СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ 2,4,6-ТРИГИДРОКСИТОЛУОЛА ИЗ 2,4,6-ТРИНИТРОТОЛУОЛА

И.А. Щурова, Н.А. Алексеева, С.В. Сысолятин, В.В. Малыхин

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт проблем химико-энергетических технологий Сибирского отделения Российской академии наук (ИПХЭТ СО РАН), г.Бийск

Статья посвящена усовершенствованию способа получения 2,4,6-тригидрокситолуола, востребованного химического реагента в синтезе азокрасителей и пигментов, а также химико-фармацевтических препаратов и различных полимеров. Основным сырьем для его получения является 2,4,6-тринитротолуол, который подвергают каталитическому гидрированию с последующим гидролизом образовавшегося 2,4,6-триаминотолуола. В данной работе предложены условия многоциклового использования палладиевого катализатора гидрирования 2,4,6-тринитротолуола, позволяющие сохранять активность катализатора и повысить выход 2,4,6-триаминотолуола выше 98 %. Аминопроизводное выделяется в виде дисульфата действием концентрированной серной кислоты. Кроме того, изучено влияние соотношения вода/дисульфат 2,4,6-триаминотолуола на выход 2,4,6-тригидрокситолуола; найдены условия, в которых выход на стадии гидролиза увеличен до 83-84 %. Проведен сравнительный анализ различных способов выделения 2,4,6-тригидрокситолуола из реакционной массы.

Ключевые слова: 2,4,6-тринитротолуол, каталитическое гидрирование, 2,4,6-триаминотолуола дисульфат, 2,4,6-тригидрокситолуол.

ВВЕДЕНИЕ

2,4,6-Тригидрокситолуол (ТГТ) – полифенол, получаемый преимущественно химической трансформацией 2,4,6-тринитротолуола (ТНТ). ТГТ привлекает внимание синтетиков как основа для создания азокрасителей и пигментов, весьма устойчивых к действию различных физико-химических факторов и проявляющих фунгицидные свойства. Кроме того, ТГТ перспективен как прекурсор в синтезе химико-фармацевтических препаратов и различного рода полимеров и топливных присадок. В недавнем обзоре [1] подробно рассмотрены аспекты переработки ТНТ в продукты гражданского назначения, в том числе ТГТ и область его применения. Произведенный во всем мире в огромных количествах ТНТ служит доступной и дешевой сырьевой базой для получения ТГТ, а задача поиска рационального пути его получения, выделения и очистки является, несомненно, актуальной.

Ранее нами уже было показано, что основным способом получения ТГТ является восстановление ТНТ различными способами до 2,4,6-триаминотолуола (ТАТ) и его последующий гидролиз в кислой среде (схема 1).

Схема 1

Восстановление ТНТ может проводиться химическим способом (металлами в соляной кислоте или гидразингидратом в метаноле в присутствии хлорида железа (III)), а также каталитическим гидрированием, что обсуждалось в работах [2-5].

Несомненно, наиболее экологичным подходом является гидрирование ТНТ с применением катализаторов на основе палладия [2-5] или никеля Ренея [6, 7]. Палладиевые катализаторы позволяют проводить процесс в более мягких условиях (температура 50-60 °С и давление 0,1-0,5 МПа), в отличие от никеля Ренея. Кроме того, последний весьма пирофорен. Выделение ТАТ проводится обработкой гидрогенизата неорганическими кислотами.

Описан способ палладий-катализируемого гидрирования в среде метанола (6,67 мл/1 г ТНТ) с использованием 5 %-го Pd/C с добавкой активированного угля при атмосферном давлении и температуре 50-60 °С. Образующийся ТАТ выделяют в виде сернокислой или фосфорнокислой соли с выходами 92-95 % и 85-88 % соответственно. Авторами показано, что катализатор может быть использован повторно. Для этого в первом цикле загружают 3,33 % катализатора, а в последующих к нему добавляют 2÷10 % (от исходного) свежего катализатора и 2÷10 % активированного угля (от массы ТНТ) [4].

Процесс гидрирования также был подробно рассмотрен в работе [3], где изучалось влияние количества катализатора (5 %-ный Pd/C) на скорость поглощения водорода, были определены условия многоциклового работы катализатора, а также показано, что состав солей ТАТ зависит от мольного соотношения кислота/ТНБ. Проведена серия гидрирования с начальной загрузкой 3,33 % катализатора и добавлением 0,23 % свежего катализатора и 0,6÷10 % активированного угля в каждом последующем цикле. Реализовано 30 циклов гидрирования без потери выхода продукта.

