

EUROPÄISCHE EIGNUNGSPRÜFUNG 1991

PRÜFUNGSAUFGABE A CHEMIE

Diese Prüfungsaufgabe enthält:

- | | |
|-----------------------------------|-----------------|
| • Anweisungen an die Bewerber | 91/A(C)/d/1-2 |
| • Schreiben des Mandanten | 91/A(C)/d/3-12 |
| • Dokument I (Stand der Technik) | 91/A(C)/d/13-14 |
| • Dokument II (Stand der Technik) | 91/A(C)/d/15 |

ANWEISUNGEN AN DIE BEWERBER

Gehen Sie bitte davon aus, daß Sie von Ihrem Mandanten das beigefügte Schreiben erhalten haben mit der Beschreibung einer Erfindung, für die er ein europäisches Patent haben möchte, sowie mit Bezugnahmen auf den Ihrem Mandanten bekannten, einschlägigen Stand der Technik.

Setzen Sie bitte die in der Prüfungsaufgabe genannten Tatsachen als gegeben voraus und gehen Sie bei der Beantwortung von diesen Angaben aus. Ob und inwieweit Sie diese Angaben verwenden, bleibt Ihnen selbst überlassen.

Sie sollten besondere Kenntnisse, die Sie möglicherweise über den Gegenstand der Erfindung besitzen, nicht einsetzen, sondern davon ausgehen, daß der angegebene Stand der Technik tatsächlich vollständig ist.

Ihre Aufgabe besteht darin, einen unabhängigen Anspruch oder unabhängige Ansprüche abzufassen, die dem Anmelder den größtmöglichen Schutzzumfang bieten und dabei gute Aussichten haben, vor dem EPA zu bestehen; bei der Abfassung sind das Erfordernis der erfinderischen Tätigkeit gegenüber dem angegebenen Stand der Technik, die Vorschriften des Übereinkommens hinsichtlich der Form der Ansprüche, die sonstigen Erfordernisse des Übereinkommens sowie die Empfehlungen in den Richtlinien für die Prüfung im EPA zu berücksichtigen. Die Anzahl der abhängigen Ansprüche sollte sich in vertretbaren Grenzen halten; diese Ansprüche sollten so abgefaßt sein, daß Sie für den Fall, daß der unabhängige Anspruch oder die unabhängigen Ansprüche nicht gewährbar sind, darauf zurückgreifen könnten.

Sie sollen auch eine Einleitung ausarbeiten, das heißt denjenigen Teil der Beschreibung, der vor den Beispielen oder vor der Erläuterung der Zeichnungen steht. Die Einleitung sollte mit einer geeigneten Bezeichnung beginnen und so abgefaßt sein, daß alle Ansprüche ausreichend gestützt werden. So sollten Sie insbesondere erwägen, ob es ratsam ist, vorteilhafte Wirkungen der Erfindung in die Einleitung aufzunehmen.

Sie sollen Ansprüche und Beschreibungseinleitung nur für eine europäische Patentanmeldung abfassen. Falls Sie der Ansicht sind, daß einige dieser Ansprüche aufgrund der Vorschriften des Übereinkommens hinsichtlich der Einheitlichkeit in der Praxis den Gegenstand einer getrennten Patentanmeldung bilden müßten, sollten Sie dies getrennt angeben, ohne jedoch diesbezüglich zusätzliche Ausarbeitungen zu machen.

Zusätzlich zu Ihrer ausgearbeiteten Lösung können Sie - dies ist jedoch nicht obligatorisch - auf einem gesonderten Blatt die Gründe für die gewählte Form der Lösung angeben, z. B. warum Sie sich für eine bestimmte Anspruchsform, ein bestimmtes Merkmal für einen unabhängigen Anspruch oder einen bestimmten Teil des Stands der Technik als Ausgangspunkt entschieden haben oder warum Sie einen bestimmten Stand der Technik nicht erwähnt bzw. vorgezogen haben. Derartige Angaben sollten jedoch kurz sein.

