

發明人 2姓 名：(中文) 平野和幸(英文) HIRANO, KAZUYUKI住居所地址：(中文) 日本國千葉縣市原市姉崎海岸一三一(英文) 1-1, Anesakikaigan, Ichihara-shi, Chiba, Japan發明人 3姓 名：(中文) 緒方宣夫(英文) OGATA, NORIO住居所地址：(中文) 日本國千葉縣市原市姉崎海岸一三一(英文) 1-1, Anesakikaigan, Ichihara-shi, Chiba, Japan

捌、聲明事項

■主張專利法第二十四條第一項優先權：

【格式請依：受理國家（地區）；日期；案號 順序註記】

1.日本 ; 2002/03/29 ; 2002-096701

(1)

玖、發明說明

【發明所屬之技術領域】

本發明係關於製備雙酚 A [2,2-雙(4-羥苯基)丙烷] 的方法，並且更特定言之，係關於分離該方法中雙酚 A 與酚之加合物的方法。

【先前技術】

習知雙酚 A 是一種重要的化合物，其可以作為工程塑膠（例如聚碳酸酯樹脂及聚丙烯酸酯樹脂與環氧樹脂）的材料，並且對雙酚 A 的需求正持續增加。

雙酚 A 係利用過量的酚與丙酮在酸性觸媒及共觸媒（例如經常被使用的硫化物）之存在下藉縮合反應製得。

習知以下方法可用以將雙酚 A 自反應混合物分離出來：直接由反應混合物分離出粗結晶態之雙酚 A 的方法，以及將反應混合物去除丙酮與水之後，再將得到的液體混合物施以濃縮及冷卻，然後分離出結晶型態之雙酚 A 與酚之加合物的方法（Japanese Patent Application Laid-Open Nos. Showa 51(1976)-91240及57(1982)-77637）。

直接由反應混合物分離出粗結晶型態之加合物的方法具有以下缺點：因為雙酚 A 為細結晶態，所以必須重覆地施以清洗，因而損失會增加。

因此，分離以晶體型態存在之雙酚 A 與酚之加合物的方法最為常用。在此方法中，雙酚 A 與酚的加合物係經過結晶且生成的晶體係依據習知的固-液相分離法以過

(2)

濾器或者離心自母液分離 (Japanese Patent Application Laid-Open Nos. Showa 57(1982)-77637, Heisei 5(1993)-331088, Showa 63(1988)-275539, Heisei 6(1994)-107578 及 Heisei 6(1994)-306002) 。

在使用過濾的上述固-液相分離法中，抽吸式帶濾機或桶式濾機均可使用 (Japanese Patent Application Laid-Open No. Heisei 6(1994)-306002) 。但是，晶體尺寸必須增加且表面積必須降低以防止經由濾材篩孔所造成的漏失並提高純度 (Japanese Patent Application Laid-Open No. Heisei 5(1993)-331088) 。過濾的缺點在於液體含量高且晶體間的母液難以充分地去除，所以母液可能會殘留於大尺寸晶體之間，當降低晶體尺寸以克服上述缺點時，因為母液難以通過晶體層並使過濾器堵塞，所以過濾效率會顯著地降低。

離心法 (Japanese Patent Application Laid-Open Nos. Heisei 6(1994)-107578及 Heisei 6(1994)-306002) 的優點在於晶體間的液體含量降低且含有較少液體的加合物可被製得。但是，晶體會因離心的施加而發生碎裂且母液及洗液的取代效率不及過濾者。因此，在處理大量產物時，通常必須使用數個裝置重覆地實施清洗以改善純度。裝置數增加，操作時間亦增加。因此，就經濟觀點而言，此方法並不適宜。

改善純度的多步驟結晶作用述於 Japanese Patent Application Laid-Open Nos. Heisei 1(1989)-230538 及

(3)

Heisei 7(1995)-257978中。

【發明內容】

本發明之目的係提供製備雙酚 A 的方法，當雙酚 A 自反應混合物分離時，此方法能夠以高純度有效率地回收雙酚 A 與酚的加合物。

爲了克服以上困難，發明人曾作過廣泛的研究，結果發現當結晶作用係以如下的兩步驟實施時，雙酚 A 與酚的高純度加合物即得以製成。在第一步驟中，分離係以過濾實施以去除晶體表面上的雜質，在第二步驟中，將晶體施以溶解、再結晶及離心並充分去除洗液以移除晶體內部的雜質。製得的產物並用於後續步驟中。本發明基於此發現而得以完成。

