

# سنتز رزین اپوکسی با بازمانده آنتراسن: ۴،۱-دی‌هیدروکسی تریپتیسن به جای بیس فنول A

Synthesis of an Epoxy Resin Having Anthracene Moiety: 1,4-Dihydroxytryptycene Instead of Bisphenol A

علی پورجوادی، مهیده سید خلیلی، محمدجلال‌الدین ظهوریان مهر\*

دانشگاه صنعتی شریف، دانشکده شیمی، آزمایشگاه پژوهشی شیمی پلیمر

دریافت: ۷۵/۱۰/۲۵، پذیرش: ۷۵/۱۱/۲۶

## چکیده

بیس فنول حجیم حاوی بازمانده آنتراسن به نام دی‌هیدروکسی تریپتیسن با استفاده از مواد اولیه موجود (آنتراسن و هیدروکینون) در سه مرحله سنتز و شناسایی شد. در مرحله اول پاراهیدروکینون با سدیم دی‌کرومات در محیط اسیدی اکسید و به پارابنزوکینون تبدیل شد. سپس، بنزوکینون با بهره زیاد در واکنش دیلز-آلدر با آنتراسن واکنش داد. در مرحله آخر، محصول افزایشی در محیط قلبایی به دی‌هیدروکسی تریپتیسن تبدیل شد. واکنش این بیس فنول با اپی کلروهیدرین در شرایط کنترل شده با هدف دستیابی به یک دی‌اپوکسی آریل اتر (رزین اپوکسی) با دو روش انجام شد. شرایط کنترل pH (افزایش ملایم و کنترل شده فلایا به مخلوط بیس فنول و اپی کلروهیدرین) نسبت به روش خروج آزنوتروپی اپی کلروهیدرین اضافی با آب، از نظر تولید در مقیاس بزرگتر روش بسیار مناسبتری تشخیص داده شد. سرانجام، ساختار مولکولی دی‌هیدروکسی تریپتیسن و اپوکسی مبتنی بر آن با طیف‌نمایی FTIR شناسایی و طیفها تجزیه و تحلیل شد.

واژه‌های کلیدی: آنتراسن، رزین اپوکسی، سنتز، واکنش دیلز-آلدر، ۴،۱-دی‌هیدروکسی تریپتیسن

**Key Words:** anthracene, epoxy resin, synthesis, Diels-Alder reaction, 1,4-dihydroxytryptycene

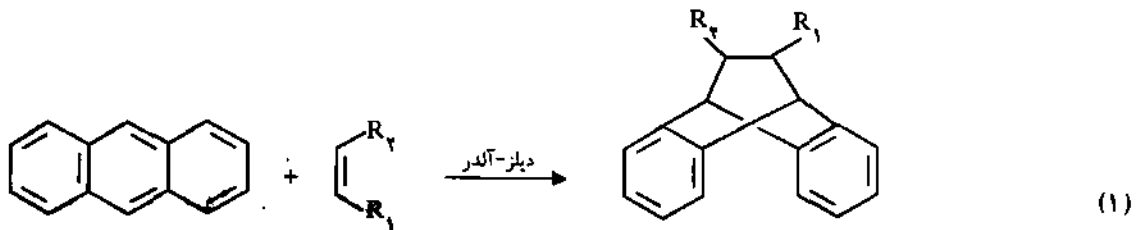
## مقدمه

هنگامی که آنتراسن در نقش یک دی‌ان در واکنش حلقه‌زایی با یک دی‌ان‌دوست شرکت می‌کند (معادله ۱)، محصولی بدست می‌آید که با وجود داشتن دو حلقه دست نخورده اغلب مشتقی از آنتراسن محسوب نمی‌شود. این محصول از نظر فضایی حجیم است و این امر واکنشهای بعدی آن را تحت تأثیر قرار داده و به آنها جهتگیرهای خاصی می‌دهد.

آنتراسن دی‌ان جالب توجهی است که روی واکنش دیلز-آلدر آن مطالعات زیادی صورت گرفته است. سنتتیک واکنش آن با مالیک

\* نشانی کنونی: مرکز تحقیقات پلیمر ابران، گروه چسب و رزین.

ایندرید در حضور منیزیم پرکلرات به عنوان کاتالیزور [۱] و توفیق در انجام همین واکنش، صرفاً با اختلاط واکنشگرهای اصلی در دمای  $65^{\circ}\text{C}$  -  $60^{\circ}\text{C}$  به مدت ده دقیقه [۲] از آن جمله است. در این زمینه پژوهشهای دیگری انجام شده است که از جمله برجسته‌ترین آنها می‌توان به موارد زیر اشاره کرد: واکنش آنتراسن با نفتودی‌کینونها و بررسی اثرهای فضایی و الکترونی آن [۳]، سنتز تریپتیسنها سه استخلافی متقارن از آنتراسنها ۸،۱ - استخلافی [۴]، واکنش آنتراسن با مشتقی از تراهایدروپیریدین که منجر به تهیه یک داروی آرام‌بخش جدید شده است [۵]، واکنش افزایشی آن با نوربورنن و مشتقات



آشناترین کاربرد رزینهای اپوکسی، چسبهای دوقلوست که یکی از اجزای آنها رزین اپوکسی و جزء دیگر سخت‌کننده یا عامل ایجاد پیوند عرضی است.