Максимальный выход достигается для солей серной кислоты (91-92 %).

Основную сложность при получении ТГТ вызывает стадия гидролиза ТАТ, поскольку ТГТ достаточно легко окисляется и очень хорошо растворим в воде. Выделение его из реакционной массы проводится либо закислением реакционной массы большим избытком соляной кислоты, что приводит к образованию большого количества отходов и низкому выходу ТГТ [8]; либо экстракцией этилацетатом. Экстракт обрабатывают активированным углем, растворитель удаляют в вакууме, а остаток сушат отгонкой воды в виде азеотропа вода-толуол. Полученный таким образом продукт содержит 95–97 % ТГТ при выходе 75–77% [5, 9].

В данной работе продолжено изучение каталитического гидрирования 2,4,6-тринитротолуола, а также гидролиза 2,4,6-триаминотолуола с целью повышения выхода продукта при сохранении его высокого качества.

ОСНОВНАЯ ЧАСТЬ

Гидрирование ТНТ проводили в метаноле (7,1 мл / 1 г ТНТ) с использованием 5 %-ного Pd/сibunит (удельная поверхность по БЭТ 354 м²/г, адсорбционный объем пор 0,6 см³/г) (6 % к массе субстрата в первом цикле). В отличие от литературных методик [3, 4] в качестве адсорбента применяли сибунит (использованный для приготовления катализатора) в количестве 5 %. В каждом последующем цикле добавляли по 0,3 % свежего катализатора и 0,25 % сибунита. Процесс вели при температуре 55 °С и давлении 0,5 МПа. По окончании гидрирования гидрогенизат обрабатывали концентрированной серной кислотой в количестве 2,1 моль / 1 моль ТНТ.

Данные табл.1. показывают, что продолжительность поглощения и выход ТАТ ДС практически не меняются от цикла к циклу, что говорит о стабильной работе катализатора. Кроме того, используется меньшее количество адсорбента, следовательно, в меньшей степени нарастает объем каталитической смеси, а выход ТАТ ДС выше, чем в других методиках [3, 4].

Табл.1. Гидрирование ТНТ

Цикл	Загрузка, % к ТНТ		Время реакции, мин	Выход ТАТ ДС, %
	Кат-р	Сибунит		
1	6	5	240	96,5
2	0,3	0,25	180	95,0
3	0,3	0,25	165	98,3
4	0,3	0,25	180	98,1
5	0,3	0,25	180	98,4
6	0,3	0,25	180	98,4
7	0,3	0,25	180	98,5
8	0,3	0,25	190	98,1
9	0,3	0,25	200	98,4
10	0,3	0,25	190	98,7

Ввиду хорошей растворимости ТГТ в реакционной массе, гидролиз ТАТ ДС проводится при минимальном количестве воды (2 мл/1 г ТАТ ДС) [2, 9]. При этом выпадение ТГТ при охлаждении реакционной массы все равно не происходит, а выделение проводится методом экстракции этилацетатом. Выход ТГТ-сырца составляет 75-77 %.

Ранее на примере флороглюцина (1,3,5-тригидрокситолуола) нами было показано, что выход полифенола зависит от количества воды, взятой для гидролиза дисульфата триаминобензола [10]. При этом, максимальный выход флороглюцина наблюдался при соотношении вода:соль, равном 5:1 и 10:1. Аналогичное исследование проведено нами применительно к гидролизу триаминотолуола. Общее время гидролиза ТАТ ДС составляло 15-16 часов, причем через 13 часов от начала кипения массу концентрировали до соотношения вода: ТАТ ДС, равного 3:1, после чего реакционную массу фильтровали в горячем виде от продуктов разложения, охлаждали до комнатной температуры, а ТГТ экстрагировали этилацетатом и сопоставляли полученные результаты. На рис.1 показано, что оптимальным соотношением вода: ТАТ ДС является 6:1. В этом случае выход ТГТ достигает 85 %, а суммарный выход ТГТ в пересчете на ТНТ достигает 83-84 %, что в среднем на 8 % выше, чем в литературной методике [5, 9]

