



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K PATENTU

213393
(11) (B2)

(22) Přihlášeno 01 08 79

(21) (PV 5311-79)

(32) (31) (33) Právo přednosti od 14 08 78
(53-98268) Japonsko

(40) Zveřejněno 31 08 81

(45) Vydáno 15 08 84

(51) Int. Cl.³
C 07 C 39/19
(C 07 C 39/19,
39/20, 37/52)

(72)

Autor vynálezu

KATO NOBUKATU, TOKAI, TAKASE TSUTOMU, NAGOYA, MORIMOTO
YOSHIO, TOKAI, YUASA TERUO, HATTORI MINORU, NAGOYA (Japonsko)

(73)

Majitel patentu

MITSUI TOATSU CHEMICALS, INC., TOKIO (Japonsko)

(54) Způsob tepelného štěpení dihydroxydifenylalkanů

1

2

Způsob tepelného štěpení dihydroxydifenylalkanů s 15 až 20 atomy uhlíku za sníženého tlaku v přítomnosti bazického katalyzátoru za vzniku odpovídajících alkenylfenolů a/nebo jejich oligomerů spočívá v tom, že se do inertního organického reakčního prostředí obsahujícího uvedený bazický katalyzátor a vyhřívaného na 200 až 250 °C za sníženého tlaku 1333 až 13 332 kPa nepřetržitě dávákuje uvedený dihydroxydifenylalkan rychlostí, při níž koncentrace dihydroxydifenylalkanu v reakčním prostředí se udržuje na 0,5 až 30 % hmotnostních a produkt štěpení se nepřetržitou destilací odvádí z reakčního prostředí a izoluje se.

Tento vynález se týká způsobu tepelného štěpení dihydroxydifenylalkanů s 15 až 20 atomy uhlíku v přítomnosti bazického katalyzátoru za vzniku odpovídajících alkenylfenolů a/nebo jejich oligomerů.

Je známo, že dihydroxydifenylalkany se štěpí zahříváním v přítomnosti bazického katalyzátoru za vzniku fenolů a alkenylfenolů. Pro výrobu alkenylfenolů štěpením dihydroxydifenylalkanů byly navrženy různé metody. Avšak všechny tyto metody spočívají ve zkapalnění nebo odpaření dihydroxydifenylalkanů bez použití reakčního prostředí a styku kapaliny nebo páry s bazickým katalyzátorem.

Například GB patent č. 905 994 uvádí metodu, která spočívá v přidání hydroxidu sodného k dihydroxydifenylpropanu ve směsi zahřáté na teplotu 180 až 260 °C za sníženého tlaku, aby se roztavila, a v rychlém ochlazení produktu štěpení, který se vydestiluje za vzniku pevné látky. Dále uvádí zmíněný patentový spis metodu, která spočívá v odpaření dihydroxydifenylpropanu v odparce s filmem kapaliny při teplotě 260 °C, vedení odpařeného produktu ložem katalyzátoru tvořeného směsí hydroxidu sodného a vápenatého [natronovým vápnem], aby se surovina rozložila v plynné fázi, produkt se rychle ochladí a získá v pevném skupenství. Není dosud známa žádná metoda, která by při štěpení používala reakčního prostředí.

Reakce spočívající ve štěpení dihydroxydifenylalkanů a vedoucí k výrobě alkenylfenolů vyžaduje latentní výparné teplo pro odpaření produktu a odebrá se z reakčního systému, mimo energii potřebnou ke štěpení. Množství energie potřebné k tomuto účelu je značné. U známých metod, kdy se dihydroxydifenylalkan štěpí v kapalném stavu, je z tohoto důvodu obtížné do reakčního systému dodat tak velké množství energie. Jiný nedostatek známých metod spočívá v tom, že koncentrace výchozího materiálu je vysoká a část výchozího materiálu se vydestiluje s produktem štěpení, aniž by se rozštěpila. Kromě toho dochází k vedlejším reakcím, jako dealkylaci výsledného alkenylfenolu nebo konverzi výchozího materiálu a/nebo produktu na pryskyřici vzhledem k místnímu přehřátí. Výsledkem je pokles výtěžku požadovaného produktu a proniknutí vedlejších produktů do produktu konečného, což snižuje jeho čistotu. Reakce vedoucí ke štěpení dihydroxydifenylalkanů s bazickými katalyzátory způsobuje různé problémy při průmyslovém provedení, i když jde o dobře známou reakci.

