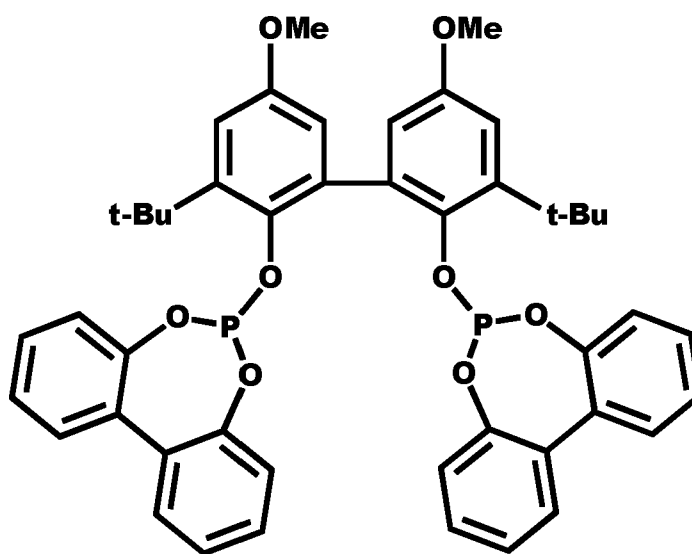


Verfahren zur Herstellung von Biphephos

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von 6,6'-[(3,3'-Di-tert-butyl-5,5'-dimethoxy-1,1'-biphenyl-2,2'-diyl)bis(oxy)]bis(dibenzo[d,f][1,3,2]dioxaphosphepin), kurz: Biphephos (siehe Formel 1), mit geringem Chlorgehalt.

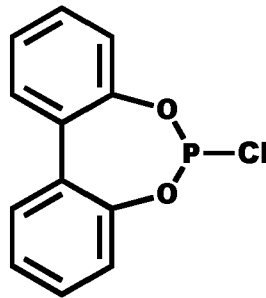


Formel 1

- 10 Biphephos ist ein Ligand, der in Übergangsmetallkatalysierten Reaktionen verbreitete Verwendung gefunden hat. Biphephos wird beispielsweise in der Übergangsmetallkatalysierten Hydroaminomethylierung (E. Petricci, A. Mann, J. Salvadori, M. Taddei, Tetrahedron Letters 2007, 48, 8501-8504), der Hydrocyanierung (US5449807), der Hydroformylierung (US4769498, CN1986055), der Isomerisierung (US5440067) und der Cyclohydrocarbonylierung (US5962744) von Olefinen eingesetzt.

- Biphephos wird üblicherweise in 3 Syntheseschritten aus kommerziell verfügbaren Ausgangsmaterialien hergestellt: Zur Herstellung des Rückgrats wird 3-tert-Butyl-4-hydroxyanisol oxidativ zur Biarylverbindung 3,3'-tert-Butyl-2,2'-dihydroxy-5,5'-dimethoxybiphenyl umgesetzt. Zur Herstellung der Seitenflügel wird Phosphortrichlorid mit 2,2'-Dihydroxybiphenyl zur Reaktion gebracht, um 6-Chlorodibenzo[d,f][1,3,2]-dioxaphosphepin (siehe Formel 2) zu bilden. Schließlich werden die Reaktionsprodukte beider genannter Schritte miteinander in Gegenwart einer Base zu Biphephos kondensiert.

2



Formel 2

Die umfangreichste Anwendung von Biphephos besteht in der Hydroformylierung von Propen zu n-Butyraldehyd. Dabei wird Propen in Gegenwart von Rhodium als Katalysatormetall und Biphephos als Ligand mit Wasserstoff und Kohlenmonoxid umgesetzt. Für die Reaktion werden im Regelfall Druckreaktoren aus Stahl eingesetzt. Diese Reaktoren sind sehr empfindlich gegenüber Spuren von Chlorwasserstoff, welcher sich aus Chloridionen in Gegenwart von Übergangsmetallen und elementarem Wasserstoff bilden kann. In Gegenwart von Chloridionen droht Spannungsrisskorrosion, welche im günstigeren Fall eine vorzeitige Abstellung und Überholung des Reaktors, im ungünstigsten Fall aber ein Bersten des Reaktors zur Folge haben kann.

