

## 3'-디에틸아미노-7', 8'-벤조플루오란의 합성

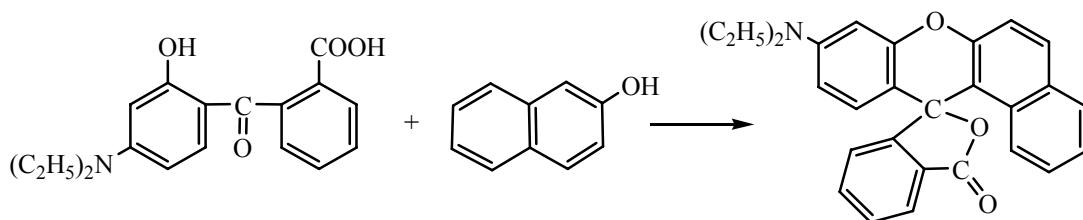
엄철이, 박철주

3'-디에틸아미노-7', 8'-벤조플루오란(DEABF)은 분홍색을 나타내는 감열 및 감압색소 [1, 2]로 널리 이용되고있다. 그러나 DEABF의 합성방법은 모두 특허자료로서 명확치 않다.

우리는 제조방법이 비교적 잘 알려진 DEABF류사화합물의 제조방법[3]을 이용하여 목적하는 DEABF를 합성하기 위한 연구를 하였다.

### 실험 방법

DEABF는 2-(4'-디에틸아미노-2'-히드록시벤조일)안식향산(DEAHBB)과  $\beta$ -나프톨로부터 합성하였는데 반응식은 다음과 같다.



3구플라스크에 DEAHBB 5g(0.016mol)과 90%  $H_2SO_4$  25mL를 넣고 균일용액이 되도록 교반하면서  $\beta$ -나프톨 2.3g(0.016mol)을 조금씩 넣은 다음 상온에서 48h동안 교반하면서 반응시킨다. 반응후 반응용액을 150mL의 얼음물에 쏟아붓고 50% NaOH수용액을 첨가하여 pH 10~11되게 한다. 여기에 일정한 량의 톨루올을 첨가하고 1h동안 환류시킨다. 이 혼합액을 방온도까지 냉각시킨 후 분액깔때기로 톨루올층을 분리하고 톨루올을 증발시키면 담황색의 무정형결정 5.4g을 얻는다.

얻어진 결정을 톨루올+이소프로필알콜(1 : 1)혼합용매로 재결정화하면 녹음점이  $214 \sim 216^\circ C$ ( $215 \sim 216^\circ C$ [1])인 무색결정으로 된다.

자동원소분석기(《SERIES II-CHNS/O-ANALYZER-2400》)로 DEABF( $C_{28}H_{23}NO_3$ )를 원소분석한 결과는 다음과 같다.

측정값 : C 79.62%, H 5.42%, N 3.39%; 계산값 : C 79.78%, H 5.51%, N 3.32%.

적외선분광기(《IR-440》)로 적외선흡수스펙트르를 측정한 결과  $2900cm^{-1}$ 에서  $\nu_{C-H}$ 에 해당하는 흡수띠가,  $1510, 1580, 1620cm^{-1}$ 에서 벤졸고리의  $\nu_{C-H}$ 에 해당하는 흡수띠가,  $1750cm^{-1}$ 에서 락톤고리의  $\nu_{C=O}$ 에 해당하는 흡수띠가,  $1450cm^{-1}$ 에서  $C_2H_5$ 의  $\delta_{C-H}$ 에 해당하는 흡수띠가,  $1350cm^{-1}$ 에서  $R_2N-Ar$ 의  $\nu_{C-N}$ 에 해당하는 흡수띠가,  $1240cm^{-1}$ 에서  $C-O-C$ 의  $\nu_{C-O}$ 에 해당하는 흡수띠가 나타났다.

적외선흡수스펙트르분석자료로부터 생성물에서 특성원자단들의 존재가 확인되었다.

자외가시선분광광도계(《UV-365》, 95% 빙초산매질)를 리용하여 DEABF의 가시선흡수 스펙트르를 측정 한 결과 DEABF의 가시선대역에서의 흡수극대파장은  $\lambda_1=553\text{nm}$ ,  $\lambda_2=522\text{nm}$ 이며 흡수세기는  $\varepsilon_1=0.96$ ,  $\varepsilon_2=1.03$ 이다.

## 실험결과 및 해석

반응용매의 영향 류산을 반응매질로 하였을 때 류산농도에 따르는 DEABF의 거둠률변화는 표 1과 같다.

