202342412

(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公開本 (11)公開編號：TW 202342412 A

(43)公開日： 中華民國 112 (2023) 年 11 月 01 日

(21)申請案號：112115584 (22)申請日： 中華民國 112 (2023) 年 04 月 26 日

(51)Int. Cl.： *C07C37/00 (2006.01)* *C07C37/20 (2006.01)*
C07C37/74 (2006.01) *C07C37/84 (2006.01)*
C07C39/16 (2006.01) *C08J11/10 (2006.01)*
C08G64/24 (2006.01)

(30)優先權：2022/04/27 日本 2022-073594

(71)申請人：日商三菱化學股份有限公司 (日本) MITSUBISHI CHEMICAL CORPORATION (JP)
日本

(72)發明人：中嶋幸恵 NAKASHIMA, YUKIE (JP) ；内山馨 UCHIYAMA, KEI (JP)

(74)代理人：卓俊傑；鮑亞嵐；卓孟儀

申請實體審查：無 申請專利範圍項數：15 項 圖式數：2 共 65 頁

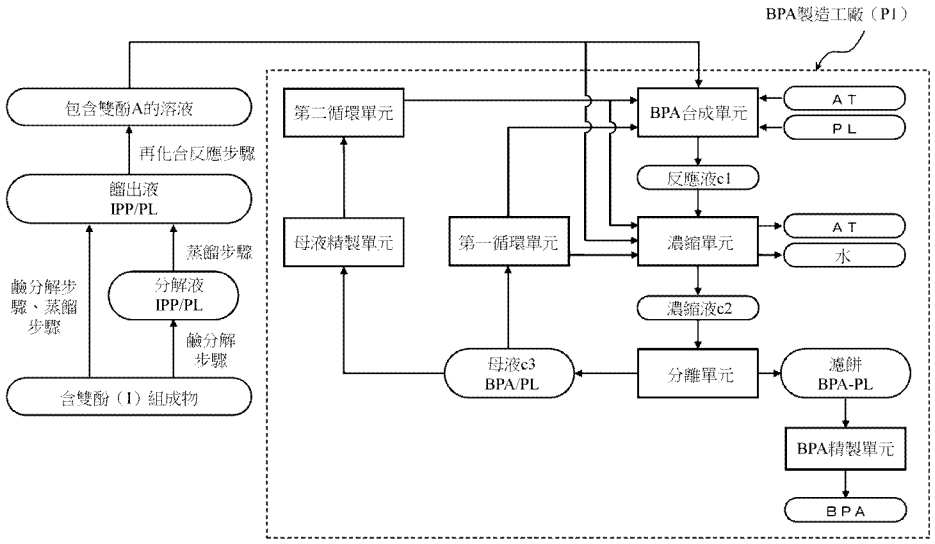
(54)名稱

含雙酚組成物及其製造方法、雙酚 A 的製造方法以及聚碳酸酯樹脂的製造方法

(57)摘要

本發明提供一種能夠在供於鹼分解再化合法時改善異丙烯基苯酚的回收率的含雙酚（I）組成物。一種含雙酚（I）組成物，包含：雙酚（I），包含雙酚 A；以及化合物（II），具有雙酚的至少一個羥基經碳酸酯基或胺甲醯氧基取代的結構，其中，所述含雙酚（I）組成物中的所述雙酚（I）的含量為 90 質量%以上，相對於所述含雙酚（I）組成物的質量而言的、所述化合物（II）所具有的羰基鍵的莫耳數的合計為 0.05 μ 莫耳/g 以上。

指定代表圖：



【圖1】

【發明摘要】

【中文發明名稱】含雙酚組成物及其製造方法、雙酚 A 的製造方法以及聚碳酸酯樹脂的製造方法

【中文】

本發明提供一種能夠在供於鹼分解再化合法時改善異丙烯基苯酚的回收率的含雙酚（I）組成物。一種含雙酚（I）組成物，包含：雙酚（I），包含雙酚 A；以及化合物（II），具有雙酚的至少一個羥基經碳酸酯基或胺甲醯氧基取代的結構，其中，所述含雙酚（I）組成物中的所述雙酚（I）的含量為 90 質量%以上，相對於所述含雙酚（I）組成物的質量而言的、所述化合物（II）所具有的羰基鍵的莫耳數的合計為 0.05 μ 莫耳/g 以上。

【指定代表圖】圖 1。

【代表圖之符號簡單說明】

無

【特徵化學式】

無

【發明說明書】

【中文發明名稱】含雙酚組成物及其製造方法、雙酚A的製造方法以及聚碳酸酯樹脂的製造方法

【技術領域】

【0001】 本發明是有關於一種含雙酚組成物及其製造方法。另外，本發明是有關於一種雙酚 A 的製造方法及聚碳酸酯樹脂的製造方法。

【先前技術】

【0002】 雙酚有效用作聚碳酸酯樹脂、環氧樹脂、芳香族聚酯樹脂等高分子材料的原料。作為代表性的雙酚，例如已知有 2,2-雙(4-羥基苯基)丙烷、2,2-雙(4-羥基-3-甲基苯基)丙烷等（專利文獻 1、專利文獻 2）。

[現有技術文獻]

[專利文獻]

【0003】 [專利文獻 1]日本專利特開昭 62-138443 號公報

[專利文獻 2]日本專利特開 2014-40376 號公報

[專利文獻 3]日本專利特公昭 49-48319 號公報

[專利文獻 4]日本專利特開平 1-230538 號公報

【發明內容】

[發明所欲解決之課題]

【0004】 作為雙酚的代表性用途的聚碳酸酯樹脂要求無色、透明。聚碳酸酯樹脂的色調受原料色調的影響大。因此，作為原料的雙酚的色調亦要求無色。但是，雙酚容易受到原料中的雜質、或製造設備的劣化等影響，而容易著色，因此品質的控制並不容易。

【0005】 作為對雙酚進行精製的方法，可列舉重結晶或蒸餾、管柱精製等。

其中，已知有一種鹼分解再化合法，在雙酚 A 中，對在鹼性觸媒下分解而獲得的苯酚及異丙烯基苯酚進行蒸餾精製，在酸性觸媒下再化合而生成雙酚 A（例如，專利文獻 3、專利文獻 4）。

【0006】 雙酚 A 的鹼分解再化合法具有：鹼分解步驟，將雙酚 A 在鹼性觸媒下分解為苯酚與異丙烯基苯酚；蒸餾步驟，對所生成的苯酚及異丙烯基苯酚進行蒸餾並精製；以及再化合反應步驟，使精製後的苯酚與異丙烯基苯酚在酸性觸媒下再化合而合成雙酚 A。該鹼分解再化合法藉由將沸點大的雙酚 A 轉換為低沸點的化合物，能夠進行蒸餾精製，從而具有與導致著色的物質的分離變得容易的優點。

【0007】 然而，在雙酚 A 的鹼分解再化合法的鹼分解步驟中，由於在鹼性觸媒的存在下並且在高溫條件下，將雙酚 A 分解為苯酚與異丙烯基苯酚，因此容易引起不期望的反應，特別是異丙烯基苯酚的反應性高，容易自縮合，因此回收率存在課題。

【0008】 本發明是鑒於所述以往的實際情況而成，其目的在於提

供一種在供於鹼分解再化合法時能夠改善異丙烯基苯酚的回收率的含雙酚（I）組成物及其製造方法。

【0009】 另外，本發明的目的在於提供一種使用所述含雙酚（I）組成物有效率地獲得雙酚 A 的雙酚 A 的製造方法、及將該雙酚 A 作為原料的聚碳酸酯樹脂的製造方法。

[解決課題之手段]

【0010】 為解決所述課題，本發明者等人進行了努力研究，結果發現，將在雙酚 A 中含有特定量的具有特定結構的化合物（II）的含雙酚（I）組成物作為原料，將其供於鹼分解再化合法中的鹼分解步驟，藉此能夠有效率地獲得異丙烯基苯酚。藉此發現再化合反應步驟中的雙酚 A 的收率能夠改善。進而，發現使用所獲得的所述雙酚 A 的聚碳酸酯樹脂的製造方法。

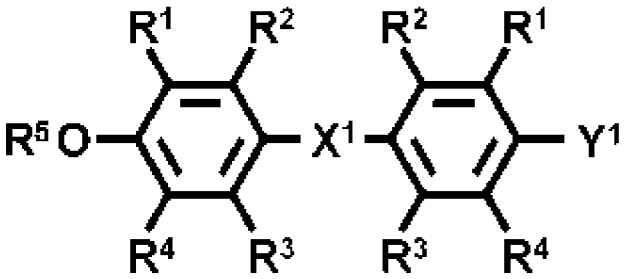
即，本發明是有關於以下的發明。

【0011】 ＜1＞一種含雙酚（I）組成物，包含：雙酚（I），包含雙酚 A；以及化合物（II），具有雙酚的至少一個羥基經碳酸酯基或胺甲醯氧基取代的結構，其中，所述含雙酚（I）組成物中的所述雙酚（I）的含量為 90 質量%以上，相對於所述含雙酚（I）組成物的質量而言的、所述化合物（II）所具有的羰基鍵的莫耳數的合計為 0.05 μ 莫耳/g 以上。

＜2＞如所述＜1＞所述的含雙酚（I）組成物，其中，相對於所述含雙酚（I）組成物的質量而言的、所述化合物（II）所具有的羰基鍵的莫耳數的合計為 50 μ 莫耳/g 以下。

＜3＞如所述＜1＞或＜2＞所述的含雙酚（I）組成物，其中，所述化合物（II）為下述式（2）及/或下述式（3）所表示的化合物。

[化 1]



（2）

（式（2）中，

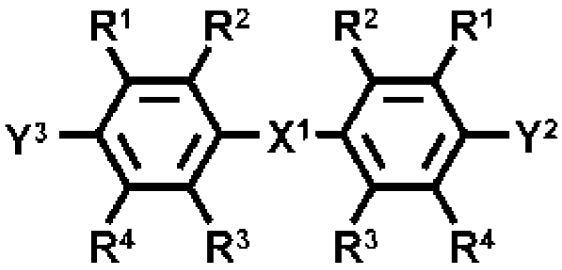
R^1～R^4分別獨立地為氫原子、鹵素原子、烷基、芳基或烷氧基，

X^1為*-$CR^{10}R^{11}$-*（*表示與苯環的鍵結位置，R^{10}、R^{11}分別獨立地為氫原子、鹵素原子、烷基、芳基或烷氧基）、亞環烷基、亞茀基、亞呫噸基或亞噻噸基，

R^5為氫原子、烷基或芳基，

Y^1為碳酸酯基或胺甲醯氧基）

[化 2]



（3）

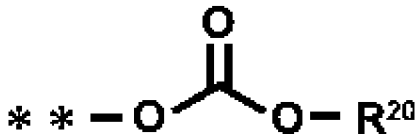
（式（3）中，

R^1～R^4、X^1與所述式（2）中的R^1～R^4、X^1為相同含義，

Y^2、Y^3分別獨立地為碳酸酯基或胺甲醯氧基）

＜4＞如所述＜1＞至＜3＞中任一項所述的含雙酚（I）組成物，其中，所述碳酸酯基是由下述式（G1）或下述式（G2）表示的基。

[化 3]



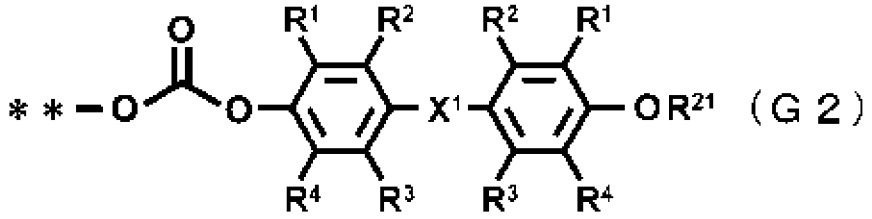
（G1）

（式（G1）中，

**表示與雙酚骨架的苯環的鍵結位置，

R^{20}為氫原子、烷基或芳基）

[化 4]



（G2）

（式（G2）中，

**表示與雙酚骨架的苯環的鍵結位置，

R^1～R^4分別獨立地為氫原子、鹵素原子、烷基、芳基或烷氧基，

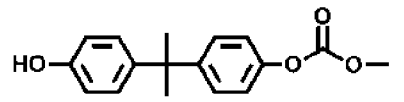
X^1為*-$CR^{10}R^{11}$-*（*表示與苯環的鍵結位置，R^{10}、R^{11}分別獨立地為氫原子、鹵素原子、烷基、芳基或烷氧基）、亞環烷基、亞芴基、亞呫噸基或亞噻噸基，

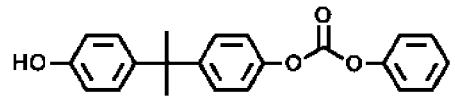
R^{21}為氫原子、烷基或芳基）

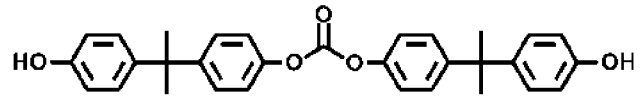
＜5＞如所述＜1＞至＜4＞中任一項所述的含雙酚（I）組成物，其中，所述雙酚(I)中所含的雙酚 A 的含量為 90 質量%以上。

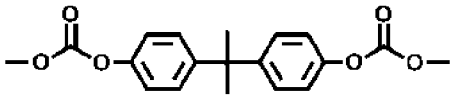
＜6＞如所述＜1＞至＜5＞中任一項所述的含雙酚（I）組成物，其中，所述化合物（II）為選自由下述式（i）～式（v）所組成的群組中的一個以上。

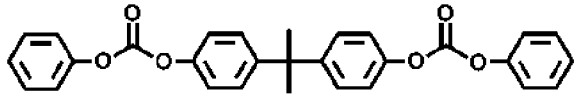
[化 5]