هدف نهایی این طرح سنتز، شناسایی و بهینه‌سازی روش سنتز رزین اپوکسی از واکنش DHT با اپی کلروهیدرین است و در این راستا جزئیات کاربرد عملی روش بهینه، بیش از جنبه‌های نظری مسئله مورد توجه بوده است.

### تجربی

#### مواد و دستگاه

از آنتراسن، پاراهیدروکینون، بیس فنول A، اپی کلروهیدرین و مواد مصرفی دیگر به همان صورت تجاری (از شرکت مرک، پس از کسب اطمینان از خلوص قابل قبول) استفاده شد. محصول واکنشها با طیف‌سنج زیرقرمز تبدیل فوریه مدل ۱۰۰۰-Mattson شناسایی شد.

#### روشها

##### تهیه پارابنزوکینون از پاراهیدروکینون

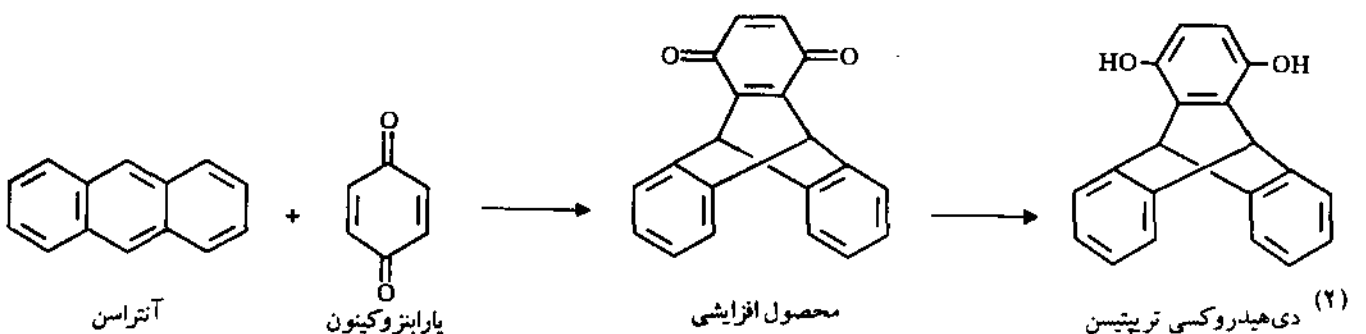
در یک بالن مناسب ۵/۵ g (۰/۰۵ mol) پاراهیدروکینون و محلولی از سولفوریک اسید (۳ mL) اسید غلیظ در ۵ mL آب می‌ریزیم و با گرمای ملایم هیدروکینون را حل می‌کنیم. سپس، بالن را بطور ناگهانی در حمام یخ خنک می‌کنیم و مخلوط را بشدت چنان می‌چرخانیم که بلورهای ریز معلق پدیدار شوند. در این حال به بالن محلولی

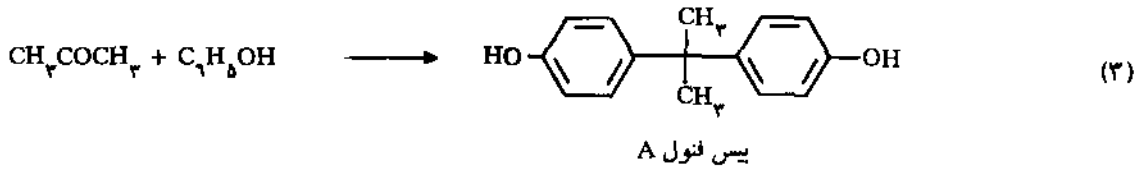
نوربورن [۶] و همچنین با دی‌ان‌دوستهای مختلف در مجاورت استیک انیدرید در شرایط ملایم [۷، ۸]، مطالعه آنتراسنهای ۹- استخلافی دیلز-آلدر [۹، ۱۰]، واکنش دیلز-آلدر آنتراسن و مالئیک انیدرید و تأثیر نور بر آن [۱۱] و بررسی محصولات افزایشی این واکنش از نظر فعالیت نوری [۱۲] و سرانجام فعالیت آکریلاتهای دارای استخلاف آلکیل در موقعیت آلفا در واکنش با آنتراسن [۱۳].

سختی و انعطاف‌ناپذیری و همچنین ممانعت فضایی دو حلقه فنیل بر جای مانده از اسکلت آنتراسن در محصول افزایشی، مورد توجه خاص این طرح بوده است. با افزودن یک حلقه فنیل بر آنچه در اپوکسیهای تجاری است سعی کرده‌ایم در جهت دستیابی به مونومری که بتواند پس از پلیمر شدن، ویژگیهای خاص یک ماده پلیمری با چسبندگی و مقاومت گرمایی زیاد را بدست دهد گام برداریم. در این راستا دی‌هیدروکسی تریپتسن (DHT) طی دو مرحله از پارابنزوکینون و آنتراسن سنتز شد (معادله ۲).

DHT بیس فنولی است که می‌تواند در واکنشهای معمولی فنولها شرکت کند. از جمله بیس فنولهای معروف صنعتی (و شاید مهمترین آنها)، ترکیبی موسوم به بیس فنول A (BPA) است. اخیراً جزئیات روش تهیه و شناسایی این ترکیب که از واکنش فنول با استون در محیط اسیدی بدست می‌آید (معادله ۳) بررسی شده است [۱۴].