Der Eintrag von Chloridionen durch das Olefin oder das Synthesegas kann durch dem Fachmann bekannte Schritte (z. B. Absorberbetten) unterbunden werden. Bei der Zugabe des Katalysatormetalls ist es empfehlenswert, eine chlorfreie Spezies, beispielsweise Rhodiummethylhexanoat oder $\text{Rh}(\text{acac})(\text{CO})_2$ einzusetzen.

Da Biphephos letztlich aus PCl_3 gebildet wird, müssen besondere Anstrengungen unternommen werden, um möglichst chlorarmes Biphephos bereitzustellen. Im Falle der Hydroformylierung von Propen sind höhere Chlorgehalte weniger kritisch, da bei den dort erforderlichen Temperaturen nur ein geringer Abbau von Biphephos erfolgt. Bei der Hydroformylierung höherer Olefine sind jedoch im Regelfall höhere Temperaturen erforderlich, die einen beschleunigten Abbau von Biphephos bewirken. Dies bedeutet, dass in einem kontinuierlich laufenden Hydroformylierungsprozess der stetige Abbau von Biphephos durch Nachdosierung von Frisch-Biphephos kompensiert werden muss. Wenn nun Biphephos Spuren an Chlorid enthält, bedeutet das, dass sich Chlorid allmählich im Reaktor akkumuliert, da Chlorid aus dem Reaktor praktisch nicht ausgetragen wird. Mit steigendem Chloridgehalt steigt folglich die Gefahr der Spannungsrisskorrosion erheblich an.

Es ist daher wichtig, einen Herstellungsprozess für Biphephos zu entwickeln, der Biphephos mit geringem Chloridgehalt bereitstellt. Der Chloridgehalt lässt sich analytisch einfach bestimmen, zum Beispiel durch wässrige Titration. Weitreichender ist die Bestimmung des Gesamtchlorgehalts, der neben den Chloriden auch anderweitig gebundenes Chlor umfasst.

- 5 Ein Abstellen auf den Gesamtchlorgehalt ist auch insoweit sachdienlich, als nicht ausgeschlossen werden kann, dass anderweitig gebundenes Chlor den Reaktor zu schädigen vermag. Bei der Bemessung der Grenzwerte für Gesamtchlor bleibt aber der Chloridanteil maßgeblich. Als äußerster Grenzwert können 5000 ppm Gesamtchlor angesehen werden, bevorzugt sollte das entstehende Biphephos weniger als 4000 ppm, besonders bevorzugt
10 weniger als 3000 ppm Gesamtchlorthalten. In einem parallel entwickelten Verfahren ist es möglich, den Chlorgehalt weiter zu reduzieren.

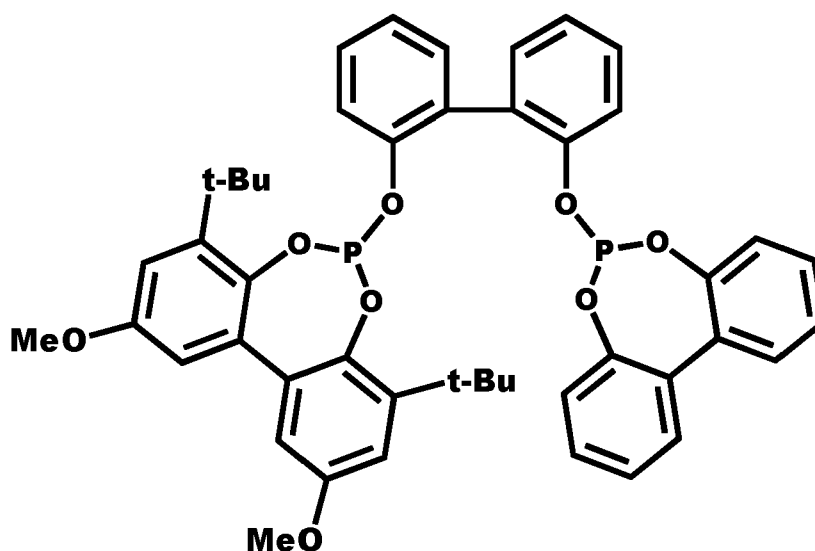
- Ein geeignetes Verfahren zur Bestimmung des Gesamtchlorgehalts ist die Verbrennung nach Wickbold; mit Probenvorbereitung nach DIN 51408 und Messung per Ionenchromatographie
15 nach DIN EN ISO 10304.