Účelem tohoto vynálezu je vypracovat postup pro snadnou průmyslovou výrobu alkenylfenolů, při které by se v podstatě odstranily shora uvedené nedostatky spojené s výrobou alkenylfenolů tepelným štěpením dihydroxydifenylalkanů v přítomnosti bazických katalyzátorů.

Shora uvedeného účelu tohoto vynálezu se dosahuje tepelným štěpením dihydroxy-

difenylalkanů s 15 až 20 atomy uhlíku v přítomnosti bazického katalyzátoru. Podstata vynálezu spočívá v tom, že se do inertního organického reakčního prostředí obsahujícího uvedený bazický katalyzátor a vyhřívaného na 200 až 250 °C za sníženého tlaku 1333 až 13 332 kPa nepřetržitě dává uvezený dihydroxydifenylalkan rychlostí, při níž koncentrace dihydroxydifenylalkanu v reakčním prostředí se udržuje na 0,5 až 30 procentech hmotnostních a produkt štěpení se nepřetržitou destilací odvádí z reakčního prostředí a izoluje se.

Dihydroxydifenylalkan používaný při postupu podle vynálezu tvoří geminální dihydroxydifenylderivát (gem-derivát) alifatického nebo alicyklického uhlovodíku obsahující 2 až 7 atomů uhlíku, který je popřípadě substituován fenylovou skupinou a každá hydroxyfenylová skupina je popřípadě substituována jednou alkylovou skupinou obsahující 1 až 4 atomy uhlíku. Specifické příklady dihydroxydifenylalkanů zahrnují

2,2-(4,4'-dihydroxydifenyl)propan,
2-(4-hydroxyfenyl)-2-(2'-hydroxyfenyl)-propan,
2,2-(4,4'-dihydroxy-3,3'-dimethyldifenyl)-propan,
2,2-(4,4'-dihydroxy-3-methyldifenyl)-propan,
1,1-(4,4'-dihydroxydifenyl)ethan,
1,1-(4,4'-dihydroxydifenyl)propan,
1,1-(4,4'-dihydroxydifenyl)butan,
2,2-(4,4'-dihydroxydifenyl)butan,
2,2-(4,4'-dihydroxydifenyl)-3-methylbutan,
1,1-(4,4'-dihydroxydifenyl)-2-methylpropan,
2,2-(4,4'-dihydroxydifenyl)pentan,
3,3-(4,4'-dihydroxydifenyl)pentan,
2,2-(4,4'-dihydroxydifenyl)-4-methylpentan,
4,4-(4,4'-dihydroxydifenyl)heptan,
1,1-(4,4'-dihydroxydifenyl)cyklohexan,
1,1,1-(4,4'-dihydroxytrifenyl)ethan a
2,2-(2,2'-dihydroxy-4,4'-diterc.-butyldifenyl)propan.

U tohoto vynálezu se jako výchozí materiál mohou použít nejen dihydroxydifenylalkany o vysoké čistotě, ale také takové, které obsahují dehtovitý vedlejší produkt vzniklý kondenzační reakcí mezi fenolem a ketonem, při výrobě dihydroxydifenylalkanů z fenolů a ketonů. Ke štěpení dihydroxydifenylalkanu při způsobu podle tohoto vynálezu se inertní organické reakční prostředí musí zahřívát na teplotu dostačující pro hladké štěpení dihydroxydifenylalkanu na fenol a alkenylfenol. Tato teplota je běžně s výhodou v rozmezí 150 až 250 °C. Je-li teplota inertního organického reakčního prostředí nižší než 150 °C, štěpení dihydroxydifenylalkanu se zřetelně zpomaluje a reakční doba tak prodlužuje. Kromě toho část dihydroxydifenylalkanu vydestiluje nerozštěpená a dochází ke smíchání s produktem, což snižuje čistotu požadovaného produktu. Je-li teplota inertního organického reakčního prostředí vyšší než 250 °C, dochází k ve-