اهمیت این ترکیب از کاربرد گسترده آن در تهیه رزینهای اپوکسی سرچشمه می‌گیرد [۱۵]. BPA در شرایط کنترل شده با اپی کلروهیدرین (ECH) در محیط بازی وارد واکنش می‌شود تا یک رزین اپوکسی که موارد استفاده بسیار متعددی بویژه در صنایع رنگ، رزین و پوشش سطوح دارد بدست آید.





روی شیشه ساعت پهن می‌کنیم تا در دمای محیط خشک شود. محصول واکنش حدود ۲ g (بهره واکنش ۷۴ درصد) بلور تقریباً بی‌رنگ است. آن را در اتانول ۹۶ درصد یا مخلوط آب - الکل (با نسبت حجمی ۱ به ۴) متبلور می‌کنیم تا برای واکنشهای بعدی از خلوص کافی برخوردار باشد. دمای ذوب این بیس فنول حدود ۲۱۵ °C است.

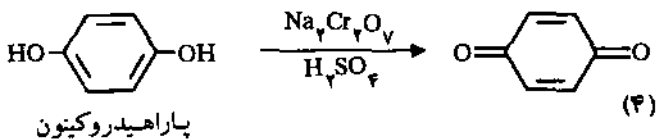
سنترزین اپوکسی آریل اتر بر پایه DHT روش اول - شرایط خروج آزئوتروپی آب با ECH اضافی [۱۷]: مخلوطی از ۱ mol / ۰ ترکیب بیس فنول و ۵ mol اپی کلروهیدرین (۴۵۰ g) را تحت گاز نیتروژن تا ۱۲۰ °C گرم کرده و پس از ۱/۵ ساعت ۳۰ mL محلول سود ۴۰ درصد را در مدت حدود یک ساعت قطره قطره به آن می‌افزاییم. محلول آزئوتروپ آب - ECH اضافی را با تقطیر خارج می‌کنیم و ۱۰۰ mL دیگر اپی کلروهیدرین تازه به آن می‌افزاییم تا ضمن پیشرفت واکنش، آب باقیمانده از طریق تقطیر آزئوتروپی خارج شود. این واکنش در مورد بیس فنول A محصولی بسیار گرانرو و نامناسب از حیث کاربرد تولید کرد. اما این روش در مورد DHT به دلیل بهره بسیار پایین ناموفق بود.

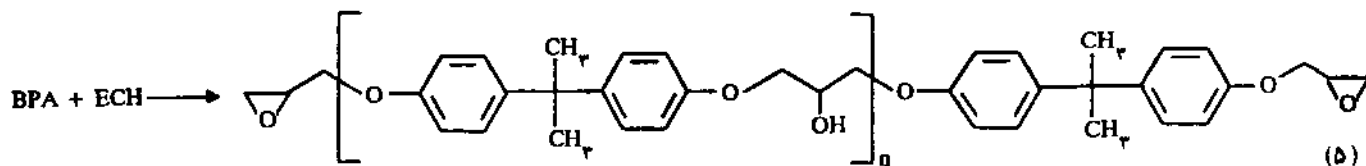
روش دوم - شرایط کنترل pH: ۱ mol بیس فنول و ۴ mol اپی کلرو-هیدرین را در یک بالن ته‌گرد تا دمای ۱۱۰-۱۰۵ °C گرم می‌کنیم. محلول را در حدود ۱۶ ساعت بطور پیوسته به هم می‌زنیم (همزن مکانیکی) و در این مدت ۲ mol (۸۰ g) سدیم هیدروکسید را به شکل محلول ۳۰ درصد قطره قطره به آن می‌افزاییم. این نکته بسیار مهمی است که سرعت افزایش آن قدر نباشد که مخلوط واکنش فنول فتالین را رنگی کند، یعنی pH باید همواره زیر ۸ باشد (امتحان با کاغذ pH با دقت ۰/۵ واحد کافی است). در مورد BPA لایه آلی بدست می‌آید که آن را جدا کرده و با سدیم سولفات خشک می‌کنیم. در مورد DHT، محصول از گرانروی کمتری برخوردار است و در حلالهای قطبی سیکلو هگزانون و متیل اتیل کتون و حلالهای آروماتیک قطبی نظیر

شامل ۷/۱ g (۰/۰۲۴ mol) سدیم دی کرومات دو آب در ۱۰۰ mL آب در بخشهای کوچک اضافه کرده و مخلوط را تا دمای ۲۰ °C سرد می‌کنیم. رسوب سبز مایل به سیاه در مراحل اولیه اکسایش ته‌نشین و با کامل شدن اکسایش، رنگ آن به زرد مایل به سبز می‌گراید. بلورهای بنزوکینون را پس از خشک کردن مخلوط واکنش در حمام یخ روی صافی خلاء صاف کرده و چند بار با آب سرد می‌شویم و در ضمن، رسوب راروی صافی کمی می‌فشاریم تا در حد امکان خشک شود. پس از تصفیه محصول خام، حدود ۳ g پارابنزوکینون خالص (خلوص ۹۹/۹ درصد) بدست می‌آید (دمای ذوب ۱۱۶-۱۱۴ °C). اما برای واکنشهای بعدی، همان محصول خام هم کفایت می‌کند. بهره واکنش (معادله ۴) حدود ۶۰ درصد ماده خالص است [۱۶].