- In J. Am. Chem. Soc. 1993, 115, 2066-2068 wurde das bei der Reaktion entstehende Chlorwasserstoffgas mit Triethylamin abgefangen. Die Reaktion erfolgte in Toluol, worin sowohl Biphephos als auch das Koppelprodukt Triethylaminhydrochlorid ausfielen. Es war eine
20 Kühlung auf -40 °C erforderlich. Die Entfernung des entstandenen Hydrochlorids erfolgte durch Waschen mit Wasser, Filtration und Umkristallisation aus Acetonitril. Beim Waschen mit Wasser entsteht eine saure Lösung von Aminhydrochlorid, die spezielle Filtergeräte, beispielsweise aus korrosionsbeständigem Hastelloy, erfordern. Im Übrigen ist Biphephos nur eingeschränkt wasserstabil und kann hydrolysieren, was die geringe Endausbeute von nur 64% erklärt. Je
25 größer ein Ansatz ist, desto länger wird die Kontaktzeit mit Wasser und desto mehr Hydrolyse ist zu erwarten. Eine wässrige Aufarbeitung ist daher bei industriell relevanten Ansatzgrößen nicht zu empfehlen.

- In WO2005/063776 wurde die Aufgabe dadurch gelöst, indem als verwendete Aminbase ein
30 polymerer Ionenaustauscher verwendet wurde. Das Aminhydrochlorid ist dort polymer und kann abfiltriert werden. Die Ausbeute betrug 50%. Der beladene Ionenaustauscher muss anschließend entweder in einem separaten Prozessschritt reaktiviert oder aber entsorgt werden.

In Organometallics 1996, 15, 835 – 847 beschreiben van Rooy et al. die Synthese von Biphephos in Tetrahydrofuran als Lösungsmittel in Gegenwart von Pyridin als Base. Als Reaktionstemperatur sind großtechnisch nur mit immensem apparativem und Energieaufwand realisierbare -50 °C angegeben. Der Vorzug dieses Verfahrens liegt jedoch darin, dass das Koppelprodukt Aminhydrochlorid weitgehend ausfällt und durch Filtration von der Biphephos-haltigen Lösung entfernt werden kann. Anschließend muss das Lösungsmittel energieintensiv abgezogen werden. Das Produkt wird durch Zugabe von Acetonitril ausgefällt und erneut filtriert. Die Ausbeute ist gegenüber den beiden obigen Verfahren erheblich verbessert und liegt bei 79%. Nachteile dieses Verfahrens sind: a) Extrem tiefe Temperaturen von -50 °C, die nur mit erheblichem energetischen und apparativem Aufwand erreicht werden können, b) Destillation von THF und Pyridin, welche Energie, die entsprechenden apparativen Voraussetzungen sowie zeitlichen Aufwand erfordert, c) zweifache Filtration, welche arbeitsintensiv ist und Anlagenkapazität in Anspruch nimmt.

Eigene Untersuchungen des Anmelders zeigten weiterhin, dass bei Temperaturen oberhalb von -50 °C verstärkt zu Biphephos isomere Verbindungen, insbesondere ein Isomer der Formel 3, gebildet wird:



Formel 3

Eine Verbesserung dieses Verfahrens findet sich in EP0577042, wo die Reaktion in Toluol bei -5 °C durchgeführt wird. Laut EP0577042 fällt hierbei Pyridinhydrochlorid aus, Biphephos hingegen bleibt in Lösung. Anschließend wurde Toluol abdestilliert und Biphephos mit

Acetonitril ausgefällt und abdestilliert. Auch hier ist eine zweifache Filtration erforderlich. Weiterhin zeigten eigene Untersuchungen, dass nach dieser Vorschrift nur sehr kleine Ausbeuten im einstelligen Prozentbereich erhalten werden, weil der überwiegende Teil des Biphephos in Toluol ausfällt und zusammen mit Pyridinhydrochlorid abfiltriert und verworfen wird.

