

19  
2 58 15 16



258152

MEMORIA DESCRIPTIVA  
de una Patente de Invención a nombre de:  
FARBENFABRIKEN BAYER AKTIENGESELLSCHAFT,  
de nacionalidad alemana, domiciliada en  
LEVERKUSEN (Alemania); por: "PROCEDIMIENTO DE OBTENCION DE ALCANOS Y CICLOALCANOS DE DIHIDROXIDIARILLO TERMO-ESTABILIZADOS"

-----ooo000ooo-----

Como ya se sabe, los productos de condensación de 1 mol de un aldehído o quetona con 2 moles de fenoles monovalentes, los alcanos o cicloalcanos de dihidroxidiarilo, denominados abreviadamente bisfenoles, son unas sustancias fácilmente descomponibles. En especial la descomposición es mayor con álcalis y ácidos, en ocasiones incluso a temperaturas inferiores a los 100°. Pero ni siquiera los bisfenoles analíticamente puros, en los que no se pueda comprobar la presencia de sustancias básicas o ácidas, resisten un largo calentamiento por encima del punto de fusión. Por este motivo, hasta ahora resultaba imposible destilar los bisfenoles, por ejemplo,



para depuración, sin dar lugar a una descomposición. Por lo tanto, es necesario proceder a la cristalización e incluso cuando la pureza necesaria tiene que ser muy grande, a la recristalización, lo cual va unido a sensibles pérdidas y a considerables gastos. Incluso  
15 durante la transformación de los bisfenoles para la obtención de poliésteres por esterificación o re-esterificación con ácidos bicarbonicos o con sus diésteres o con diésteres del ácido carbónico, hay que contar siempre en la fusión con la posibilidad de ligeras descomposiciones de los bisfenoles, por lo que se obtienen poliésteres  
20 con propiedades desfavorables.

Se ha comprobado que la termo-estabilidad de los alcanos de dihidroxidiarilo (bisfenoles), puede mejorarse considerablemente mediante adecuadas adiciones de elementos inorgánicos o orgánicos que poseen un carácter neutro, anfótero o débilmente ácido y que incluso  
25 ante los iones metálicos poseen propiedades de formación de complejos y que están en condiciones de fijar las impurezas de reacción alcalina de los bisfenoles, no ejerciendo ningún efecto de descomposición sobre estos. En los casos más favorables, incluso se consigue con estas adiciones destilar los bisfenoles prácticamente sin  
30 descomposición alguna.

Este hecho permite deducir que la termo-estabilidad defectuosa, incluso de los bisfenoles muy puros, es atribuible a un contenido extraordinariamente pequeño y no comprobable analíticamente de sustancias de acción básica o en algunos casos también ácida procedentes de la fabricación de los bisfenoles; es decir, de la conden-  
35



sación de los oxi-compuestos con los fenoles en un medio ácido y de la neutralización subsiguiente de la mezcla de la reacción y que, como ya hemos dicho, no puede determinarse, de forma que de caso a caso, no puede preverse si las impurezas son de naturaleza básica o ácida. Algunos vestigios de determinados metales o compuestos metálicos, como por ejemplo, de hierro o de compuestos férricos puede influir también catalíticamente en la descomposición de los bisfenoles. Por este motivo, se consiguen, por lo general, los mejores éxitos con sustancias de reacción anfótera o neutra y con iones metálicos capaces de dar lugar a la formación de complejos estables, aunque en muchos casos, según hemos dicho, las sustancias de reacción débilmente ácidas pueden ejercer un efecto favorable especialmente cuando en los bisfenoles hay impurezas básicas y las adiciones ácidas a las fusiones de los bisfenoles prácticamente no se disocian y, por tal motivo, no ejercen un efecto ácido en las fusiones.

De lo que acabamos de decir se desprende que pueden utilizarse como adiciones o suplementos, de acuerdo con el sentido de la invención, una serie de diferentes sustancias o de combinaciones de sustancias. Así, por ejemplo, se han acreditado ya los fosfatos alcalinotérreos secundarios y terciarios, como fosfatos magnésico y cálcico y especialmente mezclas de tales fosfatos secundarios y terciarios, y además oxalato de estaño (II), así como óxido de estaño o una mezcla de bióxido de estaño y polvo de estaño o también polvo de estaño exclusivamente o mezclado con otras sustancias y además,

2581526



ácido tereftálico, ácido isoftálico, ácido oxálico, ácido adipínico y ácido sebacínico, así como los trióxidos de boro y de antimonio, mientras que por ejemplo, el ácido ftálico, indudablemente a causa de su tendencia a transformarse en anhídrido a elevadas temperaturas,  
65 no produce ningún efecto estabilizante.

