

아세톤시안히드린의 제조

김진명, 리순영, 리상룡

경애하는 최고령도자 김정은동지께서는 다음과 같이 말씀하시였다.

《제약공장과 의료기구공장들을 현대화하고 효능높은 의약품과 첨단의료설비, 기구, 의료용소모품들을 원만히 생산보장하도록 하여야 합니다.》

아세톤시안히드린은 치과부문을 비롯한 인민경제 여러 부문에서 널리 리용되고있는 메타크릴산메틸에스테르(MMA)합성의 출발물질이다.

지금까지 아세톤시안히드린에 대한 합성방법[2-4]들이 널리 알려져있으나 합리적인 합성방법에 대한 연구자료는 구체적으로 알려져있지 않다. 이로부터 우리는 아세톤시안히드린의 합리적인 제조조건을 검토하였다.

실험 방법

먼저 시안화나트륨을 물에 푼 용액을 3구플라스크에 넣고 여기에 아세톤을 넣은 다음 얼음욕에 플라스크를 담그고 교반을 진행하면서 80% H_2SO_4 을 방울방울 적하한다. 적하속도는 반응기의 온도가 10~20℃이상 올라가지 않도록 하며 H_2SO_4 적하가 끝나면 15min정도 교반을 더 진행하고 반응을 끝낸다. 이것을 30min정도 방치하였다가 물층과 기름층을 분액깔때기로 분리하고 감압증류(15~20kPa, 40~50℃에서 물 및 아세톤이 먼저 나오며 3kPa, 82℃에서 아세톤시안히드린이 증류)하여 정제한 다음 분석을 진행하였다.

실험결과 및 고찰

1) 생성물의 거동률에 미치는 몇가지 인자들의 영향

반응온도의 영향 류산을 반응계에 첨가하면 발열반응이 일어나므로 적하속도를 조절하여 반응온도를 조절할수 있다. 시안화수소 : 아세톤의 물질량비 1.3, 반응시간 3h인 조건에서 반응온도에 따르는 생성물의 거동률변화를 보면 그림 1과 같다.

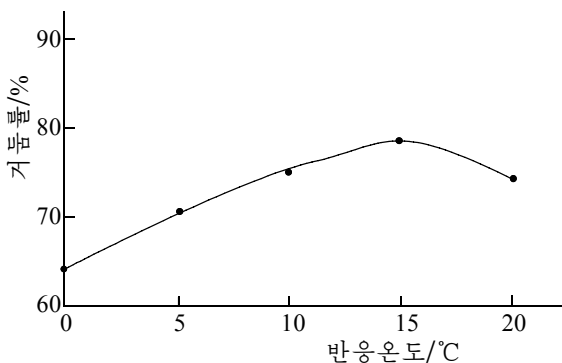


그림 1. 반응온도에 따르는 생성물의 거동률변화

그림 1에서 보는바와 같이 생성물의 거둢률은 반응온도가 높아짐에 따라 증가하다가 15°C이상에서는 다시 떨어지기 시작하였다. 이것은 반응온도 15°C이상에서는 반응과정에 시안화수소가 급격히 생성되어 부반응생성물로 남아있기때문이라고 볼수 있다. 그러므로 적합한 반응온도는 15°C이다.

물질량비의 영향 반응온도 15°C, 반응시간 3h인 조건에서 시안화수소 : 아세톤의 물질량비에 따르는 생성물의 거둢률변화는 그림 2와 같다.

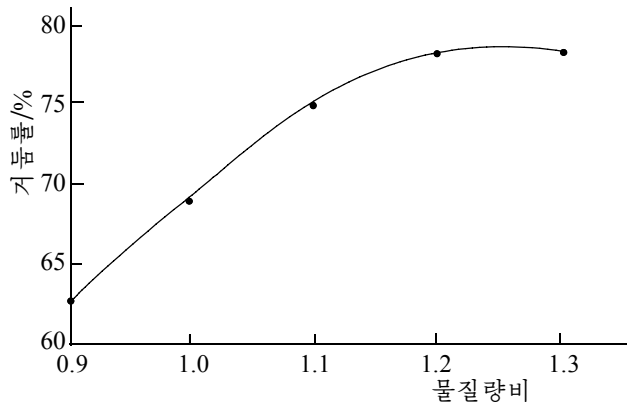


그림 2. 물질량비에 따르는 생성물의 거둢률변화

그림 2에서 보는바와 같이 생성물의 거둢률은 물질량비가 증가함에 따라 증가하다가 1.2이상에서는 거의 변화가 없었다. 따라서 합리적인 물질량비는 1.2이다.