本發明提供製備雙酚 A 的方法，其包含自雙酚 A 的酚溶液結晶出雙酚 A 與酚的加合物，雙酚 A 的酚溶液係由以下方式製得：將酚與丙酮在酸性觸媒的存在下施以反應，將生成的淤漿以固-液相分離施以處理並將酚移出固體組份，其中此方法包含在過濾器上形成結晶型態之雙酚 A 與酚的加合物層，此係以過濾器將包含結晶型態之雙酚 A 與酚之加合物的雙酚 A 之酚淤漿(1)施以過濾而得，以洗液將加合物層施以清洗，將清洗後的加合物層溶解於包含酚的溶液中，利用結晶作用製得包含結晶型態之雙酚 A 與酚之加合物的雙酚 A 之酚淤漿(2)，將雙酚 A 之酚淤漿(2)施以離心以分離出結晶型態之雙酚 A 與酚的加合物。

(5)

併用並作為共觸媒。硫醇係分子中具有自由態之 SH 基團的化合物。可以使用烷基硫醇及具有至少一個取代基（例如羧基、胺基及羥基）的烷基硫醇作為硫醇，例如巰基羧酸、胺基鏈烷硫醇及巰基醇。硫醇的實例包括烷基硫醇，例如甲基硫醇、乙基硫醇、正丁基硫醇及正辛基硫醇；硫代羧基，例如硫代乙醇酸及 β -巰基丙酸；胺基鏈烷硫醇，例如 2-胺基乙烷硫醇；及巰基醇，例如巰基乙醇。就作為共觸媒的效果而言，其中以烷基硫醇為較佳。硫醇可以單獨使用或者兩或多種併用。

硫醇可以固定至酸型離子交換樹脂並作為共觸媒。

硫醇的量通常為 0.1 至 20 莫耳%，以 1 至 10 莫耳%為較佳，以上係基於作為原料之丙酮的量而言。

酚與丙酮的相對量未特別限定。就生成之雙酚 A 的純化難易度與經濟性的觀點而言，未反應的丙酮量最好盡可能的低。因此，酚的用量最好大於化學計量。一般而言，每莫耳丙酮使用 3 至 30 莫耳的酚，並以 5 至 15 莫耳為較佳。在雙酚 A 的製造中，反應通常不需使用溶劑，除非反應液的黏度過高或者反應係於低溫下實施（此使得反應操作會因凍結而變得困難）。

酚與丙酮的縮合反應可以依據批次法及連續法實施。最好使用固定床連續法，其中反應進行時，酚、丙酮及硫醇（當硫醇未固定至酸型離子交換樹脂時）係連續供應至填有酸型離子交換樹脂的反應柱中。反應可以單一反應柱或者彼此串聯的多個反應柱實施。工業上最好以固定床多

(6)

階段連續法實施，其使用至少兩個填充有酸型離子交換樹脂且彼此串聯的反應柱。

固定床連續法的反應條件說明如下。

丙酮莫耳數對酚莫耳數之比率通常為 1/30 至 1/3，並以 1/15 至 1/5 為較佳。當莫耳比小於 1/30 時，反應可能會過慢。當莫耳比超過 1/3 時，生成的雜質量可能會增加且雙酚 A 的選擇性可能會降低。當硫醇未固定至酸型離子交換樹脂時，硫醇莫耳數對丙酮莫耳數之比率通常為 0.1/100 至 20/100，並以 1/100 至 10/100 為較佳。當莫耳比小於 0.1/100 時，反應速率的改善效果及雙酚 A 的選擇性可能會不足。當莫耳比超過 20/100 時，效果未及預期的程度。

反應溫度通常為 40 至 150℃，並以 60 至 110℃ 為較佳。當反應溫度低於 40℃ 時，反應進行緩慢。此外，反應液的黏度大並且反應系統可能會固化。當反應溫度超過 150℃ 時，反應變得難以控制。此外，雙酚 A (p,p'-化合物) 的選擇性降低且作為觸媒的酸型離子交換樹脂可能會分解或降解。原料混合物的 LHSV (液體每小時空間速度) 通常為 0.2 至 30 小時⁻¹，並以 0.5 至 10 小時⁻¹ 為較佳。

