



申請日期	88.12.6
案 號	88121275
類 別	BOLD 3/00

(以上各欄由本局填註)

發 明 專 利 說 明 書

一、發明 名稱	中 文	苯酚四丁基銨之液態調配物
	英 文	Liquid formulation of tetrabutylammonium phenolate
二、發明 創作	姓 名	1. 卡斯頓 (Carsten HESSE) 2. 烏蘇拉 (Ursula JANSEN) 3. 李奇納 (Johann RECHNER)
	國 籍	1-3 皆為德國籍
三、申請人	住、居所	1. 德國多尼斯城修瑟街48號 Hülserheide 48, 47918 Tönisvorst, Germany 2. 德國克里夫城史布朗街84號 Sprödenalstr.84, 47799 Krefeld, Germany 3. 德國坎貝城弗雷德街2號 Friedrich-Kramer-Str.2, 47906 Kempen, Germany
	代 表 人 名	白羅夫 (Dr. Rolf Braun) 羅勞斯 (Dr. Klaus Reuter)

裝

訂

線

I230627

(由本局填寫)

承辦人代碼：
大類：
I P C 分類：

A6

B6

本案已向：

國(地區) 申請專利，申請日期： 案號：，☒有 ☐無主張優先權
德 西元 1998 年 12 月 21 日 19858967.0

有關微生物已寄存於：，寄存日期：，寄存號碼：

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

裝

訂

線

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

五、發明說明(1)

本發明有關在室溫下為液態之苯酚四丁基銨之調配物，及其製備方法。

已知多種苯酚四丁基銨。例如，J. Am. Chem. Soc. 103 (1983) 475 及 Inorg. Chem. 24 (1985) 3465 揭露苯酚四丁基銨之製備方法；由 DE-OS 22 03 448 已知苯酚四丁基銨之製備方法；且在 EP-A-244 799 中教示含苯酚四丁基銨之電解液的製備方法。

亦已知多種苯酚四丁基銨之酚加成物。J. Chem. Soc. Faraday Trans. 89 (1993) 119 揭露多種苯酚四丁基銨之(單)酚加成物，及 EP-A-362 854 中揭露四丁基銨(p-t-丁基苯酚)之二(p-t-丁基酚)的製備方法。

此些化合物在室溫皆為固體。然而，為了大量應用，希望可取得一在室溫為液體之調配物，因為可藉此使計量大為簡化。

本發明提供含有苯酚四丁基銨(TBAP)及酚之調配物，苯酚四丁基銨(TBAP)及酚之重量比例為 40:60 至 70:30 間，較佳為 50:50 至 60:40 間，且具有 $<25^{\circ}\text{C}$ 之固化點，較佳為 $<20^{\circ}\text{C}$ 。

本發明亦提供本依本發明之調配物的製備方法。依本發明之調配物可經由先在 $>40^{\circ}\text{C}$ 之溫度下分別在酚中溶解苯酚鈉及溴化苯酚四丁基銨(TBAB)。當二相加在一起，溴化鈉立刻形成細沉澱物。以蒸餾在減壓下除去過量酚直至獲得所欲之 TBAP 及酚的混合比例。

在冷卻至室溫後，由濁狀液體中分離除去溴化鈉。此可

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

五、發明說明(2)

由熟於此技人士已知的慣用方法達到，例如過濾、沉澱或離心。沉澱物的分離較佳以過濾進行之。在一較佳實施例中，過濾在一壓力抽氣過濾器上進行，該過濾器具有一用於細分散物質之過濾網(深床過濾作用)。過濾溶液之鈉含量較低，則使用的濾網愈細。若使用具有保持率<40 之濾網，則可獲得具有低於 100 ppm 鈉離子之調配物。

因為苯酚鈉在酚中相對較不溶，首先必須使用大量過量的酚，其必須在稍後再次除去。因此，在本發明之一較佳實施例中，苯酚鈉溶解於一小量水中，並加入四丁基銨溴化物之酚溶液。水接著經由與酚的共沸混合物藉由蒸餾而除去。在此變化中，僅需要以苯酚鈉酚溶液製備所需之約十分之一量的以製備本發明之調配物。再者，結果溶液的鈉含量顯著較低，值為<500 ppm。

本發明之調配物較佳為做為觸媒成份之用途，例如酚樹脂的生產。依此，本發明亦有關本發明之調配物用於觸媒成份。

實施例

使用具有水含量<500 ppm 之鹽。產物之水含量經由 Karl-Fischer 滴定作用測定，溴含量經由銀鹽定量計測定，而鈉含量經由 ICP 測定。

實施例 1

在一 250 ml 具有 Vigreux 管柱及蒸餾橋、磁性攪拌珠及玻璃塞之二頸燒瓶中，將 36.8 g (0.11 莫耳)TBAB 加至 36.8 g(0.39 莫耳)熔融酚中，混合物冷卻至室溫(溶液 A)。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