(i)


(ii)


(iii)


(iv)


(v)

【0012】 ＜7＞一種含雙酚（I）組成物的製造方法，是製造如所述＜1＞至＜6＞中任一項所述的含雙酚（I）組成物的方法，且具有在製造雙酚 A 時副產生所述化合物（II）的 BPA 製造步驟。

＜8＞如所述＜7＞所述的含雙酚（I）組成物的製造方法，其中，所述 BPA 製造步驟具有如下步驟：將聚碳酸酯樹脂分解以生成雙酚 A，同時副產生所述化合物（II），而獲得包含雙酚 A、以及所述化合物（II）的含雙酚（I）組成物。

＜9＞一種含雙酚（I）組成物的製造方法，是製造如所述＜1＞至＜6＞中任一項所述的含雙酚（I）組成物的方法，其中，具有：將所述化合物（II）添加至包含雙酚 A 的雙酚（I）中的步驟。

【0013】 ＜10＞一種雙酚 A 的製造方法，具有：鹼分解步驟，將

如所述＜1＞至＜6＞中任一項所述的含雙酚（I）組成物在鹼性觸媒下分解，獲得包含異丙烯基苯酚以及苯酚的分解液；蒸餾步驟，將所述分解液蒸餾餾去，獲得包含異丙烯基苯酚以及苯酚的餾出液；以及再化合反應步驟，藉由使所獲得的所述餾出液與酸性觸媒接觸，使異丙烯基苯酚與苯酚再化合而生成雙酚 A，從而獲得包含雙酚 A 的溶液。

＜11＞如所述＜10＞所述的雙酚 A 的製造方法，具有如下步驟：向包括 BPA 合成單元、濃縮單元、分離單元、BPA 精製單元、第一循環單元、母液精製單元、以及第二循環單元的 BPA 製造工廠的所述 BPA 合成單元及/或所述濃縮單元供給藉由所述再化合反應步驟而獲得的所述包含雙酚 A 的溶液的步驟，所述 BPA 合成單元使丙酮與苯酚在酸性觸媒的存在下脫水縮合，獲得包含雙酚 A 的反應液 c1；所述濃縮單元自所述反應液 c1 餾去未反應的丙酮以及水而獲得濃縮液 c2；所述分離單元使所述濃縮液 c2 晶析而獲得漿料液，對所述漿料液進行固液分離，將其分離為母液 c3、以及包含雙酚 A 與苯酚的加成物結晶的濾餅；所述 BPA 精製單元對所述濾餅進行精製而獲得雙酚 A；所述第一循環單元使所述母液 c3 的一部分循環並供給至所述 BPA 合成單元及/或所述濃縮單元；所述母液精製單元在分解所述母液 c3 中所含的雙酚 A 的同時或分解後，進行蒸餾，獲得包含異丙烯基苯酚以及苯酚的餾出液 c4，使所獲得的餾出液 c4 與酸性觸媒接觸，獲得包含雙酚 A 的反應液 c5；所述第二循環單元將所述反應液 c5 供給至所述 BPA 合成單元

及/或所述濃縮單元。

＜12＞如所述＜10＞所述的雙酚 A 的製造方法，其中，向包括 BPA 合成單元、濃縮單元、分離單元、BPA 精製單元、第一循環單元、母液精製單元、以及第二循環單元的 BPA 製造工廠的所述母液精製單元供給所述含雙酚（I）組成物，並利用所述母液精製單元進行所述鹼分解步驟、所述蒸餾步驟、以及所述再化合反應步驟，所述 BPA 合成單元使丙酮與苯酚在酸性觸媒的存在下脫水縮合，獲得包含雙酚 A 的反應液 c1；所述濃縮單元自所述反應液 c1 餾去未反應的丙酮以及水而獲得濃縮液 c2；所述分離單元使所述濃縮液 c2 晶析而獲得漿料液，對所述漿料液進行固液分離，將其分離為母液 c3、以及包含雙酚 A 與苯酚的加成物結晶的濾餅；所述 BPA 精製單元對所述濾餅進行精製而獲得雙酚 A；所述第一循環單元使所述母液 c3 的一部分循環並供給至所述 BPA 合成單元及/或所述濃縮單元；所述母液精製單元在分解所述母液 c3 中所含的雙酚 A 的同時或分解後，進行蒸餾，獲得包含異丙烯基苯酚以及苯酚的餾出液 c4，使所獲得的餾出液 c4 與酸性觸媒接觸，獲得包含雙酚 A 的反應液 c5；所述第二循環單元將所述反應液 c5 供給至所述 BPA 合成單元及/或所述濃縮單元。

＜13＞如所述＜10＞所述的雙酚 A 的製造方法，其中，向包括 BPA 合成單元、濃縮單元、分離單元、BPA 精製單元、第一循環單元、母液精製單元、以及第二循環單元的 BPA 製造工廠的所述母液精製單元供給在所述蒸餾步驟中獲得的所述餾出液，並利

用所述母液精製單元進行所述再化合反應步驟，所述 BPA 合成單元使丙酮與苯酚在酸性觸媒的存在下脫水縮合，獲得包含雙酚 A 的反應液 c1；所述濃縮單元自所述反應液 c1 餾去未反應的丙酮以及水而獲得濃縮液 c2；所述分離單元使所述濃縮液 c2 晶析而獲得漿料液，對所述漿料液進行固液分離，將其分離為母液 c3、以及包含雙酚 A 與苯酚的加成物結晶的濾餅；所述 BPA 精製單元對所述濾餅進行精製而獲得雙酚 A；所述第一循環單元使所述母液 c3 的一部分循環並供給至所述 BPA 合成單元及/或所述濃縮單元；所述母液精製單元在分解所述母液 c3 中所含的雙酚 A 的同時或分解後，進行蒸餾，獲得包含異丙烯基苯酚以及苯酚的餾出液 c4，使所獲得的餾出液 c4 與酸性觸媒接觸，獲得包含雙酚 A 的反應液 c5；所述第二循環單元將所述反應液 c5 供給至所述 BPA 合成單元及/或所述濃縮單元。

【0014】 ＜14＞一種聚碳酸酯樹脂的製造方法，具有：第一步驟，藉由如所述＜10＞至＜13＞中任一項所述的雙酚 A 的製造方法獲得雙酚 A；以及第二步驟，使在所述第一步驟中獲得的雙酚 A 聚合來獲得聚碳酸酯樹脂。

＜15＞如所述＜14＞所述的聚碳酸酯樹脂的製造方法，其中，所述聚碳酸酯樹脂的黏度平均分子量為 15000 以上且 35000 以下。

[發明的效果]

【0015】 根據本發明，提供一種能夠在供於鹼分解再化合法時改

善異丙烯基苯酚的回收率的含雙酚（I）組成物及其製造方法。

另外，提供一種使用所述含雙酚（I）組成物有效率地獲得雙酚 A 的雙酚 A 的製造方法及將所述雙酚 A 作為原料的聚碳酸酯樹脂的製造方法。

【圖式簡單說明】

【0016】

圖 1 是用於說明本發明的雙酚 A 的製造方法的一例的圖。

圖 2 是用於說明本發明的雙酚 A 的製造方法的一例的圖。

【實施方式】

【0017】 以下詳細說明本發明的實施方式，但以下記載的構成要件的說明是本發明的實施方式的一例（代表例），本發明只要不變更其主旨，則並不限定於以下的內容。再者，在本說明書中使用「～」的表達的情況下，設為作為包括其前後的數值或物性值的表達來使用。

【0018】 [含雙酚（I）組成物]

本發明的含雙酚（I）組成物是有關於如下的含雙酚（I）組成物（以下，有時記載為「本發明的含雙酚（I）組成物」）、即，包含：包含雙酚 A 的雙酚（I）、以及具有雙酚的至少一個羥基經碳酸酯基或胺甲醯氧基取代的結構的化合物（II），且所述含雙酚（I）組成物中的所述雙酚（I）的含量為 90 質量%以上，相對於

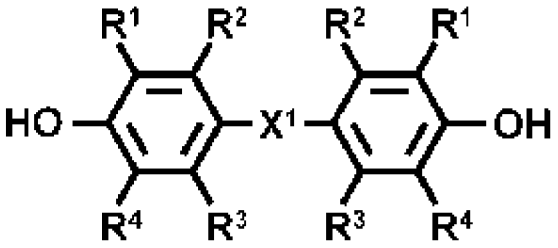
所述含雙酚（I）組成物的質量而言的、所述化合物（II）所具有的羰基鍵的莫耳數的合計為 0.05 μ 莫耳/g 以上。

【0019】 藉由包含 90 質量%以上的包含雙酚 A 的雙酚（I），且包含特定量的具有雙酚的至少一個羥基經碳酸酯基或胺甲醯氧基取代的結構的化合物（II），可形成在供於鹼分解再化合法時，異丙烯基苯酚的回收率優異的含雙酚（I）組成物。另外，可將回收的異丙烯基苯酚作為原料而有效率地獲得雙酚 A，並可將所獲得的雙酚 A 作為原料而提供聚碳酸酯樹脂的製造方法。

【0020】 ＜雙酚（I）＞

本發明的含雙酚（I）組成物含有包含雙酚 A 的雙酚（I）作為成分。雙酚（I）通常為由以下的式（1）表示的雙酚化合物。

【0021】 [化 6]



（1）

【0022】 式（1）中，R^1～R^4 分別獨立地為氫原子、鹵素原子、烷基、芳基或烷氧基。再者，烷基、芳基、烷氧基可為經取代或未經取代中的任一種。經取代或未經取代的烷基或經取代或未經取代的烷氧基的碳數為 1 以上，其上限較佳為 12 以下，更佳為 8

以下，進而佳為 6 以下。經取代或未經取代的芳基的碳數為 6 以上，其上限較佳為 12 以下，更佳為 8 以下。

【0023】 作為 R^1～R^4，例如可列舉：氫原子、氟基、氯基、溴基、碘基、甲基、乙基、正丙基、異丙基、正丁基、異丁基、第三丁基、正戊基、異戊基、正己基、正庚基、正辛基、正壬基、正癸基、正十一烷基、正十二烷基、環丙基、環丁基、環戊基、環己基、環庚基、環辛基、環十二烷基、苄基、苯基、甲苯基、2,6-二甲基苯基、甲氧基、乙氧基、正丙氧基、異丙氧基、正丁氧基、異丁氧基、第三丁氧基、正戊氧基、異戊氧基、正己氧基、正庚氧基、正辛氧基、正壬氧基、正癸氧基、正十一烷基氧基、正十二烷基氧基等。

【0024】 式（1）中，X^1 為*-$CR^{10}R^{11}$-*、亞環烷基、亞苐基、亞呫噸基或亞噻噸基。

【0025】 「*-$CR^{10}R^{11}$-*」中的*表示與苯環的鍵結位置。R^{10}、R^{11} 分別獨立地為氫原子、鹵素原子、烷基、芳基或烷氧基。再者，烷基、芳基、烷氧基可為經取代或未經取代中的任一種。經取代或未經取代的烷基或經取代或未經取代的烷氧基的碳數為 1 以上，其上限較佳為 12 以下，更佳為 8 以下，進而佳為 6 以下。經取代或未經取代的芳基的碳數為 6 以上，其上限較佳為 12 以下，更佳為 8 以下。

【0026】 作為 R^{10}、R^{11}，例如可列舉：氫原子、氟基、氯基、溴基、碘基、甲基、乙基、正丙基、異丙基、正丁基、異丁基、第

三丁基、正戊基、異戊基、正己基、正庚基、正辛基、2-乙基己基、正壬基、正癸基、正十一烷基、正十二烷基、環丙基、環丁基、環戊基、環己基、環庚基、環辛基、環十二烷基、苄基、苯基、甲苯基、2,6-二甲基苯基、甲氧基、乙氧基、正丙氧基、異丙氧基、正丁氧基、異丁氧基、第三丁氧基、正戊氧基、異戊氧基、正己氧基、正庚氧基、正辛氧基、正壬氧基、正癸氧基、正十一烷基氧基、正十二烷基氧基等。

【0027】 亞環烷基是除去環烷烴的一個碳原子所鍵結的兩個氫原子的二價基。再者，亞環烷基可為經取代或未經取代中的任一種，並且環結構中可包含雜原子。另外，經取代或未經取代的亞環烷基的碳數為 3 以上且較佳為 12 以下。

【0028】 作為亞環烷基，例如可列舉：亞環丙基、亞環丁基、亞環戊基、亞環己基、3,3,5-三甲基亞環己基、亞環庚基、亞環辛基、亞環壬基、亞環癸基、亞環十一烷基、亞環十二烷基等。

【0029】 亞芴基（芴 9,9-二基）是除去芴的 9 位的碳原子所鍵結的兩個氫原子的二價基。亞呫噸基（呫噸 9,9-二基）是除去呫噸的 9 位的碳原子所鍵結的兩個氫原子的二價基。亞噻噸基（噻噸 9,9-二基）是除去噻噸的 9 位的碳原子所鍵結的兩個氫原子的二價基。

【0030】 ＜雙酚 A＞

本發明的含雙酚（I）組成物中所含的雙酚（I）含有雙酚 A 作為主要成分。雙酚 A 是指 2,2-雙(4-羥基苯基)丙烷，且為在所述

式（1）中，R^1～R^4為氫原子，X^1為「*-$CR^{10}R^{11}$-*」，R^{10}、R^{11}為甲基的化合物。以下，有時將雙酚 A 記載為「BPA」。

