

디메틸글리신염산염과 글루콘산칼시움에 의한 판감산칼시움의 합성

정승조, 최유성

위대한 수령 김일성 동지께서는 다음과 같이 교시하시였다.

《과학기술을 발전시키는데 큰 힘을 넣어야 하겠습니다.》(《김일성전집》 제86권 309페이지)

판감산칼시움은 간염, 간경변증을 비롯한 간장질병과 여러가지 심장질병, 류마치스치료에 널리 쓰이며 유독성화학물질과 의약품중독때 해독제로도 쓴다.[1] 특히 조직세포에서 산소대사의 활성화작용으로 인하여 생기는 산소결핍에 대한 내성을 증대시키므로 그 리용분야가 계속 확대되고있다. 그러나 판감산칼시움의 제조방법[2, 3]은 적게 소개되었으며 세계적으로 불과 몇개 나라에서 생산되어 《칼감》이라는 상품명으로 비싸게 판매되고있다.

우리는 글루콘산칼시움과 디메틸글리신염산염으로부터 판감산칼시움을 합성하고 합리적인 반응조건과 분석방법을 확립하였다.

실 험 방 법

기구로는 진공건조로, 푸리에변환적외선분광기(《Nicolet 6700》)를, 시약으로는 모노클로로초산(분석순), 30% 디메틸아민수용액, 글루콘산칼시움(분석순), 메타놀(분석순), 에타놀(분석순)을 리용하였다.

디메틸글리신염산염의 합성 환류랭각기를 설치한 반응기에 모노클로로초산 151.2g을 증류수에 풀어넣고 2~3℃에서 30% 디메틸아민수용액 450mL를 천천히 넣었다. 63℃에서 40min동안 반응시킨 후 환류랭각기대신 직관랭각기를 설치하고 진공농축하였다. 용액에서 결정이 석출되면 반응생성물을 비커에 넣어 진공건조로에서 건조시켰다.

판감산칼시움의 합성 250mL들이 둥근밀플라스크에 글루콘산칼시움 18g, 디메틸글리신염산염 22.7g, 물 20mL를 넣은 후 직관랭각기를 설치하고 진공뿔프에 연결한 다음 120℃에서 5h동안 반응시켰다. 다음 반응물을 방온도까지 식히고 메타놀에 풀어 보온려과(60℃)한 다음 려액을 증류하여 메타놀을 회수한다. 침전물에 탄산칼시움과 물을 넣고 60℃에서 1h동안 교반하였다. 반응물에 메타놀을 넣고 60℃에서 려과한 려액을 에타놀이 들어있는 결정화조에 넣었다. 이때 판감산칼시움생성물이 엷처럼 밑에 가라앉는데 이것을 메타놀과 에타놀로 반복용해석출시켜 결정형태로 분리하였다.

합성한 판감산칼시움의 량은 7.6g으로서 거뭇물은 49.0%이며 녹음점은 136℃이다.

실험결과 및 해석

물질량비의 영향 반응물의 물질량비에 따르는 판감산칼시움의 거뭇물변화는 표 1과 같다.

표 1에서 보는바와 같이 글루콘산칼시움과 디메틸글리신염산염의 물질량비가 1 : 4이상에서 거뭇물변화가 거의 없다. 즉 글루콘산칼시움과 디메틸글리신염산염의 합리적인 물

질량비는 1 : 4이다.

반응시간의 영향 반응시간에 따르는 판감산칼시움의 거둠률변화는 표 2와 같다.

표 2. 반응시간에 따르는 거둠률변화

반응시간/h	3	4	5	6	7
거둠률%	28.7	36.4	49.0	49.6	49.6

반응온도의 영향 반응온도에 따르는 판감산칼시움의 거둠률변화는 표 3과 같다.

표 3에서 보는바와 같이 반응온도가 높아짐에 따라 거둠률이 커지다가 120℃이상에서는 변화가 거의 없다. 즉 판감산칼시움합성의 합리적인 온도는 120℃이다.

표 1. 물질량비에 따르는 거둠률변화

물질량비	1 : 2	1 : 3	1 : 4	1 : 5	1 : 6
거둠률/%	35.4	40.2	46.9	47.0	47.3

표 2에서 보는바와 같이 생성물의 거둠률은 반응시간이 길어짐에 따라 커지다가 5h후에는 변화가 거의 없다. 따라서 합리적인 시간은 5h이다.

표 3. 반응온도에 따르는 거둠률변화

반응온도/℃	90	100	110	120	130
거둠률/%	17.5	29.4	41.3	49.4	50.1

판감산칼시움의 분석 생성물을 진공건조기(30℃)에서 24h동안 건조시키고 적외선 흡수스펙트럼을 측정한 결과 2 919.75cm⁻¹에서 C-H신축대칭진동에 해당한 흡수띠가, 1 750cm⁻¹에서 -CO의 신축대칭진동에 해당한 흡수띠가, 3 539.29cm⁻¹에서 -OH의 신축대칭진동에 해당한 흡수띠가, 1 096.74cm⁻¹에서 3급아민기의 C-N신축진동에 해당한 흡수띠가 나타났으며 이것은 합성한 물질이 판감산칼시움이라는것을 보여준다.

맺 는 말

판감산칼시움합성의 합리적인 반응조건은 다음과 같다.

글루콘산칼시움과 디메틸글리신염산염의 물질량비 1 : 4, 반응시간 5h, 반응온도 120℃. 합성한 판감산칼시움의 거둠률은 49.0%이며 녹음점은 136℃이다.

참 고 문 헌

- [1] Azimkhani Amin et al.; Int. Res. J. Biological. Sci., 28, 3, 388, 2013.
- [2] 马利华 等; 食品科学, 28, 9, 75, 2007.
- [3] 田珍 等; 食品科学, 29, 4, 206, 2008.

주체105(2016)년 8월 5일 원고접수

Preparation of Calcium Salt of Pangamic Acid from Calcium Gluconate and Dimethylglycine Hydrochloride

Jong Sung Jo, Choe Yu Song

The reasonable reaction conditions for preparation of calcium salt of pangamic acid are as follows: the molar ratio of calcium gluconate and dimethylglycine hydrochloride is 1 : 4, the reaction time is 5h, the reaction temperature is 120℃.

The yield of calcium salt of pangamic acid is 49.0% and melting point is 136℃.

Key words: calcium gluconate, dimethylglycine hydrochloride, calcium salt of pangamic acid