



Patent dodatkowy
do patentu nr 50 854

Zgłoszono: 16.IX.1964 (P 105 776)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 8.II.1967

Kl. 12 q, 16

MKP C 07 c 37/20

UKD

Urzedu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Współtwórcy wynalazku: mgr inż. Marian Słoń, mgr Romana Wanicka

Właściciel patentu: Instytut Tworzyw Sztucznych, Warszawa (Polska)

Sposób wytwarzania bisfenoli

1

W patencie nr 50854 opisany jest sposób wytwarzania bisfenoli przez kondensację fenoli ze związkami karbonyłowymi w strumieniu suchego gazowego chlorowodoru w obecności małych ilości katalizatorów typu Friedel-Crafts'a lub ich kompleksów eterowych lub alkoholowych.

Stwierdzono, że bardzo dobre wyniki, zwłaszcza ze względu na polepszenie wydajności i skrócenie czasu trwania reakcji uzyskuje się, o ile jako katalizator stosuje się BF_3 w postaci kompleksu fenolowego lub inne fluorki metali, występujące w katalizatorach typu Friedel-Crafts'a, jak AlF_3 , ZnF_2 , SnF_4 , SbF_3 , SbF_5 .

Przykład I. Do kolby trójszyjnej zaopatrzonej w mieszadło, termometr i chłodnicę zwrotną wprowadza się 58 g acetonu, 372 g fenolu i 51 g BF_3 w postaci kompleksu fenolowego, uruchamia mieszadło, podłącza dopływ chlorowodoru i ogrzewa do temperatury 40°C . Po upływie $1\frac{1}{2}$ godziny pojawia się w kolbie zmętnienie i następuje obfita krystalizacja.

Nasykanie chlorowodorem prowadzi się jeszcze w ciągu 2-ch godzin w ilości około 6 g HCl /godz. Po zakończeniu kondensacji do mieszaniny poreakcyjnej dodaje się roztworu 10% NaOH , aż mieszanina osiągnie wartość $\text{pH} = 6$. Następnie mieszaninę schładza się do temperatury pokojowej, wydzieloną masę krystaliczną stanowiącą surowy produkt przemywa się trójchloroetylenem, dokładnie odsącza, przenosi do kolby destylacyjnej

2

i poddaje destylacji próżniowej przy 20 mm Hg i temperaturze w kolbie $170\text{--}180^\circ\text{C}$. Po oddestylowaniu fenolu otrzymuje się jako pozostałość p-p'-dwyhydroksydwufenylopropan o temperaturze topnienia 157°C z wydajnością 88%.

Przykład II. Do kolby trójszyjnej, zaopatrzonej w mieszadło, termometr i chłodnicę zwrotną wprowadza się 58 g acetonu, 470 g fenolu i 1,5 g SbF_5 , uruchamia mieszadło, podłącza dopływ chlorowodoru i ogrzewa do temperatury $40\text{--}45^\circ\text{C}$. Nasykanie prowadzi się w ciągu $3\frac{1}{2}$ godziny w ilości 5—6 g HCl na godzinę. Po zakończeniu kondensacji masę poreakcyjną rozpuszcza się w 200 g toluenu i przemywa kilkoma porcjami gorącej wody do zaniku reakcji kwaśnej.

Następnie roztwór surowego bisfenolu poddaje się destylacji próżniowej przy 20 mm Hg w temperaturze do 170°C . Po oddestylowaniu toluenu i fenolu, otrzymany jako pozostałość surowy produkt oczyszcza się jedną ze znanych metod, np. przez krystalizację z użyciem 150 g chlorobenzenu. Otrzymuje się czysty p-p'-dwyhydroksydwufenylopropan o temperaturze topnienia 157°C z wydajnością 88%.

25

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania bisfenoli przez kondensację fenoli ze związkami karbonyłowymi w środowi-

30

sku chlorowodoru w obecności katalizatorów typu Friedel-Crafts'a według patentu nr 50854, **znamienny tym**, że reakcję prowadzi się w strumieniu przepływającego suchego chlorowodoru w obec-

ności małych ilości BF_3 w postaci kompleksu fenolowego lub innych fluorków metali, występujących w katalizatorach typu Friedel-Crafts'a, jak AlF_3 , ZnF_2 , SnF_4 , SbF_3 , SbF_5 .