【0031】 ＜其他雙酚＞

雙酚（I）可僅包含雙酚 A，亦可除了包含雙酚 A 以外，亦包含雙酚 A 以外的其他雙酚。

【0032】 作為其他雙酚，可列舉所述式（1）所表示的雙酚 A 以外的化合物。即，可列舉以下的雙酚（1a）及/或雙酚（1b）。

雙酚（1a）：為在所述式（1）中，R^1～R^4分別獨立地為氫原子、鹵素原子、烷基、芳基或烷氧基，X^1為*-$CR^{10}R^{11}$-*（*表示與苯環的鍵結位置，R^{10}為氫原子、鹵素原子、烷基、芳基或烷氧基，R^{11}為氫原子、鹵素原子、碳數 2 以上的烷基、芳基或烷氧基）、亞環烷基或亞茀基的化合物

雙酚（1b）：為在所述式（1）中，R^1～R^4分別獨立地為氫原子、鹵素原子、烷基、芳基或烷氧基，且 R^1～R^4中的至少一個為鹵素原子、烷基、芳基或烷氧基，X^1為*-$CR^{10}R^{11}$-*（*表示與苯環的鍵結位置，R^{10}、R^{11}分別獨立地為氫原子、鹵素原子、烷基、芳基或烷氧基）、亞環烷基或亞茀基的化合物

【0033】 關於雙酚（1a），在所述式（1）中，R^2與 R^3較佳為立體體積不高的氫原子，R^1、R^4 分別獨立地為氫原子或烷基，R^2、R^3更佳為氫原子。

【0034】 關於雙酚（1b），在所述式（1）中，R^2與 R^3較佳為立體體積不高的氫原子，R^1為烷基，R^4為氫原子或烷基，R^2、R^3更

佳為氫原子。

【0035】 作為所述式（1）所表示的其他雙酚，具體而言可列舉：2,2-雙(4-羥基-3-甲基苯基)丙烷、2,2-雙(4-羥基-3,5-二甲基苯基)丙烷、1,1-雙(4-羥基-3-甲基苯基)環己烷、9,9-雙(4-羥基-3-甲基苯基)芴、3,3-雙(4-羥基苯基)戊烷、3,3-雙(4-羥基-3-甲基苯基)戊烷、2,2-雙(4-羥基苯基)戊烷、2,2-雙(4-羥基-3-甲基苯基)戊烷、3,3-雙(4-羥基苯基)庚烷、3,3-雙(4-羥基-3-甲基苯基)庚烷、2,2-雙(4-羥基苯基)庚烷、2,2-雙(4-羥基-3-甲基苯基)庚烷、4,4-雙(4-羥基苯基)庚烷、4,4-雙(4-羥基-3-甲基苯基)庚烷等，但並不限定於該些。

【0036】 其中，作為本發明的含雙酚（I）組成物中所含的其他雙酚，較佳為選自由 2,2-雙(4-羥基-3-甲基苯基)丙烷、2,2-雙(4-羥基-3,5-二甲基苯基)丙烷及 1,1-雙(4-羥基-3-甲基苯基)環己烷所組成的群組中的任一種，更佳為 2,2-雙(4-羥基-3-甲基苯基)丙烷。

【0037】 本發明的含雙酚（I）組成物含有 90 質量%以上的雙酚（I）。雙酚（I）的含量（雙酚（I）的質量/含雙酚（I）組成物的質量×100（%））較佳為 95 質量%以上，更佳為 98 質量%以上，進而佳為 99 質量%以上。當雙酚（I）的含量少於所述下限時，在作為雙酚的用途中欠佳。就化合物（II）的含量的確保、製造成本等觀點、聚碳酸酯樹脂的製造反應中的與碳酸二苯酯的物質量比的調整、表面硬度或脆性等聚碳酸酯樹脂的機械物性等的觀點而言，本發明的含雙酚（I）組成物中的雙酚（I）的含量的上限為 99.998 質量%以下或 99.990 質量%以下左右。

【0038】 本發明的含雙酚（I）組成物中所含的雙酚（I）較佳為雙酚 A 的含量為 90 質量%以上。雙酚（I）中的雙酚 A 的含量（雙酚 A 的質量/雙酚（I）的質量×100（%））較佳為 95 質量%以上，更佳為 98 質量%以上，進而佳為 99 質量%以上。另外，雙酚（I）可包含雙酚 A。當雙酚 A 的含量為此種含量時，在後述的雙酚 A 的製造方法中，可更有效率地製造雙酚 A，因此較佳。

【0039】 雙酚（I）的檢測及定量能夠使用標準的高速分析用反相管柱來進行。例如，作為標準的高速分析用反相管柱，可列舉內徑 3 mm～4.6 mm、長度 10 cm～30 cm、粒徑 3 μm～5 μm 的十八烷基矽烷鍵合矽膠填料（Octadecylsilyl，ODS）系管柱。具體而言，可使用熠馬特（Imtakt）公司製造的斯凱若（Scherzo）SM-C18、卡登紮（Cadenza）CD-C18、尤尼森（Unison）UK-C18 等。尺寸在實施例中詳細記載。

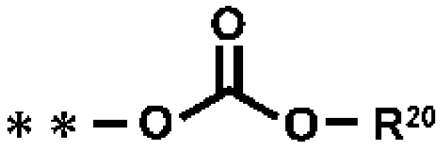
【0040】 ＜化合物（II）＞

本發明的含雙酚（I）組成物中所含的化合物（II）是具有雙酚的至少一個羥基經碳酸酯基或胺甲醯氧基取代的結構的化合物。

【0041】 碳酸酯基是具有「-O-C(=O)-O-」的官能基。碳酸酯基可具有多個碳酸酯鍵。

【0042】 碳酸酯基較佳為由下述式（G1）或下述式（G2）表示。

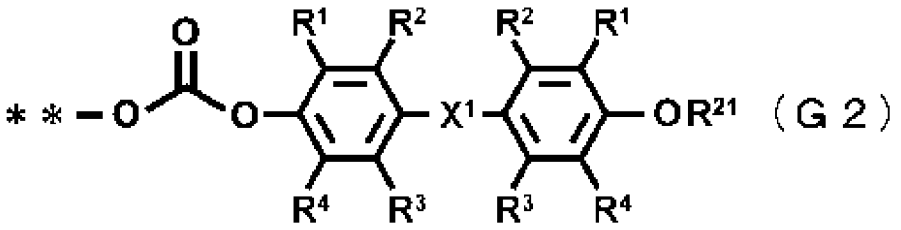
【0043】 [化 7]



（G1）

【0044】 在式（G1）中，**表示與雙酚骨架的苯環的鍵結位置。R^{20}為氫原子、烷基或芳基，較佳為烷基或芳基。再者，烷基及芳基可為經取代或未經取代中的任一種。經取代或未經取代的烷基的碳數為 1 以上，較佳為 12 以下，更佳為 8 以下，進而佳為 6 以下。另外，經取代或未經取代的芳基的碳數為 6 以上，較佳為 12 以下，更佳為 8 以下。

【0045】 [化 8]



（G2）

【0046】 在式（G2）中，**表示與雙酚骨架的苯環的鍵結位置。R^1～R^4、X^1與式（1）中的 R^1～R^4、X^1為相同含義，較佳例及具體例亦如式（1）中所記載般。

【0047】 在式（G2）中，R^{21}為氫原子、烷基或芳基。再者，烷基及芳基可為經取代或未經取代中的任一種。經取代或未經取代

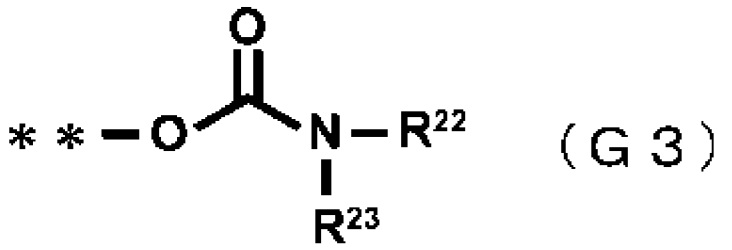
的烷基的碳數為 1 以上，較佳為 12 以下，更佳為 8 以下，進而佳為 6 以下。另外，經取代或未經取代的芳基的碳數為 6 以上，較佳為 12 以下，更佳為 8 以下。

【0048】 作為具有式（G2）所表示的碳酸酯基的化合物（II），可列舉雙酚的二聚物等。

【0049】 胺甲醯氧基是具有「-O-C(=O)-N＜」的官能基。

【0050】 胺甲醯氧基較佳為由下述式（G3）表示。

【0051】 [化 9]



（G3）

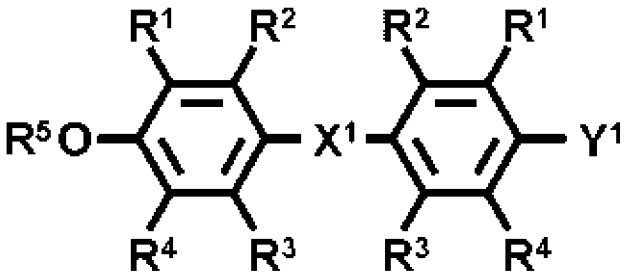
【0052】 在式（G3）中，**表示與雙酚骨架的苯環的鍵結位置。R^{22}、R^{23} 分別獨立地為氫原子、烷基或芳基。再者，烷基及芳基可為經取代或未經取代中的任一種。經取代或未經取代的烷基的碳數為 1 以上，較佳為 12 以下，更佳為 8 以下，進而佳為 6 以下。另外，經取代或未經取代的芳基的碳數為 6 以上，較佳為 12 以下，更佳為 8 以下。

【0053】 作為 R^{20}～R^{23}，例如可列舉：氫原子、甲基、乙基、正丙基、異丙基、正丁基、異丁基、第三丁基、正戊基、異戊基、

正己基、正庚基、正辛基、2-乙基己基、正壬基、正癸基、正十一烷基、正十二烷基、環丙基、環丁基、環戊基、環己基、環庚基、環辛基、環十二烷基、苄基、苯基、甲苯基、2,6-二甲基苯基等。

【0054】 化合物（II）較佳為包含下述式（2）及/或下述式（3）所表示的化合物，更佳為下述式（2）及/或下述式（3）所表示的化合物。

【0055】 [化 10]



（2）

【0056】 在式（2）中，R^1～R^4、X^1與式（1）為相同含義，較佳例及具體例如式（1）中所記載般。式（2）中的 R^1～R^4、X^1與所述式（1）中的 R^1～R^4、X^1可相同，亦可不同，但較佳為相同。

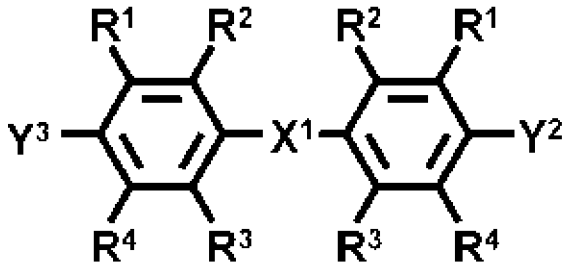
【0057】 在式（2）中，R^5為氫原子、烷基或芳基。R^5較佳為氫原子或烷基，更佳為氫原子。再者，烷基或芳基可為經取代或未經取代中的任一種。經取代或未經取代的烷基的碳數為 1 以上，其上限較佳為 12 以下，更佳為 8 以下，進而佳為 6 以下。經取代或未經取代的芳基的碳數為 6 以上，其上限較佳為 12 以下，更佳

為 8 以下。

【0058】 作為 R^5，例如可列舉：氫原子、甲基、乙基、正丙基、異丙基、正丁基、異丁基、第三丁基、正戊基、異戊基、正己基、正庚基、正辛基、2-乙基己基、正壬基、正癸基、正十一烷基、正十二烷基、環丙基、環丁基、環戊基、環己基、環庚基、環辛基、環十二烷基、苄基、苯基、甲苯基、2,6-二甲基苯基等。

【0059】 在式（2）中，Y^1 為碳酸酯基或胺甲醯氧基。Y^1 可設為所述式（G1）或所述式（G2）所表示的碳酸酯基、或所述式（G3）所表示的胺甲醯氧基。Y^1 較佳為碳酸酯基，且較佳為碳數 2～30 的碳酸酯基，更佳為碳數 2～25 的碳酸酯基，進而佳為碳數 2～20 的碳酸酯基。

【0060】 [化 11]



（3）

【0061】 對於式（3）中的 R^1～R^4、X^1，與所述式（1）、式（2）中的 R^1～R^4、X^1 為相同含義。對於其較佳例、具體例如所述式（1）中所說明般。式（3）中的 R^1～R^4、X^1 與所述式（1）、式（2）中的 R^1～R^4、X^1 可相同，亦可不同，但較佳為相同。

【0062】 在式（3）中，Y^2、Y^3 分別獨立地為碳酸酯基或胺甲醯氧基。Y^2、Y^3 分別獨立地可設為所述式（G1）或所述式（G2）所表示的碳酸酯基、或所述式（G3）所表示的胺甲醯氧基。在式（3）中，Y^2、Y^3 分別獨立地較佳為碳酸酯基，且較佳為碳數 2～13 的碳酸酯基，進而佳為碳數 2～9 的碳酸酯基。

【0063】 在式（3）中，Y^2、Y^3 較佳為相同的基，Y^2 及 Y^3 更佳為相同的碳酸酯基。

【0064】 另外，在本發明的含雙酚（I）組成物包含式（2）所表示的化合物（II）的情況下，可包含多個式（2）所表示的化合物（II），在包含式（3）所表示的化合物（II）的情況下，可包含多個式（3）所表示的化合物（II）。

【0065】 由於在供於鹼分解再化合法時，作為異丙烯基苯酚的原料發揮功能，因此化合物（II）較佳為包含雙酚 A 的至少一個羥基經碳酸酯基或胺甲醯氧基取代的化合物。

