

## N-(포스포노메틸)이미노디초산의 합성

김명복, 윤혁

위대한 령도자 김정일동지께서는 다음과 같이 교시하시였다.

《과학연구기관들과 과학자, 기술자들은 우리 나라의 실정에 맞고 나라의 경제발전에 이바지할수 있는 과학기술적문제를 더 많이 풀어야 하겠습니다.》(《김정일선집》 증보판 제13권 173페이지)

N-(포스포노메틸)이미노디초산은 고성능살초제인 글리포사트의 합성원료로 잘 알려져 있는데 그 합성방법에 대한 연구결과들이 많이 발표되였다.[1-5] N-(포스포노메틸)이미노디초산은 주로 무기강산의 존재하에서 이미노디초산과 아린산, 포름알데히드를 작용시켜 합성하는것으로 알려져있다.

수용액상에서 무기강산과 아린산을 첨가하지 않고 이미노디초산의 나트륨염과 삼염화린, 포름알데히드를 작용시켜 N-(포스포노메틸)이미노디초산을 합성하는 방법에 대해서는 거의나 알려져있지 않다.

우리는 이미노디초산나트륨염과 포름알데히드, 삼염화린을 수용액상에서 반응시키는 방법으로 N-(포스포노메틸)이미노디초산을 합성하고 반응의 최적조건을 밝혔다.

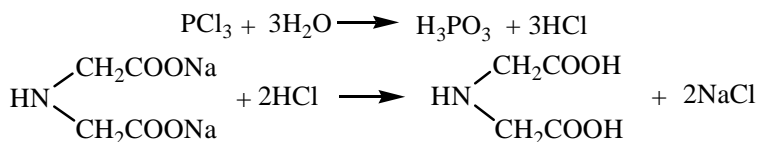
### 실험 방법

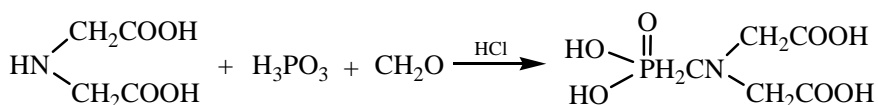
시약으로는 40% 이미노디초산나트륨(DSIDA)수용액, 37% 포름알데히드(CH<sub>2</sub>O)수용액, 삼염화린(PCl<sub>3</sub>, 분석순), 가성소다(NaOH, 분석순)를, 기구로는 500mL들이 3구플라스크, 자동온도조절자석교반기를 리용하였다.

DSIDA수용액 420g을 3구플라스크에 넣고 60~70℃에서 PCl<sub>3</sub> 150g을 천천히 적하하였다. 온도를 90℃로 올리고 포름알데히드수용액 120g을 첨가하고 2h동안 항온교반시킨 다음 온도를 다시 20℃로 낮추어 침전물을 가라앉혔다. 여기에 교반조건하에서 가성소다 40g을 첨가하여 침전물에서 염화나트륨을 제거하였다. 침전물을 리과하고 증류수로 세척한 다음 건조시켜 깨끗한 N-(포스포노메틸)이미노디초산(PMIDA)결정을 얻었다.

생성물의 구조는 적외선흡수스펙트르분석장치(《FT-IR 8101》)를 리용하여 표품과 대비분석하는 방법으로 동정하였다.

이미노디초산나트륨염과 포름알데히드, 삼염화린으로부터 N-(포스포노메틸)이미노디초산을 합성하는 반응식은 다음과 같다.





## 실험결과 및 해석

물질량비의 영향 반응 온도 90℃, 반응 시간 2h의 조건에서 물질량비(DSIDA : PCl<sub>3</sub> : CH<sub>2</sub>O)에 따르는 PMIDA의 거둢률변화는 표와 같다.

표에서 보는바와 같이 물질량비(DSIDA : PCl<sub>3</sub> : CH<sub>2</sub>O)가 1.0 : 1.1 : 1.2일 때 PMIDA의 거둢률이 74.5%이며 그 이상에서는 변화가 거의 없었다. 따라서 PMIDA합성에 적합한 물질량비(DSIDA : PCl<sub>3</sub> : CH<sub>2</sub>O)는 1.0 : 1.1 : 1.2라는 것을 알 수 있다.

반응온도의 영향 물질량비(DSIDA : PCl<sub>3</sub> : CH<sub>2</sub>O) 1.0 : 1.1 : 1.2, 반응 시간 2h의 조건에서 반응온도에 따르는 PMIDA의 거둢률변화는 그림 1과 같다.