واکنش دیلز - آلدربنزوکینون و آنتراسن در یک بالن ته‌گرد ۲۵۰ mL، ۱/۸ g (۰/۰۱ mol) آنتراسن و ۱/۱ g (۰/۰۱ mol) پارابنزوکینون را در ۱۰۰ mL زایلن حل کرده و ۴۵ دقیقه بازروانی می‌کنیم. پس از سرد کردن تا ۱۵ °C، محصول متبلور می‌شود. بلورهای زردرنگ را با خلاء صاف می‌کنیم و فشار می‌دهیم تا مختصری خشک شود. محصول را می‌توان در خشکانه خلاء در دمای محیط به مدت ۲۴ ساعت خشک کرد که در این طرح نیازی به این کار نیست. حدود ۲/۷ g (بهره ۹۳ درصد) محصول خام بدست می‌آید که از همین مقدار در مرحله بعد استفاده می‌کنیم (معادله ۲، مرحله اول). خلوص این ماده (به عنوان یک ماده واسطه) و آغشتگی آن به زایلن از نظر استفاده در مرحله بعد، اهمیتی ندارد و مشکلی ایجاد نمی‌کند.

سنترزین اپوکسی تریپتین حدود ۲/۷ g (۰/۰۰۹۳ mol) از محصول افزایشی قسمت پیشین را در یک بالن ۲۵۰ mL می‌ریزیم و محلولی حاوی ۰/۵ g (۰/۰۰۸۹ mol) پتاس در ۵۰ mL اتانول به آن می‌افزاییم. با گرم کردن بالن انحلال را سرعت می‌دهیم. محلول را با ۱۰۰ mL آب رقیق کرده، در حمام یخ سرد می‌کنیم و با دقت و به آرامی، قطره قطره محلول ۲۰ درصد HCl را ضمن چرخاندن به آن اضافه می‌کنیم تا باز خنثی شود (حدود ۲ mL اسید مصرف می‌شود). محصول DHT رسوب می‌کند (معادله ۲، مرحله دوم). آن را با خلاء صاف می‌کنیم و با آب می‌شویم. سپس،





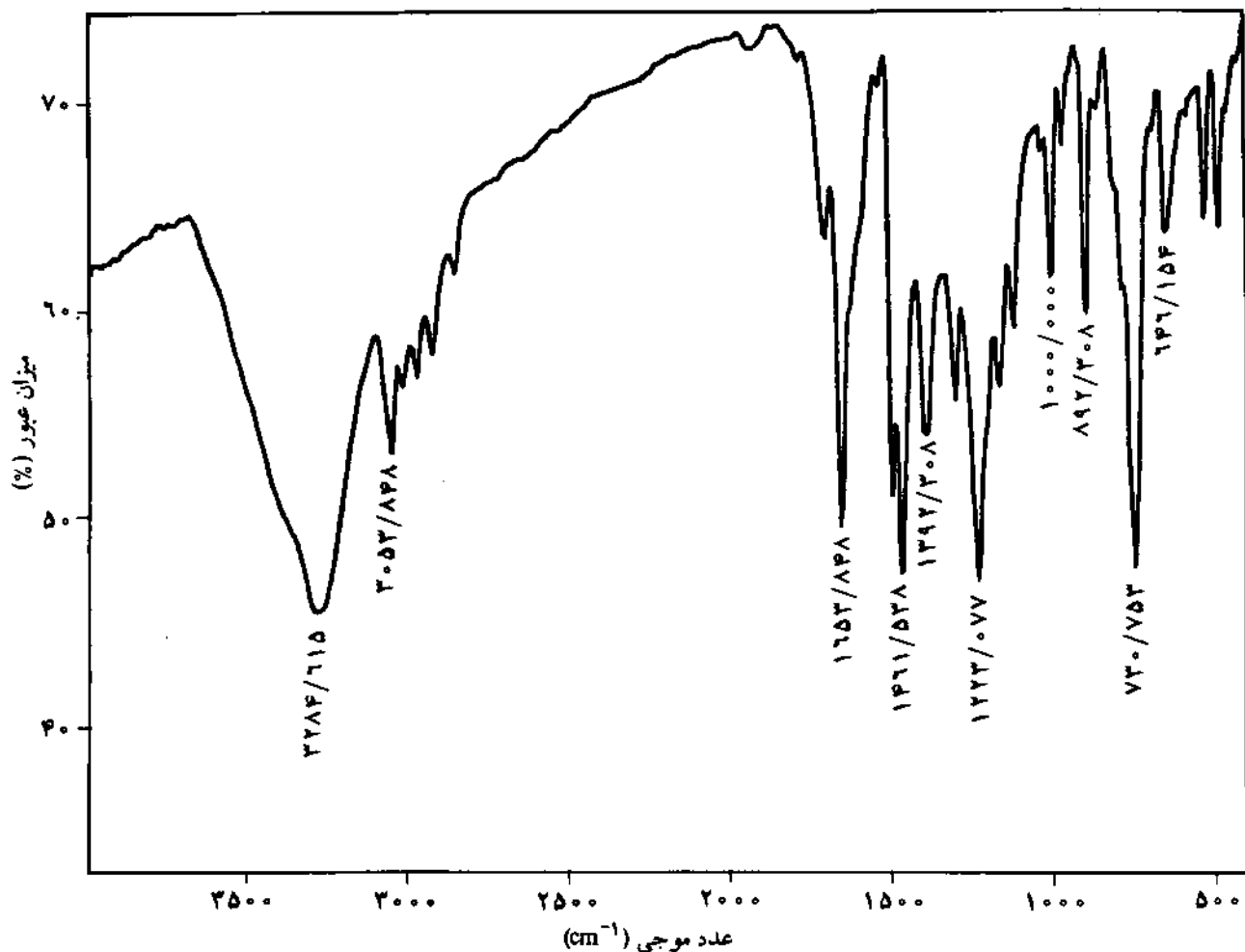
نیتروبزن و کلروبنزن حل می‌شود.