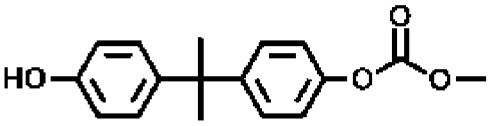
【0066】 在本發明的含雙酚（I）組成物包含式（2）所表示的化合物（II）的情況下，較佳為包含如下的化合物（II）、即，在式（2）中，R^1～R^4 為氫原子，X^1 為「*-$CR^{10}R^{11}$-*」，R^{10}、R^{11} 為甲基，R^5 為氫原子、烷基或芳基，Y^1 為碳酸酯基或胺甲醯氧基的化合物（II）。

【0067】 在本發明的含雙酚（I）組成物包含式（3）所表示的化合物（II）的情況下，較佳為包含如下的化合物（II）、即，在式（3）中，R^1～R^4 為氫原子，X^1 為「*-$CR^{10}R^{11}$-*」，R^{10}、R^{11} 為甲

基，Y^2、Y^3分別獨立地為碳酸酯基或胺甲醯氧基的化合物（II）。

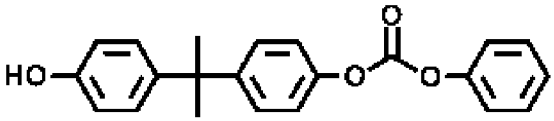
【0068】 其中，化合物（II）較佳為包含選自由以下的式（i）～式（v）所組成的群組中的一種以上，更佳為選自由以下的式（i）～式（v）所組成的群組中的一種以上。

【0069】 [化 12]



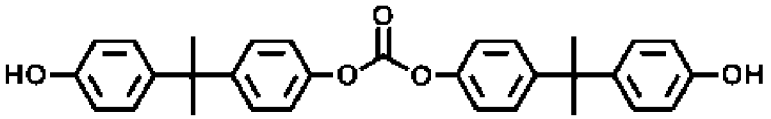
(i)

【0070】 [化 13]



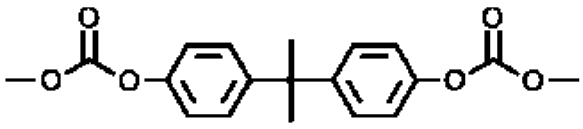
(ii)

【0071】 [化 14]



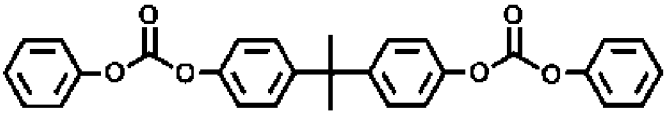
(iii)

【0072】 [化 15]



(iv)

【0073】 [化 16]



(v)

【0074】 當化合物（II）的分子量過大時，含雙酚（I）組成物的黏度會變高，因此較佳為 300～1000，可設為 300～800、300～650 等。

【0075】 相對於本發明的含雙酚（I）組成物的質量而言的、化合物（II）所具有的羰基鍵（-C(=O)-）的莫耳數合計為 0.05 μ莫耳/g 以上。較佳為 0.06 μ莫耳/g 以上，可設為 0.08 μ莫耳/g 以上或 0.10 μ莫耳/g 以上。另外，就作業性的觀點而言，其上限按照 50 μ莫耳/g 以下、45 μ莫耳/g 以下、40 μ莫耳/g 以下、30 μ莫耳/g 以下、25 μ莫耳/g 以下的順序越小越較佳，可設為 20 μ莫耳/g 以下、15 μ莫耳/g 以下、10 μ莫耳/g 以下、5 μ莫耳/g 以下、2.5 μ莫耳/g 以下等。

【0076】 當相對於含雙酚（I）組成物的質量而言的、化合物（II）所具有的羰基鍵的莫耳數的合計小於所述下限時，化合物（II）的含量少，在供於鹼分解再化合法時難以獲得異丙烯基苯酚的回收

率優異的含雙酚（I）組成物。另外，當相對於含雙酚（I）組成物的質量而言的、化合物（II）所具有的羰基鍵的莫耳數的合計超過所述上限時，化合物（II）的含量多，在對異丙烯基苯酚進行蒸餾後的窯殘液中會析出結晶，抽出液體的操作性有可能會顯著惡化。

【0077】 關於相對於含雙酚（I）組成物的質量而言的、化合物（II）所具有的羰基鍵的莫耳數的合計，若化合物（II）為一種，則可藉由將根據所述化合物（II）算出的羰基鍵的莫耳數除以含雙酚（I）組成物的質量而算出。另外，在包含多種化合物（II）的情況下，算出各個化合物（II）的羰基鍵的莫耳數，將所算出的羰基鍵的莫耳數的合計除以含雙酚（I）組成物的質量，藉此可算出相對於含雙酚（I）組成物的質量而言的、化合物（II）所具有的羰基鍵的莫耳數的合計。

【0078】 關於化合物(II)所具有的羰基鍵(-C(=O)-)的莫耳數，可藉由將化合物（II）的質量除以化合物（II）的分子量，並乘以化合物（II）中的羰基鍵的數量（即，(化合物（II）的質量[g]/化合物（II）的分子量[g/μ莫耳]×（羰基鍵的數量））來算出。

【0079】 例如，在含雙酚(I)組成物中包含1μ莫耳的所述式(i)所表示的化合物（II）的情況下，羰基鍵的莫耳數的合計為1μ莫耳。在含雙酚（I）組成物中包含1 μ莫耳的所述式（iv）所表示的化合物（II）的情況下，羰基鍵的莫耳數的合計為2μ莫耳。在含雙酚（I）組成物中包含1μ莫耳的所述式（i）所表示的化合物

（II）、包含 1 μ 莫耳的所述式（iv）所表示的化合物（II）的情況下，羰基鍵的莫耳數的合計為 3 μ 莫耳。在含雙酚（I）組成物中包含 1 μ 莫耳的所述式（ii）所表示的化合物（II）、包含 1 μ 莫耳的所述式（iii）所表示的化合物（II）、包含 1 μ 莫耳的所述式（v）所表示的化合物（II）的情況下，羰基鍵的莫耳數的合計為 4 μ 莫耳。

【0080】 化合物（II）的檢測及定量與雙酚（I）同樣地能夠使用標準的高速分析用反相管柱進行。例如，作為標準的高速分析用反相管柱，可列舉內徑 3 mm～4.6 mm、長度 10 cm～30 cm、粒徑 3 μm～5 μm 的 ODS 系管柱。具體而言，可使用熠馬特（Imtakt）公司製造的斯凱若（Scherzo）SM-C18、卡登紮（Cadenza）CD-C18、尤尼森（Unison）UK-C18 等。尺寸在實施例中詳細記載。

【0081】 [含雙酚（I）組成物的製造方法]

含雙酚（I）組成物可藉由將適量化合物（II）添加至包含雙酚 A 的雙酚（I）中來製備。另外，如後文所述般，在製造雙酚 A 時，可在反應系統內一併生成雙酚 A 與化合物（II），將包含化合物（II）的雙酚 A 生成物製備為本發明的含雙酚（I）組成物。

【0082】 作為包含 90 質量%以上的包含雙酚 A 的雙酚（I），且以規定比例包含化合物（II）的本發明的含雙酚（I）組成物的製造方法，並無特別限制，例如可列舉如以下般的方法。

·含雙酚（I）組成物的製造方法（1）：具有將化合物（II）添加至包含雙酚 A 的雙酚（I）的步驟的含雙酚（I）組成物的製造

方法

·含雙酚（I）組成物的製造方法（2）：具有在製造雙酚 A 時副產生化合物（II）的 BPA 製造步驟的含雙酚（I）組成物的製造方法

【0083】 ＜含雙酚（I）組成物的製造方法（1）＞

含雙酚（I）組成物的製造方法（1）的將化合物（II）添加至雙酚（I）的方法可設為將化合物（II）添加至固體的雙酚（I）的方法，亦可設為將化合物（II）添加至熔融後的雙酚（I）的方法。在含雙酚（I）組成物的製造方法（1）的將化合物（II）添加至雙酚（I）的方法中，由於需要單獨準備化合物（II），因此較佳為在含雙酚（I）組成物的製造方法（2）的製造雙酚 A 的反應系統中副產生化合物（II），而使生成物以規定比例含有化合物（II）的方法。

【0084】 ＜含雙酚（I）組成物的製造方法（2）＞

含雙酚（I）組成物的製造方法（2）是具有在製造雙酚 A 時副產生化合物（II）的 BPA 製造步驟的方法。

【0085】 BPA 製造步驟較佳為具有如下步驟：將聚碳酸酯樹脂分解以生成雙酚 A，同時副產生所述化合物（II），而獲得包含雙酚 A、以及所述化合物（II）的含雙酚（I）組成物的步驟。關於聚碳酸酯樹脂的分解方法，對於所獲得的源自聚碳酸酯樹脂的碳酸酯單元的每個生成物而言，已知有各種分解方法。例如，在使用水的水解中，源自聚碳酸酯樹脂的碳酸酯單元的生成物以二氧化碳

的形式獲得。除此以外亦可列舉：利用苯酚的酚解、利用醇的醇解、利用胺的胺解。無論選擇哪種分解方法，源自雙酚單元的生成物均可獲得雙酚（I）作為主要生成物。

【0086】 以下，以 BPA 製造步驟具有 PC 分解步驟、以及回收步驟的方法為例，詳細說明含雙酚（I）組成物的製造方法（2），其中，所述 PC 分解步驟是在溶媒的存在下使聚碳酸酯樹脂分解而獲得包含雙酚 A 及化合物（II）的分解液，所述回收步驟是自在 PC 分解步驟中獲得的分解液中提取含雙酚（I）組成物。

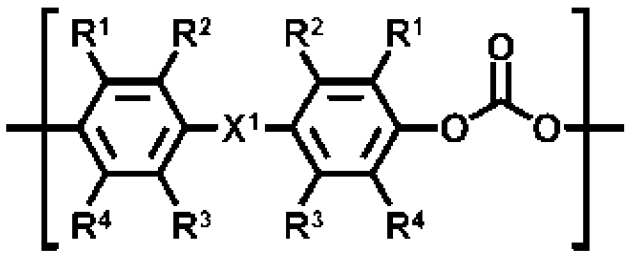
【0087】 （PC 分解步驟）

在 PC 分解步驟中，將聚碳酸酯樹脂溶解於溶媒中，使其分解，可生成雙酚 A。同時，可副產生化合物（II）。再者，由於只要將聚碳酸酯樹脂的至少一部分溶解於溶媒中，聚碳酸酯樹脂就會進行分解反應，因此可在將聚碳酸酯樹脂完全溶解於溶媒而得的溶液中使聚碳酸酯樹脂分解，亦可在聚碳酸酯樹脂分散於溶媒而得的漿料狀溶液中，在使聚碳酸酯樹脂溶解的同時使其分解。

【0088】 （聚碳酸酯樹脂（PC））

聚碳酸酯樹脂包含含有碳酸酯鍵（-O-C(=O)-O-）的聚合組成物。聚碳酸酯樹脂有時亦簡稱為聚碳酸酯，具體而言，聚碳酸酯樹脂包含含有源自式（4）所表示的雙酚（I）的構成單元的聚合物。

【0089】 [化 17]



（4）

【0090】 關於式（4）中的 R^1～R^4、X^1，與所述式（1）中的 R^1～R^4、X^1 為相同含義。關於其較佳例、具體例，如所述式（1）中所說明般。

【0091】 本發明的含雙酚（I）組成物的製造方法（2）中所使用的聚碳酸酯樹脂包含雙酚 A 型的聚碳酸酯樹脂，所述雙酚 A 型的聚碳酸酯樹脂具有源自雙酚 A 的構成單元（所述式（4）中，R^1～R^4 為氫原子，X^1 為「*-$CR^{10}R^{11}$-*」，R^{10}、R^{11} 為甲基的構成單元）。雙酚 A 型的聚碳酸酯樹脂可為實質上由源自雙酚 A 的構成單元構成，亦可為具有源自雙酚 A 的構成單元以及源自雙酚 A 以外的雙酚（I）的構成單元的共聚物。另外，只要包含雙酚 A 型的聚碳酸酯樹脂，則可混合使用兩種以上的聚碳酸酯樹脂，亦可混合使用雙酚 A 型的聚碳酸酯樹脂與其他的聚碳酸酯樹脂。

【0092】 另外，聚碳酸酯樹脂不僅可使用單獨的聚碳酸酯樹脂，亦可使用如與其他樹脂的共聚物或聚合物合金般包含聚碳酸酯樹脂以外的樹脂的組成物。作為包含聚碳酸酯樹脂以外的樹脂的組成物，例如可列舉：聚碳酸酯/聚酯共聚物、聚碳酸酯/聚酯合金、

聚碳酸酯/聚芳酯共聚物、聚碳酸酯/聚芳酯合金等。在使用包含聚碳酸酯樹脂以外的樹脂的組成物的情況下，較佳為聚碳酸酯樹脂為主要成分的（在組成物中包含 50 質量%以上的聚碳酸酯樹脂）組成物。另外，原料（聚碳酸酯樹脂或與其他樹脂的組成物）較佳為包含 50 質量%以上的源自雙酚 A 的結構單元，亦可使用原料中的源自雙酚 A 的結構單元的含量為 60 質量%以上或 70 質量%以上、80 質量%以上、90 質量%以上者。

【0093】 （溶媒）

為了使聚碳酸酯樹脂溶解，可在溶媒的存在下將聚碳酸酯樹脂分解。副產生的化合物（II）的結構依存於所使用的溶媒，因此根據化合物（II）的結構適宜選擇溶媒。

【0094】 在使雙酚的二聚物殘存並將其作為化合物（II）的情況下，溶媒只要是使聚碳酸酯樹脂溶解者，則並無特別限制，但鑒於再循環使用，較佳為使用沸點為 200℃以下的溶媒。另外，較佳為使用不會引起不期望的反應的、反應性低的穩定的溶媒（例如，芳香族烴等）。另外，亦可將藉由酯交換反應分解聚碳酸酯樹脂的苯酚或醇用作溶媒。

