

## 2-3급부틸-4-메틸페놀의 합성

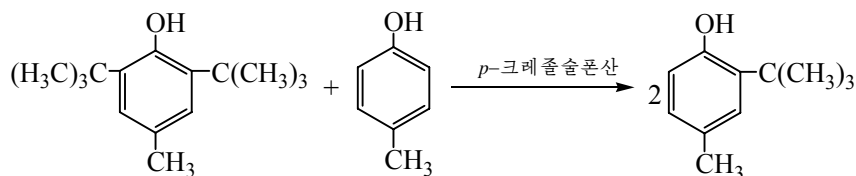
김옥순, 김명희, 최영일

2-3급부틸-4-메틸페놀(BMP)은 합성수지와 합성고무, 윤활유 등의 열안정제로 이용되고있는 2, 2'-메틸렌비스(4-메틸-6-3급부틸페놀)(《2246》)[1, 2]합성의 기본원료이다. BMP는 일반적으로 류산촉매나 페녹시알루미늄촉매를 리용하여 *p*-크레졸을 이소부틸렌으로 알킬화시켜 얻고있다.

우리는 *p*-크레졸술포산촉매로 2, 6-디3급부틸-4-메틸페놀과 4-메틸페놀의 혼합물을 탈알킬화 및 알킬화시켜 BMP를 합성하였다.

### 실험 방법

반응방정식은 다음과 같다.



3구플라스크에 2, 6-디3급부틸-4-메틸페놀과 4-메틸페놀을 일정한 량 넣고 *p*-크레졸술포산촉매를 첨가한 다음 140°C까지 온도를 올리고 일정한 시간동안 유지하였다.

용액을 5% 가성소다용액으로 중화세척한 다음 증류수에 넣어 1h동안 교반한 후 유기층과 수용액층을 분리하는 방법으로 4-메틸페놀술포산을 제거하였다.

생성물에 미반응4-메틸페놀이 포함되어있으면 제품의 색을 변화시키고 산도를 높여 장치가 부식될수 있다. 따라서 생성물을 진공증류하여 정제하였다.

2.7kPa의 압력에서 120~130°C의 류분을 받아내고 이것을 5% NaOH용액으로 처리하여 4-메틸페놀을 완전히 제거한 다음 재증류하여 125~127°C의 류분을 받는다.

기체크로마토그래프(《GC-A》)(주입온도 180°C, 탑온도 140°C, 유지시간 6.637min)로 생성물의 순도를 결정하고 IR흡수스펙트르와 녹음점을 측정하여 생성물을 동정하였다.

생성물의 거름률은 88%이고 순도는 98%였다.

### 실험결과 및 고찰

생성물과 표준물질의 IR흡수스펙트르는 그림 1과 같다.

그림 1에서 보는바와 같이 생성물의 IR흡수스펙트르는 표준물질과 완전히 일치하였으며 *p*-치환페닐기의 특성흡수띠(1 515cm<sup>-1</sup>), 메틸기의 신축진동흡수띠(2 915cm<sup>-1</sup>), 페놀성히드록실기의 특성흡수띠(3 520cm<sup>-1</sup>), C(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>기의 신축진동흡수띠(2 970cm<sup>-1</sup>)들이 나타났다.

생성물의 녹음점은 43°C로서 선행연구결과[2]와 일치하였다.

축매량의 영향 축매량에 따르는 생성물의 조성은 표와 같다.

표에서 보는바와 같이 축매량이 많아짐에 따라 기본생성물인 BMP의 거둬들은 높아지다가 4%일 때 감소하였다. 이것은 축매량이 지나치게 많으면 2, 6-디3급부틸-4-메틸페놀의 탈알킬화속도가 4-메틸페놀의 알킬화속도보다 빨라지기때문이다. 실제로 반응에서 축매량이 3%이상일 때에는 이소부틸렌이 기체상태로 방출된다. 따라서 축매량을 3%로 정하였다.

