



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

N.º de publicación: ES 2 053 772

Int. Cl.⁵: C07C 37/72

12

TRADUCCION DE PATENTE EUROPEA

T3

Número de solicitud europea: **88311464.7**

Fecha de presentación : **02.12.88**

Número de publicación de la solicitud: **0 319 326**

Fecha de publicación de la solicitud: **07.06.89**

Título: **Proceso para preparar 2,2-bis(4-hidroxifenil) propano de alta pureza.**

Prioridad: **04.12.87 JP 305941/87**

Fecha de la publicación de la mención BOPI:
01.08.94

Fecha de la publicación del folleto de patente:
01.08.94

Titular/es: **Mitsui Toatsu Chemicals, Inc.**
2-5 Kasumigaseki 3-chome
Chiyoda-ku Tokyo 100, JP

Inventor/es: **Iimuro, Shigeru;**
Morimoto, Yoshio y
Kitamura, Takashi

Agente: **García Cabrerizo, Francisco**

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (artº 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCION

La presente invención se refiere a un proceso para la preparación de 2,2-bis(4-hidroxifenil)propano (llamado también en adelante bisfenol A) de alta pureza.

El bisfenol A se usa como materia prima para resinas de policarbonato o resinas epoxi. La demanda de resinas de policarbonato empleadas para piezas ópticas en particular ha aumentado recientemente. Como resultado de ello, se necesita bisfenol A de alta pureza en vez de bisfenol A convencional.

Se prepara el bisfenol A por reacción de la acetona con un exceso de fenol en presencia de un catalizador ácido o una combinación de un catalizador ácido y un cocatalizador tal como compuestos del azufre. La mezcla de reacción contiene, además de bisfenol A, catalizador, acetona sin reaccionar, fenol sin reaccionar y Otros subproductos formados por la reacción.

Los principales componentes de los subproductos son el 2-(2-hidroxifenil)-2-(4-hidroxifenil)propano, 2,2,4-trimetil-4-(4-hidroxifenil)cromano, trisfenol, polifenol y sustancias de color desfavorables. Estos subproductos deterioran las propiedades de la resina preparada a partir de bisfenol A.

En cuanto al proceso para preparar bisfenol A de alta pureza a partir de una mezcla de reacción, la utilización de un aducto de bisfenol A y fenol es una técnica bien conocida por los expertos en la materia. Por ejemplo, se retira catalizador, agua y una parte del fenol de la mezcla de reacción y el líquido restante se enfría para cristalizar el bisfenol A como aducto con fenol. Los cristales se separan del licor madre que contiene subproductos de la reacción. El fenol se retira del aducto para recuperar el bisfenol A. Se han propuesto varios métodos tales como la destilación, extracción, separación al vapor y similares para retirar el fenol. Por ejemplo, Societa Italiana Resine S.p.A. ha divulgado un método para vaporizar el aducto durante 0,1 a 30 minutos a una temperatura superior a 180 ° C bajo presión reducida y condensando fraccionalmente el bisfenol A (Publicación de Patente Japonesa TOKKOSHO 52-42790 (1977)). Mitsui Chemicals Co. ha propuesto un método para calentar el aducto a 50 ° C o más usando un disolvente que tiene un punto de ebullición de más de 50 ° C para disolver la porción fenol solamente en el disolvente /Publicación de Patente Japonesa TOKKOSHO 36-23335 (1961)/.

El bisfenol A intacto obtenido por esos métodos puede usarse como materia prima de resinas epoxi de calidad corriente. La pureza del bisfenol A obtenido por estos métodos es, no obstante, insuficiente para la preparación de policarbonato. Los cristales de aducto mismos contienen impurezas y por ello el bisfenol A obtenido por retirada del fenol del aducto es de baja calidad. En consecuencia, se necesita purificación ulterior para eliminar las impurezas. Por ejemplo, la recrystalización a partir de agua caliente ha sido descrita por Mitsui Petrochemicals Co. /Patente japonesa publicada para inspección TOKKAISHO 59-62543 (1984)/. El lavado por disolventes ha sido descrito por General Electric Co. /Patente japonesa publicada para

inspección TOKKAISHO 59-231033(1984)/.