dlejší reakcí, jako dealkylaci výsledného alkenylfenolu nebo konverzi výchozího materiálu a/nebo produktu na pryskyřici, projevuje se sklon ke snížení výtěžku a čistoty produktu. Zvláště výhodné jsou teploty v rozmezí 200 až 240 °C, protože se snižuje tvorba vedlejších produktů a štěpicí reakce probíhá snadno.

Kromě toho se při svrchu štěpicí reakci musí rychle z reakčního systému vydestilovat produkt štěpení, poté co vznikl. Z tohoto důvodu se reakční systém pro štěpení nebo inertní organické reakční prostředí musí udržovat za sníženého tlaku.

Stupeň snížení tlaku se mění v závislosti na teplotě při štěpení, ale obvykle se dává přednost štěpicímu tlaku v rozmezí 1333 až 13 332 Pa. Je-li tlak nižší než 1333 Pa, část výchozího dihydroxydifenyalkanu nebo část inertního organického reakčního prostředí se oddestiluje společně s produktem štěpení a dochází ke smíchání s produktem, u kterého se snižuje jeho čistota. Je-li tlak vyšší než 13 332 Pa, je obtížné vydestilovat produkt štěpení z reakčního systému a v důsledku toho se doba setrvání produktu v reakčním systému prodlužuje. Vedlejší reakce, například dealkylace výsledného alkenylfenolu, má sklon ke snížení výtěžku požadovaného produktu. Vedlejší produkty se též mohou smíchat s požadovaným produktem a snížit jeho čistotu. Aby se rychle vydestiloval produkt štěpení z reakčního systému a reakce probíhala hladce, dává se přednost tlaku 6666 až 13 332 Pa a zvláště výhodný je tlak v rozmezí 6 666 až 10 666 Pa.

K provedení štěpicí reakce dihydroxydifenyalkanu při svrchu uvedené teplotě a tlaku je jako inertní organické reakční prostředí výhodné vysokovroucí inertní organické rozpouštědlo, které má teplotu tání nebo měknutí maximálně 150 °C a nižší tlak páry, než je tlak páry výsledného alkenylfenolu při teplotě štěpení dihydroxydifenyalkanu. Přesněji uvedeno, výhodná vysokovroucí inertní organická rozpouštědla jsou ta, která mají tlak páry při teplotě 250 °C maximálně 13 332 Pa. Příklady těchto organických rozpouštědel jsou přenášče tepla uhlovodíkového typu, jako alkylnaftaleny (olej KSK a olej Neo SK, dostupné jako japonské obchodní produkty), vysokovroucí látky vznikající jako vedlejší produkty kondenzační reakcí mezi fenoly a ketony, například zbytky z destilační nebo extrakční věže, které zbývají po oddělení bisfenolu A destilací nebo extrakcí z reakčního produktu fenolu a acetonu při výrobě bisfenolu A (označováno jako zbytek z destilace bisfenolu A), fenolové pryskyřice novolakového typu, které mají teplotu měknutí 60 až 150 °C, stanoveno podle normy JIS K-2531 (JIS je zkratka pro japonskou průmyslovou normu, Japanese Industrial Standards) a získávají se kondenzací formaldehydu s přebytkem fenolu nebo kresolu v přítomnosti kyseliny. Tato reakční prostředí dobře rozpouštějí

dihydroxydifenyalkany při svrchu upřesněné teplotě štěpicí reakce.