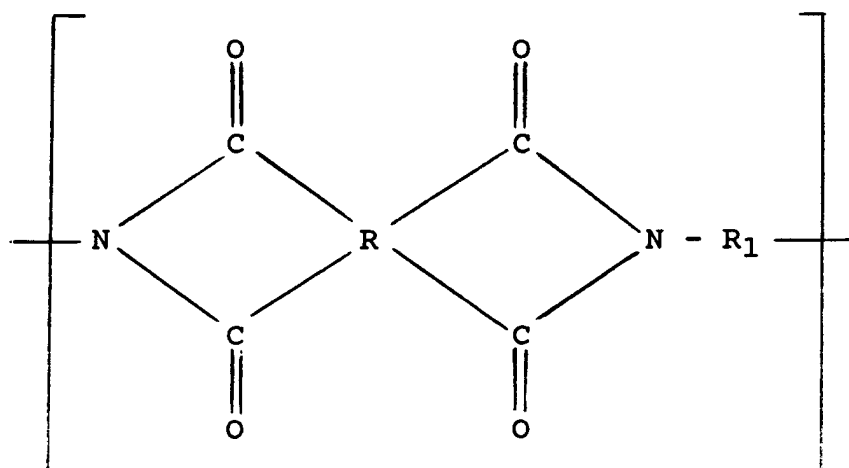
Es wird davon ausgegangen, daß Sie die Prüfungsaufgabe in der Sprache studiert haben, in der Sie Ihre Arbeit abgefaßt haben. Sollte dies nicht zutreffen, so geben Sie bitte auf der ersten Seite Ihrer Arbeit an, in welcher Sprache Sie die Prüfungsaufgabe studiert haben. Dies ist immer von Bewerbern anzugeben, die - nach Stellung eines entsprechenden Antrags in der Anmeldung zur Prüfung - ihre Arbeit in einer anderen Sprache als Deutsch, Englisch oder Französisch anfertigen.

Schreiben des Mandanten

Wir bitten Sie, in unserem Namen eine europäische Patentanmeldung für den im folgenden beschriebenen Gegenstand einzureichen. Bei der Erstellung der Anmeldung soll der aus den zwei als Anlage beigefügten Druckschriften bekannte Stand der Technik berücksichtigt werden. Der Inhalt dieser Druckschriften kommt, soweit wir wissen, dem Gegenstand der Erfindung am nächsten.

Wir beschäftigen uns mit der Herstellung von Gegenständen, insbesondere von Filmen oder Folien aus Polyimiden.

Uns interessieren vor allem die duromeren vernetzten Polyimide, in denen zwei Imidgruppen mit einem oder mehreren Benzolkernen verknüpft sind. Diese Polyimide weisen beispielsweise die folgenden wiederkehrenden Strukturelemente auf:



worin R ein vierwertiger aromatischer Rest mit wenigstens einem benzoiden Ring und R₁ ein zweiwertiger, wenigstens einen Benzolring umfassender organischer Rest ist.

Polyimide werden grundsätzlich dadurch hergestellt, daß man Dianhydride mit Diaminen reagieren läßt und die so erhaltenen Polyamidsäuren unter Wasserabspaltung und Cyclisierung in Polyimide überführt.

Aus diesen Polyimiden hergestellte Gegenstände besitzen ausgezeichnete physikalische und chemische Eigenschaften. Sie weisen eine große Festigkeit und Wärmebeständigkeit auf und sind des weiteren gut beständig gegen den Angriff vieler Chemikalien.

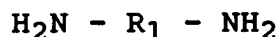
Wegen der den Polyimiden eigenen großen Festigkeit ist es jedoch schwer, Formkörper daraus herzustellen. Man ist daher dazu übergegangen, Formkörper aus dem bei der Herstellung erhaltenen Zwischenprodukt aus Polyamidsäuren zu bilden und erst dann durch Erhitzen der Polyamidsäure auf die notwendige Temperatur die Umwandlung in die Polyimide zu bewirken.

Eine sorgfältige Temperaturkontrolle ist aber nötig, um zu vermeiden, daß bei der Umwandlung des Polyamids in das Polyimid freikommendes Wasser, das als Wasserdampf anfällt, in der sich verfestigenden Masse eingeschlossen wird. Dadurch können Hohlräume entstehen, wodurch die Festigkeit der Polyimide in starkem Maße beeinträchtigt wird. Trotz Bemühungen, die Temperatur gut zu kontrollieren, konnte das Entstehen von Hohlräumen häufig nicht vermieden werden.

Wir haben jetzt ein Verfahren entwickelt, nach dem die Dehydratisierung und Cyclisierung der Polyamidsäure im wesentlichen auf chemischem Wege erfolgt. Die Bildung des Polyimids kommt dadurch bei einer erheblich weniger hohen Temperatur als bei der bisher üblichen, rein thermischen Behandlungsweise zustande.