لایه نازک (TLC) محصول واکنش با حلالهای قطبی (استون، سیکلو- هگزانون و اتانول) مشخص گردید. در صفحه‌های TLC زیر لامپ UV، چهار تا شش لکه مشهود بود. این لکه‌ها با این فن قابل شناسایی نبود (برای شناسایی آنها فنی تلفیقی مانند GC/MS لازم است). لذا گستره‌ای از دمای ذوب و طیف IR با پیکهای پهن و غیر قابل استنادی مشاهده شد، اما از نظر عملی در مقیاس بزرگ، بویژه که ناخالصی آن در واکنش بعدی هیچ تداخلی ایجاد نمی‌کند، این محصول به عنوان ماده‌ای واسطه با بهره‌ی بالای ۹۳ درصد ماده خام عملاً هیچ مشکلی ایجاد نمی‌کند.

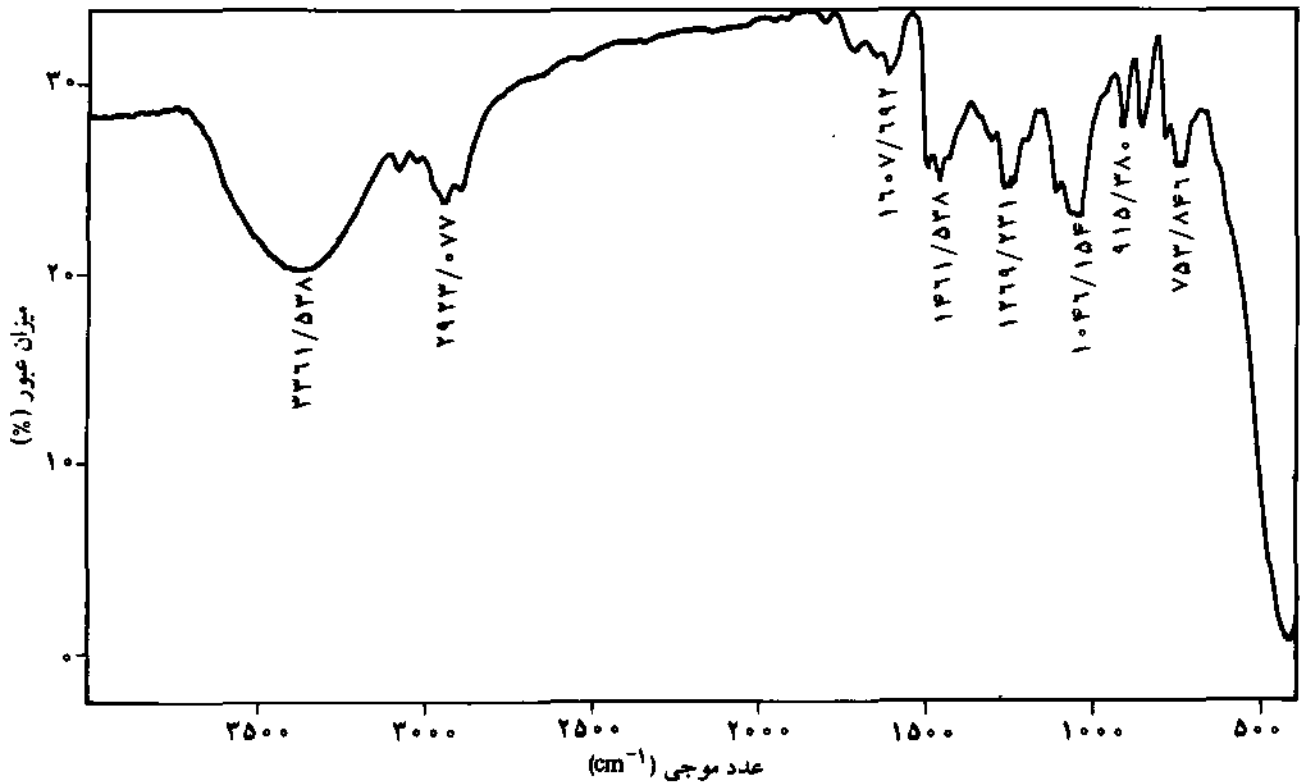
سستر دی‌هیدروکسی تریپتیس نیز عملاً مشکلی ندارد و تنها تخلیص آن از روش تبلور باید به محصولی با خلوص قابل قبول برای