Bazické katalyzátory používané při postupu podle tohoto vynálezu zahrnují například kysličníky, hydroxidy nebo uhličitany alkalických kovů nebo kovů alkalických zemin, jako hydroxid sodný, hydroxid draselný, uhličitany sodný, uhličitany draselný, kysličník vápenatý a hydroxid vápenatý, soli alkalických kovů odvozené od fenolů, jako fenoxid sodný nebo sodnou sůl kondenzačního produktu vzniklého z fenolu nebo kresolu a acetonu (například bisfenolu A) a soli alkalických kovů odvozené od slabě kyselých alifatických kyselin, například octan sodný. Výhodné množství bazického katalyzátoru činí 0,01 až 5 % hmotnostních, vztaženo k reakčnímu prostředí.

Štěpicí reakce dihydroxydifenyalkanu při postupu podle vynálezu se provádí dávkováním reakčního prostředí a bazického katalyzátoru do reaktoru vybaveného přívodem výchozího materiálu, odvodem pro destilovaný produkt štěpení, teploměrem a popřípadě míchacím (nebo mísicím) zařízením, přičemž reakční prostředí obsahující bazický katalyzátor se udržuje při zvýšené teplotě, s výhodou 150 až 250 °C, za sníženého tlaku, s výhodou 1333 až 13 332 Pa a při zavádění dihydroxydifenyalkanu. Výsledkem je rozpuštění dihydroxydifenyalkanu v reakčním prostředí a jeho štěpení v přítomnosti bazického katalyzátoru, rovněž rozpuštěného v reakčním prostředí, za vzniku příslušného alkenylfenolu a fenolu. Tyto produkty se odpařují a rychle odstraňují destilací z reakčního systému.

U postupu podle vynálezu je podstatné, aby při svrchu uvedené operaci se dihydroxydifenyalkan nepřetržitě dával do reakčního prostředí takovou rychlostí, aby se v reakčním prostředí udržovala koncentrace dihydroxydifenyalkanu maximálně 30 % hmotnostních. Je-li dihydroxydifenyalkan dávkován takovou rychlostí, že jeho koncentrace v reakčním prostředí překročí 30 proc. hmotnostních, vzroste destilace nerozštěpeného výchozího materiálu. Kromě toho v takovém případě selže dodávka tepla v množství dostačujícím pro destilaci produktu štěpení a množství produktu štěpení, které se tvoří v reakčním systému, vzrůstá, což je příčinou vedlejších reakcí, jako konverze produktu na pryskyřici nebo dealkylace produktu, a výsledkem je snížení výtěžku. Proto doba setrvání produktu štěpení v reakčním systému musí být zkrácena při zachování koncentrace dihydroxydifenyalkanu v reakčním prostředí maximálně 30 % hmotnostních.

Štěpicí reakce dihydroxydifenyalkanu a destilace produktu štěpení probíhají zvláště hladce a lze dosáhnout dobrých výsledků, je-li koncentrace dihydroxydifenyalkanu v reakčním prostředí v rozmezí 2 až 15 % hmotnostních.

Koncentrace dihydroxydifenyalkanu v reakčním prostředí se může snadno stanovit například plynovou chromatografií.

Míchání (nebo mísení) reakčního prostředí s výchozím materiálem a katalyzátorem je možné běžnou mechanickou metodou. Při způsobu podle vynálezu je však výhodné probublávat reakčním prostředím inertní plyn, jako dusík, kysličník uhličitý, helium nebo argon. V důsledku toho se reakční prostředí míchá (nebo mísí), dochází k hladkému štěpení dihydroxydifenyalkanu a u snadní se vydestilování produktu štěpení z reakčního systému.

Produkt štěpení, který se vydestiluje z reakčního systému, tvoří směs fenolu a alkenylfenolu. Produkt se může snadno získávat ochlazením a kondenzací. Přitom se část alkenylfenolu může polymerovat za vzniku polymeru tvořeného tímto alkenylfenolem.

Při štěpení dihydroxydifenyalkanu v reakčním prostředí, které se provádí za udržování koncentrace výchozí látky v reakčním prostředí maximálně 30 % hmotnostních, vzroste účinnost přenosu tepla a u snadní se dodávání velkého množství energie potřebného pro štěpicí reakci a destilaci výsledného alkenylfenolu. Kromě toho je možné vyhnout se místnímu přehřátí. Proto při způsobu podle vynálezu se může snadno řídit teplota, při které se štěpí dihydroxydifenyalkan. V důsledku toho štěpicí reakce dihydroxydifenyalkanu probíhá snadno a výsledný alkenylfenol se může rychle vydestilovat z reakčního systému, aniž by se způsobilo zdržení v reakčním systému po dobu příliš dlouhou.