Por otra parte, Union Carbide Corp. ha descrito un método para lavar el aducto, que usa una mezcla de fenol resultante de la descomposición del aducto y fenol fresco suministrado exteriormente /Publicación de patente japonesa TOKKOSHO 37-981 (1962) y 41-4454 (1966)/. No obstante, no se cita la descripción cuantitativa relativa a la pureza del aducto obtenido.

De acuerdo con el examen realizado por los presentes inventores, el tono del bisfenol A no siempre es satisfactorio, incluso aunque su pureza sea aceptable. Se estima que esto es debido a las trazas de líquido de lavado que se adhieren a los cristales de aducto resultantes de bisfenol A y fenol. A consecuencia de nuestra investigación ulterior, hemos comprobado que el fenol comercial no puede proporcionar un tono satisfactorio en el bisfenol A producido, ni siquiera repitiendo el lavado.

Un objeto de esta invención es proporcionar un proceso para preparar bisfenol A de alta pureza partiendo del aducto de bisfenol A y fenol, que contiene subproductos de la reacción e impurezas.

De acuerdo con la invención se proporciona un proceso para preparar 2,2-bis(4-hidroxifenil)propano de alta pureza consistente en:

- (a) lavar un aducto de 2,2-bis(4-hidroxifenil)propano y fenol con el fenol resultante de la descomposición del aducto lavado en la etapa siguiente c,
- (b) descomponer el aducto lavado en 2,2-bis(4-hidroxifenil)propano y fenol, y
- (c) separar el 2,2-bis(4-hidroxifenil)propano y fenol resultantes para recuperar el 2,2-bis(4-hidroxifenil)propano de alta pureza y usar el fenol para lavar el citado aducto en la etapa a.

Hemos descubierto que siguiendo el proceso de la invención se puede preparar bisfenol A de alta pureza a escala industrial sin usar agua o disolventes que requieran complejos procedimientos de recuperación.

Se va a describir ahora la invención con más detalle, y en esta descripción se hará referencia al dibujo que se acompaña, en el que:

La figura 1 es un diagrama de flujo que ilustra una realización de un método para lavar el aducto de acuerdo con el proceso de esta invención; y

la figura 2 es un diagrama de flujo que ilustra una realización de un método para lavar el aducto que no se basa en el proceso de esta invención.

Es sabido por los expertos en la materia que se puede producir bisfenol A de alta pureza partiendo del aducto de bisfenol A y fenol. Sin embargo, no se sabía que el fenol obtenido por descomposición del aducto es también altamente purificado y la pureza es superior a cualquier fenol de calidad comercial. Tampoco era sabido que puede obtenerse una pureza extremadamente elevada del aducto de bisfenol A y fenol A lavando el aducto con fenol así obtenido.

Los aductos de bisfenol A y fenol de esta invención incluyen, por ejemplo, los que se obtienen

directamente a partir de la mezcla de reacción, los que se obtienen concentrando el filtrado después de retirar el aducto de la mezcla de reacción y los que se obtienen recristalizando y filtrando la mezcla de bisfenol crudo A y fenol.

Los ejemplos prácticos de estos aductos son los que se obtienen conduciendo una reacción de condensación de acetona y fenol en presencia de catalizador de ácido clorhídrico, separando por destilación el ácido clorhídrico, agua y una parte del fenol y enfriando el residuo, así como los que se obtienen directamente enfriando el efluente de un reactor de lecho fijo que contiene un catalizador de resina cambiadora de cationes. También se puede usar el aducto que se obtiene añadiendo agua a una mezcla de bisfenol A y fenol, seguido del enfriamiento y cristalizando la mezcla acuosa resultante como lo ha descrito Rhone Poulenc Ind. /Patente japonesa publicada para inspección TOKKAISHO 51-91240 (1976)/.

