РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ

(19) **RU** (11) **2020 144 084** (13) **A**

(51) МПК
C08G 65/40 (2006.01)
C07C 45/46 (2006.01)
C08G 61/12 (2006.01)
C08G 67/00 (2006.01)

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ЗАЯВКА НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

(21)(22) Заявка: **2020144084, 30.12.2020**

Приоритет(ы):
(22) Дата подачи заявки: **30.12.2020**

(43) Дата публикации заявки: **30.06.2022** Бюл. № **19**

Адрес для переписки:
117997, ГСП-7, Москва, ул. Кржижановского, 16, корп. 3, ООО СИБУР, Юридическая поддержка, Интеллектуальная собственность, Богомоловой М.Н., Богомолова Мария Николаевна

(71) Заявитель(и):
Публичное акционерное общество "СИБУР Холдинг" (RU)

(72) Автор(ы):
Самаров Александр Владимирович (RU),
Поздняков Максим Александрович (RU),
Еремкин Степан Михайлович (RU),
Нагорная Марина (RU),
Домрачева Диана Сергеевна (RU),
Кузнецов Александр Алексеевич (RU)

(54) **Способ получения комплекса 1,3-бис(4-феноксибензоил)бензол - кислота Льюиса и полиэфиркетонкетона на его основе**

(57) Формула изобретения

1. Способ получения комплекса 1,3-бис(4-феноксибензоил)бензол- кислота Льюиса (1,3-ЭККЭ-кислота Льюиса), включающий следующие стадии:

a. смешение дихлорангидрида изофталевой кислоты (ИФХ) и дифенилового эфира (ДФЭ) с апротонным растворителем с получением реакционного раствора;

b. добавление к реакционному раствору кислоты Льюиса в качестве катализатора, где катализатор добавляют при температуре от -30°C до 10°C, с получением реакционной смеси;

c. нагрев реакционной смеси до температуры проведения реакции от 10°C до 40°C;

d. выдерживание реакционной смеси при температуре проведения реакции с получением комплекса 1,3-ЭККЭ-кислота Льюиса.

2. Способ по п.1, где смешение растворителя, ИФХ и ДФЭ осуществляют в любой последовательности при мольном соотношении ДФЭ/ИФХ в диапазоне от 1,0 до 5,0, предпочтительно от 2,0 до 4,0, более предпочтительно от 2,5 до 3,5.

3. Способ по п.1, где в качестве апротонного растворителя используют растворитель, выбранный из группы, содержащей: дихлорметан, дихлорэтан, дихлорбензолы, тетрахлорэтилен, хлороформ, нитробензол, предпочтительно используют орто-дихлорбензол.

4. Способ по п.1, где содержание воды в апротонном растворителе составляет от 1 до 100 мас.ч./млн, предпочтительно от 5 до 50 мас.ч./млн, наиболее предпочтительно от 15 до 25 мас.ч./млн.

5. Способ по п.1, где в качестве катализатора используют кислоту Льюиса, выбранную из группы, содержащей: хлорид алюминия (III), бромид алюминия (III), хлорид сурьмы (V), фторид сурьмы (V), хлорид индия (III), хлорид галлия (III), хлорид бора (III), фторид бора (III), хлорид цинка, хлорид железа (III), хлорид олова (IV), хлорид титана (IV),

RU 2020144084 A

RU 2020144084 A

предпочтительно используют хлорид алюминия (III).

6. Способ по п.1, где кислоту Льюиса используют в таком количестве, чтобы на 1 моль карбонильных групп в системе приходилось от 1,0 до 1,6 моль кислоты Льюиса, предпочтительно от 1,1 до 1,5 моль, наиболее предпочтительно от 1,2 до 1,4 моль.

7. Способ по п.1, где смешение всех компонентов осуществляют при постоянном барботировании объёма реакционной смеси инертным газом.

8. Способ по п.1, где кислоту Льюиса вносят реакционную смесь при температуре от -15°С до 5°С, предпочтительно от -10°С до 5°С.

9. Способ по п.1, где реакционную смесь нагревают до температуры реакции от 20°С до 35°С, наиболее предпочтительно от 25°С до 30°С.

10. Способ по п.1, где скорость нагрева реакционной смеси составляет от 2,5 до 10 град/мин, предпочтительно от 3 до 6 град/мин.

11. Способ по п.1, где скорость перемешивания реакционной смеси составляет от 60 до 500 об/мин.

12. Способ по п.1, где время выдерживания реакционной смеси составляет от 0,5 до 3 ч, предпочтительно от 0,5 до 2 ч.

13. Способ по п.1, где осуществляют определение значения мутности для полученного раствора комплекса 1,3-ЭККЭ-кислота Льюиса.

14. Способ по п.13, где мутность полученного раствора комплекса 1,3-ЭККЭ-кислота Льюиса в апротонном растворителе составляет от 0 до 3 NTU по формазиновому стандарту.