Způsob podle vynálezu umožňuje účinně štěpit dihydroxydifenyalkan a mohou se získat alkenylfenoly o vysoké čistotě v takřka kvantitativním výtěžku.

Následující příklady provedení přesněji ilustrují způsob podle vynálezu. V těchto příkladech jsou všechny procentuální údaje uvedeny hmotnostně.

Příklad 1

Do reaktoru (o objemu 1 litr) vybaveného přívodem pro dávkování výchozího materiálu, odvodem pro oddestilování produktu štěpení a přívodním potrubím (k probublávání) pro inertní plyn a teploměrem, se dává 80 g (hloubka kapaliny 3,0 cm) oleje

KSK a 0,08 g hydroxidu sodného. Teplota oleje KSK se udržuje na 240 °C a uvnitř reaktoru je udržován tlak 6 666 Pa. Do oleje KSK se přívodem pro dávkování výchozího materiálu nepřetržitě dává roztavený bisfenol A, a to rychlostí 400 g za hodinu. Po uvedené dobu se olejem KSK probublává plynný dusík zaváděný přívodním potrubím rychlostí 4 litry za minutu. V důsledku toho štěpicí reakce bisfenolu A a vydestilování produktu štěpení probíhá hladce a koncentrace bisfenolu A v oleji KSK se udržuje v průměru 12,6 %.

Produkt štěpení se vydestiluje z reaktoru a ochladí, aby zkondenzoval a shromažďuje se.

Svrchu uvedené reakce se provádějí 10 hodin a rozštěpí se 4 000 g bisfenolu A. Tím se získá 3 980 g produktu štěpení ve výtěžku 99,5 %. Bylo shledáno, že produkt štěpení sestává ze 41,0 % fenolu, 27,1 % p-isopropenylfenolu, 30,6 % dimeru p-isopropenylfenolu a 1,3 % trimernu p-isopropenylfenolu.

Příklad 2

Do stejného reaktoru jako je popsán v příkladu 1 se nadávkuje 80 g (hloubka kapaliny 2,9 cm) zbytku z destilace bisfenolu A a 0,08 g hydroxidu sodného. Za stejných podmínek jako v příkladu 1 se v reaktoru rozštěpí 4 000 g bisfenolu A. Koncentrace bisfenolu A v reakčním prostředí se udržuje 13 %. Získá se tak 3 990 g produktu štěpení, ve výtěžku 99,8 %. Bylo shledáno, že produkt štěpení sestává z 41,1 % fenolu, 27,5 % p-isopropenylfenolu, 31,1 % dimeru p-isopropenylfenolu a 0,3 % trimernu p-isopropenylfenolu.

Příklady 3 až 6

Do stejného reaktoru jako v příkladu 1 se nadávkuje 80 g (hloubka kapaliny 2,9 cm) zbytku z destilace bisfenolu A a bisfenol A se štěpí za podmínek uvedených v tabulce 1, ve které teplota štěpení se vztahuje k teplotě zbytku z destilace bisfenolu A a štěpicí tlak se vztahuje k tlaku uvnitř reaktoru. Během reakce se přívodní trubicí zavádí plynný dusík rychlostí 4,0 litry za minutu a probublává se zbytkem z destilace bisfenolu A.

Výsledky jsou uvedeny v tabulce 2.