Aufgabe der vorliegenden Erfindung war es nun, eine preisgünstige und technisch einfach durchzuführende Synthesemethode für Biphephos zu entwickeln, bei der Biphephos mit einem geringen Gesamtchlorgehalt von weniger als 5000 ppm und in hoher Ausbeute anfällt und bei der auf eine wässrige Aufarbeitung verzichtet werden kann.

Gelöst wird diese Aufgabe durch ein Verfahren zur Herstellung von Biphephos durch Umsetzung von 3,3'-tert-Butyl-2,2'-dihydroxy-5,5'-dimethoxybiphenyl mit 6-Chlorodibenzo[d,f][1,3,2]-dioxaphosphopin, dadurch gekennzeichnet, dass die Umsetzung in einem Acetonitril enthaltenden Lösungsmittelgemisch erfolgt.

Wenn vorliegend von einem "Lösungsmittelgemisch" die Rede ist, so ist damit sowohl ein Gemisch zwei oder mehrerer verschiedener Lösungsmittel gemeint, wobei eines davon Acetonitril ist, als auch reines Acetonitril. In einer bevorzugten Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens enthält das Lösungsmittelgemisch mindestens 40 Gew.-%, bevorzugt mindestens 50 Gew.-%, weiter bevorzugt mindestens 60 Gew.-%, noch weiter bevorzugt mindestens 70 Gew.-%, am meisten bevorzugt mindestens 80 Gew.-%, Acetonitril bezogen auf die Gesamtlösungsmittelmenge. Die Umsetzung kann auch in reinem Acetonitril (über 95 bis 100 Gew.-% Acetonitrilanteil im Lösungsmittel) erfolgen.

Das Lösungsmittelgemisch kann bis zu 60 Gew.-%, bevorzugt bis zu 50 Gew.-%, weiter bevorzugt bis zu 40 Gew.-%, noch weiter bevorzugt bis zu 30 Gew.-%, am meisten bevorzugt bis zu 20 Gew.-%, bezogen auf die Gesamtlösungsmittelmenge, weitere Lösungsmittel enthalten. Als weitere Lösungsmittel können bevorzugt die aus der Gruppe umfassend Toluol, ortho-Xylol, n-Heptan, Ethylacetat, Propylencarbonat oder Mischungen davon ausgewählt werden, wobei Toluol, ortho-Xylol, n-Heptan, Ethylacetat oder Mischungen davon bevorzugt sind.

In einer bevorzugten Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens erfolgt die Umsetzung in Gegenwart einer Base, bevorzugt in Gegenwart von Pyridin oder n-Butyldimethylamin.

- 5 Unter "Lösungsmittel" sollen hier nur die tatsächlich als Lösungsmittel eingesetzten Substanzen verstanden werden, also die bei 23°C flüssigen Bestandteile der Reaktionsmischung, die selbst keine chemische Umsetzung mit den Edukten 3,3'-tert-Butyl-2,2'-dihydroxy-5,5'-dimethoxybiphenyl und 6-Chlorodibenzo[d,f][1,3,2]-dioxaphosphopin und dem Produkt Biphephos eingehen. Zu den Lösungsmitteln zählen also zum Beispiel insbesondere Acetonitril, 10 Toluol, ortho-Xylol, n-Heptan, Ethylacetat und Propylencarbonat. Pyridin, Triethylamin und ähnliche Verbindungen mit basischer Funktion sollen hingegen nicht zu den Lösungsmitteln gezählt werden.