【0095】 具體而言，在溶媒的存在下，使雙酚 A 型的聚碳酸酯樹脂分解，藉此可與雙酚 A 一起副產生所述式（iii）所表示的化合物（II）。

【0096】 為了副產生雙酚的至少一個羥基經碳酸酯基取代的化合物（II），可使用醇作為溶媒。

【0097】 具體而言，在副產生具有所述式（G1）所表示的、R^{20}為烷基或芳基的碳酸酯基的化合物（II）的情況下，在「R^{20}-OH（R^{20}與碳酸酯基的R^{20}相同）」所表示的醇的存在下，使聚碳酸酯樹脂分解，藉此可獲得所需的化合物（II）。

【0098】 在副產生具有所述式（G2）所表示的、R^{21}為烷基或芳基的碳酸酯基的化合物（II）的情況下，在「R^{21}-OH（R^{21}與碳酸酯基的R^{21}相同）」所表示的醇的存在下，使聚碳酸酯樹脂分解，藉此可獲得所需的化合物（II）。

【0099】 例如，當在甲醇的存在下使雙酚 A 型的聚碳酸酯樹脂分解時，可與雙酚 A 一起副產生選自由所述式（i）、所述式（iii）及所述式（iv）所組成的群組中的一個以上的化合物（II）。

【0100】 當在苯酚的存在下使雙酚 A 型的聚碳酸酯樹脂分解時，可與雙酚 A 一起副產生選自由所述式（ii）、所述式（iii）及所述式（v）所組成的群組中的一個以上的化合物（II）。

【0101】 為了副產生雙酚的至少一個羥基經胺甲醯氧基取代的化合物（II），作為溶媒，可使用一級胺及/或二級胺。在所需的化合物（II）為具有所述式（G3）所表示的、R^{22}為氫原子、烷基或芳基，R^{23}為烷基或芳基的胺甲醯氧基的化合物（II）的情況下，在「$NHR^{22}R^{23}$（R^{22}、R^{23}與胺甲醯氧基的R^{22}、R^{23}相同）」所表示的胺的存在下，使聚碳酸酯樹脂分解，藉此可副產生所需的化合物（II）。

【0102】 再者，雙酚的至少一個羥基經胺甲醯氧基取代的化合物

（II）亦可藉由以下方式而副產生：使用芳香族烴等反應性低的溶媒作為溶媒，使用一級胺及/或二級胺作為觸媒，使聚碳酸酯樹脂分解。

【0103】 由於化合物（II）較佳為具有碳酸酯基，因此作為溶媒，較佳為包含選自由水、醇、碳酸二烷基酯及芳香族烴所組成的群組中的一種以上的溶媒，更佳為包含選自由水、醇及碳酸二烷基酯所組成的群組中的一種以上的溶媒。作為醇，可列舉：苯酚、甲酚、二甲酚等芳香族醇；甲醇、乙醇、丁醇、乙二醇等脂肪族醇等。作為碳酸二烷基酯，可列舉：碳酸二甲酯、碳酸乙基甲酯、碳酸二乙酯、碳酸二丁酯等。作為芳香族烴，可列舉：甲苯、二甲苯、乙基苯、二乙基苯、異丙基苯、1,3,5-三甲苯等。該些溶媒可單獨使用，亦可併用來使用。

【0104】 當溶媒相對於聚碳酸酯樹脂的質量比（溶媒的質量/聚碳酸酯樹脂的質量）小時，聚碳酸酯樹脂的溶解速度降低，因此製造雙酚 A 所需的時間處於變長的傾向。因此，該質量比較佳為 0.01 以上，更佳為 0.03 以上，進而佳為 0.05 以上。另外，當該質量比大時，溶媒相對於分解槽的體積增加，可一次分解的聚碳酸酯樹脂的量變小，釜效率處於惡化的傾向。因此，該質量比較佳為 100 以下，更佳為 70 以下，進而佳為 50 以下。

【0105】 （觸媒）

聚碳酸酯的分解較佳為使用觸媒。觸媒只要可促進聚碳酸酯樹脂的分解即可，但較佳為選自由鹼金屬氫氧化物、鹼金屬碳酸

鹽、烷基胺及酸所組成的群組中的任一種。

【0106】 作為鹼金屬氫氧化物，可列舉氫氧化鈉或氫氧化鉀等。作為鹼金屬碳酸鹽，可列舉：碳酸鈉、碳酸氫鈉、碳酸鉀、碳酸氫鉀等。作為烷基胺，可列舉：甲胺、乙胺、丙胺等一級胺；二甲胺、二乙胺等二級胺；三甲胺等三級胺等。作為酸，可列舉作為無機酸的鹽酸、硫酸、磷酸等，可列舉作為有機酸的羧酸、磺酸等。

【0107】 當觸媒相對於聚碳酸酯樹脂的質量比(觸媒的質量/聚碳酸酯樹脂的質量）小時，分解速度降低，因此分解時間變得長時間化，效率處於惡化的傾向。因此，該質量比較佳為 0.001 以上，更佳為 0.005 以上，進而佳為 0.01 以上。另外，當該質量比大時，中和所需的酸及鹼的量處於變多的傾向。因此，該質量比較佳為 50 以下，更佳為 20 以下，進而佳為 10 以下。

【0108】 分解溫度並無特別限制。可根據每種分解法所使用的原料的熔點及沸點，設定為適當的溫度。在溫度過低的情況下，擔心聚碳酸酯樹脂的溶解度降低、或分解液固化，因此一般而言較佳為在 10℃以上進行，更佳為在 20℃以上進行。在溫度過高的情況下，溶媒或原料、觸媒蒸發，有可能分解變得難以進行。因此，較佳為在 200℃以下進行，更佳為在 180℃以下進行。

【0109】 反應時間根據聚碳酸酯樹脂的溶解度、或反應溫度等適宜選擇，在反應時間長的情況下，所生成的雙酚 A 處於分解的傾向，因此較佳為在 30 小時以內，更佳為在 25 小時以內，進而佳

為在 20 小時以內。另外，在反應時間短的情況下，分解反應有時無法充分進行，因此較佳為 0.1 小時以上，更佳為 0.5 小時以上，進而佳為 1 小時以上。

【0110】 （回收步驟）

回收步驟是自在 PC 分解步驟中獲得的分解液中提取含雙酚（I）組成物的步驟。由於在 PC 分解步驟中獲得的分解液包含雙酚 A 及化合物（II），因此藉由除去溶媒、觸媒，可獲得以包含雙酚 A 的雙酚（I）為主要成分，且包含化合物（II）的含雙酚（I）組成物。另外，較佳為以如下方式、即，雙酚（I）的含量為 90 質量%以上，且相對於含雙酚（I）組成物的質量而言的、化合物（II）所具有的羰基鍵的莫耳數的合計成為 0.05 μ 莫耳/g 以上的方式，對含雙酚（I）組成物進行精製，除去雜質、或過剩的化合物（II）等。

【0111】 所獲得的含雙酚（I）組成物的回收、精製可藉由常規方法進行。例如，能夠藉由晶析或管柱層析法等簡便的方法進行回收、精製。具體而言，在聚碳酸酯樹脂的分解反應後，進行觸媒及溶媒的除去、或有機溶媒的混合，利用水或食鹽水等清洗所獲得的有機相，進而視需要利用氯化銨水等進行中和清洗。其次，將清洗後的有機相冷卻而使其晶析。

【0112】 作為有機溶媒，可使用甲苯、二甲苯、乙基苯、二乙基苯、異丙基苯、1,3,5-三甲苯等芳香族烴；己烷、庚烷、辛烷、壬烷、癸烷、十一烷、十二烷等脂肪族烴；甲醇、乙醇、正丙醇、

異丙醇、正丁醇、異丁醇、第三丁醇、正戊醇、異戊醇、正己醇、正庚醇、正辛醇、正壬醇、正癸醇、正十一醇、正十二醇、乙二醇、二乙二醇、三乙二醇等脂肪族醇等。

【0113】 再者，亦可於該晶析前藉由蒸餾而餾去原料或觸媒、溶媒後進行晶析。另外，雙酚 A 若於苯酚的存在下晶析，則會與苯酚形成共晶體。因此，於使用苯酚使聚碳酸酯樹脂分解的情況下，為了不形成共晶體，需要在晶析前餾去苯酚。

【0114】 [雙酚 A 的製造方法]

本發明的雙酚 A 的製造方法具有：鹼分解步驟，在鹼性觸媒下將本發明的含雙酚（I）組成物分解，獲得包含異丙烯基苯酚以及苯酚的分解液；蒸餾步驟，將分解液蒸餾餾去而獲得包含異丙烯基苯酚以及苯酚的餾出液；以及再化合反應步驟，藉由使所獲得的所述餾出液與酸性觸媒接觸，使異丙烯基苯酚與苯酚再化合而生成雙酚 A，從而獲得包含雙酚 A 的溶液。

【0115】 藉由設為此種雙酚 A 的製造方法，可自含雙酚（I）組成物中有效率地除去化合物（II）。另外，可改善異丙烯基苯酚的回收率，從而可有效率地獲得不包含化合物（II）的雙酚 A。所獲得的雙酚 A 較佳作為用於獲得色調優異的聚碳酸酯樹脂的原料。

【0116】 （鹼分解步驟）

藉由在鹼性條件下對包含雙酚 A 以及化合物（II）的本發明的含雙酚（I）組成物進行鹼分解，可將雙酚 A 分解為異丙烯基苯酚與苯酚。藉此，可獲得作為雙酚 A 的分解生成物的、包含苯酚

及異丙烯基苯酚的分解液。

【0117】 為了在鹼性條件下對含雙酚（I）組成物進行鹼分解，而使用鹼性觸媒。含雙酚（I）組成物的鹼分解可藉由在鹼性觸媒的存在下，使含雙酚（I）組成物加熱熔融或利用苯酚稀釋含雙酚（I）組成物來進行。

【0118】 作為可用於對含雙酚（I）組成物進行鹼分解的鹼性觸媒，可列舉：鈉或鉀等鹼金屬的氫氧化物、氧化物、碳酸鹽、醇鹽；鈣或鎂等鹼土金屬的氫氧化物、氧化物、碳酸鹽、醇鹽等。其中，較佳為氫氧化鈉或氫氧化鉀。

【0119】 含雙酚（I）組成物的鹼分解較佳為在高於 150℃的溫度下進行，更佳為 160℃以上，進而佳為 170℃以上。另外，較佳為在 250℃以下進行，更佳為在 240℃以下進行。當分解含雙酚（I）組成物的溫度過低時，分解變得不充分，因此欠佳，當溫度過高時，引起不期望的副反應，苯酚及異丙烯基苯酚的回收率降低，因此欠佳。

【0120】 （蒸餾步驟）

分解液中的苯酚及異丙烯基苯酚可藉由蒸餾餾去而回收，並供於再化合反應步驟。蒸餾可在高於 150℃的溫度下進行。壓力通常為 0.6 kPa～常壓，較佳為 0.6 kPa～20 kPa，更佳為 0.8 kPa～10 kPa。

【0121】 鹼分解步驟與蒸餾步驟可依序進行，亦可同時進行。例如，可使用在底部具有反應槽、在上部具有蒸餾塔的反應蒸餾裝

置，在分解雙酚 A 的同時進行蒸餾。藉此，含雙酚（I）組成物的分解、與苯酚及異丙烯基苯酚的蒸餾可同時進行。

【0122】 另外，亦可使含雙酚（I）組成物分解，其次將所獲得的溶液轉移至蒸餾塔中以進行分解液的蒸餾，從而回收異丙烯基苯酚與苯酚。

【0123】 （再化合反應步驟）

使用蒸餾而獲得的苯酚及異丙烯基苯酚，將異丙烯基苯酚與苯酚再化合，藉此可製造雙酚 A。

【0124】 用於使苯酚與異丙烯基苯酚再化合而獲得雙酚 A 的觸媒較佳為使用酸，作為酸性觸媒，可列舉：硫酸、氯化氫、磷酸等無機酸，對甲苯磺酸、苯酚磺酸、甲磺酸等有機酸，酸性離子交換樹脂等。其中，較佳為硫酸、酸性離子交換樹脂。

【0125】 用於再化合的反應溫度通常為 10℃～130℃，較佳為 20℃～100℃。另外，與酸性觸媒的接觸時間通常為 5 分鐘～200 分鐘，較佳為 15 分鐘～120 分鐘。

【0126】 （精製步驟）

本發明的雙酚 A 的製造方法可在再化合反應步驟之後具有對雙酚 A 進行精製的精製步驟。

所生成的再化合雙酚 A 可藉由通常方法進行精製。例如，能夠藉由晶析或管柱層析法等簡便的方法來進行回收、精製。具體而言，利用水或食鹽水等對再化合反應步驟後的溶液、或再化合反應步驟後的溶液與有機溶媒混合而得的溶液進行清洗，進而視

需要利用氯化銨水等進行中和清洗。其次，將清洗後的有機相冷卻使其晶析。

【0127】 作為有機溶媒，可使用甲苯、二甲苯、乙基苯、二乙基苯、異丙基苯、1,3,5-三甲苯等芳香族烴；己烷、庚烷、辛烷、壬烷、癸烷、十一烷、十二烷等脂肪族烴；甲醇、乙醇、正丙醇、異丙醇、正丁醇、異丁醇、第三丁醇、正戊醇、異戊醇、正己醇、正庚醇、正辛醇、正壬醇、正癸醇、正十一醇、正十二醇、乙二醇、二乙二醇、三乙二醇等脂肪族醇等。

