

2,6-디3급부틸페놀의 합성

리혁철, 김명희, 리상룡

위대한 령도자 김정일동지께서는 다음과 같이 교시하시였다.

《과학자, 기술자들은 현실에 튼튼히 발을 붙이고 사회주의건설의 실천이 제기하는 문제들을 연구대상으로 삼고 과학연구사업을 진행하여야 하며 연구성과를 생산에 도입하는 데서 나서는 과학기술적문제들을 책임적으로 풀어야 합니다.》(《김정일선집》 증보판 제15권 492페이지)

수지생산과정에는 수지의 수명을 늘이고 자체특성을 유지할수 있게 산화방지제를 비롯한 각종 첨가제들을 첨가한다. 현재 페놀계, 아린산계를 비롯한 여러 계열의 산화방지제들이 개발리용되고있다.[2, 3]

우리는 페놀계산화방지제인 안정제 《1010》합성반응의 중간생성물인 2,6-디3급부틸페놀을 합성하였다.

실험 방법

페놀을 알루미늄페녹시드로 부틸화[1]할 때 반응계에는 모노, 디, 트리체가 다같이 존재하게 된다.

3구플라스크에 페놀 20g과 알루미늄절삭밥 0.6g을 넣고 가열하여 알루미늄페녹시드를 합성한다. 알루미늄페녹시드는 수분에 매우 민감하여 수분과 쉽게 반응하며 수산화알루미늄으로 넘어가면서 촉매적활성을 잃게 된다. 따라서 반응에 리용하는 페놀에서 수분을 제거하여야 하는데 무수헥산과 페놀을 일정한 비율로 혼합하고 증류한 다음 활성화한 분자체 5A로 처리한다. 류량계를 통하여 반응기에 이소부틸렌을 주입하여 알킬화시킨다. 반응이 끝나면 물과 가성소다를 일정한 량 첨가하여 촉매의 활성을 없앤 다음 감압증류(2.7kPa)하여 생성물을 분리한다.

IR흡수스펙트르를 측정하여 생성물을 동정하였다.

실험결과 및 해석

알루미늄페녹시드합성에 미치는 온도의 영향 알루미늄페녹시드를 합성할 때 일정한 온도이상에서만 수소기체가 발생한다. 온도에 따르는 수소기체발생정형은 표 1과 같다.

표 1에서 보는바와 같이 160℃이상에서 수소기체가 발생한다. 따라서 온도를 160℃로 보장하면 촉매를 합성할수 있다. 이때 주의할 점은 수소가 발생하기 시작하면 폭발적으로 발생하므로 반응과정에 사고가 나지 않게 하여야 한다는것이다.

표 1. 온도에 따르는 수소기체발생정형

온도/℃	130	140	150	160	170
발생정형	×	×	×	○	○

알킬화반응에 미치는 반응온도의 영향 알킬화반응과정에 반응온도에 따르는 이소부틸렌의 소비속도변화는 표 2와 같다. 소비속도는 주입된 이소부틸렌의 체적을 반응시간으로 나눈 값으로 평가하였다.

표 2. 반응온도에 따르는 이소부틸렌의 소비속도변화

온도/°C	90	100	110	120	130
소비속도/(mL·min ⁻¹)	2	5	25	25	25

표 2에서 보는바와 같이 반응온도가 110°C이상일 때 이소부틸렌의 소비속도가 일정하다. 따라서 반응온도를 110°C로 하는것이 합리적이다.

물, 가성소다첨가량의 영향 물이나 알칼리로 처리하지 않는 경우 촉매에 의하여 증류과정에 생성물이 탈알킬화되어 페놀이 생성된다. 이것은 촉매가 알킬화뿐만아니라 탈알킬화촉매로도 활성이 대단히 세다는것을 보여준다. 물 또는 가성소다를 페놀량의 2%정도 첨가한 후 증류한 생성물의 조성은 표 3과 같다.

표 3에서 보는바와 같이 물 또는 가성소다를 초기페놀량의 2%정도 생성물에 첨가하면 촉매를 비활성화시키고 생성물을 효과적으로 증류할수 있다는것을 알수 있다.

생성물의 IR흡수스펙트르 생성물과 표준물질의 IR흡수스펙트르는 그림과 같다.

그림에서 보는바와 같이 생성물의 IR흡수스펙트르는 표준물질과 완전히 일치하며 따라서 우리가 합성한 물질이 2,6-디3급부틸페놀이라는것을 알수 있다.

표 3. 증류한 생성물의 조성(%)

구분	물첨가	알칼리첨가
<i>o</i> -3급부틸페놀	7.52	7.66
<i>p</i> -3급부틸페놀	15.27	14.89
2,4-디3급부틸페놀	12.36	12.45
2,6-디3급부틸페놀	46.94	47.32
2,4,6-트리3급부틸페놀	11.23	11.52
잔사	6.68	6.16

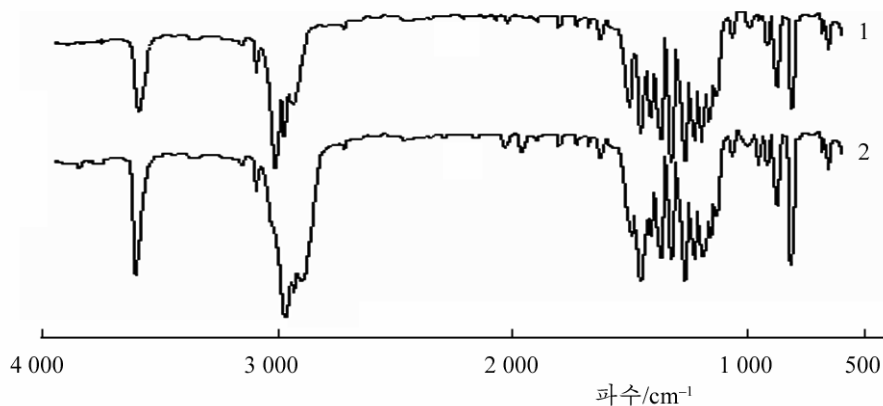


그림. 생성물(1)과 표준물질(2)의 IR흡수스펙트르

맺 는 말

페놀과 이소부틸렌으로부터 2,6-디3급부틸페놀을 합성하기 위한 반응조건은 다음과 같다. 촉매형성온도 160°C, 알킬화반응온도 110°C, 생성물분리때 첨가하여야 할 물, 가성소다의 첨가량 초기페놀량의 2%.

참 고 문 헌

- [1] Xiang Li et al.; Acta Cryst., C 70, 1050, 2014.
- [2] 张冬珍; 聚合物与助剂, 1, 1, 2012.
- [3] 张冬珍; 化工技术, 3, 1, 2011.

주제 106(2017)년 10월 5일 원고접수

Synthesis of 2,6-Di-Tert-Butyl Phenol

Ri Hyok Chol, Kim Myong Hui and Ri Sang Ryong

The reaction conditions for synthesis of 2,6-di-tert-butylphenol from phenol and *i*-butylene are as follows: the formation temperature of catalyst is 160°C, the alkylation temperature is 110°C, the additive amount of water and caustic soda is 2% of initial phenol.

Key words: alkylation, phenol, tert-butyl