Рис. 1. Зависимость выхода ТГТ от количества воды

Следующий этап исследования посвящен поиску удобного способа выделения ТГТ. Для этого реакционную массу после удаления продуктов разложения делили на 5 равных частей. Методом ВЭЖХ по стандарту ТГТ было рассчитано содержание продукта в реакционной массе. Далее ТГТ выделяли одним из способов, оценивали содержание основного вещества по стандарту, как в кристаллическом образце, так и в маточном растворе от выделения ТГТ. Нами рассматривались следующие варианты (табл. 2):

№1 – экстракция этилацетатом, обработка активированным углем при кипении в течение 30 минут, упаривание досуха;

№2 – обработка серной кислотой, охлаждение до 2-4 °С, фильтрация;

№3 - высаливание сульфатом аммония, охлаждение до 2-4 °С, фильтрация;

№4 – экстракция этилацетатом, обработка активированным углем при кипении в течение 30 минут, разбавление толуолом и отгонка азеотропа этилацетат-вода;

№5 – экстракция этилацетатом, обработка активированным углем при кипении в течение 30 минут, разбавление п-ксилолом и отгонка азеотропа этилацетат-вода.

Табл.2. Выделение ТГТ из реакционной массы

№ п/п	Объем р-ра, мл	Реагент / количество	Фаза	ТГТ		
				Масса, г	Колич. содержание (ВЭЖХ), %	Выход, % от теор.
1	50	этилацетат (70 мл)	крис.т.	5,84	96,0	83,7
			вод. слой	0,03	-	0,4
2	50	H ₂ SO ₄ (10 мл)	крис.т.	4,9	73,9	54,0
			мат. р-р	1,29	92,3	17,8
3	50	(NH ₄) ₂ SO ₄ (23 г)	крис.т.	4,85	38,2	27,7
			мат. р-р	3,88	97,6	56,5
4	50	этилацетат (65 мл) / толуол (27 мл)	крис.т.	5,44	97,0	78,8
			тол. остато к	0,34	94,5	6,3
5	50	этилацетат (80 мл) / п-ксилол (50 мл)	крис.т.	5,55	97,3	80,7
			ксил. остато к	0,22	94,1	3,1

Опыт № 1 отражает выход ТГТ и демонстрирует, что при экстракции этилацетатом выделяется практически весь продукт с минимальными потерями. Недостаток этого способа связан с необходимостью удаления растворителя досуха, что не технологично.

В литературе имеются сведения, что ТГТ удастся выделить фильтрованием, если восстановление ТНТ проводится химическим путем, например железом в соляной кислоте, при этом ТАТ без выделения сразу подвергается гидролизу [8]. В этом случае применяется большой избыток соляной кислоты, и кислотность среды снижает растворимость ТГТ в реакционной массе. Поскольку в нашем случае гидролизу подвергается серно-кислая соль ТАТ, для кристаллизации пробовали применять добавку серной кислоты (опыт 2, табл.2). Методом ВЭЖХ при этом наблюдали образование большого количества примесей, скорее всего, продуктов сульфирования ТГТ. В итоге суммарный выход ТГТ составил 71 %, причем соотношение выделенного ТГТ к оставшемуся в растворе равно примерно 3:1.

Опыт № 3 проводился высаливанием сульфатом аммония. Последний был выбран, поскольку имеет хорошую растворимость в воде. Массу насыщали до начала кристаллизации. Однако, выпавший ТГТ был сильно загрязнен сульфатом аммония. Причем, 2/3 продукта осталось в маточном растворе.

Поскольку экстракция позволяет извлекать ТГТ практически полностью, было опробовано два варианта разбавления экстракта, чтобы избежать упаривания экстракта до сухого состояния: толуолом и п-ксилолом. Ароматические растворители были выбраны исходя из того, что имеют более высокую температуру кипения, чем этилацетат, растворимость ТГТ в них мала, кроме того, удастся качественно удалить воду. Толуол ранее применялся для выделения ТГТ [5, 9], но удаление этилацетата предварительно проводили отгонкой под вакуумом. Эксперименты показывают, что способы очистки с толуолом и п-ксилолом дают сопоставимые результаты, но в ксилоле выход и качество ТГТ немного выше, чем в толуоле.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Общие методы. Температуру плавления определяли с помощью аппарата DSC8822^е (Mettler Toledo). Спектры ИК снимали на спектрометре FT-801 FTIR (Simex). Исследуемое вещество прессовали в таблетки с KBr. Спектры ЯМР ¹H (400 МГц) и ЯМР ¹³C (100 МГц) регистрировали на AV-400 (Bruker). Химические сдвиги представлены в миллионных долях (δ). Содержание основного вещества определяли на хроматографе Agilent 1200, снабженном градиентным насосом, автоматическим пробоотборником, термостатируемым блоком колонок и диодно-матричным детектором (Agilent Technologies).