【0128】 再者，亦可於該晶析前藉由蒸餾而餾去有機溶媒後進行晶析。另外，雙酚 A 若於苯酚的存在下晶析，則會與苯酚形成共晶體。為了不形成共晶體，需要將再化合反應步驟後的溶液與有機溶媒混合，並進行清洗後，在晶析前餾去苯酚。

【0129】 另外，本發明的雙酚 A 的製造方法可將至少一部分步驟在 BPA 製造工廠中進行，所述 BPA 製造工廠由丙酮與苯酚來製造雙酚 A。由丙酮與苯酚來製造雙酚 A 的方法例如在日本專利特開 2007-224020 號公報等中記載。

【0130】 作為 BPA 製造工廠，具體而言，如圖 1 所示，可列舉具有如下單元的 BPA 製造工廠（P1）：

BPA 合成單元，使丙酮（AT）與苯酚（PL）在酸性觸媒的存在下脫水縮合，獲得包含雙酚 A 的反應液 c1；

濃縮單元，自反應液 c1 餾去未反應的丙酮（AT）以及水（W）而獲得濃縮液 c2；

分離單元，使濃縮液 c2 晶析而獲得漿料液，對所述漿料液進行固液分離，將其分離為母液 c3、以及包含雙酚 A 與苯酚的加成物結晶（BPA-PL）的濾餅；

BPA 精製單元，對濾餅進行精製而獲得雙酚 A；

第一循環單元，使母液 c3 的一部分循環並供給至 BPA 合成單元及/或濃縮單元；

母液精製單元，在分解母液 c3 中所含的雙酚 A 的同時或分解後，進行蒸餾，獲得包含異丙烯基苯酚（IPP）以及苯酚（PL）的餾出液 c4，使所獲得的餾出液 c4 與酸性觸媒接觸，獲得包含雙酚 A 的反應液 c5；以及

第二循環單元，將反應液 c5 供給至 BPA 合成單元及/或濃縮單元。

【0131】 如圖 1 所示，本發明的雙酚 A 的製造方法可設為：向 BPA 製造工廠（P1）的 BPA 合成單元及/或濃縮單元供給在再化合反應步驟中獲得的包含雙酚 A 的溶液。藉此，可與由丙酮以及苯酚製造的雙酚 A 一起，利用分離單元及 BPA 精製單元對雙酚 A 進行精製。

【0132】 另外，本發明的雙酚 A 的製造方法亦可設為向 BPA 製造工廠的母液精製單元供給本發明的含雙酚（I）組成物，並利用母液精製單元進行鹼分解步驟、蒸餾步驟、以及再化合反應步驟。本發明的含雙酚（I）組成物的供給可藉由加熱熔融或利用苯酚適宜稀釋來進行。

【0133】 例如，如圖 2 所示，可利用具有鹼分解蒸餾單元以及再化合反應單元作為母液精製單元的 BPA 製造工廠（P2），所述鹼分解蒸餾單元對母液 c3 中所含的雙酚 A 進行分解與蒸餾，獲得包含異丙烯基苯酚以及苯酚的餾出液 c4；所述再化合反應單元使餾出液 c4 與酸性觸媒接觸，獲得包含雙酚 A 的反應液 c5。本發明的雙酚 A 的製造方法亦可設為：將本發明的含雙酚（I）組成物加熱熔融、或利用苯酚將其適宜稀釋，而供給至 BPA 製造工廠（P2）的鹼分解蒸餾單元，進行鹼分解步驟及蒸餾步驟，其次，利用再化合反應單元進行再化合反應步驟（圖 2 中的（A））。

【0134】 另外，本發明的雙酚 A 的製造方法亦可設為：向 BPA 製造工廠的母液精製單元供給在蒸餾步驟中獲得的餾出液，並利用母液精製單元進行所述再化合反應步驟。

【0135】 例如，亦可設為：向圖 2 所示的 BPA 製造工廠（P2）的再化合反應單元供給在蒸餾步驟中獲得的餾出液，並利用再化合反應單元進行再化合反應步驟（圖 2 中的（B））。

【0136】 [聚碳酸酯樹脂的製造方法]

本發明是有關於一種使用藉由本發明的雙酚 A 的製造方法而獲得的雙酚 A 來製造聚碳酸酯樹脂的聚碳酸酯樹脂的製造方法（以下，有時記載為「本發明的聚碳酸酯樹脂的製造方法」）。

【0137】 具體而言，可設為具有第一步驟以及第二步驟的聚碳酸酯樹脂的製造方法，所述第一步驟藉由本發明的雙酚 A 的製造方法而獲得雙酚 A；所述第二步驟使所獲得的雙酚化合物聚合而獲

得聚碳酸酯樹脂。

【0138】 藉由本發明的聚碳酸酯樹脂的製造方法獲得的聚碳酸酯樹脂可利用如下方法等來製造，即，例如在鹼金屬化合物及/或鹼土金屬化合物的存在下使包含藉由本發明的雙酚 A 的製造方法獲得的雙酚 A 的雙酚 A、與碳酸二苯酯等碳酸二酯進行酯交換反應的方法。再者，作為原料的雙酚 A 可單獨使用藉由本發明的雙酚 A 的製造方法獲得的雙酚 A，亦可併用藉由本發明的雙酚 A 的製造方法獲得的雙酚 A 與藉由本發明的雙酚 A 的製造方法以外的方法獲得的雙酚 A。

【0139】 所述酯交換反應可適宜選擇公知的方法進行，以下對以雙酚 A 與碳酸二苯酯為原料的一例進行說明。

【0140】 在所述的聚碳酸酯樹脂的製造方法中，碳酸二苯酯較佳為相對於雙酚 A 而使用過量。就於所製造的聚碳酸酯樹脂中末端羥基少、聚合物的熱穩定性優異的方面而言，相對於該雙酚 A 而使用的碳酸二苯酯的量較佳為大，另外，就酯交換反應速度快、容易製造所期望分子量的聚碳酸酯樹脂的方面而言，較佳為少。根據該些情況，使用的碳酸二苯酯相對於 1 莫耳雙酚的量通常為 1.001 莫耳以上，較佳為 1.002 莫耳以上，另外，通常為 1.3 莫耳以下，較佳為 1.2 莫耳以下。

【0141】 作為原料的供給方法，亦能夠以固體的形式供給雙酚 A 及碳酸二苯酯，但較佳為使其中一者或兩者熔融而以液體狀態進行供給。

【0142】 於藉由碳酸二苯酯與雙酚 A 的酯交換反應來製造聚碳酸酯樹脂時，通常使用酯交換觸媒。在所述的聚碳酸酯樹脂的製造方法中，作為所述酯交換觸媒，較佳為使用鹼金屬化合物及/或鹼土金屬化合物。該些可使用一種，亦可以任意組合及比率併用兩種以上。於實用方面，理想的是使用鹼金屬化合物。

【0143】 相對於雙酚 A 或碳酸二苯酯 1 莫耳而使用的觸媒量通常為 0.05 μ 莫耳以上，較佳為 0.08 μ 莫耳以上，進而佳為 0.10 μ 莫耳以上，另外，通常為 100 μ 莫耳以下，較佳為 50 μ 莫耳以下，進而佳為 20 μ 莫耳以下。藉由觸媒的使用量為所述範圍內，容易獲得用於製造所期望分子量的聚碳酸酯樹脂而言所需的聚合活性，且容易獲得聚合物色相優異、另外聚合物不會過度支化、且成形時的流動性優異的聚碳酸酯樹脂。

【0144】 於藉由所述方法製造聚碳酸酯樹脂時，較佳為將所述兩種原料連續供給至原料混合槽，並將所獲得的混合物以及酯交換觸媒連續供給至聚合槽。

【0145】 於藉由酯交換法進行聚碳酸酯樹脂的製造中，通常供給至原料混合槽的兩種原料於均勻攪拌後供給至添加有觸媒的聚合槽中，從而生產聚合物。

【0146】 另外，藉由本發明的聚碳酸酯樹脂的製造方法獲得的聚碳酸酯樹脂在成型時的流動性優異，因此黏度平均分子量較佳為 15000 以上且 35000 以下。

[實施例]

【0147】 以下，藉由實施例及比較例更具體地說明本發明，但本發明只要不超出其主旨，則並不受以下實施例的限定。

【0148】 [原料及試劑]

雙酚 A（BPA）、碳酸二苯酯使用了三菱化學股份有限公司的產品。

苯酚、氫氧化鈉、硫酸、甲苯、甲醇、乙二醇、二乙基胺、碳酸二甲酯、乙腈、及碳酸銫使用了富士軟片和光純藥股份有限公司的試劑。

聚碳酸酯樹脂使用了三菱化學工程塑膠（Mitsubishi Chemical Engineering Plastics）股份有限公司的聚碳酸酯樹脂「諾威萊克斯（NOVAREX）（註冊商標）M7027BF」。

【0149】 雙酚 A 的生成確認、純度、聚碳酸酯樹脂的未分解物及被認為是穩定劑的成分（設為苯酚及雙酚 A 以外的成分）的定量是藉由高效液相層析法並於以下的程序以及條件下進行。

【0150】 [雙酚 A 及化合物（II）的分析]

·裝置：島津製作所公司製造的「LC10A」

尤尼森（Unison） UK C18 3 μm 250×4.6 mmI.D

·分析溫度：40℃

·溶離液組成：A 液 10 vol%/B 液 90 vol% 等度（isocratic）模式

A 液 水

B 液 乙腈

·分析時間：30 分鐘

·質量分析裝置：安捷倫科技（Agilent Technologies）股份有限公司製造的「安捷倫（Agilent） LC/MS6130」

·離子源：電噴霧離子源（Electron Spray Ionization，ESI）（正（Postive）/負（Negative）） 使用 AJS 探針

【0151】 [化合物（II）的分取]

在與所述[雙酚 A 及化合物（II）的分析]相同的條件下實施

·以注入量 400 μL/次，實施 30 次。

【0152】 [異丙烯基苯酚的分析及定量]

·定量法：以聯苯為內部標準的內部標準方法

·裝置：島津製作所公司製造的 LC-2010A、沃特世（Waters）公司 5 μm 150 mm×4.6 mmID

·方式：低壓梯度法

·分析溫度：40℃

·溶離液組成：

A 液 乙腈

B 液 85%磷酸：水=1 mL：999 mL 的溶液

於分析時間 0 分鐘時，A 液：B 液=35：65（體積比，以下相同），於分析時間 0 分鐘～5 分鐘時將溶離液組成設為 A 液：B 液=35：65，之後於分析時間 5 分鐘～40 分鐘時逐漸設為 A 液：B 液=90：10。

·流速：0.85 mL/分鐘

·檢測波長：280 nm

【0153】 [黏度平均分子量（Mv）]

關於黏度平均分子量（Mv），將聚碳酸酯樹脂溶解於二氯甲烷（濃度 6.0 g/L），使用烏氏（Ubbelode）黏度管測定 20℃下的比黏度（ηsp），並藉由下述式子算出黏度平均分子量（Mv）。

$$\eta sp/C=[\eta](1+0.28\,\eta sp)$$

$$[\eta]=1.23\times10^{-4}\,Mv^{0.83}$$

【0154】 [參考例]

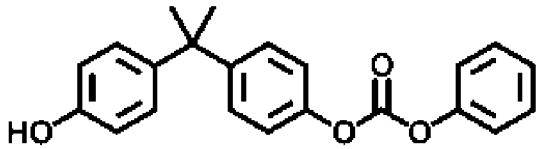
在 PTFE 製造的試管中，量取 10 g 的 BPA、1 g 的碳酸二苯酯、50μL 的 0.1 wt%氫氧化鈉水溶液，蓋上 PTFE 製造的塞子後，使用鋁塊加熱器加溫至 190℃，使其反應 2 小時。2 小時後，對內液進行採樣分析，結果除了苯酚、BPA 及碳酸二苯酯以外，亦檢測出 3 個峰值。3 個峰值分別為 MW348、MW482、MW468，因此可確認到生成了作為 BPA 與碳酸二苯酯縮聚的生成物的(4-(2-(4-羥基苯基)異丙基)苯基)碳酸苯酯（以下稱為「PB1」）、雙(4-(2-(4-羥基苯基)異丙基)苯基)碳酸酯（以下稱為「PB2」）、以及二苯基(丙烷-2,2-二基雙(4,1-伸苯基))雙(碳酸酯)（以下稱為「PB3」）。

【0155】 使用液相層析法分取 PB1、PB2 及 PB3，獲得 1.08 g 的 PB1、0.60 g 的 PB2、0.15 g 的 PB3。

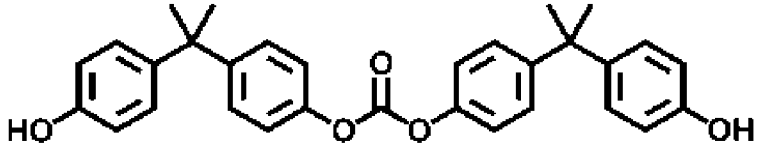
【0156】 PB1、PB2 及 PB3 各自的結構如下所示，相當於化合物

（II）。

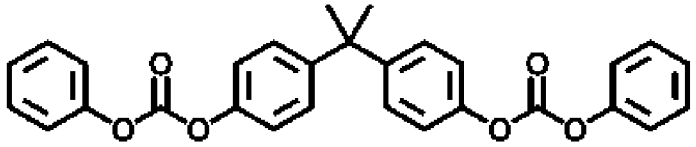
【0157】 [化 18]



（PB1）



（PB2）



（PB3）

【0158】 [實施例 1]

將三菱化學股份有限公司製造的 BPA 與參考例 1 中獲得的 PB1 混合，製作含有 20 wtppm PB1 的含雙酚（I）組成物 a（作為羰基鍵結單元，含雙酚（I）組成物 a 中含有 0.06 μ 莫耳/g）。