TABULKA 1

Příklad	Bazický katalyzátor Typ	Množství (g)	Teplota štěpení (°C)	Štěpící tlak (Pa)	Rychlost dávkování bisfenolu A (g/h)	Koncen- trace bis- fenolu A (% hmot.)	Doba štěpení (h)	Celkové množství nadávko- vaného bisfenolu A (g)
3	Hydroxid draselný	0,11	210	4 000	300	28	10	3 000
4	Sodná sůl bisfenolu A	0,31	245	9 333	500	15	10	5 000
5	Hydroxid sodný	0,08	250	13 332	500	5	10	5 000
6	Hydroxid sodný	0,02	230	6 666	48	0,5	10	500

TABULKA 2

Příklad	Produkt Množství (g)	Štěpení Výtěžek (%)	Fenol (%)	Složení produktu Monomer* (%)	Štěpení Dimer* (%)	Trimer* (%)
3	2 955	98,5	41,1	27,0	30,7	1,2
4	4 975	99,5	41,1	27,2	31,0	0,7
5	4 980	99,6	41,0	27,6	30,9	0,5
6	490	98,0	40,8	27,1	31,1	1,0

*: Monomer, dimer a trimer označují monomer, dimer a trimer p-isopropenylfenolu.

Příklad 7

Do stejného reaktoru jako je popsán v příkladu 1 se nadávkuje 80 g (hloubka kapaliny 2,9 cm) novolakové pryskyřice o teplotě měknutí 90 °C (stanovená podle normy JIS K-2531) a 0,08 g hydroxidu sodného. Za stejných podmínek jako jsou popsány v příkladu 1 se štěpí 4 000 g bisfenolu A. Koncentrace bisfenolu A v reakčním prostředí se udržuje 12,5 %. Získá se 3 950 g produktu štěpení ve výtěžku 98,8 %. Bylo shledáno, že produkt štěpení sestává z 41,0 % fenolu, 27,0 % p-isopropenylfenolu, 30,9 % dimeru p-isopropenylfenolu a 1,1 % trimeru p-isopropenylfenolu.

Srovnávací příklad 1

Do stejného reaktoru jako je popsán v příkladu 1 se nadávkuje 0,08 g hydroxidu sodného. Uvnitř reaktoru se udržuje teplota 240 °C a tlak 6 666 Pa. Do reaktoru se nepřetržitě dávkuje roztavený bisfenol A, a to přívodem pro dávkování výchozího materiálu, rychlostí 400 g za hodinu.

Zpracuje-li se shora popsaným postupem 800 g bisfenolu A, množství výsledného produktu štěpení činí pouze 500 g a 300 g dehtovité látky usazené v reaktoru. Výtěžek produktu je 62,5 %. Bylo zjištěno, že výsledný produkt štěpení tvoří 55,5 % fenolu, 5,1 proc. p-isopropenylfenolu, 4,2 % dimeru p-

-isopropenylfenolu a 35,2 % vysokomolekulárních látek.

Srovnávací příklad 2

2 000 g bisfenolu A se zpracuje za stejných podmínek jako v příkladu 1 s tím rozdílem, že rychlost dávkování bisfenolu A činí 2 000 g za hodinu a koncentrace bisfenolu A v reakčním prostředí se udržuje 50 %.

Získá se 1 676 g (výtěžek 83,8 %) produktu štěpení, který jak bylo zjištěno, sestává z 33,6 % fenolu, 20 % bisfenolu, 23,9 % p-isopropenylfenolu a 22,5 % dimeru p-isopropenylfenolu.

Příklad 8

Do stejného reaktoru jako je popsán v příkladu 1 se nadávkuje 80 g (hloubka kapaliny 2,9 cm) zbytku z destilace bisfenolu A a 0,08 g hydroxidu sodného a za stejných podmínek jako v příkladu 1 se štěpí 4 000 g 2,2-(4,4'-dihydroxy-3,3'-dimethyldifenyl)-propanu. Koncentrace výchozího materiálu v reakčním prostředí se udržuje 15 %. Získá se 3 990 g produktu štěpení ve výtěžku 99,75 proc. Bylo zjištěno, že produkt štěpení sestává z 42,0 % o-kresolu, 52,2 % p-isopropenyl-o-kresolu, 4,06 % dimeru p-isopropenyl-o-kresolu a 1,74 % trimeru p-isopropenyl-o-kresolu.

