

알콕시알루미늄을 반응개시제로 한 $\text{Al}(n\text{-OC}_4\text{H}_9)_3$ 제조

리용철, 차승하, 최미경, 림수정

경애하는 김정은동지께서는 다음과 같이 말씀하시였다.

《과학연구부문에서 최첨단돌파전을 힘있게 벌려 경제발전과 국방력강화, 인민생활향상에 이바지하는 가치있는 연구성과들을 많이 내놓아야 합니다.》

$\text{Al}(\text{OR})_3$ 형의 촉매가 있는 조건에서 초산알데히드의 2분자중합에 의한 초산에틸 합성에 대한 연구는 오래전부터 진행되어 생산에 도입되고있다.

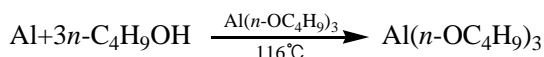
그러나 Al과 무수에틸알콜과의 반응에 기초한 $\text{Al}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$ 의 합성자료[1-3]는 알려져 있지만 알콕시알루미늄을 반응개시제로 하여 Al과 $n\text{-C}_4\text{H}_9\text{OH}$ 로부터 $\text{Al}(n\text{-OC}_4\text{H}_9)_3$ 을 합성한 연구결과는 발표된것이 없다.

우리는 $\text{Al}(n\text{-OC}_4\text{H}_9)_3$ 을 반응개시제로 하여 Al과 $n\text{-C}_4\text{H}_9\text{OH}$ 로부터 $\text{Al}(n\text{-OC}_4\text{H}_9)_3$ 을 합성하기 위한 연구를 하였다.

실험 방법

Al과 $\text{Al}(n\text{-OC}_4\text{H}_9)_3$ 의 순도는 99.9%이며 $n\text{-C}_4\text{H}_9\text{OH}$ 와 초산에틸은 끓음점이 각각 $117\sim 118^\circ\text{C}$ (117.7°C [2]), $77\sim 78^\circ\text{C}$ (77°C [2])이고 수분함량이 0.01%인것을 리용하였다.

합성반응방정식은 다음과 같다.



랭각기와 온도계, 교반기가 설치된 3구플라스크에 염산으로 처리한 Al 8g과 $\text{Al}(n\text{-OC}_4\text{H}_9)_3$ 0.1g, $n\text{-C}_4\text{H}_9\text{OH}$ 44.4g과 HgCl_2 0.001g을 넣고 110°C 에서 5h동안 환류시킨다. 여기에 50mL의 초산에틸을 첨가하고 5h동안 다시 환류시킨다.

$\text{Al}(n\text{-OC}_4\text{H}_9)_3$ 의 거둢률은 96.6%였다.

실험결과 및 해석

반응온도의 영향 반응온도에 따르는 생성물의 거둢률변화는 표 1과 같다.

표 1. 반응온도에 따르는 생성물의 거둢률변화

반응온도/ $^\circ\text{C}$	80	90	100	110	120
거둢률/%	46.6	79.7	95.4	96.3	97.3
Al : $\text{Al}(n\text{-OC}_4\text{H}_9)_3$: $n\text{-C}_4\text{H}_9\text{OH}$ 1 : 0.002 5 : 3, 반응시간 5h					

표 1에서 보는바와 같이 반응온도가 120°C 일 때 거둢률이 제일 크다. 이것은 반응이 진행되면서 용액의 점도가 커지는데 온도가 낮을수록 점도가 더 커지므로 반응속도가 떨어지기때문이다.

반응시간의 영향 반응시간에 따르는 생성물의 거둢률변화는 표 2와 같다.

표 2에서 보는바와 같이 반응시간이 길어짐에 따라 거둬들이는 거의 변화가 없다. 따라서 촉매합성반응시간을 5h로 하였다.

물질량비의 영향 Al 과 $\text{Al}(\text{n-OC}_4\text{H}_9)_3$ 의 물질량비에 따르는 생성물의 거둬들이는 표 3과 같다.