去除低沸點物質之步驟

在去除低沸點物質之步驟中，反應步驟 (A) 中製得的含有雙酚 A 之反應混合物被施以處理以去除低沸點物質。在批次法中，此步驟係於實質上無酸型離子交換樹脂存

(7)

在的條件下實施，（即，酸型離子交換樹脂藉過濾或類似方法去除之後）。在固定床連續法中，此步驟係於無任何進一步處理的條件下實施。

一般而言，在此步驟中，低沸點物質（例如未反應的丙酮、以副產物生成的水及烷基硫醇）係於減壓下以蒸餾柱蒸除。

減壓蒸餾通常係於 6.5 至 80 kPa 之壓力及 70 至 180℃ 之溫度下實施。在蒸餾中，未反應的酚生成共沸混合物並且一部分未反應的酚和低沸點物質一同自蒸餾柱的頂端移出系統。在此蒸餾中，加熱源的溫度最好保持在 190℃ 或以下以防止雙酚 A 的熱分解作用。至於設備的材質，SUS304、SUS316 及 SUS316L 常被使用。

濃縮步驟

自反應混合物去除低沸點物質並在蒸餾柱底部得到的液體含有雙酚 A 及酚。當施以減壓蒸餾時，酚被去除且雙酚 A 被濃縮。濃縮條件未特別限定。一般而言，蒸餾係於約 100 至 170℃ 之溫度及 5 至 70 kPa 之壓力下實施。當溫度低於 100℃ 時，必須使用高真空。當溫度超過 170℃ 時，過量的熱必須在後續結晶步驟中移除。因此，溫度不宜超出以上範圍。濃縮殘餘液中雙酚 A 的濃度以 20 至 50 重量% 為較佳，並以 20 至 40 重量% 為更佳。當濃度小於 20 重量% 時，雙酚 A 的回收率低。當濃度超過 50 重量% 時，結晶作用製得的淤漿會變得難以傳送。

(8)

結晶及固-液相分離步驟

在結晶及固-液相分離步驟中，相對量為1:1之雙酚 A 與酚的加合物（有時候稱為酚加合物）自步驟(C)濃縮步驟製得的濃縮殘餘液中結晶及分離出來。

在此步驟中，濃縮殘餘液係冷卻至約40至70℃以析出酚加合物並製得淤漿。冷卻可以外部熱交換器實施或者依據真空冷卻之結晶作用實施，其中水被加至濃縮殘餘液並且冷卻係利用減壓下水蒸發的潛熱來達成。在真空冷卻的結晶作用中，約3至20重量%的水被加至濃縮殘餘液中並且結晶作用通常係於40至70℃之溫度及4至16kPa之壓力下實施。當水量低於3重量%時，去除熱的能力會不足。當水量超過20重量%時，雙酚 A 因溶解而損失的量會增加。因此，水量不宜超出以上範圍。當結晶溫度低於40℃時，供結晶用之液體的黏度可能會增加或者液體可能會固化。當結晶溫度超過70℃時，雙酚 A 因溶解而損失的量會增加。因此，溫度不宜超出以上範圍。

在本發明中，含有結晶作用製得之酚加合物的淤漿係利用過濾分離為酚加合物及含有副產物的結晶母液。因為清洗期間過濾所使用的溶劑量可較離心者為增加，所以晶體表面及晶體間的雜質可被有效地去除。通過過濾器之含有細晶體的一部份結晶母液可以無需進一步處理而直接回送至反應器。至少一部份的母液可以鹼施以處理以回收酚及異丙烯酚。部份或全部母液可施以異構化處理並回送至結晶原料區。

(12)

以下將參考實例對本發明作更為具體的說明。但是，本發明不為該等實例所限。

製備例

將酚以 4,600 克 / 小時之速率，丙酮以 280 克 / 小時之速率，乙基硫醇以 16 克 / 小時之速率連續供應至有 600 克陽離子交換樹脂填充之反應器內並將溫度保持在 75℃。將反應混合物轉移到去除低沸點物質之步驟以去除含有未反應丙酮作為主成分之低沸點物質。去除低沸點物質之後的反應產物含有雙酚 A 及酚作為主成分並以 4,640 克 / 小時的速率製得。一部分的酚在溫度 165℃ 及壓力 53.3 kPa 之條件下自反應產物去除，生成的溶液經濃縮使雙酚 A 的濃度調整至 30 重量%。將水加至雙酚 A 的濃縮液並在攪拌及溫度 45℃ 之冷卻下實施結晶作用。由是利用結晶作用分離出雙酚 A 與酚的加合物。