Se lleva a cabo el lavado del aducto en un filtro o separador para separar el aducto. En cuanto al modo de lavado, se puede retirar el licor madre y después realizar el lavado, o la retirada y el lavado pueden repetirse alternadamente. El aducto descargado del filtro o separador que lleva adherida una pequeña cantidad de licor madre puede transferirse a otra vasija y lavarse de acuerdo con el método de esta invención. También puede conducirse, igualmente, el lavado en la etapa final de lavado de una centrífuga de funcionamiento continuo.

El fenol usado para el lavado de esta invención se obtiene como subproducto cuando se descompone el aducto de bisfenol A y fenol para dar bisfenol A.

Se han propuesto varios métodos tales como la destilación, extracción y separación al vapor para preparar bisfenol A descomponiendo el aducto. El fenol usado para el lavado de esta invención puede recuperarse por cualquier de estos métodos. El fenol recuperado puede usarse para el lavado tal cual o después de separarlo del disolvente o agua.

La cantidad de fenol usada para el lavado de esta invención es preferiblemente de 0,05 a 0,5 parte en peso por parte en peso del aducto de bisfenol A y fenol.

Como es bien sabido en la especialidad, la razón molar de fenol a bisfenol A en el aducto es de 1:1 y la cantidad de fenol contenida en el aducto es de aproximadamente un 30% en peso, cantidad que es suficiente para usar en el lavado final del aducto.

El aducto así obtenido casi no contiene impurezas ni en los cristales ni en el líquido de lavado adherente. Por tanto, el bisfenol A intacto obtenido retirando el fenol puede usarse como producto o, si es necesario, puede purificarse adicionalmente o transformarse antes de usarlo como producto.

El fenol que se ha usado para lavar el producto puede reciclarse a la etapa de reacción o cristalización con el fin de recuperar una pequeña cantidad de bisfenol A que se disuelve inevitablemente en el fenol.

Un ejemplo de un diagrama de flujo para llevar a cabo el proceso de esta invención será descrito brevemente con referencia a la figura 1.

Se junta una mezcla 1 consistente en bisfenol A, fenol e impurezas con agua 2 y se enfría en la etapa de cristalización 3. El aducto de bisfenol A y fenol se cristaliza.

La mezcla pastosa 4 de cristales así obtenida se transfiere a una etapa de separación 5 donde el aducto crudo 7 se separa del filtrado 6. El aducto crudo 7 se lava con fenol 15 en una etapa de lavado 8. La etapa de lavado puede ser independiente de una etapa de separación o puede formar parte de la etapa de separación, tal como cuando se lleva a cabo el lavado en un separador.

El líquido de lavado 9 se recicla a la etapa de cristalización 3. El aducto purificado 10 se transfiere a la etapa de descomposición del aducto 11 y se separa en fenol 12 y bisfenol A 13. El bisfenol intacto A 13 es el producto. El fenol 12 se transfiere a través de un receptor 14 a la etapa de lavado 8 del aducto crudo 7.

La figura 2 es un diagrama de flujo que ilustra un ejemplo comparativo que no está de acuerdo con la invención, habiéndose descrito con detalle solamente aquellas partes del proceso global que difieren de las mostradas en la figura 1.

El fenol 15 del receptor 14 se recupera a través de la línea para usar en la reacción. Por otra parte, se usa fenol comercial fresco 16 para el lavado del aducto crudo 7.

El proceso de esta invención va a ser descrito a continuación con detalle con ayuda del siguiente Ejemplo y Ejemplo Comparativo.

Ejemplo 1
En la figura 1, se alimentó una mezcla consistente en 160 kg de bisfenol A, 225 kg de fenol y 15 kg de impurezas a la etapa de cristalización a un régimen de 400 kg/h. Al mismo tiempo, se alimentó agua a un régimen de 50 kg/h. La cantidad precipitada del aducto de bisfenol A y fenol fue del 40% de la mezcla total.

La mezcla pastosa del aducto así obtenida fue separada en la etapa de separación. El filtrado fue transferido a la etapa de recuperación. El aducto fue transferido a la etapa de lavado y lavado con fenol a un régimen de 18 kg/h, fenol que se habla recuperado descomponiendo el aducto. La cantidad del fenol usado para el lavado fue de 0,1 parte en peso por parte en peso del aducto.

