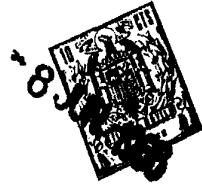


327706

PATENTE DE INVENCION

Ref: La A 9476-Sp.

327706



*Memoria Descriptiva*

*sobre*

"Procedimiento para la obtención de 2,2-bis-(fenilol)-propano, especialmente puro".

*Solicitante:* **FARBENFABRIKEN BAYER AKTIENGESELLSCHAFT**, entidad alemana, residente en Leverkusen-Bayerwerk, Alemania.

El objeto de la invención es un procedimiento para la obtención de 2,2-bis-(fenilol)-propano (Bisfenol A), especialmente puro, de una mezcla en bruto que se ha obtenido por reacción de acetona con un exceso  
5. sobre el equivalente de por lo menos 4 veces, preferen

327706

- 2 -



temente 5 hasta 20 veces de fenol en presencia de hidrógeno clorado y en caso dado de un acelerador dentro del margen de temperatura de aprox. 35 hasta 65°C.

- En el procedimiento hasta ahora conocido para
5. la obtención del bisfenol A de una de estas mezclas en bruto se libera la mezcla en bruto del fenol en exceso, de la acetona no reaccionada, del hidrógeno clorado y del agua formada, mediante destilación de estos materiales y el bisfenol que queda, en caso dado después de destilación del mismo, se limpia mediante extracción o recristalización. Son considerables las pérdidas que se obtienen de esta manera. Para obtener un
10. bisfenol muy puro se ha de repetir además, por regla general, varias veces la extracción o bien la recristalización.
- 15.
- Según otro ventajoso procedimiento, la mezcla en bruto se neutraliza con alcali acuoso, la fase orgánica que así se precipita se separa de la fase acuosa, se lava con agua y entonces se enfría, con lo cual
20. se precipita de la lejía madre fenólica, acuosa el aducto en forma cristalina de un mol de bisfenol y de un mol de fenol. Esta se separa y el bisfenol se obtiene de él mediante destilación del fenol. De esta manera se obtiene el bisfenol en un rendimiento de
25. aprox. un 82 %, referido a la acetona reaccionada, con una pureza de máximo aprox. 99,5 %. Después de destilar la lejía madre quedan aprox. 18 % en peso en forma de una resina oscura como residuo.
- El procedimiento según la presente invención
30. consiste ahora en dejar actuar sobre la mezcla en bruto,

327706

- 3 -



- que se ha obtenido como arriba descrito, una depresión o en soplar la mezcla en bruto con un gas inerte, tal como nitrógeno, separar el aducto cristalino precipitado de bisfenol y fenol de la lejía madre, lavar con fenol y después, en forma conocida, en disociar a bisfenol y fenol.
- 5.

- Mediante la actuación de la depresión, o bien mediante el soplado con gas inerte, se evapora la acetona no reaccionada que se puede recuperar mediante condensación, y se expulsa el hidrógeno clorado disuelto en la mezcla en bruto. Al desaparecer la acetona, y por el enfriamiento originado por la evaporación de la misma, así como por la expulsión del hidrógeno clorado en la mezcla a menos de aprox.  $35^{\circ}\text{C}$ , baja la solubilidad del aducto de bisfenol-fenol tanto que este se precipita en forma cristalina casi totalmente de la solución fenólica residual.
- 10.
- 15.

- Para tener suficiente acetona disponible para la evaporación de la mezcla en bruto es conveniente limitar el rendimiento en la obtención de la mezcla en bruto por ej. a aprox. 50 hasta 80 % referido a la acetona empleada.
- 20.

- Sorprendentemente según este procedimiento no solo se obtiene un aducto especialmente puro o bien, después de disociación, un bisfenol especialmente puro, sino también un rendimiento considerablemente mayor en estos productos a como es el caso en los procedimientos hasta ahora efectuados.
- 25.

- Además, la lejía madre se compone esencialmente solo de fenol y de reducidas cantidades de bisfenol no
- 30.

327706 - 4 -



- crystalizado y contiene solo huellas de impurezas orgánicas, agua, acetato e hidrógeno clorado. Por lo tanto se puede emplear sin más, en caso dado después de agregar fenol fresco, para obtener, mediante reacción
5. con acetona, una nueva mezcla en bruto, que entonces se puede elaborar nuevamente según la presente invención. Aquí resulta además sorprendente que la lejía madre, que nuevamente se obtiene, no se enriquezca con las impurezas orgánicas, de manera que la lejía madre,
10. que cada vez se obtiene, se puede siempre volver a emplear de nuevo para la obtención del bisfenol.