Получение 2,4,6-триаминотолуола дисульфата (ТАТ ДС)

Первый цикл. В стальной автоклав объемом 300 мл, снабженный электромагнитной мешалкой и системой подачи газообразного водорода, загружают 14 г (61,7 ммоль) ТНТ, 100 мл метанола 0,84 г 5 %-ного Pd/C (в пересчете на сухой катализатор) и 0,7 г сибунита. Автоклав герметизируют и при интенсивном перемешивании трижды продувают азотом, затем водородом, после чего начинают нагрев реакционной массы до 55 °С. Давление водорода в автоклаве поддерживают на уровне 0,5 МПа. Об окончании процесса судят по отсутствию поглощения водорода. По окончании реакции массу охлаждают до 23-25 °С, водород сбрасывают, массу продувают трижды азотом, после чего катализатор фильтруют, промывают на фильтре 20 мл метанола. Промывной метанол и фильтрат направляют на подкисление. Катализатор хранят во влажном состоянии до повторного использования.

Метанольный раствор ТАТ помещают в колбу, снабженную мешалкой и термометром, продувают азотом и при энергичном перемешивании и температуре не выше 15 °С дозируют 7,24 мл (0,28 моль) 95%-ной серной кислоты. Выпавший осадок ТАТ ДС фильтруют, промывают на фильтре

метанолом до отсутствия окраски в промывном спирте. Осадок высушивают под вакуумом при 60 °С в течение 2 часов, получают в среднем 20,2 г (98,4 %) осадка бледно-розового цвета.

Второй и последующие циклы гидрирования проводят аналогично первому с использованием возвратного катализатора, добавляя к нему 0,042 г свежего катализатора и 0,035 г сибунита.

Получение 2,4,6-тригидрокситолуола (ТГТ). В круглодонную колбу, снабженную обратным холодильником, мешалкой и термометром, загружают 45 мл воды, 0,05 г сульфата натрия и начинают нагрев. При температуре 60 °С добавляют 7,5 г (22,5 ммоль) дисульфата 2,4,6-триаминотолуола. Реакционную массу кипятят в течение 14 ч, затем обратный холодильник замещают прямым и отгоняют около 25 мл воды. Общее время гидролиза составляет 16 ч. После окончания процесса реакционную смесь охлаждают до комнатной температуры и экстрагируют 4*10 мл этилацетата. Объединенные органические вытяжки промывают 5 мл рассола. Полученный этилацетатный раствор темно-красного цвета кипятят с 0,35 г активированного угля в течение 30 мин. Осветленный раствор упаривают под вакуумом досуха. Получают 2,64 г (83,4 %) ТГТ в виде кристаллов светло-коричневого цвета. Содержание основного вещества не менее 96 %.

$T_{пл} = 216-219$ °С (из воды) (лит.: 214-216 °С); ИК-спектр ($см^{-1}$): 3425, 3343, 2360, 1626, 1539, 1471, 1437, 1298, 1247, 1144, 1081, 1004, 945, 815, 800; 1H ЯМР (ДМСО- d_6 , δ , м.д.): 1,81 (с, 3H, CH_3); 5,77 (с, 2H, Ar); 8,70 (с, 1H OH); 8,83 (с, 2H, OH); ^{13}C ЯМР (ДМСО- d_6 , δ , м.д.): 8,5, 94,4, 101,1, 155,9, 156,9.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В ходе проведенной работы, показано, что реакция гидрирования 2,4,6-тринитротолуола может протекать с высокой селективностью и со средним выходом триаминотолуола, превышающим 98 %. Предложена схема многоциклового гидрирования тринитротолуола на 5 %-ном Pd/сибунит с добавлением в качестве сорбента сибунита в небольшом количестве. Замещение сибунитом обычно применяемого активированного угля положительно сказывается на стабильности работы катализатора, снижает общую массу балластного, отработанного сорбента. За счет изменения соотношения воды и серно-кислой соли триаминотолуола при гидролизе удалось увеличить выход 2,4,6-тригидрокситолуола с 75-77 % до 83-84 %.