【0159】 再者，三菱化學股份有限公司製造的 BPA 在進行了組成分析後，純度（雙酚 A 的含量）為 99.9 wt%（質量%）以上，相當於化合物（II）的化合物在檢測下限以下。

【0160】 在氮氣環境下，向包括攪拌葉片、溫度計、戴氏（Dimroth）冷卻管、餾出管、餾出液接收器、及壓力調整器的夾套式可分離燒瓶中，量取苯酚 40 g、含雙酚（I）組成物 a 150g（0.658 莫耳）、

25 wt%氫氧化鈉水溶液 1.2 g，逐漸升溫至內溫成為 200℃。到達 200℃後，歷時 30 分鐘將壓力逐漸降低至 10 kPa，使苯酚及異丙烯基苯酚餾出。在經過 80 分鐘的時間點，由於觀察不到餾出，因此進行了複壓。餾出液的質量為 135 g，組成分析的結果是，餾出液中包含異丙烯基苯酚 29.6 wt%（135 g×29.6 wt%÷100=40 g）。供於反應的 BPA 基準的異丙烯基苯酚的回收率為 45.4 莫耳%（40 g÷MW134÷0.658 莫耳×100=45.4 莫耳%）。

可分離燒瓶中殘存的蒸發殘留物為均勻的液狀。

【0161】 [實施例 2]

將三菱化學股份有限公司製造的 BPA 與參考例 1 中獲得的 PB1 混合，製作含有 200 wtppm PB1 的含雙酚（I）組成物 b（作為羰基鍵結單元，含雙酚（I）組成物 b 中含有 0.57 μ 莫耳/g）。

【0162】 除了將含雙酚（I）組成物 a 變更為含雙酚（I）組成物 b 以外，實施與實施例 1 相同的操作，獲得 155 g 的餾出液。組成分析的結果是，餾出液中包含異丙烯基苯酚 31.6 wt%（155 g×31.6 wt%÷100=49 g）。供於反應的 BPA 基準的異丙烯基苯酚的回收率為 55.6 莫耳%（49 g÷MW134÷0.658 莫耳×100=55.6 莫耳%）。

可分離燒瓶中殘存的蒸發殘留物為均勻的液狀。

【0163】 [實施例 3]

將三菱化學股份有限公司製造的 BPA、參考例 1 中獲得的 PB1、PB2 混合，製作含有 10 wtppm PB1、500 wtppm PB2 的含雙酚（I）組成物 c（作為羰基鍵結單元，含雙酚（I）組成物 c 中含有 1.07 μ

莫耳/g）。

【0164】 除了將含雙酚（I）組成物 a 變更為含雙酚（I）組成物 c 以外，實施與實施例 1 相同的操作，獲得 156 g 的餾出液。組成分析的結果是，餾出液中包含異丙烯基苯酚 31.4 wt%（156 g×31.4 wt%÷100=49 g）。供於反應的 BPA 基準的異丙烯基苯酚的回收率為 55.6 莫耳%（49 g÷MW134÷0.658 莫耳×100=55.6 莫耳%）。

可分離燒瓶中殘存的蒸發殘留物為均勻的液狀。

【0165】 [實施例 4]

在氮氣環境下，在室溫下向包括戴氏冷卻管、攪拌葉片、溫度計的夾套式可分離燒瓶中放入聚碳酸酯樹脂 200 g（聚碳酸酯樹脂的構成單元（重複單元）為 254 g/莫耳，因此 80 g÷254 g/莫耳=0.787 莫耳）、水 147 g、苯酚 600 g、25 wt%氫氧化鈉水溶液 23.5 g。反應液為漿料狀。

其後，將內溫升溫至 90℃，在維持 90℃的狀態下反應 4 小時，獲得均勻溶液。

向所獲得的反應液中供給 70 wt%硫酸水溶液，直至水相成為 pH7.5，結果產生了二氧化碳的氣體。其後停止攪拌並進行油水分離，自燒瓶中抽出水相，獲得 980 g 的有機相 1。

對於所獲得的有機相 1 的一部分利用高效液相層析法實施組成分析，確認到雙酚 A 的生成。

【0166】 將所獲得的有機相 1 移至包括溫度計、攪拌葉片、餾出管、及壓力調整器的蒸餾裝置中，觀察餾出量的同時，將內溫逐

漸升溫至 130℃，將內壓自常壓逐漸降低至 10 kPa，將水與苯酚餾去，直至餾出率（餾出液÷有機相 1×100）成為 75 wt%。

其後，利用氮氣將燒瓶內複壓，使內溫降溫至 80℃，加入甲苯 800 g 以及水 100 g，獲得有機相 2。將所獲得的有機相 2 降溫至 10℃，獲得漿料。對所獲得的漿料進行過濾，獲得粗濾餅 250 g。

【0167】 將所獲得的粗濾餅再次在氮氣環境下供給至包括戴氏冷卻管、攪拌葉片、溫度計的夾套式可分離燒瓶中，並加入甲苯 1200 g，一面攪拌一面升溫至 80℃使其溶解，獲得有機相 3。

向有機相 3 中供給水 200 g，攪拌 15 分鐘，並對有機相 3 進行清洗。15 分鐘後，停止攪拌，兩相分離成有機相與水相，除去水相，獲得有機相 4。重覆該操作 3 次，獲得有機相 4。

將所獲得的有機相 4 降溫至 10℃，獲得漿料。對所獲得的漿料進行過濾，獲得濾餅 220 g。

將所獲得的濾餅利用旋轉蒸發器加以乾燥，獲得 175 g 的含雙酚（I）組成物 d。對含雙酚（I）組成物 d 實施組成分析，確認到純度為 99.9 wt%以上，含有 40 wtppm PB1、400 wtppm PB2、220 wtppm PB3（作為羰基鍵結單元，含雙酚（I）組成物 d 中含有 1.88 μ 莫耳/g）。

【0168】 除了使用含雙酚（I）組成物 d 代替含雙酚（I）組成物 a 以外，實施與實施例 1 相同的操作，獲得 155 g 的餾出液。組成分析的結果是，餾出液中包含異丙烯基苯酚 31.0 wt%（155 g×31.0 wt%÷100=48 g）。供於反應的 BPA 基準的異丙烯基苯酚的回收率

為 54.4 莫耳%（48 g÷MW134÷0.658 莫耳×100=54.4 莫耳%）。

可分離燒瓶中殘存的蒸發殘留物為均勻的液狀。

【0169】 [實施例 5]

除了將聚碳酸酯樹脂的分解溫度自 90℃變更為 80℃以外，實施與實施例 4 相同的操作，獲得純度為 99.9 wt%以上，含有 5 wtppm PB1、4210 wtppm PB2、340 wtppm PB3 的含雙酚（I）組成物 e（作為羰基鍵結單元，含雙酚（I）組成物 e 中含有 10.20 μ 莫耳/g）。

【0170】 除了使用含雙酚（I）組成物 e 代替含雙酚（I）組成物 a 以外，實施與實施例 1 相同的操作，獲得 158 g 的餾出液。組成分析的結果是，餾出液中包含異丙烯基苯酚 31.6 wt%（158 g×31.6 wt%÷100=50 g）。供於反應的 BPA 基準的異丙烯基苯酚的回收率為 56.7 莫耳%（50 g÷MW134÷0.658 莫耳×100=56.7 莫耳%）。

【0171】 [實施例 6]

除了將聚碳酸酯樹脂的分解溫度自 90℃變更為 70℃、將 25 wt%氫氧化鈉水溶液的供給量自 23.5 g 變更為 10.0 g 以外，實施與實施例 4 相同的操作，獲得純度為 98.9 wt%、含有 700 wtppm PB1、9500 wtppm PB2、1220 wtppm PB3 的含雙酚（I）組成物 f（作為羰基鍵結單元，含雙酚（I）組成物 f 中含有 26.93 μ 莫耳/g）。

【0172】 除了將含雙酚（I）組成物 a 變更為含雙酚（I）組成物 f 以外，實施與實施例 1 相同的操作，獲得 160 g 的餾出液。組成分析的結果是，餾出液中包含異丙烯基苯酚 32.5 wt%（160 g×32.5 wt%÷100=52 g）。供於反應的 BPA 基準的異丙烯基苯酚的回收率

為 59.0 莫耳%（52 g÷MW134÷0.658 莫耳×100=59.0 莫耳%）。

可分離燒瓶中殘存的蒸發殘留物有固體析出，抽出困難。

【0173】 [比較例 1]

除了將含雙酚（I）組成物 a 變更為三菱化學公司製造的 BPA 以外，實施與實施例 1 相同的操作，獲得 120 g 的餾出液。組成分析的結果是，餾出液中包含異丙烯基苯酚 20.8 wt%（120 g×20.8 wt%÷100=25 g）。供於反應的 BPA 基準的異丙烯基苯酚的回收率為 28.4 莫耳%（25 g÷MW134÷0.658 莫耳×100=28.4 莫耳%）。

可分離燒瓶中殘存的蒸發殘留物為均勻的液狀。

【0174】 表 1 中總結了實施例 1～實施例 6、及比較例 1 的結果。

如自表 1 中領會般，可知藉由以含有特定量的相當於化合物（II）的化合物的含雙酚（I）組成物為原料，異丙烯基苯酚的回收率得到改善。但是，若過剩地含有，則會在餾去異丙烯基苯酚後的蒸發殘留物中析出固體，抽出變得困難，作業性處於降低的傾向。

【0175】 [表 1]

	含雙酚（I）組成物中的羰基鍵結單元 μ莫耳/g	IPP 回收率 莫耳%	蒸發殘留物的性狀
實施例 1	0.06	45.4	均勻
實施例 2	0.57	55.6	均勻
實施例 3	1.07	55.6	均勻
實施例 4	1.88	54.4	均勻
實施例 5	10.20	56.7	均勻
實施例 6	26.93	59.0	固體析出
比較例 1	0.00	28.4	均勻

【0176】 [實施例 7]

在氮氣流化過程中，向包括戴氏冷卻管、攪拌葉片、溫度計的夾套式可分離燒瓶供給在實施例 5 中獲得的餾出液 158 g（含有異丙烯基苯酚 50 g）、以及甲苯 50 g，一面攪拌一面加溫至 40℃。向其中加入 10 wt%的硫酸水溶液 10 g，使其反應 30 分鐘。實施反應液的組成分析，確認到生成了雙酚 A。

【0177】 向反應液中加入甲苯 200 g、水 100 g，一面攪拌一面升溫至 75℃。確認到達 75℃後，靜置而進行油水分離，並除去水相。其後逐漸冷卻至 10℃，獲得漿料液。使用減壓過濾器對所獲得的漿料液進行過濾，獲得 BPA 的粗濾餅 50 g。

【0178】 在氮氣流化過程中，向包括戴氏冷卻管、攪拌葉片、溫度計的夾套式可分離燒瓶中供給所獲得的 BPA 的濾餅 50 g、甲苯 250 g、5 wt%碳酸氫鈉水溶液 100 g，一面攪拌一面升溫至 80℃。確認到達 80℃後，靜置而進行油水分離，並除去水相。向除去水相後的有機相中供給 100 g 的水，攪拌 20 分鐘。其後，靜置而進行油水分離，並除去水相。重覆實施 2 次該操作。其後，逐漸冷卻至 10℃，獲得漿料液。使用減壓過濾器對所獲得的漿料液進行過濾，獲得 BPA 的精濾餅 45 g。

將所獲得的精濾餅利用旋轉蒸發器加以乾燥，獲得 35 g 的雙酚 A。

【0179】 對所獲得的雙酚 A 進行組成分析，結果純度為 99.9 wt%

以上，相當於化合物（II）的化合物在檢測下限以下。

【0180】 [實施例 8]

在包括攪拌機及留出管的內容量為 45 mL 的玻璃製反應槽中，放入在實施例 7 中獲得的雙酚 A 10.00 g（0.04 莫耳）、碳酸二苯酯 9.95 g（0.05 莫耳）、及 400 質量 ppm 的碳酸銫水溶液 18 μL。將該玻璃製反應槽減壓至約 100 Pa，繼而，重覆 3 次利用氮氣複壓至大氣壓的操作，將反應槽的內部置換為氮氣。其後，將該反應槽浸漬於 220℃的油浴中，溶解內容物。

【0181】 將攪拌機的轉數設為每分鐘 100 轉，一面餾去反應槽內的藉由雙酚 A 與碳酸二苯酯的寡聚化反應而副產生的苯酚，一面歷時 40 分鐘將反應槽內的壓力以絕對壓力計自 101.3 kPa 減壓至 13.3 kPa。

繼而，將反應槽內的壓力保持為 13.3 kPa，一面進一步餾去苯酚，一面進行 80 分鐘酯交換反應。

其後，將反應槽外部溫度升溫至 290℃，並且歷時 40 分鐘將反應槽內壓力以絕對壓力計自 13.3 kPa 減壓至 399 Pa，將餾出的苯酚除去至體系外。

【0182】 其後，將反應槽的絕對壓力減壓至 30 Pa，進行縮聚反應。於反應槽的攪拌機成為預先設定的規定的攪拌動力時，結束縮聚反應。自升溫至 290℃起至聚合結束為止的時間為 120 分鐘。