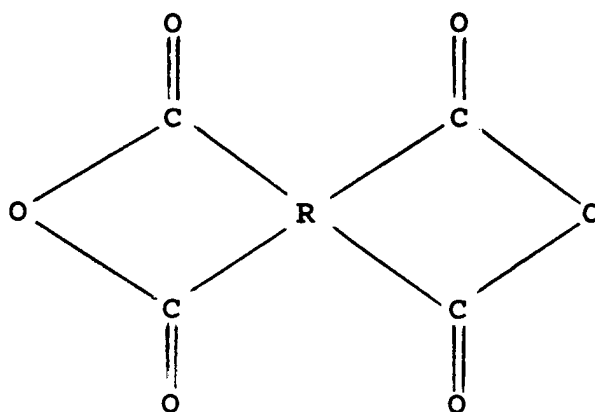
Nach unserem Verfahren wird folgendermaßen vorgegangen:

Man läßt ein Diamin mit der Strukturformel



worin R_1 einen zweiwertigen, mindestens einen aromatischen Ring enthaltenden Rest bedeutet,

reagieren mit wenigstens einem Dianhydrid einer aromatischen Tetracarbonsäure mit folgender Strukturformel



worin R ein vierwertiger Rest ist, der mindestens einen aromatischen Ring enthält und worin die vier Carbonylgruppen an verschiedenen aromatischen Kohlenstoffatomen von R sitzen.

Die Reaktion wird in einem polaren organischen Lösungsmittel bei einer Temperatur unterhalb von 120°C durchgeführt. Als Minimumtemperatur soll 20°C eingehalten werden. Es kommt zur Bildung eines Zwischenprodukts aus Polyamidsäure. Dieses wird anschließend durch Behandlung mit einem Anhydrid einer niederen aliphatischen einbasischen Carbonsäure, wie Essigsäureanhydrid, in Polyimid umgewandelt.

Die Bildung des Polyimids konnte anhand dessen Infrarotspektrums nachgewiesen werden. Mit fortschreitender Umwandlung der Polyamidsäure in Polyimid wird eine deutliche Verschiebung der Absorptionsbande von 3,1 nach 13,85 μm festgestellt.

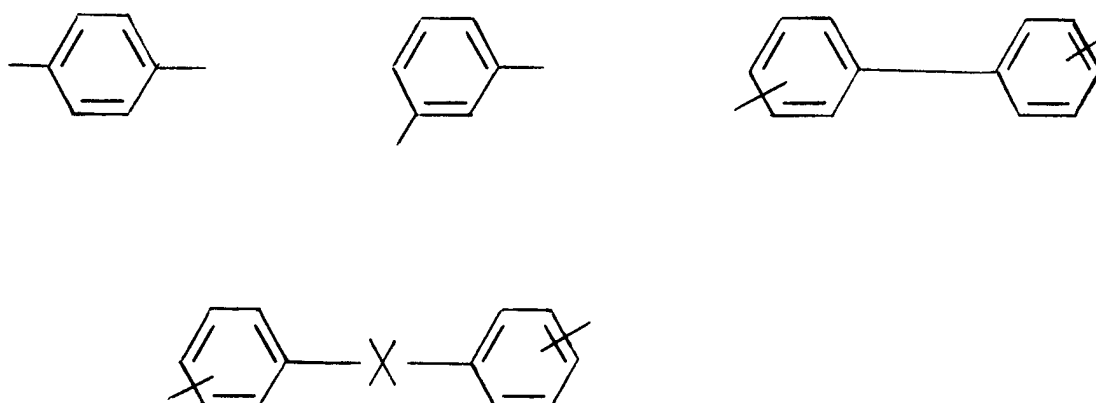
Geformte Gegenstände werden nach unserem Verfahren aus dem Polyamidsäure-Zwischenprodukt gebildet, ehe die Umwandlung in das schwerverformbare Polyimid erfolgt ist.

Die Formbildung kann übrigens bereits dann stattfinden, wenn das Reaktionsgemisch auch nur teilweise, z. B. zu 50 % in Polyamidsäure umgesetzt worden ist.

