



Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 20.02.75 (P. 178193)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 11.09.76

Opis patentowy opublikowano: 31.03.1978

MKP C07c 37/22

Int. Cl.² C07C 37/22

CZYTELNIA

Urzędu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Twórcy wynalazku: Maciej Kiedik, Edward Grzywa, Józef Kołt, Dieter Gornig

Uprawniony z patentu: Instytut Ciężkiej Syntezy Organicznej,
„Blachownia”, Kędzierzyn (Polska)

Sposób oczyszczania bisfenolu

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób oczyszczania bisfenolu przez rekrytalizację z rozpuszczalników.

W procesie wytwarzania bisfenolu przez kondensację fenolu z acetonem otrzymuje się addukt bisfenolu z fenolem, który po operacjach oczyszczających, takich jak na przykład rekrytalizacja z fenolu poddaje się destylacji pod próżnią celem odpędzenia fenolu. Otrzymany w ten sposób bisfenol zawiera od 3—5% fenolu i z tego powodu nie nadaje się do bezpośredniego stosowania do produkcji żywic epoksydowych, poliwęglanów itd.

Zawartość fenolu do poziomu około 0,5% można obniżyć przez destylację próżniową produktu z użyciem żywej pary wodnej, względnie przez wprowadzenie do układu rozpuszczalnika o temperaturze wrzenia niższej od temperatury wrzenia fenolu, na przykład chlorobenzenu, jak w opisie patentowym PRL nr 50850.

Według innej znanej metody bisfenol o niskiej zawartości fenolu otrzymuje się przez destylację pod wysoką próżnią rzędu 1 mm Hg z zastosowaniem wyparki filmowej.

Stosowane są również metody rekrytalizacji bisfenolu z rozpuszczalników organicznych takich jak benzen, chlorobenzen i inne.

Metody powyższe posiadają jednak szereg niedogodności. I tak przez destylację z żywą parą wodną nie można uzyskać produktu o wymaganej jakości zawierającego poniżej 0,1% fenolu a ponadto przetrzymywanie bisfenolu w temperaturze około 200 °C

2

wpływa niekorzystnie na barwę produktu końcowego. Poza tym destylacja bisfenolu pod wysoką próżnią rzędu 1 mm Hg jest operacją trudną ze względów technicznych. Krystalizacja znanymi sposobami z rozpuszczalników organicznych wymaga operowania dużymi ilościami rozpuszczalników, co wiąże się ze stratami oraz dużymi nakładami na regenerację rozpuszczalników.

W trakcie badań nad oczyszczaniem bisfenolu stwierdzono, że dobre efekty oczyszczania można osiągnąć prowadząc rekrytalizację bisfenolu, otrzymanego po oddestylowaniu fenolu pod próżnią rzędu 40 mm Hg zawierającego 3—5% fenolu, z odpowiednio dobranego układu rozpuszczalników.

Istota wynalazku polega na rekrytalizacji bisfenolu surowego z rozpuszczalnika dwuskładnikowego metanol-woda lub trójskładnikowego metanol-woda-rozpuszczalnik organiczny. Bisfenol surowy rozpuszcza się w metanolu w stosunku jak 1:0,3—2,0 a następnie rozcieńcza wodą w ilości 0,5—6 części wagowych wody na 1 część wagową metanolu.

Układ trójskładnikowy zawiera obok metanolu i wody rozpuszczalnik organiczny, na przykład chlorobenzen lub aceton, w ilości do 5% wagowych w odniesieniu do roztworu metanol-woda. Okazało się bowiem, że dodatek chlorobenzenu lub acetonu wpływa na poprawę barwy produktu końcowego.

Przykład I. Do kolby trójszyjnej zaopatrzonej w chłodnicę zwrotną, mieszađło oraz termometr wprowadza się 100 g bisfenolu surowego zawiera-

jącego 3% fenolu o barwie w skali Hazena (30% roztwór metanolowy) — 500° oraz metanol w ilości 30 g i całość ogrzewa się do 60 °C pod chłodnicą zwrotną. Do tak sporządzonego roztworu wprowadza się 15 g wody destylowanej przy intensywnym mieszaniu. Po schłodzeniu do 25 °C tworzy się emulsja, która następnie przechodzi w osad.