Ejemplo 1

- En tres preparados paralelos se calientan a 34°C en un matraz de cristal, cada vez 564 g de fenol (6 Mol)
15. y 29 g de acetona (0,5 Mol) bajo adición de 0,3 g de ácido  $\beta$ -mercaptopropiónico como acelerador. La solución así formada se satura en el plazo de 20 minutos, mediante introducción de 7 g de gas de hidrógeno clorado, con éste, manteniéndose la temperatura de la solución, mediante enfriamiento, a 47°C. Después de haberse alcanzado una reacción de aprox. 50 % de la acetona se elaboran las soluciones de reacción en 3 formas distintas (a, b y c).
- 20.
- a) La solución de reacción se sopla en el plazo de
25. 90 minutos con 60 l de nitrógeno y de esta manera se enfría a 32°C, con lo que el aducto de bisfenol-fenol se sedimenta en forma cristalina. Se aspira con un filtro de vacío y a continuación se lava con 37 g de fenol caliente a 45°C.
30. La lejía madre reunida con el fenol de lavado

327706

- 5 -



asciende a 506 g y contiene 88,5 % de fenol, 7,3 % de bisfenol A y 2 % de impurezas orgánicas. La lejía madre contiene además 0,05 % de hidrógeno clorado, 0,8 % de agua y 0,5 % de acetona.

5. Se obtienen 124 g de aducto de bisfenol-fenol incoloro, libre de ácido, del cual, después de destilar el fenol a 20 Torr y 170°C, se obtienen 63,2 g de bisfenol con el punto de solidificación 156,60°C y el índice de color de yodo 0,27. El contenido en impurezas orgánicas en el bisfenol se encuentra por debajo del límite de demostración de 0,1 %.
10. b) La solución de reacción se desgasifica en un sistema de aparatos de cristal en vacío de 10 Torr, con lo cual la temperatura de la solución baja, en el plazo de 60 minutos, a 35°C. Los cristales que aquí se forman se separan como descrito bajo a) y se lavan con 60 g de fenol de 45°C.
15. Se obtienen 520 g de lejía madre (incluyendo el fenol de lavado). Contiene 89,2 % de fenol, 7,6 % de bisfenol A, 1,6 % de impurezas orgánicas, 0,01 % de hidrógeno clorado, 0,55 % de acetona y 1 % de agua. La cantidad de aducto bisfenol-fenol asciende a 131 g. De éste se obtienen 61,8 g de bisfenol A. Punto de solidificación: 156,65°C, índice de color de yodo: 0,25. El contenido en impurezas orgánicas se encuentra por debajo del límite de demostración de 0,1 %.
20. c) (Contraensayo):  
La solución de reacción se ajusta en un <sup>cristal</sup>matraz de/ bajo agitación, con 94 ml de solución 2N de sosa cáustica a un pH de 5-6 y a continuación se separa la capa
25. .
30. .

327706 - 6 -



- de agua salada que se separa debajo. De esta manera se retuvieron 676 g de un líquido orgánico, que se lavan con 110 cm<sup>3</sup> de agua y nuevamente se separa. Como por enfriamiento de esta solución, debido al gran exceso de fenol-agua, no se separan cristales de aducto se libera la solución orgánica, durante una hora a 75°C y 20 Torr, mediante separación por destilación del agua y del fenol hasta que sólo quedan 264 g como residuo. De esta solución se obtienen, mediante enfriamiento y cristalización, 152 g de aducto de bisfenol-fenol que se separan y a 45°C se lavan con 66 g de fenol. Además se obtienen 178 g de lejía madre con un contenido de 4,1 % de bisfenol A y 2,0 % de impurezas orgánicas. Del aducto se obtienen solo 57,7 g de bisfenol A. Punto de solidificación: 155,7°C, índice de color de yodo: 1,5. El contenido en impurezas orgánicas asciende a 0,9 %.

- Mientras que en los ensayos a) y b) el bisfenol A obtenidos es por ej. excelentemente adecuado para la obtención de policarbonato incoloro y altamente molecular, del bisfenol A obtenido según el ensayo c) solo se obtiene un policarbonato amarillo oscuro.

#### Ejemplo 2

- En un matraz de cristal de 4 litros se efectúa, en 6 ensayos consecutivos, la reacción de condensación como descrito en el ejemplo 1, reaccionando sin embargo, a partir del segundo ensayo, la lejía madre previamente obtenida con acetona y hidrógeno clorado, cada vez completando aquella cantidad de fenol que se retiró en forma de los aductos de bisfenol-fenol como fenol reaccionado, o bien ligado, de la mezcla de reacción.



