ジオルアミン等の 2 級アミン類、プロピルアミン、ブチルアミン等の 1 級アミン類、 2 ・メチルイミダゾール、 2 ・フェニルイミダゾール、 ベンゾイミダゾール等のイミダゾール類、 あるいは、アンモニア、テトラメチルアンモニウムボロハイドライド、テトラブチルアンモニウムデトラフェニルボレート、テトラフェニルアンモニウムテトラフェニルボレート等の塩基あるいは塩基性塩等が用いられる。

[0023]

エステル交換触媒としては、亜鉛、スズ、ジルコニウム、鉛の塩が好ましく用いられ、これらは単独もしくは組み合わせて用いることができる。

[0024]

エステル交換触媒としては、具体的には、酢酸亜鉛、安息香酸亜鉛、2-エチルヘキサン酸亜鉛、塩化スズ(II)、塩化スズ(IV)、酢酸スズ(II)、酢酸スズ(IV)、ジブチルスズジラウレート、ジブチルスズオキサイド、ジブチルスズジメトキシド、ジルコニウムアセチルアセトナート、オキシ酢酸ジルコニウム、ジルコニウムテトラブトキシド、酢酸鉛(II)、酢酸鉛(IV)等が用いられる。

[0025]

これらの重合触媒は、ジヒドロキシ化合物の合計 1 モルに対して、 1×1 0 9 ~ 1×1 0 3 モルの比率で、好ましくは 1×1 0 7 ~ 1×1 0 3 モルの比率で用いられる。

[0026]

本発明にかかわる溶融重縮合法は、前記の原料、および重合触媒を用いて、加熱下に常圧または減圧下にエステル交換反応により副生成物を除去しながら溶融重縮合を行うものである。反応は、一般には二段以上の多段工程で実施される。

[0027]

具体的には、第一段目の反応を120~260、好ましくは180~240 の温度で0.1~5時間、好ましくは0.5~3時間反応させる。次いで反応系の減圧度を上げながら反応温度を高めてジヒドロキシ化合物と炭酸ジエステルとの反応を行い、最終的には1mmHg以下の減圧下、200~350 の温度で重縮合反応を行う。合計の反応時間(滞留時間)は、好ましくは1~10時間である。このような反応は、連続式で行っても良くまたバッチ式で行ってもよい。上記の反応を行うに際して用いられる反応装置は、錨型攪拌翼、マックスブレンド攪拌翼、ヘリカルリボン型攪拌翼等を装備した縦型であって

も、パドル翼、格子翼、メガネ翼等を装備した横型であってもスクリューを装備した押出 機型であってもよく、また、これらを重合物の粘度を勘案して適宜組み合わせた反応装置 を使用することが好適に実施される。

[0028]

本発明にかかわるポリカーボネート樹脂は、重合反応終了後、熱安定性および加水分解安定性を保持するために、触媒を除去もしくは失活させる。一般的には、公知の酸性物質の添加による触媒の失活を行う方法が好適に実施される。これらの物質としては、具体的には、 p - トルエンスルホン酸等の芳香族スルホン酸類、 p - トルエンスルホン酸ブチル、 p - トルエンスルホン酸へキシル等の芳香族スルホン酸エステル類、ドデシルベンゼンスルホン酸テトラブチルホスホニウム塩等の芳香族スルホン酸塩類、ステアリン酸クロライド、塩化ベンゾイル、 p - トルエンスルホン酸クロライド等の有機ハロゲン化物、ジメチル硫酸等のアルキル硫酸、塩化ベンジル等の有機ハロゲン化物等が好適に用いられる。

[0029]

触媒失活後、ポリマー中の低沸点化合物を 0 . 1 ~ 1 mm H g の圧力、 2 0 0 ~ 3 5 0 の温度で脱揮除去する工程を設けても良く、このためには、パドル翼、格子翼、メガネ翼等、表面更新能の優れた攪拌翼を備えた横型装置、あるいは薄膜蒸発器が好適に用いられる。

[0030]

さらに本発明において、上記熱安定化剤、加水分解安定剤の他に、酸化防止剤、顔料、染料、強化剤や充填剤、紫外線吸収剤、滑剤、離型剤、結晶核剤、可塑剤、流動性改良剤、 帯電防止剤、抗菌剤等を添加することが好適に実施される。

[0031]

【実施例】

以下に、本発明を具体的に示すが、本発明はこれらの実施例に何らの制限を受けるものではない。

なお、表1中の物性は、下記の方法により測定したものである。

- 1)ポリスチレン換算重量平均分子量(Mw):GPCを用い、クロロホルムを展開溶媒として、既知の分子量(分子量分布 = 1)の標準ポリスチレンを用いて検量線を作成した。この検量線に基づいて、GPCのリテンションタイムから算出した。
- 2) ガラス転移温度(Tg):示差熱走査熱量分析計(DSC)により測定した。
- 3)熱分解開始温度(Td):熱天秤にて窒素気流中1%重量減少した温度。昇温速度は 10 / minである。

4)光弾性係数:エリプソメーターにより、厚さ100μmのキャストフィルムに波長633nmのレーザー光線を照射し、フィルムにかけた荷重の変化に対する複屈折の変化を測定し算出した。

[0032]

実施例1(触媒が好ましい範囲からはずれているがよいか)