표 1. 류산농도에 따르는 DEABF의 거둠률변화

$\text{H}_2\text{SO}_4/\%$	85	90	95	98
DEABF의 거둠률/%	53.2	62.0	61.8	32.5

물질량비(DEAHBB :  $\beta$ -나프톨) 1 : 1,  
반응온도 20°C, 반응시간 24h

표 1에서 보는바와 같이 류산농도가 90%일 때 DEABF의 거둠률이 가장 높으며 그 이상에서는 오히려 감소하였다. 류산농도 98%이상에서는 거둠률이 급격히 떨어지는데 이것은 반응물들의 술폰화반응이 진행되기때문이다.

반응온도의 영향 반응온도에 따르는 DEABF의 거둠률변화는 표 2와 같다.

표 2에서 보는바와 같이 반응온도가 20°C일 때 DEABF의 거둠률이 가장 높다. 반응온도 30°C이상에서는 거둠률이 감소하는데 이것은 짙은 류산의 존재하에서 반응물들의 술폰화반응과 물질의 탄화가 촉진되기때문이다.

표 2. 반응온도에 따르는 DEABF의 거둠률변화

반응온도/°C	0	10	20	30
DEABF의 거둠률/%	46.0	52.9	62.0	53.8

물질량비(DEAHBB :  $\beta$ -나프톨) 1 : 1,  
90%  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , 반응시간 24h

반응시간의 영향 반응시간에 따르는 DEABF의 거둠률변화는 그림 1과 같다.

그림 1에서 보는바와 같이 반응시간이 길어짐에 따라 생성물의 거둠률은 증가하다가 24h 후에는 변화가 거의 없다.

물질량비의 영향 반응물의 물질량비에 따르는 DEABF의 거둠률변화는 그림 2와 같다.

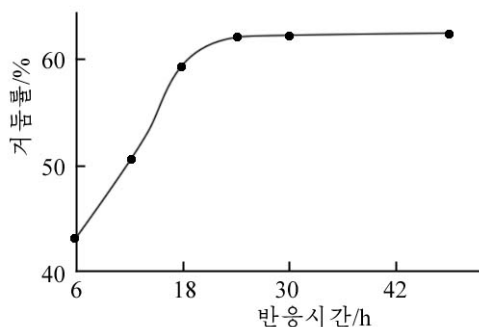


그림 1. 반응시간에 따르는 DEABF의 거둠률변화

DEAHBB와  $\beta$ -나프톨의 물질량비 1 : 1, 90%  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  
반응온도 20°C

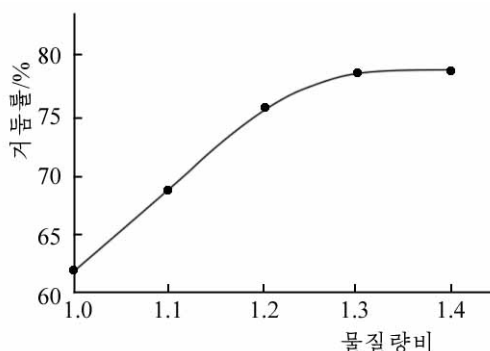


그림 2. 물질량비에 따르는 DEABF의 거둠률변화

90%  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , 반응온도 20°C, 반응시간 24h

그림 2에서 보는바와 같이 DEAHBB와  $\beta$ -나프톨의 물질량비가 1.3일 때 DEABF의 거둠률이 가장 높고 그 이상에서는 변화가 거의 없다.

## 맺 는 말

류산매질속에서 2-(4'-디에틸아미노-2'-히드록시벤조일)안식향산(DEAHBB)과  $\beta$ -나프톨을 반응시켜 3'-디에틸아미노-7', 8'-벤조플루오란(DEABF)을 합성하였다. 반응물들의 물질량비(DEAHBB :  $\beta$ -나프톨) 1.3, 반응온도 20°C, 반응시간 24h일 때 DEABF의 거둠률이 80%로서 가장 높다.

## 참 고 문 헌

- [1] Ishii Yasunory; JP 258563, 2003.
- [2] Kiyohara Kawashima; US 5417748, 1995.
- [3] S. F. Peeren; Understanding the Principle of Organic Chemistry, Brooks-Cole, 338~343, 2011.

주체104(2015)년 3월 5일 원고접수

## Synthesis of 3'-Diethylamino-7', 8'-Benzofluoran

*Om Chol I, Pak Chol Ju*

We established a method for preparing of 3'-diethylamino-7', 8'-benzofluoran(DEABF) from 2-(4'-diethylamino-2'-hydroxybenzoyl)benzoic acid(DEAHBB) and  $\beta$ -naphthol.

The yield of DEABF is the highest (80%) when the molar ratio (DEAHBB :  $\beta$ -naphthol) is 1 : 1.3, the reaction temperature 20°C, and reaction time 24h.

Key words: 2-(4'-diethylamino-2'-hydroxybenzoyl)-benzoic acid,  $\beta$ -naphthol, 3'-diethylamino-7', 8'-benzofluoran