- En el primer preparado se calientan 2,468 g de fenol, 127 g de acetona, 2,6 g de ácido  $\beta$ -mercaptopropiónico a 47°C. En la mezcla se introducen, en el plazo de 30 minutos, 38 g de hidrógeno clorado, manteniéndose la mezcla a 47°C. Después de haber reaccionado aprox. 50% de la acetona se sopla la solución en el plazo de 90 minutos con 300 l de nitrógeno y mientras tanto se enfría lentamente a 32°C. El aducto de bisfenol-fenol, que se precipita, se separa como descrito en el ejemplo 1 a), se lava con fenol y mediante destilación en vacío se libera del fenol. La lejía madre se agita, antes de volverla a emplear durante 30 minutos a 40°C bajo 10 Torr, con lo que el contenido en agua se reduce de 2,0 hasta 2,3 % a 1,0 hasta 1,2 %. La tabla a continuación muestra la composición de las lejías madre que se obtienen cada vez de a) hasta f) así como los rendimientos que se obtienen en esta serie de ensayos y la calidad del bisfenol A.





El bisfenol A obtenido es en todos los casos muy adecuado para la obtención de policarbonato.

El calculo del rendimiento de los preparados antes mencionados se obtiene como sigue:

5.	Fenol empleado primariamente	2,468 g
	Suma del fenol de lavado	1,152 g
	Suma del nuevo fenol agregado	<u>1,608 g</u>
		5,228 g de fenol

Se recupera una lejía madre de 2,135 g.

Aquí están contenidos:

89 % de fenol	1,900 g
Fenol ligado en forma de bisfenol e isómeros	<u>160 g</u>
	2,060 g de fenol

Para la formación de los aductos de bisfenol-fenol se consume por lo tanto en fenol:

5,228 g
<u>2,060 g</u>
3.168 g de fenol.

El aducto de bisfenol-fenol se obtienen en total 3,495 g, en el cual están contenidos 3,112 g en fenol sin reaccionar y libre, es decir que el rendimiento con relación al fenol asciende al 98,2 %.

10.

El rendimiento, referido a la acetona empleada, asciende a 71,6 %. Además, mediante precipitación por congelación y lavado de los vapores de hidrógeno clorado-acetona expulsados, se recuperan otros 194 g = 25,5% de acetona, de manera que el rendimiento en bisfenol, referido a la acetona, asciende al 97,1 %.

15.

327706 - 10 -



5. En el caso de gasear la solución de reacción mediante aplicación de vacío con una soplante, en lugar del gaseado con nitrógeno, se pueden introducir los vapores de hidrógeno clorado-acetona directamente al preparado siguiente, de manera que de esta manera se evitan hasta las pérdidas en hidrógeno clorado.

NOTA

10. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una Solicitud de Patente presentada en Alemania, con fecha 11 de junio de 1965, nº F 46 295 IVb/12qu; acciéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España, so
15. bre "PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCIÓN DE 2,2-BIS-(FENILOL)-PROPANO, ESPECIALMENTE PURO"; caracterizándose por lo siguiente:
- 20.

25. 1a.- "Procedimiento para la obtención de 2,2-bis-(fenilol)-propano, especialmente puro", (bisfenol A) de la mezcla en bruto, que se ha obtenido por reacción de acetona con un exceso sobre el equivalente de por lo me nos 4 veces de fenol en presencia de hidrógeno clorado, y en caso dado de un acelerador, dentro del margen de temperatura de aprox. 35 hasta 65°C, caracterizado por
30. que se deja actuar una depresión sobre esta mezcla o



327706

porque la mezcla se sopla con un gas inerte, el aducto de bisfenol A y fenol precipitado de esta manera en forma cristalina se separa de la lejía madre, se lava con fenol y después se disocia en bisfenol y fenol.

5. 2º.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque según el procedimiento de la invención se trata una mezcla en bruto que se ha formado dejando reaccionar el material de partida solo en un 50 hasta 80 %, calculado sobre la acetona.

10. 3º.- Procedimiento según la reivindicación 1 y en caso dado 2, caracterizado porque la lejía madre separada del aducto cristalino, mediante reacción con acetona, se emplea para la obtención de una nueva mezcla en bruto.

15. 4º.- Procedimiento según la reivindicación 1 y 3, u en caso dado 2, caracterizado porque el procedimiento se efectúa en forma continua y las cantidades de acetona y de hidrógeno clorado recuperadas se retornan a la reacción.

20. 5º.- "Procedimiento para la obtención de 2,2-bis-(fenilol)-propano, especialmente puro", tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 11 hojas escritas a máquina por una sola cara.

- 8 JUN 1968

25.

Madrid

FARBENFABRIKEN BAYER AKTIENGESELLSCHAFT

J. GOMEZ ACEBO Y MODET  
p. p. Firmador A. GARCIA BRAVO