Zur Herstellung der Polyamidsäure werden ungefähr äquimolare Mengen des vorgenannten Diamins und des Dianhydrids als trockene Stoffe gemischt. Das erhaltene Gemisch wird anschließend in kleinen Mengen, unter Rühren, in das organische Lösungsmittel gegeben. Diese Verfahrensweise erlaubt eine gute Steuerung des chemischen Prozesses, der als exotherme Reaktion abläuft. Das Rühren des Reaktionsgemisches muß solange fortgesetzt werden, bis kein Ansteigen der Viskosität der Lösung mehr feststellbar ist. Der Polyamidsäureanteil der Lösung beträgt dann etwa 40 %.

Lösungen mit einem unterhalb 15 Gew.% liegenden Anteil an Polyamidsäure, die sich nicht für die Herstellung von geformten Gegenständen eignen, können als Überzugsmasse verwendet werden. Damit können metallische Gegenstände, wie Bleche, Drähte, ebenso wie Gewebe aus Kunststoffen, beschichtet werden. Die anschließende Behandlung mit dem aliphatischen Carbonsäureanhydrid führt zu einem Polyimidfilm.

Das in der Diaminstrukturformel mit R_1 bezeichnete aromatische Radikal kann aus einem Rest der folgenden Gruppe bestehen:



worin X einen Alkylenrest mit 1 bis 3 Kohlenstoffatomen, Schwefel, SO_2 oder Sauerstoff bedeutet.

Geeignet sind insbesondere Diamine mit zwei Ringen wie

Benzidin

4,4'-Diaminodiphenylmethan

4,4'-Diaminodiphenylpropan

4,4'-Diaminodiphenyläther

4,4'-Diaminodiphenylsulfid

4,4'-Diaminodiphenylsulfon.

Bei Verwendung der zwei letztgenannten Diamine zeigen die hergestellten Verbindungen besonders gute Eigenschaften, insbesondere weisen daraus hergestellte Folien eine sehr große Reißfestigkeit auf.

Beispiele von aromatischen Tetracarbonsäuredianhydriden, die der obengenannten Formel entsprechen, sind insbesondere:

Pyromellitsäuredianhydrid (1,2,4,5-Benzoltetracarbonsäuredianhydrid)

2,3,6,7-Naphthalintetracarbonsäuredianhydrid

3,3',4,4'-Diphenyltetracarbonsäuredianhydrid

3,4,3',4'-Benzophenontetracarbonsäuredianhydrid.

Das polare Lösungsmittel, das im Polymerisationsprozeß eingesetzt wird, muß mindestens einen der Ausgangsstoffe lösen, darf damit aber nicht reagieren. Das gewählte Mittel soll vorzugsweise auch als Lösungsmittel für das gebildete Polyamidsäure-Zwischenprodukt wirken.

Lösungsmittel, die vorgenannte Bedingungen in ausgezeichneter Weise erfüllen, sind

N,N-Dimethylformamid und

N,N-Dimethylacetamid.

Diese zwei Lösungsmittel können leicht durch Verdampfung von den gebildeten Reaktionsprodukten abgetrennt werden.

Als Dehydratisierungs- und Cyclisierungsmittel für die bei der Reaktion gebildete Polyamidsäure können außer dem vorgenannten Essigsäureanhydrid auch Anhydride der Propionsäure, Buttersäure und iso-Buttersäure sowie deren Gemische verwendet werden.

Es ist empfehlenswert, dem Anhydrid ein Verdünnungsmittel beizufügen. Dadurch wird eine bessere Diffusion des Anhydrids durch die Polyamidsäurestruktur erzielt. Als Verdünnungsmittel verwendet man meistens Benzol. Aber auch Cyclohexan, Tetrachlorkohlenstoff und Acetonitril können eingesetzt werden.

Es ist weiterhin äußerst wünschenswert, dem Anhydrid der niederen aliphatischen Carbonsäure ein tertiäres Amin, wie Pyridin, 4-Benzylpyridin, 3,4-Lutidin oder Isochinolin zuzusetzen. Das tertiäre Amin wirkt als Katalysator für die Umwandlung der Polyamidsäure in das Polyimid. Es verhindert weitgehend, daß durch eine Hydrolysereaktion das Polymerisat wieder abgebaut wird und fördert dagegen die Ringschlußreaktion. Das tertiäre Amin, wie Pyridin, kann in einer solchen Menge eingesetzt werden, daß das molare Verhältnis zum Anhydrid 1 zu 1 beträgt.