표. 축매량에 따르는 생성물의 조성(%)

생성물	축매농도/%			
	1	2	3	4
4-메틸페놀	10	7	4	10
BMP	70	85	90	80
2, 6-디3급부틸-4-메틸페놀	20	8	6	10

급격히 빨라지기때문이라고 볼수 있다. 따라서 적합한 반응온도를 140°C로 정하였다.

반응시간의 영향 BMP의 거둬들에 미치는 반응시간의 영향은 그림 3과 같다.

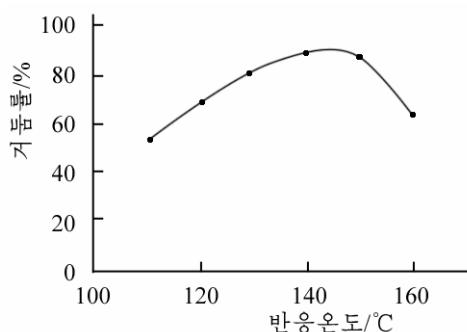


그림 2. BMP의 거둬들에 미치는 반응온도의 영향

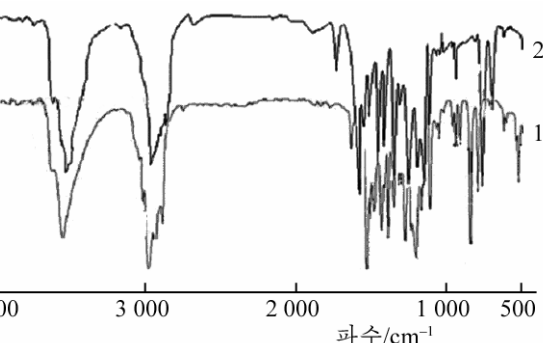


그림 1. 생성물(1)과 표준물질(2)의 IR흡수스펙트럼

그림 2에서 보는바와 같이 반응온도가 높아짐에 따라 BMP의 거둬들은 증가하다가 150°C이상에서는 급격히 감소하였다. 이것은 온도가 너무 높아지면 탈알킬화속도가

급격히 빨라지기때문이라고 볼수 있다. 따라서 적합한 반응온도를 140°C로 정하였다.

반응온도의 영향 BMP의 거둬들에 미치는 반응온도의 영향은 그림 2와 같다.

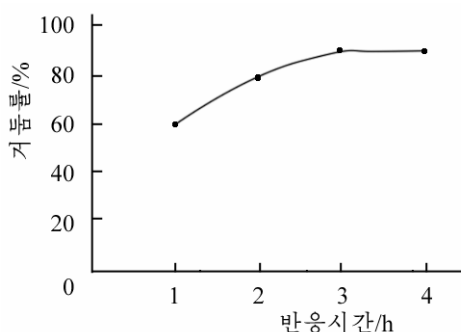


그림 3. BMP의 거둬들에 미치는 반응시간의 영향

그림 3에서 보는바와 같이 반응시간이 3h일 때 BMP의 거둬들이 최대이며 그 이상에서는 거의 변하지 않았다. 따라서 반응시간을 3h로 정하였다.

## 맺는 말

*p*-크레졸술포산축매를 리용하여 2, 6-디3급부틸-4-메틸페놀과 4-메틸페놀로부터 2-3급부틸-4-메틸페놀을 합성하였다.

합리적인 조건은 축매량 3%, 반응온도 140°C, 반응시간 3h이며 이때 거둬들은 88%, 순도는 98%이다.

## 참 고 문 헌

[1] 陈俊 等; 合成橡胶工业, 37, 1, 57, 2014.

[2] 郭建华 等; 广东橡胶, 1, 1, 2012.

주체106(2017)년 7월 5일 원고접수

## Synthesis of 2-Tert-butyl-4-methylphenol

*Kim Ok Sun, Kim Myong Hui and Choe Yong Il*

We synthesized 2-tert-butyl-4-methylphenol from 2, 6-di-tert-buthyl-4-methylphenol and 4-methylphenol by using *p*-cresolsulfuric acid as a catalyst.

The reasonable conditions are as follows: the amount of the catalyst is 3%, the reaction temperature is 140°C and the reaction time is 3h. Then the yield is 88% and the purity is 98%.

Key word: 2-tert-butyl-4-methylphenol