Работа выполнена в рамках проекта № 0308-2021-0003 при использовании приборной базы Бийского регионального центра коллективного пользования СО РАН (ИПХЭТ СО РАН, г. Бийск)

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

1. Краткий исторический очерк по химической трансформации 2,4,6-тринитротолуола / С. Г. Алексеев [и др.] // Бутлеровские сообщения. – 2020. – Т. 62, № 4. – С. 1-11.
2. Усовершенствованный метод получения 2,4,6-тригидрокситолуола / И. А. Щурова, [и др.] // Южно-Сибирский научный вестник. – 2019. – № 4. – С. 221-225.
3. Kashaev, V. A., G. K. Khisamutdinov, S. A. Shevelev, A. K. Shakhnes, and A. P. Bavrina, "Preparation of 2,4,6-triaminotoluene and its salts with inorganic acids from 2,4,6-trinitrotoluene", *Theor. Found. Chem. Eng.*, vol. 42, no. 5, pp. 650-656, 2008.
4. Пат. 2297408 С1 Российская Федерация, МПК С 07 С 209/36, С 07 С 211/64. Способ получения 2,4,6-триаминотолуола в виде серно-кислых или фосфорно-кислых солей / Кашаев В.А., Баврина А.П., Седова Н.В., Валешный С.И., Ильин В.П., Колганов Е.В.; заявитель и патентообладатель Федеральное государственное унитарное предприятие «Государственный научно-исследовательский институт «Кристалл»; заявл. 19.10.05; опубл. 20.04.07, Бюл. № 11. – 6 с.
5. Ushkarov, V.I., K. I. Kobrakov, A.I. Alafinov, S.A. Shevelev, and A.Kh. Shakhnes, "Methylphloroglucinol As an Available Semiproduct for Azo Dye Synthesis", *Theor. Found. Chem. Eng.*, vol. 41, no. 5, pp. 671-674, 2007.
6. Mclean, A., W.E. Tetlow, and J. Munro, "Improvements in or relating to the production of triamino-monocyclic aromatic hydrocarbons", GB Patent 589 716, June 27, 1947
7. Schuster, L., "Process for the preparation of triaminotoluene", DE Patent 3 218 665, December 16, 1981
8. Krueger, J., "Preparation of symmetrical trihydroxybenzene compounds", U.S. Patent 2 614 126(A), November 14, 1952.
9. Пат. 2292329С1 Российская Федерация, МПК С 07 С 39/10, С 07 С 37/01. Способ получения 2,4,6-тригидрокситолуола / Шевелев С.А., Шахнес А.Х., Воробьев С.С.; заявитель и патентообладатель Институт органической химии им. Н.Д. Зелинского; заявл. 12.10.05; опубл. 27.01.07, Бюл. № 3 – 5 с.
10. Щурова И.А. Исследование метода получения флороглуцина гидролизом дисульфата 1,3,5-триаминобензола / И.А. Щурова, Н.А. Алексеева, А.А. Арбагозова // Южно-Сибирский научный вестник. – 2019. – № 4. – С. 104-107.

Щурова Ирина Анатольевна – старший научный сотрудник Лаборатории химии азотсодержащих соединений ИПХЭТ СО РАН, кандидат химических наук, тел. (3854)-30-11-31, e-mail: shchurova_irina@mail.ru.

Алексеева Наталья Алексеевна – младший научный сотрудник Лаборатории медицинской химии ИПХЭТ СО РАН, тел. (3854)-30-58-50, e-mail: bna19.84@mail.ru.

Сысолятин Сергей Викторович – и.о. директора ИПХЭТ СО РАН, член-корреспондент РАН, доктор химических наук, тел. (3854)-30-59-55, e-mail: dir@ipcet.ru.

Мальхин Валерий Викторович – заведующий лабораторией химии азотсодержащих соединений ИПХЭТ СО РАН, тел. (3854)-30-12-93, e-mail: astro-78@mail.ru.

METHOD FOR THE PREPARATION OF 2,4,6-TRIHIDROXYTOLUENE FROM 2,4,6-TRINITROTOLUENE

I.A. Shchurova, N.A. Alekseyeva, S.V. Sysolyatin, V.V. Malykhin

Institute for Problems of Chemical and Energetic Technologies, Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences (IPCET SB RAS), Biysk

