

젖산메틸에스테르의 합성

김일철, 김현일, 장금주

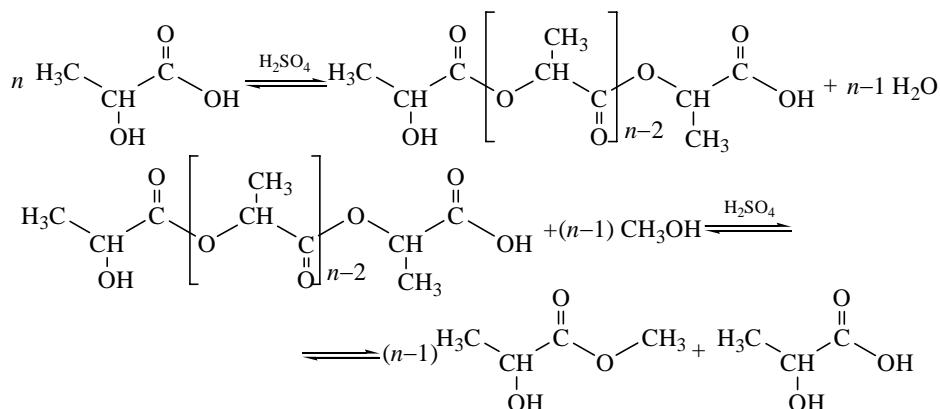
젖산메틸에스테르는 여러가지 유기물질합성의 중간체로 리용되며 농업생산에서 반드시 필요한 살균제인 메탈락실합성의 출발물질의 하나이다.

지난 시기 젖산메틸에스테르는 주로 젖산에 메틸알콜을 과잉으로 넣고 오랜 시간동안 반응시키는 방법으로 합성하였는데 메틸알콜의 소비량이 많고 시간과 에네르기가 많이 들며 반응과정에 반응혼합물로부터 물을 제거하기 힘든것으로 하여 거둠률이 낮은 결함이 있다.[1-3]

우리는 류산을 에스테르화반응의 촉매로, 톨루올을 탈수제로 리용하여 저분자량폴리젖산을 합성하고 에스테르교환반응을 리용하여 순도가 높은 젖산메틸에스테르를 합성하기 위한 연구를 하였다.

실험 방법

젖산메틸에스테르를 합성하는 반응식은 다음과 같다.



시약으로는 젖산(90%), 메틸알콜(99.5%이상), 류산(98%), 톨루올(99.0%이상), 탄산칼슘(99%)을, 기구로는 500mL 3구플라스크, 물분리관, 교반기, 방울깔때기, 직관랭각기, 항온가열기, 수류뿔프(《SHZ-D(Ⅲ)》)를 리용하였다.

폐쇄기가 달린 교반기와 물분리관, 방울깔때기가 설치된 500mL 3구플라스크에 젖산 45g(0.5mol)과 톨루올 92g(1mol)을 넣고 110℃에서 가열하여 젖산에 포함되어여있는 물을 제거하였다.

물분리관으로 물이 거의 나오지 않을 때 방울깔때기로 류산 2.45g(0.025mol)과 메틸알콜 0.8g(0.025mol)을 혼합한 용액을 적하하였다. 물분리관으로 물이 더는 나오지 않을 때까지 반응액을 110℃에서 계속 가열하였다. 다음 메틸알콜을 방울깔때기로 천천히 적하하면서 일정한 온도에서 반응시켰다. 반응이 끝난 다음 반응액을 방온도까지 냉각시키고 탄산칼슘 5g을 넣어 미반응젖산과 류산을 제거한 후 침전물을 려과하였다. 려액을 분별증류하여 젖산메틸에스테르를 얻었다.

실험결과 및 고찰

물질량비의 영향 반응온도 120℃, 반응시간 4h, 촉매첨가량 3질량%인 조건에서 젖산과 메틸알콜의 물질량비에 따르는 생성물의 거둠률변화는 표와 같다.

표. 물질량비에 따르는 생성물의 거둠률변화

물질량비	1 : 1	1 : 2	1 : 3	1 : 4	1 : 5
거둠률/%	32.1	45.7	56.5	60.4	60.4

표에서 보는바와 같이 젖산과 메틸알콜의 물질량비가 증가함에 따라 생성물의 거둠률이 증가하다가 1 : 4이상에서는 변화가 거의 없었다. 따라서 합리적인 물질량비는 1 : 4이다.

반응온도의 영향 젖산과 메틸알콜의 물질량비 1 : 4, 반응시간 4h, 촉매첨가량 3질량%인 조건에서 반응온도에 따르는 생성물의 거둠률변화는 그림 1과 같다.