표 3. Al 과 $\text{Al}(\text{n-OC}_4\text{H}_9)_3$ 의 물질량비에 따르는 생성물의 거둬들이는

물질량비	0.001 0	0.001 5	0.002 0	0.002 5	0.003 0
거둬들이는	46.5	50.3	80.5	92.7	93.9

$\text{Al} : \text{n-C}_4\text{H}_9\text{OH} \ 1 : 3$, 반응온도 120°C , 반응시간 5h

Al 과 $\text{n-C}_4\text{H}_9\text{OH}$ 의 물질량비에 따르는 생성물의 거둬들이는 표 4와 같다.

표 4에서 보는바와 같이 Al 과 $\text{n-C}_4\text{H}_9\text{OH}$ 의 물질량비가 커짐에 따라 생성물의 거둬들이는 높아지다가 물질량비 3.0에서 최대가 되며 그 이상에서는 낮아진다. 따라서 Al 과 $\text{n-C}_4\text{H}_9\text{OH}$ 의 물질량비를 3.0으로 하였다.

표 2. 반응시간에 따르는 생성물의 거둬들이는

반응시간/h	1	2	3	4	5	6	7
거둬들이는	34.1	56.3	77.6	89.5	93.5	92.4	93.7

$\text{Al} : \text{Al}(\text{n-OC}_4\text{H}_9)_3 : \text{n-C}_4\text{H}_9\text{OH} \ 1 : 0.002 \ 5 : 3$, 반응온도 120°C

표 3에서 보는바와 같이 Al 과 $\text{Al}(\text{n-OC}_4\text{H}_9)_3$ 의 물질량비가 커짐에 따라 생성물의 거둬들이는 높아지다가 물질량비 0.002 5이상에서는 변화가 거의 없다.

표 4. Al 과 $\text{n-C}_4\text{H}_9\text{OH}$ 의 물질량비에 따르는 생성물의 거둬들이는

물질량비	2.7	2.8	2.9	3.0	3.1
거둬들이는	79.8	818	87.2	96.4	92.3

$\text{Al} : \text{Al}(\text{n-OC}_4\text{H}_9)_3 \ 1 : 0.002 \ 5$, 반응온도 120°C , 반응시간 5h

맺 는 말

Al 과 $\text{n-C}_4\text{H}_9\text{OH}$ 로부터 $\text{Al}(\text{n-OC}_4\text{H}_9)_3$ 을 합성할 때 $\text{Al}(\text{n-OC}_4\text{H}_9)_3$ 이 반응개시제로 작용한다. $\text{Al} : \text{n-C}_4\text{H}_9\text{OH} \ 1 : 3.0$, 반응온도 120°C , 반응시간 5h일 때 거둬들이는 96.4%이다.

참 고 문 헌

- [1] Zhenghui Ding; J. Cant. South Univ., 1, 50, 2013.
- [2] V. P. Santos et al.; Top Catal., 52, 470, 2009.
- [3] E. B. V. Airighits; J. Natural Gas Chemistry, 19, 161, 2010.

주체104(2015)년 7월 5일 원고접수

Synthesis of $\text{Al}(\text{n-OC}_4\text{H}_9)_3$ by Aluminum Alcoxyl as a Reaction Initiator

Ri Yong Chol, Cha Sung Ha, Choe Mi Gyong and Rim Su Jong

$\text{Al}(\text{n-OC}_4\text{H}_9)_3$ acts as a reaction initiator in the synthesis of $\text{Al}(\text{n-OC}_4\text{H}_9)_3$ from Al and $\text{n-C}_4\text{H}_9\text{OH}$. The yield is 96.4%, when the molar ratio of Al and $\text{n-C}_4\text{H}_9\text{OH}$ is $1 : 3.0$, reaction temperature is 120°C and reaction time is 5h.

Key words: $\text{Al}(\text{n-OC}_4\text{H}_9)_3$, reaction initiator, synthesis