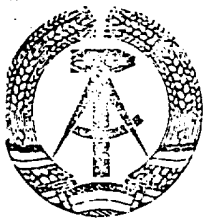


(19) DEUTSCHE DEMOKRATISCHE REPUBLIK

PATENTSCHRIFT



Ausschliessungspatent

ISSN 0433-6461

(11) 0153 680

Erteilt gemä § 5 Absatz 1 des Aenderungsgesetzes
zum Patentgesetz

Int.Cl.³

3(51) C 07 C 39/16

AMT FUER ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veroeffentlicht

(21) AP C 07 C/ 224 760

(22) 27.10.80

(44) 27.01.82

- (71) INSTYTUT CIEZKIEJ SYNTEZY ORGANICZNEJ "BLACHOWNIA";PL;
(72) KIEDIK, MACIEJ,DR. ING. CHEM.;KOLT, JOZEF,DIPL.-ING. CHEM.;KOZIAK, RYSZARD;BEK, TEODORF;PL;
ZAJAC, EUGENIUSZ,DIPL.-ING., CHEM.;PL;
(73) INSTYTUT CIEZKIEJ SYNTEZY ORGANICZNEJ "BLACHOWNIA";PL;
(74) INTERNATIONALES PATENTBUERO BERLIN, 1020 BERLIN, WALLSTR. 23/24

(54) HERSTELLUNGSMETHODE VON BISPHENOL A

(57)Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Bisphenol A durch Reaktion von Phenol mit p-Isopropenylphenol und/oder o-Isopropenylphenol und/oder Isopropenylphenol-Dimeren.Ziel der Erfindung ist es, die Geschwindigkeit des Reaktionsablaufes zu steigern und die Ausbeute zuerhoehen. Erfindungsgemä erfolgt die Umsetzung bei einem Wassergehalt von 0,2 bis 20 Gew.-% und einer Temperatur von 60 bis 95 °C.

224 760

-1-

Berlin, 10. 3. 1981

AP C 07 C / 224 760

58 273 11

Verfahren zur Herstellung von Bisphenol A

Anwendungsgebiet der Erfindung

Der Gegenstand der Erfindung ist die Herstellungsmethode von Bisphenol A / 2,2'-Di/4-Oxyphenyl/Propan/ durch Reaktion von Phenol mit p-Isopropenylphenol, o-Isopropenylphenol und mit ihren Dimeren, in Anwesenheit eines Kationenaustauschers vom Typ eines sulfonierten Mischpolymerisates von Styrol mit Divinylbenzen als Katalysator.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Es sind Verfahren zur Herstellung von Bisphenol A bekannt durch Kondensation von Azeton und Phenol und in Anwesenheit von sauren Katalysatoren. Dabei entstehen außer dem Hauptprodukt auch Nebenprodukte, welche Isomere von 2,2'-Di/4-Oxyphenyl/Propan, andere Nebenprodukte, vom Teer stammende Substanzen, sowie bestimmte Bisphenol A-Mengen enthalten.

Diese Nebenprodukte können aufgearbeitet werden durch thermische unter Zugabe von Basen katalysierte Zersetzung gemäß der SU-PS 303 314 oder unter Zugabe von Natriumhypophosphit gemäß der PL-PS 103 054. Dabei werden Fraktionen erhalten, deren Hauptbestandteile Phenol, Isopropenylphenol und ihre Dimeren sind. Es ist bekannt, aus diesen Fraktionen Bisphenol A nach Zusatz von Phenol durch Kontakt mit sauren Katalysatoren, z. B. mit den stark sauren Charakter aufweisenden Austauschharzen zu gewinnen.

224 760

10. 3. 1981

AP C 07 C / 224 760

58 273 11

- 2 -

Diese Methode ist auch aus der SU-PS 303 314 bekannt.

Die bekannten Reaktionsverläufe von Phenol mit p-Iso-propenylphenol und/oder mit o-Isopropenylphenol und/oder mit ihren Dimeren in Anwesenheit von den Kationenaustauschern sehen ein wasserfreies Reaktionsmedium vor.

Die Reaktion verläuft unter diesen Bedingungen langsam.

Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist die Bereitstellung eines verbesserten Verfahrens zur Herstellung von Bisphenol A aus Phenol und p-Isopropenylphenol und/oder o-Isopropenylphenol, bei dem die Reaktion schnell abläuft und mit dem gute Ausbeuten erzielt werden.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, günstige Reaktionsbedingungen aufzufinden.

Erfindungsgemäß wird Bisphenol A aus Phenol und aus p-Isopropenylphenol und/oder aus o-Isopropenylphenol und/oder deren Dimeren in Anwesenheit eines Kationenaustauschers vom Typ eines sulfonierten Mischpolymerisates von Styrol mit Divinylbenzen in der Weise hergestellt, daß bei einem Wassergehalt von 0,2 bis 20 Gew.-% gearbeitet wird.