El aducto así obtenido fue fundido calentándolo a 120 ° C, transferido a la columna de destilación a un régimen de 160 kg/h y la mayoría del fenol fue separada por destilación a 15 Torr y 170 ° C. El fenol restante en el bisfenol A extraído del fondo de la columna fue retirado completamente por separación al vacío para dar bisfenol A de alta pureza. El tono del bisfenol A así obtenido fue 10 APHA, y la pureza del bisfenol A fue satisfactoria como material para preparar policarbonato óptico.

Ejemplo Comparativo 1

Se llevó a cabo el mismo procedimiento descrito en el Ejemplo 1 con la excepción de que se condujo el lavado usando fenol comercial de acuerdo con el proceso ilustrado en la figura 2. El bisfenol A así obtenido tenía un tono de 15APHA. El valor fue satisfactorio para usos generales, pero insatisfactorio como material para preparar policarbonato óptico.

REIVINDICACIONES

1. Proceso para preparar 2,2-bis(4-hidroxifenil)propano de alta pureza que consiste en:

- (a) el lavado de un aducto de 2,2-bis(hidroxifenil)propano y fenol con el fenol resultante de la descomposición del aducto lavado en la etapa siguiente c,
- (b) la descomposición del aducto lavado en 2,2-bis(4-hidroxifenil)propano y fenol, y
- (c) la separación del 2,2-bis(4-hidroxifenil)propano y fenol resultantes con el fin de recuperar 2,2-bis(4-hidroxifenil)propano de alta

pureza y usar el fenol para lavar el citado aducto en la etapa a.

2. Proceso según la reivindicación 1, en el que la cantidad del fenol usado para el lavado es de 0,05 a 0,5 parte en peso por parte en peso del aducto de 2,2-bis(4-hidroxifenil)propano y fenol.

3. Proceso según la reivindicación 1 o la reivindicación 2, en el que el aducto lavado se descompone por destilación.

4. Proceso según la reivindicación 1 o la reivindicación 2, en el que el aducto lavado se descompone por extracción.

5. Proceso según la reivindicación 1 o la reivindicación 2, en el que el aducto lavado se descompone por separación al vapor.

20

25

30

35

40

45

50

55

NOTA INFORMATIVA: Conforme a la reserva del art. 167.2 del Convenio de Patentes Europeas (CPE) y a la Disposición Transitoria del RD 2424/1986, de 10 de octubre, relativo a la aplicación del Convenio de Patente Europea, las patentes europeas que designen a España y solicitadas antes del 7-10-1992, no producirán ningún efecto en España en la medida en que confieran protección a productos químicos y farmacéuticos como tales.

65

Esta información no prejuzga que la patente esté o no incluida en la mencionada reserva.

FIG. 1

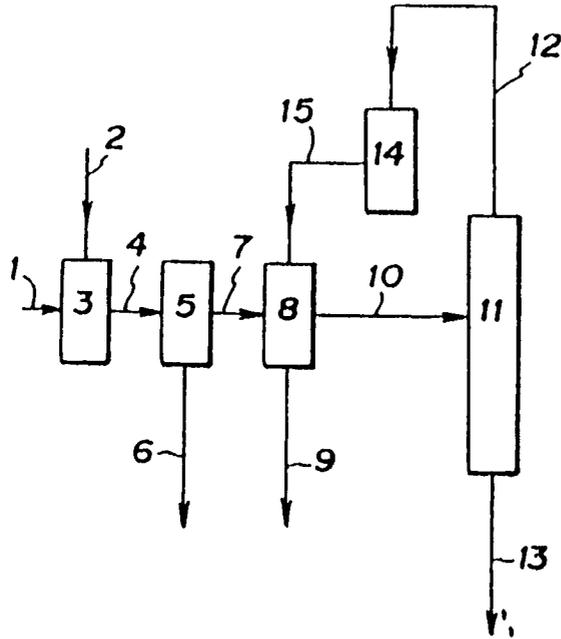


FIG. 2

