

Синтез 4,4'-дигидроксифенила деалкилированием 4,4'-бис(2,6-ди-*трет*-бутилфенола)

© Афиногенова² Нина Николаевна, Ахмадуллин^{1*+} Ренат Маратович, Мусин² Ильдар Наилевич, Волков³ Игорь Валерьевич, Ахмедьянова^{4*+} Раиса Ахтямовна, Лисаневич^{2*+} Мария Сергеевна, Шкодич¹ Валентина Фёдоровна

¹ ООО «НТЦ» Ахмадуллины. Сибирский тракт, 34, корпус 10. г. Казань, 420029.

Республика Татарстан. Россия. E-mail: ahmadullinsr@gmail.com

² Кафедра медицинской инженерии; ³ Кафедра технологии переработки полимеров и композиционных материалов; ⁴ Кафедра технологии синтетического каучука. Казанский национальный исследовательский технологический университет. ул. К. Маркса, 68. г. Казань, 420015.

Республика Татарстан. Россия. E-mail: ²⁾ lisanevichms@gmail.com ; ³⁾ VolkovIV@corp.knrntu.ru ;

⁴⁾ achra108@rambler.ru

*Ведущий направление; +Поддерживающий переписку

Ключевые слова: полифениленсульфон, 4,4'-дигидроксифенил, окисление, деалкилирование, суперконструкционный пластик, мономер.

Аннотация

В статье представлены результаты синтеза мономера суперконструкционного пластика полифениленсульфона-4,4'-дигидроксифенила. Разрабатываемая технология включает три стадии: окисление 2,6-ди-*трет*-бутилфенола до 3,3',5,5'-тетра-*трет*-бутил-*пара*-дифенохинона; окислительное дегидрирование 2,6-ди-*трет*-бутилфенола 3,3',5,5'-тетра-*трет*-бутил-*пара*-дифенохиноном с получением 4,4'-бис(2,6-ди-*трет*-бутилфенола) (бисфенола); деалкилирование 4,4'-бис(2,6-ди-*трет*-бутилфенола) до 4,4'-дигидроксифенила.

Деалкилирование 4,4'-бис(2,6-ди-*трет*-бутилфенола) проводили при перемешивании и постепенном повышении температуры от 50 до 150 °С, для обеспечения равномерного выделения газообразного изобутилена и продолжали до полного прекращения выделения газа. Затем поднимали температуру реакционной массы до 160 °С для полноты превращения компонентов. Выделяющийся в ходе реакции изобутилен улавливали насыщенным (40%-ным) раствором хлористого водорода в метаноле. При этом образуется *трет*-бутилхлорид, который находит широкое применение в органическом синтезе. Образующийся 4,4'-дигидроксифенил выпадает в осадок. После остывания реакционной массы выпавший осадок фильтровали, промывали многократно петролейным эфиром до исчезновения желтой окраски. Осадок сушили при комнатной температуре, затем перекристаллизовывали из изопропилового спирта. Фильтровали и сушили при 110 °С до постоянного веса.

В качестве катализаторов деалкилирования были использованы *пара*-толуол и метансульфонокислоты. Большую активность проявила метансульфонокислота, в присутствии которой реакция деалкилирования 4,4'-бис(2,6-ди-*трет*-бутилфенола) завершалась за 3-4 часа с выделением изобутилена. Количество кислотного катализатора влияло на скорость выделения изобутилена и образование побочных продуктов. О полноте превращения бисфенола-5 судили по данным ИК-спектроскопии. ИК-спектры продуктов получали на ИК-спектрометре «SPECTRUM TWO» фирмы Perkin Elmer с использованием порошкообразных образцов в диапазоне от 4000 до 450 см⁻¹.

ИК-спектроскопия подтвердила полное завершение деалкилирования, что подтверждается отсутствием характерных полос СН₃ групп в спектре 4,4'-гидроксифенила. Температура плавления синтезированного продукта составила 286 °С, что соответствует литературным данным. Данные ВЭЖХ показали высокую чистоту полученного 4,4'-дигидроксифенила.

Выходные данные для цитирования русскоязычной печатной версии статьи:

Афиногенова Н.Н., Ахмадуллин Р.М., Мусин И.Н., Волков И.В., Ахмедьянова Р.А., Лисаневич М.С., Шкодич В.Ф. Синтез 4,4'-дигидроксифенила деалкилированием 4,4'-бис(2,6-ди-*трет*-бутилфенола). *Бутлеровские сообщения*. 2024. Т.80. №10. С.1-7. DOI: 10.37952/ROI-jbc-01/24-80-10-1

Полная исследовательская публикация Афиногенова Н.Н., Ахмадуллин Р.М., Мусин И.Н., Волков И.В.,
Ахмедьянова Р.А., Лисаневич М.С., Шкодич В.Ф.

Выходные данные для цитирования русскоязычной электронной версии статьи:

Афиногенова Н.Н., Ахмадуллин Р.М., Мусин И.Н., Волков И.В., Ахмедьянова Р.А., Лисаневич М.С.,
Шкодич В.Ф. Синтез 4,4'-дигидроксибифенила деалкилированием 4,4'-бис(2,6-ди-*tert*-бутилфенола).
Бутлеровские сообщения А. **2024**. Т.9. №4. Id.1. DOI: 10.37952/ROI-jbc-01/24-80-10-1/ROI-jbc-RA/24-9-4-1

The output for citing the English online version of the article:

Nina N. Afinogenova, Renat M. Akhmadullin, Ildar N. Musin, Igor V. Volkov, Raisa A. Akhmedyanova, Maria S.
Lisanevich, Valentina F. Shkodich. Synthesis of 4,4'-dihydroxybiphenyl by dealkylation of 4,4'-bis(2,6-di-*tert*-
butylphenol). *Butlerov Communications A.* **2024**. Vol.9. No4. Id.1. DOI: 10.37952/ROI-jbc-01/24-80-10-
1/ROI-jbc-A/24-9-4-1