實例 1

將製備例 1 中製得的雙酚 A 與酚的淤漿取 3,000 克倒至過濾器（其具有篩孔為 63 微米之不銹鋼網）內，在約 60℃ 下加熱並在抽吸下過濾 60 秒。製得的濕餅具有約 83 毫米的厚度。取一部分濕餅，以等重量的己烷清洗並在室溫及減壓下乾燥 24 小時，然後量測乾燥加合物之重量。結果顯示液體含量為 24.6%。另取 300 克濕餅置於過濾器（其具有篩孔為 63 微米之不銹鋼網）內，在約 45℃ 下加熱並將 75 克溫

(13)

度約為 50℃ 的熔融酚均勻地倒至過濾器內。過濾係於酚保持 10 秒後在壓力 80 kPa 之抽吸下實施。重覆此操作一次。依據液相層析法測定濾液中及濕餅溶解所生成之液體中的 2,4-異構物的量，結果發現 98.4% 或以上被取代。將濕餅溶解於 95℃ 之 250 克酚及 6 克水中。製得的溶液具有 APHA5 的 Harzen 指數（175℃ 及 20 分鐘下）。溶液在 45℃ 及攪拌下冷卻以實施結晶作用，最後製得含有雙酚 A 與酚之加合物的淤漿。

將篩孔為 100 微米的金屬網裝至不銹鋼製成的圓筒。將以上製得的淤漿置於預先在 50℃ 下加熱的圓筒內並以 400 G 的最大離心力將圓筒旋轉 40 秒。到達規定時間後圓筒即停止旋轉，量測液體含量，結果發現其為 4.2 重量%。將製得的濾餅以量約為淤漿量一半之熔融酚（50℃）浸潤並以 400 G 的最大離心力將圓筒旋轉 20 秒。量測濾液中 2,4-異構物的量，結果發現雙酚 A 與酚之加合物中的 2,4-異構物約 100% 被去除。在 10 kPa（溫度 167℃）下以減壓蒸餾去除酚之後，雙酚 A 中異構物的量為 0.025%。

比較例 1

將製備例 1 中製得的淤漿置於實例 1 中所述的離心圓筒內並以 400 G 的最大離心力將圓筒旋轉 20 秒。製得的濕餅具有 5.7% 的液體含量並且取代的部份為 82%。將濕餅溶解於 95℃ 之 250 克酚及 6 克水中。45℃ 及攪拌下冷卻並結晶之後，將生成的產物以 400 G 的最大離心力離心 20 秒。所得

肆、中文發明摘要

發明之名稱：製備雙酚 A 的方法

一種製備雙酚 A 的方法，其包含自雙酚 A 的酚溶液結晶出雙酚 A 與酚的加合物，雙酚 A 的酚溶液係由以下方式製得：將酚與丙酮在酸性觸媒的存在下施以反應，將生成的淤漿以固-液相分離施以處理並將酚自固體組份移出，此方法包含在過濾器上生成晶狀加合物層，其係將包含晶狀加合物的淤漿(1)施以過濾，以洗液將加合物層施以清洗，將加合物層溶解於包含酚的溶液中，利用結晶作用製得包含晶狀加合物的淤漿(2)並將淤漿(2)施以離心以分離出晶狀加合物。當雙酚 A 自反應混合物分離時，雙酚 A 與酚之加合物可以依據以上方法以高純度有效地自反應母液回收。

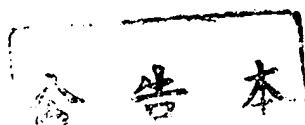
伍、英文發明摘要

發明之名稱：PROCESS FOR PRODUCING BISPHENOL A

In the process for producing bisphenol A comprising crystallizing an adduct of bisphenol A and phenol from a phenol solution of bisphenol A obtained by reacting phenol and acetone in the presence of an acid catalyst, treating the formed slurry by solid-liquid separation and removing phenol from the solid component, a layer of the crystalline adduct is formed on a filter by filtering slurry (1) comprising the crystalline adduct, washing the layer of the adduct with a washing liquid, dissolving the layer of the adduct in a solution comprising phenol, producing slurry (2) comprising the crystalline adduct by crystallization, and separating the crystalline adduct by centrifugation of slurry (2). When bisphenol A is separated from the reaction mixture, the adduct of bisphenol A and phenol can be recovered from the mother liquor of the reaction efficiently at a high purity in accordance with the above process.

