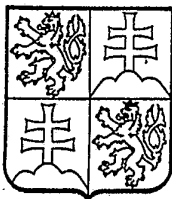


ČESKÁ A SLOVENSKÁ
FEDERATIVNÍ
REPUBLIKA
(19)



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

272 517

(11)

(13) B1

(51) Int. Cl. ⁵
C 07 C 37/88
C 07 C 39/16

(21) PV 8319-88.L

(22) Přihlášeno 15 12 88

(40) Zveřejněno 14 05 90

(45) Vydáno 29 10 91

(75) Autor vynálezu

WIESNER IVO ing.,
WIESNEROVÁ LUDMILA ing.,
UHLÍŘ MIROSLAV ing.,
BERÁNEK IVAN ing.,
ČURDA MIROSLAV ing.,
AUDIOVÁ KARLA ing.,
BRUTHANS VÁCLAV, ÚSTÍ NAD LABEM

(54)

Termooxidačně stabilizovaný dian

(57) Řešení představuje dian, který pří-
davkem 0,01 až 1,0 % hmot. sodné, draselné
či lithné soli kyseliny fosforné a/nebo
fosforité je stabilizován vůči tepelnému
a oxidačnímu štěpení.

Vynález se týká termooxidačně stabilizovaného dianu.

Dian je důležitou surovinou především pro přípravu epoxidových pryskyřic a polykarbonátů. Podmínkou získání vysoce kvalitních epoxidových pryskyřic a polykarbonátů je především vysoká kvalita dianu projevující se především ve vysokém obsahu p,p' - izoméru a nízkém obsahu monofenolů. I vysoce čistý dian je relativně labilní sloučeninou podléhající poměrně snadno působení tepla, kyslíku a stop kyselin. Schéma degradačních reakcí je velmi složité a dodnes není plně vysvětlené. Během termooxidační degradace se dian štěpí nejprve na izopropenylfenol a fenol. Izopropenylfenol zčásti přechází na polymerní (oligomerní) produkty, zčásti se disproportionuje na izopropylfenol. Uvedené reakce provází vznik chinoidních vysoce barevných látek. Tyto látky jsou při přípravě kvalitních produktů v dianu nežádoucí, a proto se usilovně hledají cesty vedoucí ke zvýšení odolnosti dianu vůči termooxidační degradaci, zejména při teplotách nad teplotou tání dianu. Podle dosavadního stavu techniky se dosahuje zvýšení termooxidační stability dianu přidávkou některých aditiv, jako je kyselina boritá, alkyltitanáty, ftalanhydrid, cínaté sole, epoxidované rostlinné oleje a nízkomolekulární epoxidové pryskyřice. Vůči účinkům stop kyselin je známo použití sekundárního fosforečnanu sodného a fosforečnanů alkalických zemin. Známá aditiva dovolují podstatně omezit štěpení dianu vlivem tepla a kyselosti, ale degradační reakce nejsou v potřebném rozsahu retardovány. V současné době není znám takový způsob termooxidační stabilizace dianu, který by v plném rozsahu uspokojoval požadavky na výrobu vysoce kvalitních epoxidových pryskyřic a polykarbonátů.

Rozsáhlými a náročnými výzkumnými pracemi bylo nyní nalezeno, že lze dosáhnout výborné termooxidační stability dianu, jestliže obsahuje 0,01 až 1 % hmot. sodné, draselné či lithné soli kyseliny fosforové a/nebo fosforité. Podle potřeby lze stopy kyselosti odstranit přidávkou 0,01 až 1 % hmot. alkalických solí H_3PO_4 nebo solí této kyseliny s alkalickými zeminami. Stabilizační efekt fosforanů či fosforitanů se sleduje jednak změnou optické propustnosti 40 % etanolického roztoku dianu při 360 nm, jednak stanovením obsahu volného fenolu a p-izopropylfenolu. Význačnou výhodou je, že alkalické fosforany a/nebo fosforitany neovlivňují nežádoucím způsobem parametry epoxidových pryskyřic, připravených ze stabilizovaného dianu.

Příklad

Dian připravený vakuovou destilací technického dianu byl překrystalován z vroucího systému xylen-voda a měl teplotu tání 156,7 až 156,9 °C (stanoveno mikroskopicky) a optickou propustnost 96,8 %. HPLC chromatografií byl stanoven obsah o,p' izoméru 0,04 %, p-izopropenylfenolu 0,008 % a fenolu 0,011 %. K dianu bylo přidáno různé množství aditiv ve formě nasyceného roztoku v odkysličené vodě. Směs byla roztavena, zhomogenizována a udržována při teplotě 160 ± 0,5 °C po dobu 24 hodin. Výsledky jsou uvedeny v tabulce.

aditivum (% hmot.)	parametry temperovaného dianu			
	propustnost při 360 nm (%)	p-izopropylfenol (%)	fenol (%)	t. t. (°C)
bez aditiv	68,2	2,9	3,5	153 až 154
0,011 % hmot. LiH_2PO_2	92,1	0,011	0,008	156,4 až 156,7
1,0 % hmot. Na_2HPO_3	96,7	0	stopy	156,7 až 156,9
0,10 % hmot. KH_2PO_2				
0,10 % hmot. Li_2HPO_3				
0,15 % hmot. Na_3PO_4	96,8	0	0	156,7 až 156,9

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Termooxidačně stabilizovaný dian, vyznačený tím, že obsahuje 0,01 až 1,0 % hmot. sodné, draselné či lithné soli kyseliny fosforové a/nebo fosforité.