- Wie sich zeigte, ist die Herstellung von Biphephos wie oben beschrieben, insbesondere in 15 Gegenwart von Pyridin als Base und in Acetonitril als Lösungsmittel, besonders vorteilhaft. Mit dieser Kombination ist es möglich mit einer einfachen Solekühlung, also oberhalb der Kristallisationstemperatur eines eutektischen Gemisches von Wasser und Kochsalz, 6-Chlorodibenzo[d,f][1,3,2]-dioxaphosphopin **2** mit 3,3'-tert-Butyl-2,2'-dihydroxy-5,5'-dimethoxybiphenyl unter Bildung von Biphephos umzusetzen und das Produkt anschließend 20 abzufiltrieren. Um die Lagerstabilität zu erhöhen, kann man das Produkt optional auch noch mit einem inerten Lösungsmittel, z. B. n-Heptan waschen. Das erhaltene Produkt wird typischerweise mit einer Ausbeute von mehr als 80% erhalten und enthält weniger als 5000 ppm, bevorzugt weniger als 4000 ppm, und besonders bevorzugt weniger als 3000 ppm Chlorid.

25

- Die Verwendung von Pyridin lässt erheblich höhere Temperaturen zu als es mit Triethylamin der Fall ist wie in der von Rooy et al. (vide supra) angewandten Methode. Darüber hinaus ist Pyridinhydrochlorid in Acetonitril, welches als Lösungsmittel für die Synthese verwendet wird, hervorragend löslich und verbleibt im Lösungsmittel während Biphephos in Acetonitril unlöslich 30 ist und daher ausfällt. Dadurch kann Biphephos mit deutlich weniger als 5000 ppm, bevorzugt weniger als 4000 ppm, und besonders bevorzugt weniger als 3000 ppm Gesamtchlor, bezogen auf das isolierte und getrocknete Biphephos, erhalten werden. Bei der Bestimmung des Gesamtchlorgehalts gemäß der Verbrennungsmethode nach Wickbold erfolgt die

Probenvorbereitung nach DIN 51408 und die Messung nach DIN EN ISO 10304 (per Ionenchromatographie).

Die Umsetzung kann vorteilhafterweise in einem Temperaturbereich von oberhalb der
5 Kristallisationstemperatur eines eutektischen Gemisches von Wasser und Kochsalz bis zu 10°C durchgeführt werden. In einer bevorzugten Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens erfolgt die Umsetzung in einem Temperaturbereich von größer -10°C bis 5°C.

Nach erfolgter Umsetzung kann der gebildete Feststoff isoliert werden. Dies geschieht
10 typischerweise durch Abfiltrieren und, optional, Trocknen des abfiltrierten Feststoffes. Vorzugsweise wird der abfiltrierte Feststoff - bevor er gegebenenfalls getrocknet wird - erneut in einem dafür geeigneten Lösungsmittel aufgeschlämmt, optional mehrfach in dem selben Lösungsmittel oder mehrfach in verschiedenen geeigneten Lösungsmitteln, und abfiltriert. Geeignete Lösungsmittel zum Aufschlämmen sind Acetonitril, Propylencarbonat, n-Heptan oder
15 Kohlenwasserstoffe. Von den Kohlenwasserstoffen sind die C5-C12-Kohlenwasserstoffe und (Cyclo)-alkane bevorzugt.

Zur weiteren Aufreinigung kann das Biphephos umkristallisiert werden. Dies erfolgt in einer bevorzugten Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens derart, dass nach erfolgter
20 Umsetzung der Edukte, und gegebenenfalls Isolierung des Produktfeststoffes, dieser überwiegend aus Biphephos bestehende Feststoff in einem acetonitrilfreien Lösungsmittel oder Lösungsmittelgemisch bevorzugt unter Erhitzen gelöst wird, unlösliche Bestandteile abfiltriert werden, vorzugsweise bei einer Temperatur bis zu 130 °C abfiltriert werden, und das Biphephos durch Abkühlen des Lösungsmittels oder Lösungsmittelgemisches auskristallisiert oder
25 ausgefällt wird. Anschließend kann das Biphephos isoliert werden, vorzugsweise durch Abfiltrieren und, optional, Trocknen des abfiltrierten reinen Produkts. Das Lösen des überwiegend aus Biphephos bestehenden Feststoffes in einem acetonitrilfreien Lösungsmittel oder Lösungsmittelgemisch kann typischerweise durch Erwärmen des Lösungsmittels bzw. des Lösungsmittelgemisches erfolgen. Anschließend kann dann auf Raumtemperatur oder tiefer
30 abgekühlt werden.