Als besonders wirkungsvolle Amine haben sich das Trimethylamin und das Triäthylamin erwiesen. Sie beschleunigen die Umwandlung der Polyamidsäure in das Polyimid noch stärker als das Pyridin. Auch geringere Mengen als im Falle von Pyridin sind bereits äußerst wirksam.

Formkörper aus Polyimid, die sich vorteilhafterweise mittels unseres Verfahrens herstellen lassen, sind insbesondere selbsttragende Filme oder Folien. Durch Extrusion der viskosen Polyamidsäurelösung können Filme erhalten werden, die anschließend durch ein Säureanhydridbad geführt werden, wobei durch Cyclisierung eine Umwandlung in Polyimid stattfindet. Die Polyimidfille sind biegsam und zerreifest.

Nach einer anderen Verfahrensweise gießt man eine Lösung von Polyamidsäure auf einen Träger mit einer glatten Oberfläche, wie eine Glasplatte, und breitet die viskose Lösung mit Hilfe einer Rakel zu einem dicken Film aus. Der beschichtete Träger wird dann z. B. in ein essigsäureanhydridhaltiges Bad eingetaucht. Dabei erfolgt die Dehydratisierung und die Cyclisierung der Polyamidsäure zu Polyimid.

Festgestellt wurde, daß der vom Träger abgezogene Film eine asymmetrische Struktur aufwies, mit einer dünnen, wenig porösen Hautschicht und einer dickeren porösen Schicht. Die Hautschicht war die der direkten Einwirkung der Cyclisierungslösung ausgesetzte obere Schicht, während die poröse Schicht die dem Träger zugewandte Seite war.

Die so erhaltene mikroporöse Folie hatte selektivdurchlässige Eigenschaften. Sie erwies sich äußerst geeignet, um als semipermeable Membran bei der Umkehrosmose oder Ultrafiltration zum Trennen von Flüssigkeitsgemischen oder Gasgemischen Verwendung zu finden.

Die Membran sollte eine Dicke zwischen 100 μm und 300 μm haben. Unterhalb dieser Mindestdicke weist die Membran nämlich vielfach eine zu geringe Festigkeit auf, während über 300 μm die Durchlässigkeit der Membran für das Lösungsmittel oft zu gering ist.

Nachstehend folgen einige Beispiele, die das erfindungsgemäße Verfahren veranschaulichen.

Beispiel 1

14 g Benzidin und 14 g Pyromellitsäuredianhydrid wurden im trockenen Zustand gemischt und portionsweise unter ständigem Rühren in 70 ml Dimethylacetamid aufgelöst. Es wurden weitere 20 ml Dimethylacetamid zugefügt, so daß nach Reaktion des Diamins mit dem Säureanhydrid eine Polyamidsäurelösung mit einem Polymergehalt von 22 Gewichtsprozent erhalten wurde. Die viskose Lösung der Polyamidsäure wurde durch Extrusion in die Form eines selbsttragenden Films gebracht, der während 10 Stunden in eine aus 180 ml Benzol, 80 ml Essigsäureanhydrid und 40 ml Pyridin bestehende Lösung eingetaucht wurde. Der Film wurde anschließend durch Erhitzen bei 110°C unter Vakuum getrocknet. Durch Infrarotspektalanalyse konnte festgestellt werden, daß der Film aus Polyimid bestand. Er war biegsam, aber zerreifest.

Beispiel 2

Es wurde im wesentlichen auf die gleiche Weise wie in Beispiel 1 vorgegangen. Im Gegensatz zum vorigen Beispiel wurde der Essigsäureanhydridlösung kein Pyridin zugesetzt. Zur Umwandlung der Polyamidsäure in das Polyimid waren in diesem Falle 15 Stunden nötig.

Beispiel 3

Aus 12 g 4,4'-Diaminodiphenylpropan und 17 g Pyromellitsäuredianhydrid wurde ein pulverförmiges Gemisch hergestellt. Dieses Gemisch wurde unter ständigem Rühren und unter Abkühlen zu 75 ml Dimethylformamid gegeben. Es wurde weiterhin 30 ml Dimethylformamid zugesetzt, so daß eine Polyamidsäurelösung mit 24,5 Gewichtsprozent Polymeranteil erhalten wurde. Daraus hergestellte Filme wurden in eine Lösung eingetaucht, die aus 200 ml Benzol und 50 ml Essigsäureanhydrid bestand und der des weiteren 30 ml Pyridin hinzugefügt worden waren. Nach einer Eintauchzeit von 11 Stunden war die Umwandlung der Polyamidsäure in Polyimid erfolgt.

