

## 유기용매에서 메틸트리메톡시실란의 합성

김옥별, 맹래원, 김명희

메틸트리메톡시실란은 유기규소결합체로서 규소수지를 비롯한 여러가지 수지의 보조 첨가제, 침투형방수재료, 기능성고분자재료의 합성원료 등 여러 분야에 리용되고있다.[3-5] 특히 메틸트리메톡시실란을 주원료로 하는 침투형방수재료는 방수특성이 좋고 환경오염이 없으며 시공이 편리하여 널리 개발리용되고있다.

지금까지 메틸트리메톡시실란의 합성에 대한 연구자료[1, 2]들은 발표되었지만 생성물의 거동률이 낮은 결함이 있다.

우리는 유기용매매질에서 메틸트리클로로실란과 메틸알콜을 반응시켜 메틸트리메톡시실란을 합성하였다.

### 실험 방법

기구로는 적하깔때기, 온도계, 질소주입관이 달린 500mL들이 4구플라스크, 항온자석 교반기틀, 시약으로는 메틸트리클로로실란(순), 무수메타놀(순), 벤졸(순), 헥산(순), 헵탄(순), 질소를 리용하였다. 무수메타놀과 유기용매, 질소는 400℃에서 활성화한 분자채3A탑을 통과시켜 건조하여 리용하였다.

반응기를 건조시키고 마른 질소로 치환한 다음 유기용매와 메틸트리클로로실란을 넣고 일정한 온도에서 교반하면서 메틸알콜을 10min동안 첨가하였다. 반응이 끝난 후 반응용매와 미반응생성물을 증류제거한 다음 생성물의 거동률을 결정하였다.

### 실험결과 및 해석

반응매질의 영향 헥산, 헵탄, 벤졸, 톨루올을 반응매질로 리용하여 반응시키면서 매질의 종류에 따르는 생성물의 거동률변화는 표 1과 같다.

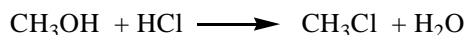
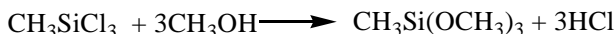
표 1. 매질의 종류에 따르는 생성물의 거동률변화

매질	—	헥산	헵탄	벤졸	톨루올
거동률/%	85.1	96.0	95.3	93.2	92.3

메틸트리클로로실란과 유기용매의 체적비 1 : 3, 온도 30℃, 질소의 통과속도 100mL/min, 반응시간 6h, 메틸트리클로로실란과 메틸알콜의 물질량비 1 : 3.5

표 1에서 보는바와 같이 유기용매속에서 반응시키면 메틸트리메톡시실란의 거동률이 커진다. 이것은 메틸트리클로로실란이 물과 반응하여 여러가지 중축합생성물을 형성하기 때문이다.

메틸트리클로로실란의 알콜분해반응은 다음과 같이 일어난다.



염화수소는 메틸알콜과 반응하여 물이 생긴다. 즉 유기매질에서 반응시키면 반응계에서 염화수소의 함량이 작아져 부반응이 적게 일어나기때문이라는것을 알수 있다.

헥산매질에서 반응시킬 때 헥산과 메틸트리클로로실란의 체적비에 따르는 생성물의 거둬들변화는 표 2와 같다.

표 2. 헥산과 메틸트리클로로실란의 체적비에 따르는 생성물의 거둬들변화

체적비	1 : 1	2 : 1	3 : 1	4 : 1	5 : 1
거둬들/%	90.3	93.1	96.0	96.3	96.5

반응조건은 표 1에서와 같음

표 2에서 보는바와 같이 헥산과 메틸트리클로로실란의 체적비가 클수록 생성물의 거둬들이 커진다. 이것은 헥산과 메틸트리클로로실란의 체적비가 커짐에 따라 염화수소의 풀림도가 작아져 부반응이 약하게 일어나기때문이라고 볼수 있다.

반응온도의 영향 반응온도에 따르는 생성물의 거둬들변화는 그림 1과 같다.

그림 1에서 보는바와 같이 반응온도가 30~40℃일 때 메틸트리메톡시실란의 거둬들이 가장 높다. 온도가 낮을 때 생성물의 거둬들이 낮은것은 주반응속도가 느리고 염화수소의 풀림도가 상대적으로 높아져 반응계에 더 많은 물이 생기기때문이며 온도가 높으면 물에 의하여 메틸트리메톡시실란의 중축합반응이 더 세게 일어나기때문이다.

반응시간의 영향 반응시간에 따르는 생성물의 거둬들변화는 그림 2와 같다.