Das oben beschriebene Verfahren ist im Vergleich zu den im Stand der Technik beschriebenen Varianten einfach, mit geringem apparativen, zeitlichen und energetischen Aufwand durchzuführen. Die Vorteile des Verfahrens sind:

- Die Reaktion ist mit einer normalen Solekühlung durchführbar,
 - Es können hohe Ausbeuten über 80% erzielt werden,
 - Biphephos wird ohne Umkristallisation mit einem Chlorgehalt von weniger als 3000 ppm erhalten, und
- 5 - Es findet keine wässrige Aufarbeitung statt.

Ein weiterer Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist die Verwendung von Acetonitril als Lösungsmittel oder Bestandteil eines Lösungsmittelgemisches in einem Verfahren zur Herstellung von Biphephos. In einer bevorzugten Ausführungsform der erfindungsgemäßen Verwendung wird in dem Lösungsmittel Acetonitril oder dem Lösungsmittelgemische enthaltend

10 Acetonitril 3,3'-tert-Butyl-2,2'-dihydroxy-5,5'-dimethoxybiphenyl mit 6-Chlorodibenzo[d,f][1,3,2]-dioxaphosphopin umgesetzt.

15 Beispiele

Beispiel 1: Herstellung von Biphephos

In einer Glove-Box wurden in einem 250 mL Schlenkkolben 17,5 g (0,063 mol)

20 Phosphorochloridit **2**, hergestellt nach DE-A102008043584, in 110 mL Acetonitril (Fa. Fluka) vorgelegt. Weiterhin wurden 10,4 g (0,028 mol) 3,3'-tert-Butyl-2,2'-dihydroxy-5,5'-dimethoxybiphenyl, nach EP35965, präpariert. Dieses wurde in 17 ml (16,4 g, 0,204 mol) Pyridin gelöst und in einen 100 mL Tropftrichter gegeben. Dieser wurde auf den Schlenkkolben aufgesetzt. Die Apparatur wurde aus der Glovebox ausgeschleust und der Schlenkkolben auf -

25 10 °C abgekühlt. Anschließend wurde langsam unter kräftigem Rühren die Biphenol/Pyridin - Lösung tropfenweise innerhalb von 2,5 h zudosiert, wobei ein Feststoff ausfiel. Nach vollständiger Zugabe wurde über Nacht bei -10 °C nachgerührt. Daraufhin wurde der Feststoff über eine G3 Schutzgasfritte abfiltriert. Der Feststoff wurde anschließend auf der Fritte unter Schutzgas in 30 ml Acetonitril aufgeschlämmt und anschließend erneut filtriert. Der farblose

30 Feststoff wurde für 16 Stunden bei 10⁻¹ mbar getrocknet und anschließend analysiert. Es wurden 19,92 g (87,3% der Theorie) Biphephos erhalten. Dieser enthielt 2500 ppm (± 100 ppm) Gesamtchlor (Analysemethode: Verbrennung nach Wickbold gemäß. DIN 51408 und DIN EN ISO 10304!).

Beispiel 2: Herstellung von Biphephos

- 121 g Phosphorochloridit **2**, 80%ig in Toluol, werden in 530 g Acetonitril gelöst und auf -5 °C
5 gekühlt. Weiterhin wurden 63 g 3,3'-tert-Butyl-2,2'-dihydroxy-5,5'-dimethoxybiphenyl in 101 g
Pyridin gelöst und langsam zu der Phosphorochloriditlösung zudosiert, wobei die
Reaktionslösung ständig auf -5 °C gekühlt wurde. Nach Dosierende wurde 2 h nachgerührt.
Das ausgefallene Produkt wurde über eine Nutsche abfiltriert, zunächst mit 80 mL Acetonitril
und anschließend mit 100 mL n-Heptan gewaschen und im Vakuumtrockenschrank getrocknet.
10 Es wurden 114 g (83 % der Theorie) Biphephos erhalten mit einem Gesamtchlorgehalt von
1500 ppm ($\pm$ 100 ppm) (Analysemethode: Verbrennung nach Wickbold gemäß. DIN 51408 und
DIN EN ISO 10304).