Příklad 9

Do stejného reaktoru jako je popsán v příkladu 1 se nadávkuje 80 g (hloubka kapaliny 3,0 cm) oleje KSK a 0,08 g hydroxidu sodného. Za stejných podmínek jako v příkladu 1 se štěpí 4 000 g 2,2-(4,4'-dihydroxydifenyl)-4-methylpenta-3-methyldifenyl]propanu. Koncentrace výchozího materiálu v reakčním prostředí se udržuje 13 %. Získá se 3 995 g produktu štěpení ve výtěžku 99,8 %. Bylo zjištěno, že produkt štěpení sestává z 18,2 % fenolu, 28,0 % o-kresolu, 31,3 % p-isopropenylfenolu a 22,5 % p-isopropenyl-o-kresolu.

Příklad 10

Do stejného reaktoru jako je popsán v příkladu 1 se nadávkuje 80 g (hloubka kapaliny 2,9 cm) zbytku z destilace bisfenolu A a 0,08 g hydroxidu sodného. Za stejných podmínek jako v příkladu 1 se štěpí 4 000 g 2,2-(4,4'-dihydroxydifenyl)butanu. Koncentrace výchozího materiálu v reakčním prostředí se udržuje 15 %. Získá se 3 960 g produktu štěpení ve výtěžku 99,0 %, který jak bylo shledáno sestává z 38,9 % fenolu a 61,1 % 2-(4-hydroxyfenyl)-2-buteny.

Příklad 11

Do stejného reaktoru jako je popsán v příkladu 1 se nadávkuje 80 g (hloubka kapaliny 2,9 cm) zbytku z destilace bisfenolu

A a 0,08 g hydroxidu sodného. Za stejných podmínek jako v příkladu 1 se štěpí 4 000 g 2,2-(4,4'-dihydroxydifenyl)-4-methylpenta-3-methyldifenyl]propanu. Koncentrace výchozího materiálu v reakčním prostředí se udržuje 20 %.

Získá se 3 970 g produktu štěpení ve výtěžku 99,3 %. Bylo zjištěno, že tento produkt štěpení sestává z 26 % fenolu a 74 % 2-(4-hydroxyfenyl)-4-methyl-2-pentenu.

Příklad 12

Do stejného reaktoru jako je popsán v příkladu 1 se nadávkuje 80 g (hloubka kapaliny 2,9 cm) zbytku z destilace bisfenolu A a 0,08 g hydroxidu sodného. Za stejných podmínek jako v příkladu 1 se štěpí 4 000 g 1,1,1-(4,4'-dihydroxytrifenyl)ethanu. Koncentrace výchozího materiálu v reakčním prostředí se udržuje 20 %.

Získá se 3 990 g produktu štěpení ve výtěžku 99,8 %. Produkt štěpení, jak bylo nalezeno, sestává z 32,4 % fenolu a 67,6 % α -(p-hydroxyfenyl)styrenu.

Příklad 13

Za stejných podmínek jako v příkladu 12 se štěpí 1,1-(4,4'-dihydroxydifenyl)cyklohexan. Výtěžek produktu činí 99,9 %. Bylo zjištěno, že produkt štěpení sestává z 35,9 % fenolu a 64,1 % 1-(4-hydroxyfenyl)-1-cyklohexenu.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob tepelného štěpení dihydroxydifenylalkanů s 15 až 20 atomy uhlíku za sníženého tlaku v přítomnosti bazického katalyzátoru za vzniku odpovídajících alkenylfenolů a/nebo jejich oligomerů, vyznačující se tím, že se do inertního organického reakčního prostředí obsahujícího uvedený bazický katalyzátor a vyhřívaného na 200 až

250 °C za sníženého tlaku 1 333 až 13 332 kPa nepřetržitě dávkuje uvedený dihydroxydifenylalkan rychlostí, při níž koncentrace dihydroxydifenylalkanu v reakčním prostředí se udržuje na 0,5 až 30 % hmotnostních a produkt štěpení se nepřetržitou destilací odvádí z reakčního prostředí a izoluje se.