陸、（一）、本案指定代表圖為： 無
（二）、本代表圖之元件代表符號簡單說明：
無

柒、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：



發明專利說明書

(填寫本書件時請先行詳閱申請書後之申請須知，作※記號部分請勿填寫)

※申請案號：92106664

※IPC分類：C07C 39/6

※申請日期：92年03月25日

壹、發明名稱：

(中文)製備雙酚A的方法

(英文)Process for producing bisphenol A

貳、發明人(共 3 人)

發明人 1

姓 名：(中文)兒玉正宏

(英文)KODAMA, MASAHIRO

住居所地址：(中文)日本國千葉縣市原市姉崎海岸一一一

(英文)1-1, Anesakikaigan, Ichihara-shi, Chiba, Japan

參、申請人(共 1 人)

申請人 1

姓名或名稱：(中文)出光興產股份有限公司

(英文)IDEMITSU KOSAN CO., LTD.

住居所地址：(中文)日本國東京都千代田區丸之內三丁目一番一號

(或營業所) (英文)1-1, Marunouchi 3-chome, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8321 Japan

國 籍：(中文)日本

(英文)JAPAN

代 表 人：(中文)1.天坊昭彥

(英文)1.TEMBO, AKIHIKO

(4)

【實施方式】

在本發明之製備雙酚 A 的方法中，雙酚 A 係依據以下步驟製得：(A)將酚與丙酮施以反應之步驟，(B)將反應生成的水及具有低沸點未反應原料的物質去除之步驟，(C)將雙酚 A 濃縮之步驟，(D)結晶及固-液相分離之步驟，(E)雙酚 A 與酚之加合物溶解、結晶及固-液相分離之步驟，(F)加熱熔融之步驟，(G)自雙酚 A 去除酚之步驟及 (H)製粒之步驟。

製備雙酚 A 之方法中的各個步驟述於以下。

反應步驟

在反應步驟中，過量的酚和丙酮在酸性觸媒的存在下縮合並生成雙酚 A。至於酸性觸媒，可以使用酸型離子交換樹脂。酸型離子交換樹脂的種類未特別限定並且可以使用在雙酚 A 之製造中經常作為觸媒的酸型離子交換樹脂。就觸媒活性的觀點而言，以磺酸型陽離子交換樹脂為較佳。

磺酸型陽離子交換樹脂的種類未特別限定，只要磺酸型陽離子交換樹脂是具有磺酸基團的強酸型陽離子交換樹脂即可。磺酸型陽離子交換樹脂的實例包括苯乙烯與二乙烯苯的磺化共聚物，經過磺化交聯的苯乙烯聚合物，酚-甲醛-磺酸樹脂及苯-甲醛-磺酸樹脂。以上樹脂可以單獨使用或者兩或多種併用。

一般而言，在本步驟中，硫醇會和酸型離子交換樹脂

99-823

(9)

當以過濾器實施含有結晶型態之雙酚 A 與酚之加合物的雙酚 A 之酚淤漿(1)的過濾時，結晶型態之雙酚 A 與酚的加合物層會在過濾器上生成。然後以洗液清洗加合物層。至於洗液，可以使用步驟(C)濃縮步驟中回收的酚或者步驟(E)雙酚 A 與酚之加合物於溶解、結晶及固-液相分離後所得的洗液。

過濾及清洗最好在約 40 至 90 kPa 的減壓下實施以增加溶劑取代的部份。

供過濾用的過濾器具有可以分離晶體的篩孔。篩孔過大及篩孔過小均會使過濾效率降低。

爲了得到高純度產物，結晶作用及固-液相分離最好重覆實施多次。在本發明中，步驟(D)結晶作用及固-液相分離步驟與步驟(E)雙酚 A 與酚之加合物的溶解、結晶及固-液相分離步驟至少實施兩次後，再實施步驟(F)加熱熔融步驟及步驟(G)自雙酚 A 去除酚之步驟。