The paper is concerned with upgrading the synthetic method for 2,4,6-trihydroxytoluene, an in-demand chemical reactant in the synthesis of azo-dyes and pigments, as well as chemical pharmaceuticals and various polymers. The basic feedstock for the synthesis thereof is 2,4,6-trinitrotoluene, which is subjected to catalytic hydrogenation followed by hydrolysis of the resulting 2,4,6-triaminotoluene. Here we suggest conditions for the multicycle use of Pd catalyst employed for the hydrogenation of 2,4,6-trinitrotoluene, which allow the catalyst activity to be retained and the yield of 2,4,6-triaminotoluene to be enhanced above 98%. The amino derivative is liberated as the disulfate by concentrated sulfuric acid. Moreover, we examined how the ratio of water / 2,4,6-triaminotoluene disulfate influences the yield of 2,4,6-trihydroxytoluene. Conditions were found in which the yield from hydrolysis is 83-84 %. Different methods for the isolation of 2,4,6-trihydroxytoluene from the reaction mixture were comparatively analyzed.

Keywords: 2,4,6-trinitrotoluene, catalytic hydrogenation, 2,4,6-triaminotoluene disulfate, 2,4,6-trihydroxytoluene.

REFERENCES

1. Alekseev, S.G., E.K. Petrova, D.N. Kuznetsov, and K.I. Kobrakov, "A brief history of the chemical transformation of 2,4,6-trinitrotoluene", *Butlerov Commun.*, vol. 62, no. 4, pp. 1-11, 2020.
2. Shchurova, I.A., N.A. Alekseyeva, A.A. Arbagozova, and V.V. Malykhin, "Improved method for the preparation of 2,4,6-trihydroxytoluene", *South-Siberian Scientific Bulletin*, no. 4, pp. 221-225, 2019.
3. Kashaev, V. A., G. K. Khisamutdinov, S.A. Shevelev, A.K. Shakhnes, and A.P. Bavrina, "Preparation of 2,4,6-triaminotoluene and its salts with inorganic acids from 2,4,6-trinitrotoluene", *Theor. Found. Chem. Eng.*, vol. 42, no. 5, pp. 650-656, 2008.
4. Kashaev, V.A., A.P. Bavrina, N.V. Sedova, S.I. Valeshnij, V.P. Il'in, and E.V. Kolganov, "Method for preparing 2,4,6-triaminotoluene as sulfate or phosphate", RU Patent 2 297 408 C1, April 20, 2007.
5. Ushkarov, V.I., K. I. Kobrakov, A.I. Alafinov, S.A. Shevelev, and A.Kh. Shakhnes, "Methylphloroglucinol As an Available Semiproduct for Azo Dye Synthesis", *Theor. Found. Chem. Eng.*, vol. 41, no. 5, pp. 671-674, 2007.
6. Mclean, A., W.E. Tetlow, and J. Munro, "Improvements in or relating to the production of triamino-monocyclic aromatic hydrocarbons", GB Patent 589 716, June 27, 1947.
7. Schuster, L., "Process for the preparation of triaminotoluene", DE Patent 3 218 665, December 16, 1981.
8. Krueger, J., "Preparation of symmetrical trihydroxybenzene compounds", U.S. Patent 2 614 126(A), November 14, 1952.
9. Shevelev, S.A., A.Kh. Shakhnes, and S.S.Vorob'ev, "Method for preparing 2,4,6-trihydroxytoluene", RU Patent 2 292 329 C1, January 27, 2007.
10. Shchurova, I. A., N.A. Alekseyeva, and A.A. Arbagozova, "A study of a method for the synthesis of phloroglucinol via hydrolysis of 1.3.5-triaminobenzen disulfate", *South-Siberian Scientific Bulletin*, no. 4, pp. 104-107, 2019.

Shchurova Irina Anatolyevna, Senior Research Scientist at the Laboratory for Chemistry of Nitrogen Compounds, IPCET SB RAS, Candidate of Chemical Sciences, tel. (3854) 30-11-31, e-mail: shchurova_irina@mail.ru

Alekseyeva Natalia Alekseyevna, Junior Research Scientist at the Laboratory of Medicinal Chemistry, IPCET SB RAS, tel. (3854)-30-58-50, e-mail: bna19.84@mail.ru.

Sysolyatin Sergey Viktorovich, Acting Director of IPCET SB RAS, Corresponding Member of the Russian Academy of Sciences, Dr. (Chem.), tel. (3854)-30-59-55, e-mail: dir@ipcet.ru.

Malykhin Valeriy Viktorovich, Chief of the Laboratory for Chemistry of Nitrogen Compounds, IPCET SB RAS, Candidate of Chemical Sciences, tel. (3854) 30-12-93, e-mail: astro-78@mail.ru