【0183】 其次，藉由氮氣將反應槽複壓至以絕對壓力計為 101.3 kPa 後，以表壓計升壓至 0.2 MPa，自反應槽抽出聚碳酸酯樹脂，

獲得聚碳酸酯樹脂。所獲得的聚碳酸酯樹脂的黏度平均分子量(Mv)為 26300。

【符號說明】

【0184】

無

【發明申請專利範圍】

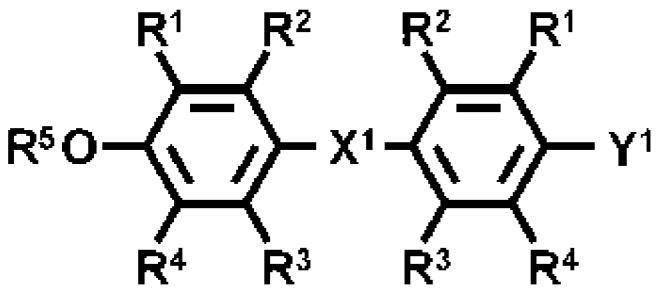
【請求項1】 一種含雙酚（I）組成物，包含：雙酚（I），包含雙酚 A；以及化合物（II），具有雙酚的至少一個羥基經碳酸酯基或胺甲醯氧基取代的結構，

所述含雙酚（I）組成物中的所述雙酚（I）的含量為 90 質量%以上，

相對於所述含雙酚(I)組成物的質量而言的所述化合物(II)所具有的羰基鍵的莫耳數的合計為 0.05 μ 莫耳/g 以上。

【請求項2】 如請求項 1 所述的含雙酚（I）組成物，其中，相對於所述含雙酚（I）組成物的質量而言的所述化合物（II）所具有的羰基鍵的莫耳數的合計為 50 μ 莫耳/g 以下。

【請求項3】 如請求項 1 或 2 所述的含雙酚（I）組成物，其中，所述化合物（II）為下述式（2）及/或下述式（3）所表示的化合物，



（2）

式（2）中，

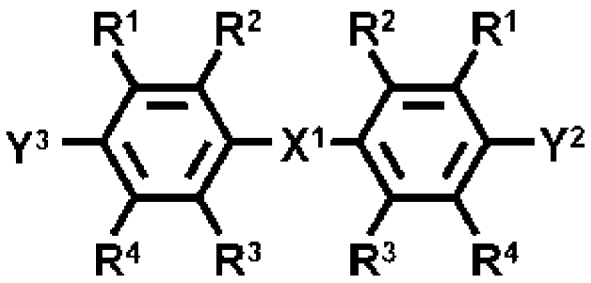
R^1～R^4 分別獨立地為氫原子、鹵素原子、烷基、芳基或烷氧

基，

X^1 為*-$CR^{10}R^{11}$-*、亞環烷基、亞茀基、亞呫噸基或亞噻噸基，其中*表示與苯環的鍵結位置，R^{10}、R^{11} 分別獨立地為氫原子、鹵素原子、烷基、芳基或烷氧基，

R^5 為氫原子、烷基或芳基，

Y^1 為碳酸酯基或胺甲醯氧基，



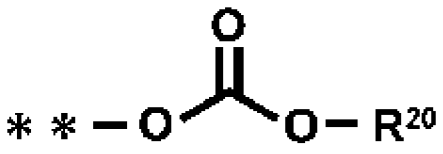
（3）

式（3）中，

R^1～R^4、X^1 與所述式（2）中的 R^1～R^4、X^1 為相同含義，

Y^2、Y^3 分別獨立地為碳酸酯基或胺甲醯氧基。

【請求項4】 如請求項 3 所述的含雙酚（I）組成物，其中，所述碳酸酯基是由下述式（G1）或下述式（G2）表示的基，

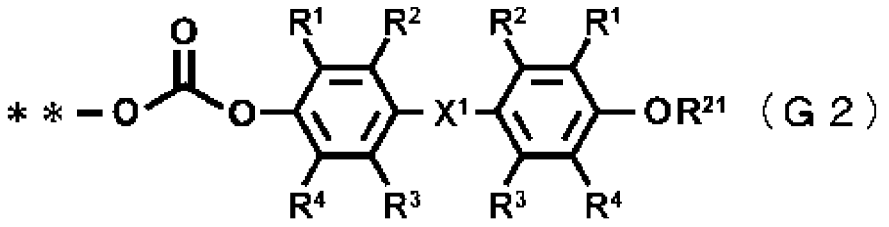


（G1）

式（G1）中，

**表示與雙酚骨架的苯環的鍵結位置，

R^{20}為氫原子、烷基或芳基，



（G2）

式（G2）中，

**表示與雙酚骨架的苯環的鍵結位置，

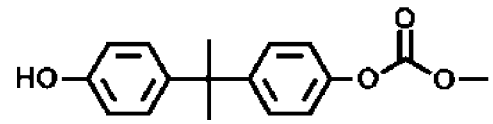
R^1～R^4分別獨立地為氫原子、鹵素原子、烷基、芳基或烷氧基，

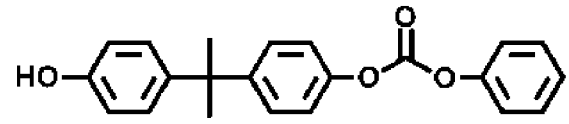
X^1為*-$CR^{10}R^{11}$-*、亞環烷基、亞茀基、亞呫噸基或亞噻噸基，其中*表示與苯環的鍵結位置，R^{10}、R^{11}分別獨立地為氫原子、鹵素原子、烷基、芳基或烷氧基，

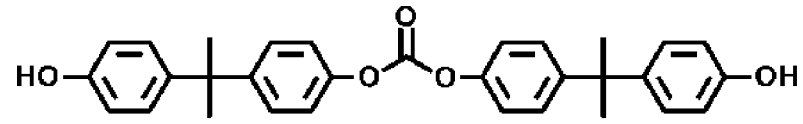
R^{21}為氫原子、烷基或芳基。

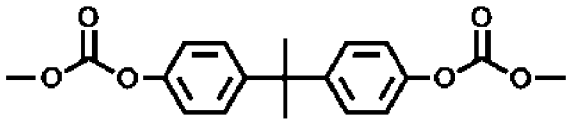
【請求項5】 如請求項1或2所述的含雙酚（I）組成物，其中，所述雙酚（I）中所含的雙酚A的含量為90質量%以上。

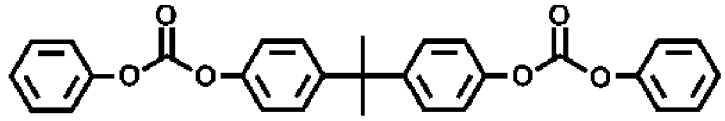
【請求項6】 如請求項1或2所述的含雙酚（I）組成物，其中，所述化合物（II）為選自由下述式（i）～式（v）所組成的群組中的一個以上，


(i)


(ii)


(iii)


(iv)


(v)

。

【請求項7】 一種含雙酚（I）組成物的製造方法，是製造如請求項 1 或 2 所述的含雙酚（I）組成物的方法，且具有：

在製造雙酚 A 時副產生所述化合物(II)的雙酚 A 製造步驟。

【請求項8】 如請求項 7 所述的含雙酚（I）組成物的製造方法，其中，所述雙酚 A 製造步驟具有如下步驟：將聚碳酸酯樹脂分解以生成雙酚 A，同時副產生所述化合物（II），而獲得包含雙酚 A、以及所述化合物（II）的含雙酚（I）組成物。

【請求項9】 一種含雙酚（I）組成物的製造方法，是製造如請求項 1 或 2 所述的含雙酚（I）組成物的方法，且具有：

將所述化合物(II)添加至包含雙酚 A 的雙酚(I)中的步驟。

【請求項10】　一種雙酚 A 的製造方法，具有：

鹼分解步驟，將如請求項 1 或 2 所述的含雙酚（I）組成物在鹼性觸媒下分解，獲得包含異丙烯基苯酚以及苯酚的分解液；

蒸餾步驟，將所述分解液蒸餾餾去，獲得包含異丙烯基苯酚以及苯酚的餾出液；以及

再化合反應步驟，藉由使所獲得的所述餾出液與酸性觸媒接觸，使異丙烯基苯酚與苯酚再化合而生成雙酚 A，從而獲得包含雙酚 A 的溶液。

【請求項11】　如請求項 10 所述的雙酚 A 的製造方法，具有如下步驟：向包括雙酚 A 合成單元、濃縮單元、分離單元、雙酚 A 精製單元、第一循環單元、母液精製單元、以及第二循環單元的雙酚 A 製造工廠的所述雙酚 A 合成單元及/或所述濃縮單元供給藉由所述再化合反應步驟而獲得的所述包含雙酚 A 的溶液，

所述雙酚 A 合成單元使丙酮與苯酚在酸性觸媒的存在下脫水縮合，獲得包含雙酚 A 的反應液 c1；

所述濃縮單元自所述反應液 c1 餾去未反應的丙酮以及水而獲得濃縮液 c2；

所述分離單元使所述濃縮液 c2 晶析而獲得漿料液，對所述漿料液進行固液分離，將其分離為母液 c3、以及包含雙酚 A 與苯酚的加成物結晶的濾餅；

所述雙酚 A 精製單元對所述濾餅進行精製而獲得雙酚 A；

所述第一循環單元使所述母液 c3 的一部分循環並供給至所述雙酚 A 合成單元及/或所述濃縮單元；

所述母液精製單元在分解所述母液 c3 中所含的雙酚 A 的同時或分解後，進行蒸餾，獲得包含異丙烯基苯酚以及苯酚的餾出液 c4，使所獲得的餾出液 c4 與酸性觸媒接觸，獲得包含雙酚 A 的反應液 c5；

所述第二循環單元將所述反應液 c5 供給至所述雙酚 A 合成單元及/或所述濃縮單元。

【請求項12】　如請求項 10 所述的雙酚 A 的製造方法，其中，向包括雙酚 A 合成單元、濃縮單元、分離單元、雙酚 A 精製單元、第一循環單元、母液精製單元、以及第二循環單元的雙酚 A 製造工廠的所述母液精製單元供給所述含雙酚（I）組成物，並利用所述母液精製單元進行所述鹼分解步驟、所述蒸餾步驟、以及所述再化合反應步驟，

所述雙酚 A 合成單元使丙酮與苯酚在酸性觸媒的存在下脫水縮合，獲得包含雙酚 A 的反應液 c1；

所述濃縮單元自所述反應液 c1 餾去未反應的丙酮以及水而獲得濃縮液 c2；

所述分離單元使所述濃縮液 c2 晶析而獲得漿料液，對所述漿料液進行固液分離，將其分離為母液 c3、以及包含雙酚 A 與苯酚的加成物結晶的濾餅；

所述雙酚 A 精製單元對所述濾餅進行精製而獲得雙酚 A；

所述第一循環單元使所述母液 c3 的一部分循環並供給至所述雙酚 A 合成單元及/或所述濃縮單元；

所述母液精製單元在分解所述母液 c3 中所含的雙酚 A 的同時或分解後，進行蒸餾，獲得包含異丙烯基苯酚以及苯酚的餾出液 c4，使所獲得的餾出液 c4 與酸性觸媒接觸，獲得包含雙酚 A 的反應液 c5；

所述第二循環單元將所述反應液 c5 供給至所述雙酚 A 合成單元及/或所述濃縮單元。

【請求項13】　如請求項 10 所述的雙酚 A 的製造方法，其中，向包括雙酚 A 合成單元、濃縮單元、分離單元、雙酚 A 精製單元、第一循環單元、母液精製單元、以及第二循環單元的雙酚 A 製造工廠的所述母液精製單元供給在所述蒸餾步驟中獲得的所述餾出液，並利用所述母液精製單元進行所述再化合反應步驟，

所述雙酚 A 合成單元使丙酮與苯酚在酸性觸媒的存在下脫水縮合，獲得包含雙酚 A 的反應液 c1；

所述濃縮單元自所述反應液 c1 餾去未反應的丙酮以及水而獲得濃縮液 c2；

所述分離單元使所述濃縮液 c2 晶析而獲得漿料液，對所述漿料液進行固液分離，將其分離為母液 c3、以及包含雙酚 A 與苯酚的加成物結晶的濾餅；

所述雙酚 A 精製單元對所述濾餅進行精製而獲得雙酚 A；

所述第一循環單元使所述母液 c3 的一部分循環並供給至所

述雙酚 A 合成單元及/或所述濃縮單元；

所述母液精製單元在分解所述母液 c3 中所含的雙酚 A 的同時或分解後，進行蒸餾，獲得包含異丙烯基苯酚以及苯酚的餾出液 c4，使所獲得的餾出液 c4 與酸性觸媒接觸，獲得包含雙酚 A 的反應液 c5；

所述第二循環單元將所述反應液 c5 供給至所述雙酚 A 合成單元及/或所述濃縮單元。

【請求項14】　一種聚碳酸酯樹脂的製造方法，具有：

第一步驟，藉由如請求項 10 所述的雙酚 A 的製造方法來獲得雙酚 A；以及

第二步驟，使在所述第一步驟中獲得的雙酚 A 聚合來獲得聚碳酸酯樹脂。

【請求項15】　如請求項 14 所述的聚碳酸酯樹脂的製造方法，其中，所述聚碳酸酯樹脂的黏度平均分子量為 15000 以上且 35000 以下。

32A裝置二次（21）
32A合成單元
反應液c1
濃縮單元
濃縮液c2
分離單元
濃縮（32A-2）
32A第一單元
32A第二單元
第一個濃縮單元
第二個濃縮單元
步液c3
32A/2"
含有化合物A的溶液
含有反應產物的溶液
濃縮液
32A/2"
蒸餾分離
分離液
32A/2"
途分離
分離方法
含有化合物（I）的組成物
分離方法，蒸餾分離，途分離

7（圖2）

B2A製造工廠（32）
B2A合成單元
反應液c1
濃縮單元
濃縮液c2
分離單元
母液c3
B2A/2"
濃縮
B2A/2"
B2A精製單元
合格品
第一合成單元
第一濃縮單元
第二合成單元
除分解精製單元
母液精製單元
含全氫型A分溶液
第二合成原方線
第一合成原方線
溶劑液
B2/2"
分離液
B2/2"
精製方線
除分解方線
除分解方線、精製方線
含全氫型（）結束物

7（32）