五、發明說明(→)

在一 250 ml 玻璃燒杯中，19.4 g(0.11 莫耳) 苯酚鈉三水合物溶解於 30 ml 水中(溶液 B)。

溶液 A 以快速攪拌在 60°C 於 15 分鐘內逐滴加至 B 中。最後，加入 43 g 熔融酚。混合物之約 64 g 在真空中蒸餾除去。殘餘物由深棕色液體及細米黃色沉澱物組成，其在一襯有保持率為 15-35 μ m (T2100, Seitz Filterwerke GmbH, D-555443 Bad Kreuznach)濾網之壓力抽氣過濾器上過濾去除。

鈉含量為 250 ppm，溴化物含量為 0.21 wt%。

實施例 2

步驟相似於實施例 1，但使用一保持率為 25-70 μ m (T5500, Seitz Filterwerke GmbH, D-555443 Bad Kreuznach)濾網進行過濾。

鈉含量為 1600 ppm，溴化物含量為 0.38 wt%。

實施例 3

在一 1 升三頸燒瓶中，將 19.4 g (0.11 莫耳) 苯酚鈉三水合物溶解於 600 g 酚中(溶液 A)。在一 100 ml 玻璃燒杯中，36.75 g(0.11 莫耳)TBAB 溶解於 36.75 g(0.39 莫耳)酚中，同時加熱，然後混合物冷卻至室溫(溶液 B)。

溶液 B 加至溶液 A 中最後，過量酚在真空中於內部溫度為 60°C 下蒸餾除直至獲得 TBAH:Phoh 之莫耳比例約為 1:8。形成之溴化鈉在一襯有保持率為 15-35 μ m (T2100, Seitz Filterwerke GmbH, D-555443 Bad Kreuznach)濾網之壓力抽氣過濾器上過濾去除。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

五、發明說明(4)

鈉含量為 700 ppm，溴化物含量為 0.21 wt%。

實施例 4

在一 1 升三頸燒瓶中，將 19.4 g (0.11 莫耳) 苯酚鈉三水合物溶解於 30 g 水中(溶液 A)。在一 100 ml 玻璃燒杯中，36.75 g(0.11 莫耳)TBAB 溶解於 36.75 g(0.39 莫耳)酚中，同時加熱，然後混合物冷卻至室溫(溶液 B)。

溶液 B 加至溶液 A 中最後，過量酚在真空中於內部溫度為 60°C 下蒸餾除直至獲得 TBAH:Phoh 之莫耳比例約為 1:1。形成之溴化鈉在一襯有保持率為 15-35 μ m (T2100, Seitz Filterwerke GmbH, D-555443 Bad Kreuznach)濾網之壓力抽氣過濾器上過濾去除。

鈉含量為 250 ppm，溴化物含量為 0.21 wt%，且水含量為 800 ppm。

實施例 5

重複實施例 4，但反應混合物在過濾前於 60°C 攪拌 16 小時。

鈉含量為 250 ppm，溴化物含量為 0.21 wt%，且水含量為 800 ppm。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

四、中文發明摘要（發明之名稱：

）

苯酚四丁基銨之液態調配物

本發明有關在室溫下為液態之苯酚四丁基銨之調配物，及其製備方法。

英文發明摘要（發明之名稱：

Liquid formulation of
tetrabutylammonium phenolate

）

The present invention relates to a formulation of tetrabutylammonium phenolate that is liquid at room temperature, and to processes for its preparation

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄）

裝

訂

六、申請專利範圍

修正
補充

專利申請案第 88121275 號

ROC Patent Appln. No.88121275

修正後無劃線之申請專利範圍中文本 - 附件(二)

Amended Claims in Chinese - Encl.(II)

5

(民國 93 年 2 月 10 日送呈)

(Submitted on February 10, 2004)

1. 一種含有苯酚四丁基銨及酚之用於觸媒成份之組成物，其中苯酚四丁基銨及酚之重量比例為 40:60 至 70:30 間，且具有 $<25^{\circ}\text{C}$ 之固化點。
2. 一種製備如申請專利範圍第 1 項之組成物的方法，其中將溴化苯酚四丁基銨及苯酚鈉兩者於酚中之溶液結合，以蒸餾由混合物中除去過量酚，然後過濾除去溴化鈉。
3. 一種製備如申請專利範圍第 1 項之組成物的方法，其中將溴化苯酚四丁基銨於酚中之溶液及苯酚鈉之水溶液結合，以蒸餾由混合物中除去水及過量酚，然後過濾除去溴化鈉。
4. 一種製備如申請專利範圍第 1 項之組成物的方法，其中將溴化苯酚四丁基銨及苯酚鈉三水合物兩者於酚中之溶液結合，以蒸餾由混合物中除去水及過量酚，然後過濾除去溴化鈉。