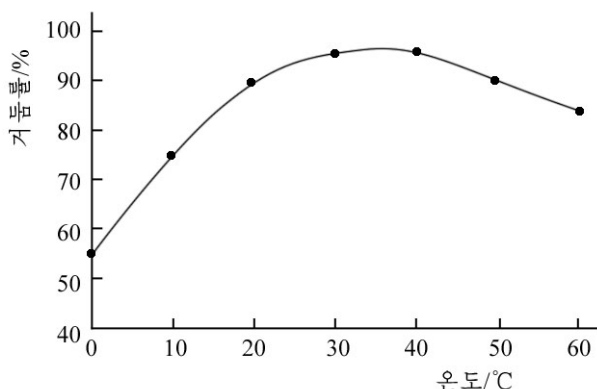


그림 1. 반응온도에 따르는 생성물의 거둬들변화

메틸트리클로로실란과 헥산의 체적비 1 : 3, 질소의 통과속도 100cm<sup>3</sup>/min, 반응시간 6h, 메틸트리클로로실란과 메틸알콜의 물질량비 1 : 3.5

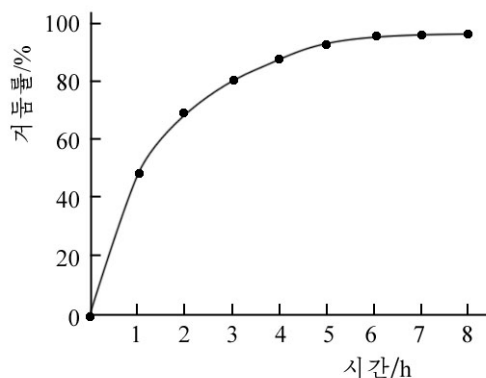


그림 2. 반응시간에 따르는 생성물의 거둬들변화

메틸트리클로로실란과 헥산의 체적비 1 : 3, 온도 30℃, 질소의 통과속도 100cm<sup>3</sup>/min, 메틸트리클로로실란과 메틸알콜의 물질량비 1 : 3.5

그림 2에서 보는바와 같이 반응시간이 길어짐에 따라 메틸트리메톡시실란의 거둬들은 높아지며 6h후에는 변화가 거의 없다.

메틸알콜과 메틸트리클로로실란의 물질량비의 영향 메틸알콜과 메틸트리클로로실란의 물질량비에 따르는 생성물의 거둬들변화는 그림 3과 같다.

그림 3에서 보는바와 같이 메틸알콜과 메틸트리클로로실란의 물질량비 3.25에서 메틸

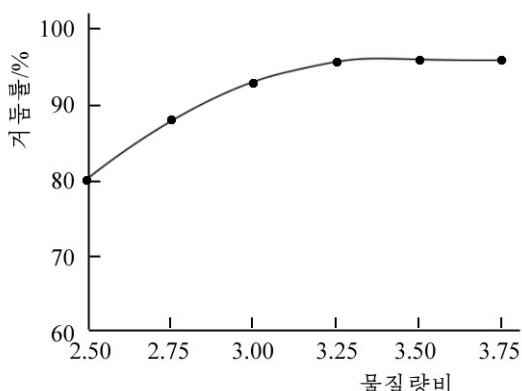


그림 3. 메틸알콜과 메틸트리클로로실란의 물질량비에 따르는 생성물의 거둠률변화  
메틸트리클로로실란과 헥산의 체적비 1 : 3, 온도 30℃, 질소의 통과속도 100cm<sup>3</sup>/min, 반응시간 6h

로실란의 체적비 3.0, 온도 30℃, 반응시간 6h, 메틸알콜과 메틸트리클로로실란의 물질량비 3.25이며 이때 거둠률은 96%이다.

트리클로로실란의 거둠률이 제일 높다. 물질량비가 리론량보다 큰것은 메틸트리클로로실란이 일부 분해되기때문이다.

### 맺는 말

메틸트리클로로실란을 유기용매를 리용하여 메틸알콜과 반응시킬 때 유기용매를 리용하지 않을 때보다 메틸트리메톡시실란의 거둠률이 10%이상 높아지며 여기서 헥산의 경우 거둠률이 제일 높다.

메틸트리클로로실란과 메틸알콜과의 반응에서의 합리적인 조건은 헥산과 메틸트리클로

### 참고 문헌

- [1] Kotzsch et al.; USP 4298753, 1981.
- [2] Kotzsch et al.; USP 4228092, 1980.
- [3] 斑文彬 等; 化学建材, 21, 37, 2005.
- [4] 魏朋鸟 等; 功能高分子学报, 4, 67, 2005.
- [5] 徐彩宣 等; 化学建材, 1, 2, 2001.

주체103(2014)년 9월 5일 원고접수

## Synthesis of Methyltrimethoxysilan in the Organic Solvent

Kim Ok Byol, Maeng Thae Won and Kim Myong Hui

We synthesized methyltrimethoxysilan from metyltrichlorosilan and methyl alcohol by alcohol decomposition method in the organic solvent.

The reaction conditions are as follows: the volume ratio of hexane and metyltrichlorosilan is 3 : 1, temperature is 30 °C, reaction time is 6h and molar ratio of methyl alcohol and metyltrichlorosilan is 3.25.

Key words: methyltrimethoxysilan, water-proofing agent