雙酚 A 與酚之加合物的溶解、結晶及固-液相分離步驟

將步驟(D)中經過結晶及分離的酚加合物溶解於含有酚的溶液中。使用於此步驟中之含有酚的溶液未特別限定。例如，步驟(C)濃縮步驟中回收的酚，步驟(D)結晶作用及固-液相分離中生成之酚加合物的洗液，晶形酚加合物之固-液相分離所得的母液，本步驟(E)及步驟(E)之後的步驟中所得的酚加合物之洗液均可使用。

在本步驟中，含有酚之溶液係加至步驟(D)得到的酚

81.8.3

(10)

加合物中。酚加合物係在約80至110℃下加熱而溶解並且製得含有雙酚A的溶液（其具有適於結晶作用的雙酚A濃度）。將利用上述清洗方式製得的加合物層施以溶解及結晶，即製得含有結晶型態之雙酚A與酚之加合物的雙酚A之酚淤漿(2)。

因為以上述方式製得的雙酚A之酚淤漿(2)在相當低的溫度下具有低黏度，所以雙酚A的酚淤漿(2)相當容易處理並且適合以過濾器實施過濾或者離心。在本發明中，依據離心法的液體含量可以降低並且步驟(F)及(G)的負載（特別是步驟(G)者）得以降低。

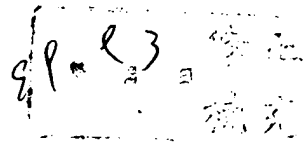
用於離心的離心力在200至1,200 G的範圍內，並以300至1,000 G為較佳。當離心力超過1,200 G時，晶體的碎裂會顯著地產生並且伴隨母液的晶體損失會因碎裂而顯著地增加。當離心力小於200 G時，晶體中的液體含量會顯著地增加。因此，離心力不宜超出以上範圍。

至於供離心分離之酚加合物用的洗液，可以使用步驟(C)濃縮步驟中回收的酚。

酚加合物自含有雙酚A之溶液結晶析出及固-液相分離，酚加合物以含有酚之溶液實施溶解作用及酚加合物固-液相分離的以上流程係實施至少兩次。

加熱熔融步驟

在加熱熔融步驟中，上述步驟(E)中經過結晶析出及分離的酚加合物被施以加熱熔融。在此步驟中，酚加合物係在



(11)

約 100 至 160℃ 下加熱熔融並生成液體混合物。

(G) 去除酚之步驟

在去除酚之步驟中，酚係藉減壓蒸餾去除且雙酚 A 係以熔融狀態回收。以上的減壓蒸餾通常是在 1.3 至 13.3 kPa 之壓力及 150 至 190℃ 之溫度下實施。殘餘的酚可進一步以汽提去除。

(H) 製粒步驟

在製粒步驟中，上述步驟 (G) 中製得之熔融狀態的雙酚 A 被製成液滴、冷卻、固化並利用製粒裝置（例如噴霧乾燥機）製成產品。液滴係藉噴霧或散佈生成並以氮氣或空氣冷卻。

本發明之製備雙酚 A 的方法，其特徵在於過濾係用於步驟 (D) 結晶及固-液相分離步驟中且過濾器上生成之結晶型態的雙酚 A 與酚之加合物層係以洗液實施清洗。因為此操作，溶劑取代的部份得以增加且晶體表面上及晶體間存在的雜質得以有效地去除。因為離心係用於步驟 (E) 溶解、結晶及固-液相分離步驟中，所以液體含量降低且步驟 (F) 加熱熔融步驟中的負載及步驟 (G) 自雙酚 A 去除酚之步驟中的負載均得以降低。

如上所述，當雙酚 A 自反應混合物分離時，雙酚 A 與酚之加合物可以依據本發明以高純度自母液有效地回收。

99.9.3日

(14)