Por otra parte, la idoneidad de tales adiciones para la estabilización de los bisfenoles varía según la temperatura a que deben estabilizarse las fusiones. Así, por ejemplo, se obtiene a 250° un efecto especialmente bueno mediante la adición de unos 100 mg de ácido oxálico a 100 g. de 2,2(4,4'-dihidroxi-difenil)-propano y a 280°,  
70 por el contrario, mediante la adición de 10-100 mg. de ácido tereftálico o 50 mg. de ácido tereftálico y 50 mg. de ácido oxálico o de 100 mg. de fosfato de calcio secundario. En las condiciones indicadas no sufre el bisfenol prácticamente descomposición alguna hasta un  
75 período de calentamiento de unas tres horas. Se obtienen también unos resultados especialmente buenos, calentando 100 g. de bisfenol a 290° mediante la adición de 150 mg. de fosfato magnésico secundario o 200 mg. de fosfato magnésico terciario o de 100-200 mg. de fosfato magnésico secundario y 100 mg. de polvo de estaño o de una mezcla de 250  
80 mg. de fosfato magnésico secundario y 100 mg. de fosfato magnésico terciario y 50 mg. de oxalato de estaño (II). Con estas adiciones es posible un calentamiento de hasta tres horas y más sin que se produzca una descomposición del bisfenol. En estas condiciones, puede destilarse también el bisfenol a una presión lo suficientemente baja:  
85 El 1,1-(4-4'-dihidroxi-difenil)-ciclohexano permanece hasta unas cuatro

258152<sup>6</sup>



horas prácticamente estable mediante la adición de unos 100 mg. de fosfato magnésico secundario y 200 mg de fosfato magnésico terciario o de 25 mg. de fosfato magnésico secundario y 50 mg. de fosfato magnésico terciario y 5 mg, de oxalato de estaño (II) a 100 g. de bisfenol.

90 Una buena medida para conocer la estabilidad de los bisfenoles y, con ella, el efecto estabilizante de las adiciones a utilizar de acuerdo con este invento, la constituye la cantidad de productos de descomposición (destilado) que se obtiene al calentar a la temperatura de prueba a presión reducida, por ejemplo, a 10-50 mm. de Hg. Esta cantidad asciende, por ejemplo, al calentar 100 g. de 95 2.2-(4-4'-dihidroxi-difenil)-propano, con una adición de 100 mg. de ácido oxálico a 250° y 18 mm: de Hg. después de tres horas, a solo 0,2 g y con la adición de 50 mg. de ácido oxálico y 50 mg. de ácido tereftálico a 280° y 20 mm de Hg al cabo de tres horas, a solo 0,5 g, 100 con la adición de 250 mg. de fosfato magnésico secundario, calentando a 290° a 40 mm. de Hg, después de tres horas, también solo a 0,5 g y adicionando 100 mg. de fosfato magnésico secundario y 100 mg. de oxalato de estaño al cabo de seis horas, solo a 2,7 g.- Sin las adiciones mencionadas, se encontrarían unos valores de 9-10%, 53%, 56% y 105 81%, respectivamente.

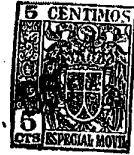
-----N O T A-----

Se reivindica como nuevo y de propia invención:

1.- Procedimiento de obtención de alcanos y cicloalcanos de dihidroxi-diarilo termo-estabilizados, caracterizados por adicio-

258152

6 MAY.



110 narse a los alcanos y cicloalcanos citados un escaso contenido en  
elementos inorgánicos u orgánicos, que poseen un carácter neutro,  
anfótero o ligeramente ácido y, en caso necesario, unas propiedades  
de formación de compuestos ante iones metálicos y que se encuentran  
en condiciones de fijar las impurezas de reacción alcalina en los  
115 bisfenoles, no ejerciendo sobre estos ningún efecto de descomposición.

2.- Procedimiento según reivindicaciones anteriores, caracterizado por comprender los alcanos de dihidroxidiarilo termo-estabilizados un contenido en fosfatos alcalinotérreos secundarios y/o terciarios y/o óxido de estaño (II) y/o oxalato de estaño (II) o polvo  
120 de estaño o una mezcla de bióxido de estaño y estaño en polvo, mientras que los dihidroxidiarilalcanos termo-estabilizados, comprenden un contenido en ácido tereftálico, ácido isoftálico, ácido oxálico, ácido adipínico y/o ácido sebacínico.

3.- PROCEDIMIENTO DE OBTENCION DE ALCANOS Y CICLOALCANOS  
125 DE DIHIDROXIDIARILO TERMO-ESTABILIZADOS.

Tal como se describe y reivindica en la presente Memoria Descriptiva, que consta de seis hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 16 MAY. 1960

*Carly Guando*