반응시간의 영향 반응온도 15°C, 시안화수소 : 아세톤의 물질량비 1.2인 조건에서 반응시간에 따르는 생성물의 거둢률변화는 그림 3과 같다.

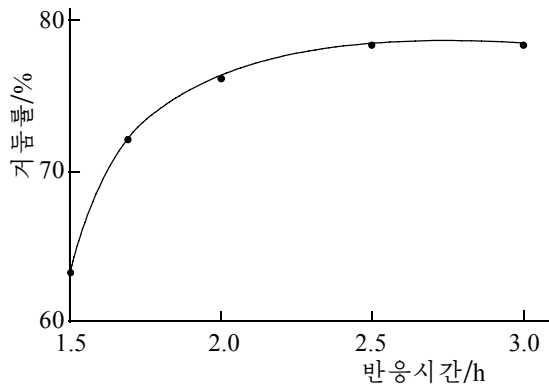


그림 3. 반응시간에 따르는 생성물의 거둢률변화

그림 3에서 보는바와 같이 생성물의 거둢률은 반응시간이 증가함에 따라 증가하다가 2.5h이상에서는 변화가 없었다. 이로부터 반응시간을 2.5h로 하는것이 보다 합리적이라는 것을 알수 있다.

2) 생성물분석

끓음점확인 합성된 생성물(기름층)을 분액깔때기로 분리한 다음 감압증류하고 정제하여 끓음점을 측정하였다.

생성물의 끓음점은 82°C(3kPa)로서 선행연구결과[1]와 일치하였다.

적외선스펙트럼분석 표준물질과 생성물의 적외선투과스펙트럼을 비교해보면 그림 4와 같다.

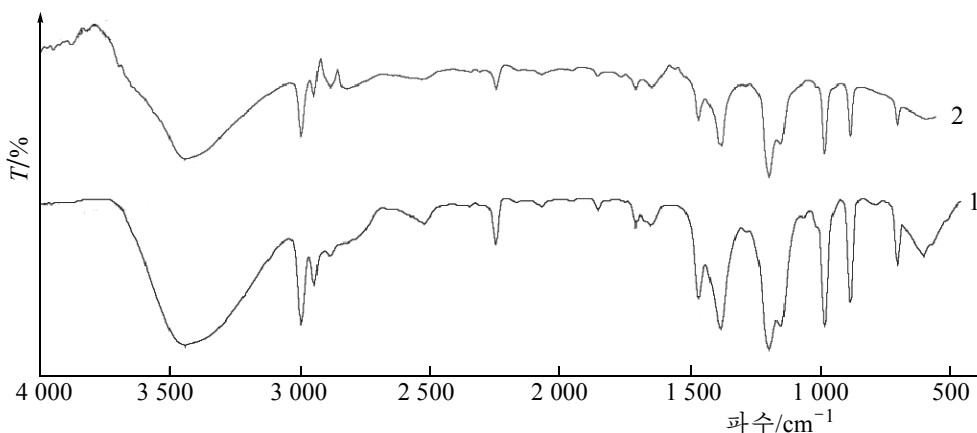


그림 4. 표준물질과 생성물의 적외선투과스펙트럼
1—표준물질, 2—생성물

그림 4에서 보는바와 같이 실험적으로 제조한 아세톤시안히드린의 적외선투과스펙트럼(2)는 표준물질의 적외선투과스펙트럼(1)과 일치하며 이로부터 얻어진 생성물이 순수한 아세톤시안히드린이라는것을 확인하였다.

맺 는 말

아세톤을 출발원료로 하여 아세톤시안히드린을 높은 거둢률로 제조하였다. 이때 합리적인 합성조건은 시안화수소 : 아세톤의 물질량비 1.2, 반응온도 15°C, 반응시간 2.5h이며 거둢률은 78%이다.

참 고 문 헌

- [1] 화학편람 1, 중공업출판사, 664, 1964.
- [2] Koichi Nagai.; Applied Catalysis, A 221, 367, 2001.
- [3] Ruiyi Yan et al.; American Institute of Chemical Engineers, 57, 2388, 2011.
- [4] Jianmei Lu et al.; Journal of Applied Polymer Science, 107, 279, 2015.

주체109(2020)년 1월 5일 원고접수

Preparation of Acetone Cyanhydrin

Kim Jin Myong, Ri Sun Yong and Ri Sang Ryong

We prepared acetone cyanhydrin from acetone as starting material. The reasonable preparation conditions are the molar ratio of acetone and HCN 1.2, the reaction temperature 15°C and the reaction time 2.5h, and the yield is 78%.

Keywords: acetone cyanhydrin, acetone