### نتایج و بحث

در طیف IR محصول بنزوکینون پیکهای مشخصه‌ای که با طیف استاندارد مطابقت می‌کند [۱۸] مشاهده شد (۸۹۵، ۹۴۳، ۱۰۸۴، ۱۳۱۰، ۱۳۶۵، ۱۵۹۰، ۱۶۵۰ و  $1680\text{ cm}^{-1}$ ). محصول افزایشی واکنش دیلز آلدر از لحاظ خالص‌سازی به دلیل وجود اندکی محصول واکنش جانبی مشکلاتی به همراه داشت، از جمله عدم رفع حالت چسبندگی بلورها در هنگام تبلور مجدد. این محصول جانبی با کروماتوگرافی



شکل ۱- طیف FTIR دی‌هیدروکسی تریپتیس (DHT).



شکل ۲- طیف FTIR رزین اپوکسی مبتنی بر واکنش بیس فنول سنتز شده (DHT) با اپی کلروهیدرین.

آزوتروپی با آب) نیز نمی تواند مانع باز شدن حلقه اپوکسی شود و در نتیجه زنجیر درشت مونومر رشد می کند و یک الیگومر بدست می آید. در مورد DHT برخلاف BPA، در شرایط اول تقریباً واکنشی رخ نمی دهد. در اینجا ممانعت فضایی حلقه های حجیم فیل و نزدیک بودن گروه های OH فنولی به مرکز این ممانعت می تواند دلیل این تفاوت باشد.

این واقعیت که کاهش میزان اپی کلروهیدرین و شرایط بازی شدید باعث تمایل بیشتر گروه های اپوکسی محصول واکنش با بیس فنول می شود (و در نتیجه ضمن تشکیل گروه های هیدروکسیل آلیفاتیک نوع دوم، وزن مولکولی افزایش می یابد) ما را به سنتز در شرایط کنترل شده از نظر pH مخلوط واکنش رهنمون ساخت.

با همه تلاش انجام شده، بعضی از مولکولها  $n > 0$  خواهند داشت، ولی در مورد محصول واکنش DHT با اپی کلروهیدرین (معادله ۶) حجیم بودن گروه های فنیلی در راستای هدف ما عمل می کند و مانع رشد مولکول می شود.

اگر شکل واقعی (فضایی) مولکول DHT را با بیس فنول A مقایسه کنیم، تفاوت بارز میان این دو آشکار می شود. در بیس فنول A، فاصله زیاد میان گروه های فنولی (که روی دو حلقه جداگانه واقع شده اند) و ممانعت فضایی کمتر از سوی گروه های متیل، به واکنش دهنده های مثل ECH امکان ورود می دهد و در نتیجه وزن

شرکت در واکنش تهیه اپوکسی برسد. محصول اپوکسی بدون نیاز به جداسازی و تخلیص با یک سخت کننده انیدریدی (ارتوفتالیک انیدرید) قابل پخت است. طیف FTIR این بیس فنول خالص (به صورت قرص KBr) در شکل ۱ نشان داده شده است. وجود نوارهای کشش C=C، C-O، O-H، کشش  $1611, 1479, 1046, 915, 752, 861 \text{ cm}^{-1}$  و بویژه وجود قطعی پیکها در ناحیه ای اندکی زیر  $3000 \text{ cm}^{-1}$  (مربوط به کشش C-H آلیفاتیک) و فقدان پیک در ناحیه  $1700 \text{ cm}^{-1}$  (نبود گروه کربونیل از ماده اولیه) ساختار شیمیایی DHT (معادله ۲) را تأیید می کند (شکل ۱، جدول ۱). واکنش تهیه رزین اپوکسی در صنعت به صورت معادله ۵ است [۱۵].

معمولاً بهترین شرایط زمانی است که  $n = 0$  باشد. در این حالت وزن مولکولی مونومر دو عاملی حاصل (در اینجا، رزین اپوکسی)  $340$  خواهد بود. عملاً وزن مولکولی بیشتر رزین های اپوکسی تجارתי بین  $340$  تا  $400$  است [۱۹] و بدان معنی است که تحقق دقیق  $n = 0$  در شرایط صنعتی امکان پذیر نیست. ولی، ما در مقیاس کوچک آزمایشگاهی اصرار داشته ایم که  $n = 0$  را عملی کنیم.