Beispiel 4

Ein analog zum Beispiel 3 erzeugter Film aus Polyamidsäurelösung wurde in eine Lösung eingetaucht, die 200 ml Benzol und 50 ml Essigsäureanhydrid enthielt und der als tertiäres Amin 18 ml Triäthylamin zugesetzt worden waren. Nach einer Eintauchzeit von 6 Stunden, also nach einer wesentlich kürzeren Zeit als im Beispiel 3, war die Umwandlung der Polyamidsäure in Polyimid beendet.

Beispiel 5

Eine Mischung aus 12 g 4,4'-Diaminodiphenylsulfon und 10 g Pyromellitsäuredianhydrid wurde portionsweise unter beständigem Rühren und unter Abkühlen in 30 ml Dimethylformamid gegeben. Danach wurde nochmals 20 ml Dimethylformamid beigelegt. Durch Reaktion der Bestandteile entstand eine Polyamidsäurelösung mit einem Polymergehalt von 22 Gew.%. Daraus wurde, wie in den vorigen Beispielen, ein selbsttragender Film hergestellt, der in ein Bad eingetaucht wurde, das zu 15 Teilen aus Cyclohexan, 1 Teil Pyridin und 1 Teil Essigsäureanhydrid bestand. Der Film wurde 10 Stunden darin gehalten und danach bei 120°C unter Vakuum getrocknet. Er erwies sich als äußerst zerreiBfest.

Beispiel 6

Man ließ 16 g 4,4'-Diaminodiphenyläther und 18 g Pyromellitsäuredianhydrid in Dimethylacetamid als Lösungsmittel reagieren und erhielt dabei eine 20 gewichtsprozentige Lösung einer Polyamidsäure. Mit weiterem Dimethylacetamid wurde die Lösung auf einen Feststoffgehalt von 10 % verdünnt und dann mit einer Rakel auf eine Glasplatte zu einem 0,5 mm dicken Film ausgebreitet. Die Glasplatte mit Film wurde in eine Benzollösung eingetaucht, die 1 Mol/l Pyridin und 1 Mol/l Essigsäureanhydrid enthielt. Nach einer Eintauchzeit von 10 Stunden in die auf 70°C erhitzte Lösung war der Film trüb geworden. Der zum Polyimid cyclisierte Film

wurde von der Glasplatte abgezogen, mit Benzol gewaschen und bei 80°C getrocknet. Der erhaltene Film war 0,3 mm dick. Er hatte eine asymmetrische Struktur mit einer glänzenden, wenig porösen oberen Hautschicht und einer matten, ziemlich porösen, dickeren Unterseite. Letztere hatte bei der Cyclisierungsreaktion an der Glasplatte angelegen.

Beispiel 7

Es wurde eine weitere Folie analog zum Beispiel 6 hergestellt, mit dem Unterschied, daß als Diamin 16 g 4,4'-Diaminodiphenylsulfid verwendet wurde. Auch in diesem Falle wurde eine Folie mit asymmetrischer Struktur erhalten. Sie wies im Vergleich zur Membran des vorigen Beispiels eine größere Zerreifestigkeit auf. Der hhere Wert ist vermutlich auf das verwendete Diamin zurzufhren.

Die nach den Beispielen 6 und 7 erhaltenen Folien mit asymmetrischer Struktur wiesen selektivdurchlssige Eigenschaften fr Gase und Flssigkeiten auf und erwiesen sich sehr geeignet, um als mikroporse Membran Verwendung zu finden.

Die folgende Tabelle gibt eine bersicht ber die Eigenschaften der nach Beispielen 1 bis 7 erhaltenen Filme.