濕餅中的液體含量為4.3%。

依據如實例1中所述之流程將酚以減壓蒸餾去除之後，雙酚A中2,4-異構物的量為0.2%。

如上所述，當步驟(D)及步驟(E)中的固-液相分離係依據離心法實施時，雙酚A與酚的加合物無法以高純度自反應母液回收。

比較例2

將製備例中製得的淤漿依實例1中所述的流程施以過濾。將製得的濕餅溶解於95℃之255克酚及6克水中。45℃及攪拌下冷卻並結晶之後，生成的產物以具有相同篩孔的金屬網施以過濾並清洗一次。製得的濕餅具有23.8%的液體含量。依據如實例1中所述之流程將酚以減壓蒸餾去除之後，雙酚A中2,4-異構物的量為0.020%。

如上所述，當步驟(D)及步驟(E)中的固-液相分離係依據過濾法實施時，雙酚A與酚的加合物具有高液體含量並且步驟(F)加熱熔融步驟中的負載增加，特別是步驟(G)去除雙酚A中之酚的步驟中的負載會增加。

實例2

在第一步驟的過濾中，以厚度為1.3毫米且透氣度為73毫升/平方公分之聚丙烯製成的濾布(DAIWA BOSEKI Co., Ltd.製造)替代使用於實例1之過濾中的不銹鋼網。製得的濕餅具有25.4%的液體含量且2,4-異構物的取代部

9.9793

(15)

分爲 99%。離心後製得的雙酚 A 與酚之加合物具有 4.0% 的液體含量。依據如實例 1 中所述之流程將酚以減壓蒸餾去除之後，雙酚 A 中 2,4-異構物的量爲 0.03%。

工業應用性

依據本發明之製備雙酚 A 的方法，步驟(D)結晶及固-液相分離步驟中的溶劑取代部分增加並且晶體表面上及晶體間的雜質得以有效地去除。步驟(E)酚加合物溶解、結晶及固-液相分離步驟中的液體含量降低且步驟(F)加熱熔融步驟中的負載及步驟(G)去除雙酚 A 中酚之步驟中的負載得以降低。

因此，依據本發明，雙酚 A 與酚之加合物可以高純度有效地自反應母液回收。

(1)

拾、申請專利範圍

公告本

第 92106664 號 專利申請案

中文申請專利範圍修正本

民國 99 年 9 月 3 日修正

1. 一種製備雙酚 A 的方法，其包含 (I) 自雙酚 A 的酚溶液結晶出雙酚 A 與酚的加合物，該雙酚 A 的酚溶液係由酚與丙酮在酸性觸媒的存在下反應而製得，(II) 將生成的淤漿以固-液分離施以處理並 (III) 將酚自固體組份移出，其中該固液分離包含 (i) 在過濾器上形成結晶型態之雙酚 A 與酚的加合物層，其係將包含結晶型態之雙酚 A 與酚之加合物的雙酚 A 之酚淤漿 (1) 藉過濾器於 40 至 90 kPa 之壓力下施以過濾，(ii) 於 40 至 90 kPa 之壓力下以洗液將加合物層施以清洗，(iii) 將清洗後製得的加合物層溶解於包含酚的溶液中，(iv) 利用結晶作用製得包含結晶型態之雙酚 A 與酚之加合物的雙酚 A 之酚淤漿 (2)，及 (v) 將雙酚 A 的酚淤漿 (2) 施以離心 (使用的離心力在 200 至 1200 G 的範圍內) 以分離出結晶型態之雙酚 A 與酚的加合物。

2. 如申請專利範圍第 1 項之製備雙酚 A 的方法，其中雙酚 A 濃縮步驟中回收的酚係作為洗液。

3. 如申請專利範圍第 1 項之製備雙酚 A 的方法，其中酚加合物於溶解、結晶及固-液相分離步驟中使用後所得的清洗水係作為洗液。

4. 如申請專利範圍第 1 項之製備雙酚 A 的方法，其中一部分的結晶母液被回送至供酚與丙酮反應用的反應器中

(2)

5.如申請專利範圍第1項之製備雙酚 A 的方法，其中至少一部分的結晶母液被鹼所分解並回收酚及異丙烯酚。

6.如申請專利範圍第1項之製備雙酚 A 的方法，其中至少一部分的結晶母液被異構化並回送至結晶原料。

7.如申請專利範圍第1項之製備雙酚 A 的方法，其中過濾器是具有不銹鋼網的過濾器或者是聚丙烯製成的濾布。