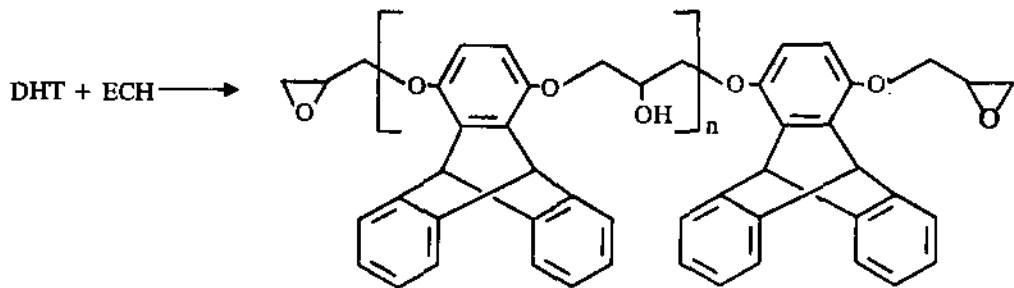
همان طور که در بخش تجربی شرح داده شده است، واکنش اولاً در شرایط قلیایی شدید و ثانیاً در مجاورت مقادیر اضافی اپی کلروهیدرین انجام می شود. در شرایطی که pH کنترل نشود (روش اول) حتی کاهش اپی کلروهیدرین در محیط (از طریق خروج

جدول ۱- تجزیه و تحلیل طیف FTIR دی‌هیدروکسی‌تریپتین و وزن اپوکسی مبتنی بر آن.

نوع ماده	عدد موجی ( $\text{cm}^{-1}$ )	شدت نسبی	پیوند و شیوه ارتعاشی
دی‌هیدروکسی‌تریپتین (DHT)	۳۲۸۵	قوی و پهن	$\nu(\text{OH})$ دارای پیوند هیدروژنی
	۴۴۳۰	شانه	$\nu(\text{OH})$ آزاد
	۳۰۵۴، ۳۰۲۱	متوسط، ضعیف	$\nu(\text{CH})$ آروماتیک
	۲۹۶۲، ۲۹۲۰	هر دو ضعیف	$\nu(\text{CH})$ آلیفاتیک
	۲۸۶۰	ضعیف	$\nu(\geq\text{CH})$
	۱۶۵۴، ۱۶۹۲، ۱۶۶۲	هر سه قوی	$\nu(\text{C}=\text{C})$ حلقه‌های آروماتیک
	۱۲۹۲	متوسط	$\delta(\text{OH})$ روی صفحه
	۱۲۲۳	قوی	$\nu(\text{C}-\text{O})$
	۱۲۰۰، ۱۱۶۰، ۱۰۰۰	هر سه متوسط	$\delta(\text{C}-\text{H})$ روی صفحه
	۸۹۲، ۷۳۱	قوی، متوسط	$\delta(\text{C}-\text{H})$ بیرون از صفحه (بزن ارتو استخلافی)
رزین اپوکسی مبتنی بر DHT	۶۶۶	متوسط	$\delta(\text{C}=\text{C})$ بیرون از صفحه
	۳۳۶۲	قوی و پهن	$\nu(\text{OH})$ الکی
	۳۰۵۰، ۳۰۲۰	هر دو ضعیف	$\nu(\text{CH})$ آروماتیک
	۲۹۵۵، ۲۹۲۳	هر دو متوسط	$\nu(\text{CH})$ آلیفاتیک
	۲۸۶۰	متوسط	$\nu(\geq\text{CH})$
	۱۶۵۰، ۱۶۰۷، ۱۶۹۲	قوی، متوسط	$\nu(\text{C}=\text{C})$ حلقه‌های آروماتیک
	۱۴۶۲	قوی	$\delta(\text{CH}_p)$ قیچی وار روی صفحه
	۱۲۶۹	قوی	$\nu(\text{C}-\text{O}-\text{C})$ اتر، آریل-آلکیل نامتقارن
	۱۲۵۳، ۱۲۳۸	متوسط، قوی	$\nu(\text{C}-\text{O}-\text{C})$ متقارن، متقارن
	۱۱۰۰، ۱۰۸۰	متوسط، قوی	$\delta(\text{C}-\text{H})$ روی صفحه
رزین اپوکسی مبتنی بر DHT	۱۰۴۶	قوی	$\nu(\text{C}=\text{O}-\text{C})$ اتر، آریل-آلکیل متقارن
	۹۱۵	متوسط	$\nu(\text{C}-\text{C})$ اپوکسی، نامتقارن
	۷۵۴	متوسط	$\delta(\text{CH}_p)$ خمش همسو روی صفحه

بسته می‌شود بدین ترتیب، وزن مولکولی ذاتاً کنترل می‌شود و گرانیروی افت می‌کند، بطوری که گرانیروی کمتر آن در مقایسه کیفی با نمونه تجارتمی، مقدمتأشان می‌دهد که مقدار  $n$  باید احتمالاً در محدوده  $1 \leq n \leq 5$  باشد. طیف FTIR رزین اپوکسی سنتزی مبتنی بر DHT (به صورت فیلم نازک روی سل سدیم کلرید)، وجود هر دو گروه اپوکسی

مولکولی محصول واکنش و از آنجا گرانیروی افزایش می‌یابد. در DHT، گروه‌های فنولی روی یک حلقه قرار گرفته‌اند و فاصله میان آنها (به عنوان مراکز واکنش) بسیار کمتر است. از سوی دیگر، ممانعت فضایی گروه‌های حجیم فنیل (بازمانده آنتراسن) بسیار بیشتر از گروه‌های متیل است. بنابراین، راه بر ورود واکنش‌دهنده‌ای مثل ECH



Chem. Abs., 117, 1992.