15. Способ получения полиэфиркетонкетона (ПЭКК) включающий:

a. получение комплекса 1,3-ЭККЭ-кислота Льюиса способом по любому из пп. 1-14;

b. смешение дихлорангидрида терефталевой кислоты (ТФХ) и бензоилхлорида (БХ) с полученным на стадии (a) комплексом 1,3-ЭККЭ-кислота Льюиса без дополнительной стадии предварительной очистки и выделения, с получением реакционного раствора;

c. добавление к реакционному раствору кислоты Льюиса в качестве катализатора, где катализатор добавляют при температуре от -30°С до 10°С, с получением реакционной смеси;

d. нагрев реакционной смеси, образованной на стадии (c), до температуры проведения реакции;

e. выдерживание реакционной смеси, образованной на стадии (c), с получением продуктовой смеси, содержащей ПЭКК;

f. выделение твердого ПЭКК путем последовательной отмывки в водном растворе неорганической кислоты;

g. удаление остаточного содержания неорганической кислоты в водном растворе нейтрализующего агента с последующим фильтрованием;

h. очистку полученного твердого ПЭКК путем отмывки с последующим фильтрованием с получением сырого ПЭКК;

i. сушку полученного сырого ПЭКК с получением целевого ПЭКК с характеристической вязкостью раствора в концентрированной H_2SO_4 1,02±0,05 дл/г.

16. Способ получения ПЭКК по п. 15, где стадию a) проводят при температуре от -20°С до 5°С, наиболее предпочтительно от -10°С до 0°С.

17. Способ получения ПЭКК по п. 15, где БХ вносят в количестве от 1 до 5 мол.%, предпочтительно от 1 до 3 мол.%.

18. Способ по п.15, где в качестве катализатора используют кислоту Льюиса, выбранную из группы, включающей: хлорид алюминия (III), бромид алюминия (III), хлорид сурьмы (V), фторид сурьмы (V), хлорид индия (III), хлорид галлия (III), хлорид бора (III), фторид бора (III), хлорид цинка, хлорид железа (III), хлорид олова (IV), хлорид титана (IV), предпочтительно используют хлорид алюминия (III).

RU 2020144084 A

RU 2020144084 A

19. Способ получения ПЭКК по п. 15, в котором кислоту Льюиса добавляют к реакционному раствору порционно или единовременно.

20. Способ получения ПЭКК по п. 15, где кислоту Льюиса вносят в количестве от 1,0 до 1,6 моль на 1 моль карбонильных групп в ИФХ и ТФХ, предпочтительно в количестве от 1,01 до 1,5 моль на 1 моль указанных карбонильных групп.

21. Способ получения ПЭКК по п. 15, где стадию c) проводят при температуре от 50 до 100°C, наиболее предпочтительно от 60 до 80°C.

22. Способ получения ПЭКК по п. 15, где на стадии d) реакционный раствор выдерживают в течение от 0,5 до 3 ч, предпочтительно от 0,5 до 2 ч, наиболее предпочтительно от 0,5 до 1,5 ч при перемешивании.

23. Способ по п.15, где скорость перемешивания реакционной смеси составляет от 60 до 500 об/мин.

24. Способ получения ПЭКК по п. 15, где реакционный раствор, полученный на стадии d), охлаждают до комнатной температуры.

25. Способ по п. 15, где в качестве неорганической кислоты на стадии f) используют соляную кислоту.

26. Способ по п. 25, где концентрация водного раствора неорганической кислоты составляет от 0,1 до 2,5 н, предпочтительно от 0,5 до 2,0 н, наиболее предпочтительно от 1,0 до 1,5 н.

27. Способ по п. 15, где в качестве нейтрализующего агента на стадии g) используют гидроксид натрия.

28. Способ по п. 27, где концентрация водного раствора нейтрализующего агента составляет от 0,1 до 0,5 н, предпочтительно от 0,1 до 0,4 н, наиболее предпочтительно от 0,1 до 0,2 н.

29. Способ по п. 15, где полученный твердый ПЭКК отмывают на стадии h) в спирте ряда от C_1 до C_3, предпочтительно в метаноле.

30. Способ по п. 15, где полученный твердый ПЭКК отмывают на стадии h) при температуре от 20°C до 160°C, предпочтительно от 50°C до 120°C, наиболее предпочтительно от 80°C до 100°C.

31. Способ по п. 15, где полученный ПЭКК отмывают на стадии i) в течение от 1 до 12 ч, предпочтительно от 3 до 8 ч, наиболее предпочтительно от 5 до 6 ч.

32. Способ по п. 15, где полученный сырой ПЭКК на стадии i) сушат при температуре от 165°C до 240°C, предпочтительно от 170°C до 210°C, наиболее предпочтительный от 175°C до 185°C.

RU 2020144084 A

RU 2020144084 A