Unter den erfindungsgemäßen Reaktionsbedingungen wird die Geschwindigkeit der Diffusion der Reaktionsprodukte aus der Kornfläche des Katalysators in die Lösung erhöht,

22A 760

10. 3. 1981

AP C 07 C / 22A 760

58 273 11

- 3 -

bei der Annahme, daß die Umsetzung im Diffusionsgebiet verläuft. Zweckmäßigerweise wird bei einer Temperatur von 60 bis 95 °C gearbeitet.

Der Einfluß der Zugabe von Wasser auf die Geschwindigkeit des Herstellungsverfahrens von Bisphenol A aus Phenol, p-Isopropenylphenol und seines Dimeren stellt die Zeichnung dar: Die Abszissenachse zeigt den Wassergehalt in Gew.-%, und die Ordinatenachse die Bisphenol A-Konzentration in der Reaktionsmischung.

Bei Anwendung des erfindungsgemäßen Verfahrens wird die Geschwindigkeit der Reaktion zwischen Phenol und p-Isopropenylphenol und/oder o-Isopropenylphenol und/oder Isopropenylphenol-Dimeren gesteigert und die Ausbeute an Bisphenol A pro Volumeneinheit des Katalysators erhöht.

Ausführungsbeispiel

Die Erfindung wird nachstehend an einigen Ausführungsbeispielen näher erläutert.

Beispiel 1

In einem dreihalsigen erwärmten 250 ml Rundkolben, mit einem Thermometer, mit einem Rückflußkühler und mit einem Magnetrührer ausgestattet, wurden 200 g Mischung von 78,6 Gew.-% Phenol, 17,1 Gew.-% Isopropenylphenol, 3,2 Gew.-% Isopropenylphenol-Dimeren und 1,1 % Bisphenol A gegeben.

Der Magnetrührer wurde eingeschaltet und erwärmt. Als die Reaktionstemperatur von 80 °C erreicht wurde, fügte

224 760

10. 3. 1981

AP C 07 C / 224 760

58 273 11

- 4 -

man 10 g von vorher in 120 °C über 12 Stunden getrockneten Kationenaustauscher Wofatit KPS zu. Dann erwärmte man den Kolben über 1 Stunde in 80 °C. Das Produkt wurde mit der Gaschromatografie-Methode analysiert und der Bisphenol A-Gehalt auf 3,2 Gew.-% bestimmt.

Beispiel 2

In die Reaktionsanlage wie im Beispiel 1 wurden 200 g Mischung mit der Zusammensetzung wie im Beispiel 1, 5 g destilliertes Wasser und 10 g von über 12 Stunden in 120 °C getrockneten Kationenaustauscher Wofatit KPS gegeben. Der Kolben wurde über 1 Stunde bei 80 °C erwärmt. Man gewann ein Produkt, das 32,6 % Bisphenol A enthielt.

Beispiel 3

In die Reaktionsanlage wie im Beispiel 1 wurden 200 g Mischung mit der Zusammensetzung wie im Beispiel 1, 1 g destilliertes Wasser und 10 g von über 12 Stunden in 120 °C getrockneten Kationenaustauscher Wofatit KPS gegeben. Der Kolben wurde über 1 Stunde bei 95 °C erwärmt. Man gewann ein Produkt, das 29,3 % Bisphenol A enthielt.

Beispiel 4

In die Reaktionsanlage wie im Beispiel 1 wurden 200 g Mischung mit der Zusammensetzung wie im Beispiel 1, 30 g destilliertes Wasser und 10 g von wie oben vorbereitetem Kationenaustauscher Wofatit KPS gegeben. Der Kolben wurde über 1 Stunde bei 60 °C erwärmt. Man gewann ein Produkt, das 25,6 % Bisphenol A enthielt.

224 760

10. 3. 1981

AP C 07 C / 224 760

58 273 11

- 5 -

Erfindungsanspruch

1. Verfahren zur Herstellung von Bisphenol A durch Reaktion von Phenol mit p-Isopropenylphenol und/oder o-Isopropenylphenol und/oder Isopropenylphenol-Dimeren bei Anwesenheit eines Kationenaustauschers vom Typ eines sulfonierten Mischpolymerisates von Styrol mit Divinylbenzen, gekennzeichnet dadurch, daß die Umsetzung bei einem Wassergehalt 0,2 bis 20 Gew.-% verläuft.
2. Verfahren gemäß Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß die Umsetzung bei einer Temperatur von 60 bis 95 °C verläuft.

Hierzu / Seite Zeichnung

224 760