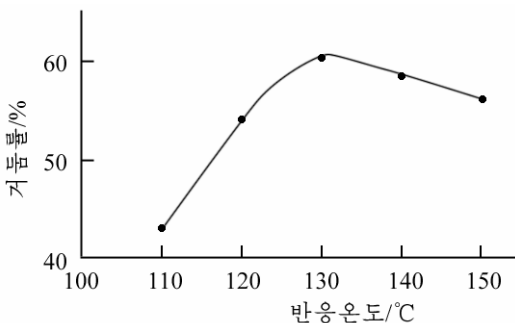


그림 1. 반응온도에 따르는 생성물의 거둠률변화

그림 1에서 보는바와 같이 반응온도가 높아짐에 따라 생성물의 거둠률이 증가하다가 130℃에서 최대로 되고 그이상에서는 감소하였다. 이것은 반응온도가 너무 높으면 촉매로 리용된 류산에 의하여 부반응이 심하게 일어나기 때문이다. 따라서 합리적인 반응온도는 130℃이다.

반응시간의 영향 젖산과 메틸알콜의 물질량비 1 : 4, 반응온도 130℃, 촉매첨가량 3질량%인 조건에서 반응시간에 따르는 생성물의 거둠률변화는 그림 2와 같다.

그림 2에서 보는바와 같이 반응시간이 길어짐에 따라 생성물의 거둠률은 증가하다가 3h 일 때 최대로 되며 그 이후에는 점차 감소하였다. 이것은 반응시간이 길어짐에 따라 합성된 젖산메틸에스테르가 점차 다른 물질로 넘어가기때문이다. 따라서 합리적인 반응시간은 3h이다.

촉매첨가량의 영향 젖산과 메틸알콜의 물질량비 1 : 4, 반응온도 130℃, 반응시간 3h인 조건에서 촉매첨가량에 따르는 생성물의 거둠률변화는 그림 3과 같다.

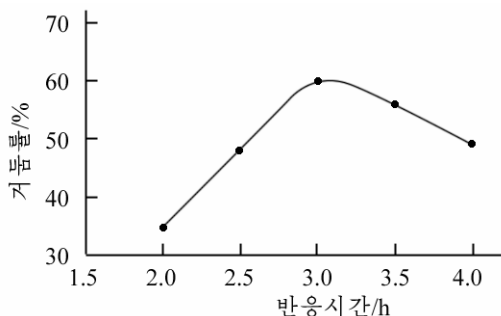


그림 2. 반응시간에 따르는 생성물의 거둠률변화

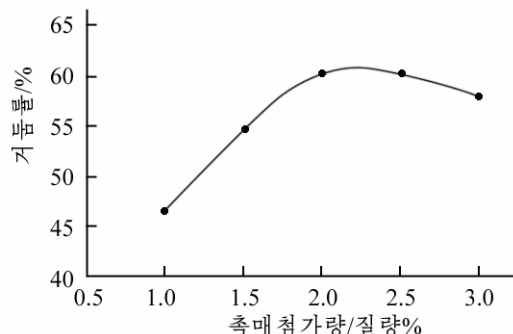


그림 3. 촉매첨가량에 따르는 생성물의 거둠률변화

그림 3에서 보는바와 같이 촉매첨가량이 증가함에 따라 생성물의 거둬들은 증가하다가 2질량%일 때 최대로 되며 그이상에서는 감소하였다. 그것은 류산의 양이 너무 많으면 폴리젖산합성 단계에서 부반응생성물이 생기기때문이다. 따라서 합리적인 촉매첨가량은 2질량%이다.

맺 는 말

젖산메틸에스테르합성의 합리적인 반응조건은 젖산과 메틸알콜의 물질량비 1 : 4, 반응온도 130°C, 반응시간 3h, 촉매첨가량 2질량%이다. 이때 젖산메틸에스테르의 거둬들은 60.4%이다.

참 고 문 헌

- [1] Dhia Y. Aqar et al.; Separation and Purification Technology, 158, 193, 2016.
- [2] 沈介发 等; 精细化工中间体, 37, 4, 23, 2007.
- [2] 杨义许 等; CN 101914022 A, 2010.

주체109(2020)년 7월 5일 원고접수

Synthesis of Methyl Lactate

Kim Il Chol, Kim Hyon Il and Jang Kum Ju

The reasonable reaction conditions for synthesis of methyl lactate are as follows: the molar ratio of lactic acid and methanol is 1 : 4, the reaction temperature is 130°C, the reaction time is 3h and the adding amount of sulfuric acid is 2wt%. The yield of methyl lactate is 60.4%.

Keywords: lactic acid, methyl lactate, transesterification