Osad odwirowuje się, przemywa wodą destylowaną i suszy w 90 °C. Otrzymuje się w ten sposób 65 g bisfenolu o zawartości 0,15% fenolu i barwie (30% roztwór metanolowy) 200° w skali Hazena.

Przykład II. Do opisanego w przykładzie I układu wprowadza się 100 g bisfenolu surowego o zawartości 5% fenolu oraz barwie w skali Hazena (30% roztwór metanolowy) 400°. Następnie wprowadza się 100 g metanolu i ogrzewa całość do 40 °C. Po całkowitym rozpuszczeniu bisfenolu w metanolu dodaje się przy intensywnym mieszaniu 600 g wody destylowanej. Wytrącony osad po odwirowaniu i przemyciu suszy się w 100 °C. Otrzymuje się 98 g bisfenolu o zawartości 0,02% fenolu o barwie 100 w skali Hazena (30% roztwór metanolowy).

Przykład III. Do opisanego w poprzednich przykładach układu wprowadza się 100 g bisfenolu o zawartości 4% fenolu i barwie 300° w skali Hazena (30% roztwór metanolowy) i 200 g metanolu. Po rozpuszczeniu bisfenolu dodaje się 600 ml wody destylowanej przy intensywnym mieszaniu. Wytrącony osad po odwirowaniu i przemyciu wodą destylowaną suszy się w 95 °C. Otrzymuje się w ten sposób 80 g bisfenolu o zawartości 0,01% fenolu i barwie 50° w skali Hazena (30% roztwór metanolowy).

Przykład IV. Do znanego układu wprowadza się 100 g bisfenolu o zawartości 2,5% fenolu i barwie (30% roztworu metanolowego) w skali Hazena 400°, 70 g metanolu oraz 5 g chlorobenzenu. Po rozpuszczeniu bisfenolu dodaje się 180 g wody destylowanej. Wydzielony po odwirowaniu i przemyciu

wodą osad suszy się w 100 °C. Otrzymano w ten sposób 70 g bisfenolu o zawartości 0,09% fenolu i barwie (30% roztworu metanolowego) w skali Hazena 20°.

Przykład V. Do opisanego uprzednio układu wprowadza się 100 g bisfenolu (fenol 3%, barwa 500°), 60 g metanolu i 1 g acetonu.

Po całkowitym rozpuszczeniu dodaje się 200 g wody destylowanej. Wytrącony osad po odwirowaniu, przemyciu wodą suszy się w 100 °C. Otrzymuje się w ten sposób 80 g bisfenolu o zawartości 0,1% fenolu i barwie (30% roztworu metanolowego) w skali Hazena 50°.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób oczyszczania bisfenolu na drodze rekryształizacji z rozpuszczalników, **znamienny tym**, że rekryształizację prowadzi się z rozpuszczalnika dwuskładnikowego metanol—woda przez rozpuszczenie bisfenolu surowego w metanolu przy zachowaniu stosunku wagowego bisfenolu do metanolu jak 1:0,3—2,0 i następne rozcieńczenie mieszaniny bisfenol-metanol wodą w ilości 0,5 do 6 części wagowych wody na 1 część wagową metanolu.

2. Sposób oczyszczania bisfenolu na drodze rekryształizacji z rozpuszczalników, **znamienny tym**, że rekryształizację prowadzi się z rozpuszczalnika trójskładnikowego przez rozpuszczenie bisfenolu surowego w mieszaninie zawierającej obok metanolu do 5% wagowych innego rozpuszczalnika organicznego takiego jak chlorobenzen lub aceton, przy zachowaniu stosunku wagowego bisfenolu do mieszaniny metanol-rozpuszczalnik organiczny jak 1:0,3—2,0 i następne rozcieńczenie mieszaniny bisfenol-rozpuszczalnik wodą w ilości 0,5—6 części wagowych na jedną część wagową sumarycznego udziału metanolu i rozpuszczalnika organicznego.