Beispiel	Elastizitts- modul in MPa	Reifestig- keit in MPa	Streck- dehnung in %
1	2400	98	7
2	2480	102	9
3	2270	94	6
4	2300	100	8
5	3800	142	15
6	2670	112	8
7	3680	138	14

Dokument I (Stand der Technik)

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Polyimiden, gemäß dem man etwa äquimolare Mengen von Pyromellitsäuredianhydrid mit einem Diamin entsprechend folgender Strukturformel $H_2N-R-NH_2$, in der R ein zweiwertiger Rest eines aromatischen Radikals ist, in einem organischen Lösungsmittel miteinander reagieren läßt. Beispielsweise kann man die Lösung des einen Ausgangsstoffes langsam der Lösung des anderen Reaktionspartners zusetzen. Bei festen Ausgangsstoffen wird vorzugsweise erst eine feste Mischung dieser Stoffe hergestellt, die dann dem Lösungsmittel langsam zugesetzt wird.

Das Reaktionsgemisch wird auf einer Temperatur unterhalb $60^\circ C$ gehalten. Man erhält so eine wenigstens 50 % polyamidsäurehaltige viskose Lösung, die auf eine Temperatur von 350 bis $550^\circ C$ erhitzt wird. Dabei erfolgt eine Umwandlung der Polyamidsäure in Polyimid.

Beispiel 1

20 g m-Phenylendiamin wurden in 150 ml Dimethylsulfon gelöst. Dieser Lösung wurden 22 g Pyromellitsäuredianhydrid hinzugefügt, während die Lösung gekühlt wurde. Nach einer gewissen Zeit erhielt man eine viskose Lösung. Dann wurden 50 ml Dimethylsulfon zugesetzt, um eine gut gießbare Lösung mit etwa 14 Gewichtsprozent Polyamidsäure zu erhalten. Es wurden daraus Filme hergestellt, die auf dünnen Stahlplatten abgelegt wurden. Nachdem die

Filme erst unter Stickstoff bei 120°C getrocknet worden waren, wurden sie in einem Ofen auf 400°C erhitzt, um die Polyamidsäure in das Polyimid umzuwandeln.

- 5 Die so erzeugten Polyimidfilme können insbesondere als hochwertiges Verpackungsmaterial und z. B. zur Umwicklung von elektrischen Kabeln verwendet werden.

Beispiel 2

10

In analoger Weise wurden weitere Filme hergestellt, wobei als Diamin 4,4'-Diaminodiphenyläther verwendet wurde.

- Auch dabei wurden nach Erhitzen der Filme aus Polyamidsäure auf
15 450°C zähfeste Polyimidfilme erhalten.

Dokument II (Stand der Technik)

Verfahren zur Herstellung von Polyimiden durch Umsetzung des Pyromellitsäuredianhydrids mit einem aromatischen Diamin. Die Umsetzung wird in zwei Stufen durchgeführt. In einer ersten Stufe kommt es durch eine Kondensationsreaktion in Gegenwart eines organischen Lösungsmittels zur Bildung einer löslichen Pyromellitamidsäure, die in einer zweiten Stufe durch Erhitzen und unter Wasseraustritt in ein thermisch stabiles Polypyromellitimid umgesetzt wird. Zur Erzielung einer vollständigen Umsetzung muß bis auf 400°C erhitzt werden.

Die so erhaltenen aromatischen Polyimide besitzen eine gute Hitzebeständigkeit. Sie weisen jedoch eine schlechte Verarbeitbarkeit oder Verformbarkeit auf, und es ist daher sehr schwierig, das Polyimid als solches zu verformen.

Nach dem erfindungsgemäßen Verfahren wird nun so vorgegangen, daß ein bis zu 80 Gewichtsprozent enthaltendes Polyamidsäurepulver durch Ausübung eines Druckes von 15 bis 60 N/mm² verdichtet wird und die verdichtete Masse bei einer Temperatur von 250 bis 400°C und einem Druck von 14 bis 21 N/cm² gesintert wird. Druck und Temperaturwerte müssen sorgfältig gewählt werden, um dem Wasser die Möglichkeit zu bieten, aus der verdichteten Masse auszutreten.

Beispiel

Durch Reaktion von Pyromellitsäuredianhydrid mit Paraphenylen-diamin bei 120°C wurde Polyamidsäure erhalten. Eine Charge gepulverter Polyamidsäure wurde in einer Form mit Hilfe eines zylindrischen Stempels bei einem Druck von 47 N/mm² zu einem Körper von 8,30 mm Dicke verdichtet. Die verdichtete Scheibe wurde in einem Ofen bei 350°C unter einem Druck von 17,4 N/cm² gesintert und dabei gleichzeitig in Polypyromellitimid umgewandelt.