Patentansprüche:

1. Verfahren zur Herstellung von Biphephos durch Umsetzung von 3,3'-tert-Butyl-2,2'-
5 dihydroxy-5,5'-dimethoxybiphenyl mit 6-Chlorodibenzo[d,f][1,3,2]-dioxaphosphopin,
dadurch gekennzeichnet, dass die Umsetzung in einem Acetonitril enthaltenden
Lösungsmittelgemisch erfolgt.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das Lösungsmittelgemisch
mindestens 40 Gew.-%, bevorzugt mindestens 50 Gew.-%, weiter bevorzugt mindestens
10 60 Gew.-%, noch weiter bevorzugt mindestens 70 Gew.-%, am meisten bevorzugt
mindestens 80 Gew.-%, Acetonitril enthält.
3. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass
das Lösungsmittelgemisch bis zu 60 Gew.-%, bevorzugt bis zu 50 Gew.-%, weiter
15 bevorzugt bis zu 40 Gew.-%, noch weiter bevorzugt bis zu 30 Gew.-%, am meisten
bevorzugt bis zu 20 Gew.-%, weitere Lösungsmittel enthält.
4. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, dass das oder die weiteren
Lösungsmittel ausgewählt sind aus der Gruppe umfassend Toluol, ortho-Xylol, n-Heptan,
20 Ethylacetat, Propylencarbonat oder Mischungen davon, wobei Toluol, ortho-Xylol, n-
Heptan, Ethylacetat, Propylencarbonat oder Mischungen davon bevorzugt sind.
5. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass
die Umsetzung in Gegenwart einer Base, bevorzugt in Gegenwart von Pyridin, erfolgt.
25
6. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass
die Umsetzung in einem Temperaturbereich von oberhalb der Kristallisationstemperatur
eines eutektischen Gemisches von Wasser und Kochsalz bis zu +10°C erfolgt.
- 30 7. Verfahren nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, dass die Umsetzung in einem
Temperaturbereich von größer -10°C bis +5°C erfolgt.

8. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass nach erfolgter Umsetzung der gebildete Feststoff isoliert wird, vorzugsweise durch Abfiltrieren und, optional, Trocknen des abfiltrierten Feststoffes.
- 5 9. Verfahren nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, dass nach dem Abfiltrieren des Feststoffes dieser erneut in einem dafür geeigneten Lösungsmittel aufgeschlämmt wird, optional mehrfach in dem selben Lösungsmittel oder mehrfach in verschiedenen geeigneten Lösungsmitteln aufgeschlämmt wird, und abfiltriert wird, bevor er gegebenenfalls getrocknet wird.
- 10 10. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass nach erfolgter Umsetzung, und gegebenenfalls Isolierung, der überwiegend aus Biphephos bestehende Feststoff in einem acetonitrilfreien Lösungsmittel oder Lösungsmittelgemisch gelöst wird, unlösliche Bestandteile abfiltriert werden und
- 15 Biphephos durch Abkühlen des Lösungsmittels oder Lösungsmittelgemisches auskristallisiert oder ausgefällt und anschließend isoliert wird, vorzugsweise durch Abfiltrieren und, optional, Trocknen des abfiltrierten Biphephos.
- 20 11. Verwendung von Acetonitril als Lösungsmittel oder Bestandteil eines Lösungsmittelgemisches in einem Verfahren zur Herstellung von Biphephos.
12. Verwendung nach Anspruch 11, dadurch gekennzeichnet, dass in dem Lösungsmittel oder dem Lösungsmittelgemische 3,3'-tert-Butyl-2,2'-dihydroxy-5,5'-dimethoxybiphenyl mit 6-Chlorodibenzo[d,f][1,3,2]-dioxaphosphepin umgesetzt wird.