3 Hayakawa K., Aso M. and Kanematsu K.; *J. Org. Chem.*; 50, 12, 2036-40, 1985.

4 Rogers M.E. and Averill B.A.; *J. Org. Chem.*; 17, 3308, 1986.

5 Rajagopalan P.; *J. Med. Chem.*; 27, 8, 946-47, 1984.

6 Snow R. A.; *Synth. Commun.*; 5, 2, 101-6, 1975.

7 Horyna J., Czech. Cz 198,678, 30 Nov. 1982; *Chem. Abs.*, 99, 1983.

۸- پورجوادی علی، سیدخلیلی مهیده و ظهوریان محمد جلال‌الدین، کارنامه پژوهشی دانشگاه صنعتی شریف، دانشکده شیمی، ۱۳۷۴.

9 Meek J.S., Monroe P.A. and Bouboulis C.J.; *J. Org. Chem.*; 28, 10, 2572-77, 1963.

10 Lee S. Y.; *Dissertation Abs.*; 25, 10, 5561-62, 1965; *Chem. Abs.*, 63, 1965.

11 Simons J. P.; *Trans. Faraday Soc.*; 56, 391-97, 1960.

12 Mislow K. and Hopps H.B.; *J. Am. Chem. Soc.*; 84, 3018-20, 1962.

13 Yanamoto N. and Tsuruta T.; *Kogyo Kagaku Zasshi*; 69, 5, 928-32, 1966; *Chem. Abs.*, 63, 1966.

۱۴- رحیمی اعظم و فرهنگ‌زاده سلوی، مجله علوم و تکنولوژی پلیمر، سال هشتم، شماره ۲، صفحه ۹۷، تابستان ۱۳۷۴.

۱۵- شولتن هنگ، رزینهای اپوکسی: تولید، خواص و مصارف آن، ترجمه حسین امیدیان، مجله شیمی، سال نهم، شماره اول، صفحه ۲۵، فروردین ۱۳۷۵.

16 Wilox Jr. C.G.; *Experimental Organic Chemistry*, Macmillan, Toronto, 1984.

17 Pourjavadi A., Madec P.J. and Marechal E.; *Eur. Polym. J.*; 20, 4, 305-10, 1984.

18 Merck, *FTIR Atlas*, VCH, Weinheim, Spect. No. 0924, 308, 1988.

19 Brydson J.A.; *Plastics Materials*; 5th ed., Butterworths, London, 700, 1989.

20 Hummel/Scholl; *Atlas of Polymer and Plastics*; 2nd ed., 2, Part 1, Carl Hans Verlag, Weinheim, Spect. No. 2792, 307, 1990.

( $915\text{ cm}^{-1}$ ) و هیدروکسی ( $3362\text{ cm}^{-1}$ ) را تأیید می‌کند (شکل ۲). در جدول ۱ جزئیات تجزیه و تحلیل طیف FTIR (عدد موجی، پیوندها و شیوه‌های ارتعاشی مربوط به نوارهای جذبی مهم) هر دو ترکیب DHT و رزین اپوکسی مبتنی بر آن خلاصه شده است. محصول روش تهیه دوم با استفاده از بیس فنول A دقیقاً با رزین اپوکسی تجارتي یکسان است و طیف FTIR این ترکیب با طیف ترکیب استاندارد [۲۰] انطباق دارد. گرانروی کم محصول جدید نسبت به محصول تجارتي مبتنی بر BPA از نظر کاربردی نویدبخش است، ولی باید روی سنتر آن در مقیاس بزرگتر بررسیهای بیشتری صورت گیرد.

### نتیجه‌گیری

آنتراسن، ترکیب چند حلقه‌ای آروماتیکی که از زغال‌سنگ یا نفت جدا می‌شود، دارای ساختار مناسبی است که می‌تواند به عنوان یک دی‌ان در واکنش دیلز-آلدر شرکت کند. این واکنش با پارابنزوکینون به عنوان دی‌ان دوست بهره بالایی می‌دهد. محصول افزایشی براحتی به یک بیس فنول حجیم به نام ۱، ۴-دی‌هیدروکسی تریپتین قابل تبدیل است. گروه‌های مزاحم فنیل در واکنش DHT با اپی‌کلروهیدرین موجب کنترل ذاتی واکنش و وزن مولکولی محصول (رزین اپوکسی) می‌شوند، زیرا تجربه نشان داده است که در ساختارهایی مانند آنچه در معادلات ۵ یا ۶ آمد، اغلب خواص بهینه زمانی بدست می‌آید که  $n \approx 0$  باشد. واکنش اخیر در دو شرایط خروج آزنوتروپی اپی‌کلروهیدرین اضافی با آب و کنترل pH قابل اجراست. روش دوم، عملی و با هدف پیش‌گفته قرین است. شناسایی با طیف‌نمایی ساختار محصول اپوکسی در مقایسه با DHT، دلایل مقدماتی انجام موفقیت‌آمیز واکنش موردنظر را ارائه می‌دهد.

### قدردانی

از آقایان مصطفی عسگری و علی‌اکبر همتی‌نژاد و خانم مهرنوش نادری به دلیل همکاری در اجرای این طرح سپاسگزاری می‌شود.

### مراجع

1 Fukuzumi S. and Okamoto T.; *J. Am. Chem. Soc.*; 115, 24, 11600, 1993.

2 Lekveishvili E. G. et al., USSR Pat.1,715,807, Feb. 1992;