9 、 9 ・ ビス(4 ・ (2 ・ ヒドロキシエトキシ)フェニル)フルオレン43.9g(0.1 0 0 モル)、ペンタシクロペンタデカンジメタノール26.2g(0.1 0 0 モル)、ジフェニルカーボネート43.7g(0.204モル)、および炭酸水素ナトリウム2.5 × 1 0 ^{・3} g(3×1 0 ^{・5} モル)を攪拌機および留出装置付きの300m1 四ッロフラスコに入れ、窒素雰囲気760mmHgの下180 に加熱し30分間攪拌した。その後、減圧度を150mmHgに調整すると同時に、60 / hrの速度で200 まで昇温を行い、20分間その温度に保持しエステル交換反応を行った。さらに、75 / hrの速度で225 まで昇温し、昇温終了の10分後、その温度で保持しながら、1時間かけて減圧度を1mmHg以下とした。その後、60 / hrの速度で235 まで昇温し、さらに1.5時間攪拌下で反応を行った。反応終了後、反応器内に窒素を吹き込み常圧に戻し、生成したポリカーボネート樹脂を取り出した。得られたポリカーボネート樹脂の物性測定結果を表1に示す。

[0033]

50

40

20

実施例2

実施例 1 において、ペンタシクロペンタデカンジメタノールの代わりにトリシクロ [5.2.1.0^{2,6}]デカンジメタノール 1 9.6 g (0.100モル)を用いた以外は実施例 1 と同様の操作を行った。得られたポリカーボネート樹脂の物性測定結果を表 1 に示す。

[0034]

実施例3

実施例1において、ペンタシクロペンタデカンジメタノールの代わりに1,4,3,6-ソルビド14.6g(0.100モル)を用いた以外は実施例1と同様の操作を行った。 得られたポリカーボネート樹脂の物性測定結果を表1に示す。

[0035]

実施例4

実施例1において、9,9・ビス(4・(2・ヒドロキシエトキシ)フェニル)フルオレン61、4g(0、140モル)、ペンタシクロペンタデカンジメタノール15、7g(0、0600モル)を用いた以外は実施例1と同様の操作を行った。得られたポリカーボネート樹脂の物性測定結果を表1に示す。

[0036]

実施例5

実施例1において、9,9-ビス(4-(2-ヒドロキシエトキシ)フェニル)フルオレン26.3g(0.0600モル)、ペンタシクロペンタデカンジメタノール36.7g(0.140モル)を用いた以外は実施例1と同様の操作を行った。得られたポリカーボネート樹脂の物性測定結果を表1に示す。

[0037]

比較例1

実施例 1 において、 9 , 9 - ビス(4 - (2 - ヒドロキシエトキシ)フェニル)フルオレン 8 7 . 7 g (0 . 2 0 0 モル)を用い、ペンタシクロペンタデカンジメタノールを用いなかった以外は実施例 1 と同様の操作を行った。得られたポリカーボネート樹脂の物性測定結果を表 1 に示す。

[0038]

比較例2

実施例1において、ペンタシクロペンタデカンジメタノールの代わりに2,2・ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパン22.8g(0.100モル)を用い、最終温度を260まで昇温した以外は実施例1と同様の操作を行った。得られたポリカーボネート樹脂の物性測定結果を表1に示す。

[0039]

【表1】

	実施例1	実施例2	実施例3	実施例4	実施例5	比較例1	比較例 2
Mw	59400	63500	57200	59900	58800	60000	54100
Tg (℃)	150	129	161	153	146	157	154
Td (℃)	344	343	346	344	344	345	350
光弾性係数 (×10 ⁻¹² m ² /N)	21	27	25	24	13	33	47

[0040]

【発明の効果】

本発明のポリカーボネート樹脂は、光弾性係数が小さいため複屈折が小さく、耐熱性および成形性にも優れるため、光学フィルム、光ディスク、光学プリズム、ピックアップレンズ等に用いることが出来、極めて有用である。

20

10

30

【手続補正書】

【提出日】平成15年10月7日(2003.10.7)

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0032

【補正方法】変更

【補正の内容】

[0 0 3 2]

実 施 例 1

9 、 9 ・ ビス(4・(2・ヒドロキシエトキシ)フェニル)フルオレン43.9g(0.1 0 0 モル)、ペンタシクロペンタデカンジメタノール26.2g(0.1 0 0 モル)、ジフェニルカーボネート43.7g(0.204モル)、および炭酸水素ナトリウム2.5 × 1 0 ^{・3} g(3 × 1 0 ^{・5} モル)を攪拌機および留出装置付きの300m1 四ッロラスコに入れ、窒素雰囲気760mmHgの下180 に加熱し30分間攪拌した。その後、減圧度を150mmHgに調整すると同時に、60 / hrの速度で200 まで昇温を行い、20分間その温度に保持しエステル交換反応を行った。さらに、75 / hrの速度で225 まで昇温し、昇温終了の10分後、その温度で保持しながら、1時間かけて減圧度を1mmHg以下とした。その後、60 / hrの速度で235 まで昇温し、さらに1.5時間攪拌下で反応を行った。反応終了後、反応器内に窒素を吹き込み常圧に戻し、生成したポリカーボネート樹脂を取り出した。得られたポリカーボネート樹脂の物性測定結果を表1に示す。

フロントページの続き

【要約の続き】

アリーレン基を表す。)

$$HO-CH_2-Y-CH_2-OH$$
 (2)

(式中、Yは炭素数 4 ~ 1 2 のアルキレン基または炭素数 5 ~ 2 0 のシクロアルキレン基または下記式 (3) に示すような連結構造を表す。)

【化2】

$$\begin{array}{c|c}
CH_{3} & O & CH_{3} \\
-C - CH & CH - C - CH_{3} \\
-CH_{3} & O & CH_{3}
\end{array}$$
(3)

【化3】

$$\begin{array}{c}
HO \\
H \\
OH
\end{array}$$

$$\begin{array}{c}
H \\
OH
\end{array}$$

【選択図】 なし