그림 1에서 보는바와 같이 반응온도가 높아짐에 따라 PMIDA의 거둢률은 급격히 높아지며 100℃ 이상에서는 거둢률이 크게 변하지 않았다. 따라서 PMIDA합성에 적합한 반응온도는 100℃라는 것을 알 수 있다.

반응시간의 영향 물질량비(DSIDA : PCl<sub>3</sub> : CH<sub>2</sub>O) 1.0 : 1.1 : 1.2, 반응 온도 100℃의 조건에서 반응시간에 따르는 PMIDA의 거둢률변화는 그림 2와 같다.

표. 물질량비(DSIDA : PCl<sub>3</sub> : CH<sub>2</sub>O)에 따르는 PMIDA의 거둢률변화

물질량비	거둢률/%
1 : 1.0 : 1.0	53.8
1 : 1.0 : 1.1	69.4
1 : 1.0 : 1.2	71.8
1 : 1.0 : 1.3	72.0
1 : 1.0 : 1.4	72.1
1 : 1.0 : 1.5	72.1
1 : 1.1 : 1.2	74.5
1 : 1.2 : 1.2	74.6
1 : 1.3 : 1.2	74.6

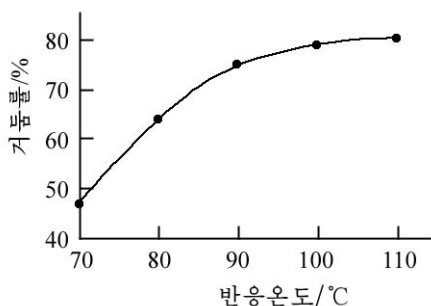


그림 1. 반응온도에 따르는 PMIDA의 거둢률변화

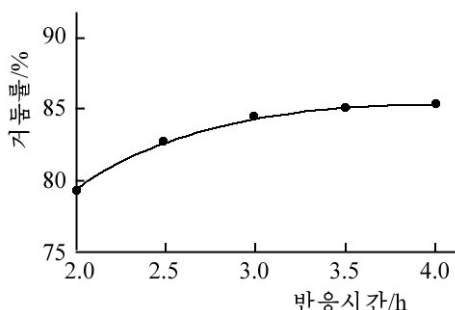


그림 2. 반응시간에 따르는 PMIDA의 거둢률변화

그림 2에서 보는바와 같이 반응시간이 길어짐에 따라 PMIDA의 거둢률은 점차 높아지며 3h후에는 거둢률이 85~86% 정도에서 변화가 거의 없었다. 따라서 PMIDA합성에 적합한 반응시간은 3h이다.

이상의 결과로부터 PMIDA합성반응의 최적조건은 물질량비(DSIDA : PCl<sub>3</sub> : CH<sub>2</sub>O)는 1.0 : 1.1 : 1.2, 반응온도는 100℃, 반응시간은 3h이며 이때 PMIDA의 거둢률은 85.1%라는 것을 알 수 있다.

## 맺는 말

이미노디초산나트륨염과 포름알데히드, 삼염화린으로부터 N-(포스포노메틸)이미노디초산을 합성하기 위한 반응에서 N-(포스포노메틸)이미노디초산의 거름률에 미치는 여러가지 인자들의 영향을 검토하고 최적조건을 새롭게 확립하였다.

N-(포스포노메틸)이미노디초산합성반응의 최적조건은 물질량비(DSIDA :  $\text{PCl}_3$  :  $\text{CH}_2\text{O}$ ) 1.0 : 1.1 : 1.2, 반응온도  $100^\circ\text{C}$ , 반응시간 3h이다.

## 참고 문헌

- [1] B. Parker; WO 002888A1, 2000.
- [2] S. Sunder; WO 116471A2, 2006.
- [3] 冯练亭 等; 农药, 45, 1, 12, 2006.
- [4] 王伟; CN 1458157A, 2003.
- [5] 郭钰来; CN 1944444A, 2007.

주체103(2014)년 9월 5일 원고접수

**Synthesis of N-(phosphonomethyl) Iminodiacetic Acid**

*Kim Myong Bok, Yun Hyok*

We synthesized N-(phosphonomethyl) iminodiacetic acid from iminodiacetic acid, formaldehyde and phosphorous trichloride. The optimum conditions of synthesis of N-(phosphonomethyl) iminodiacetic acid are as follows: molar ratio (DSIDA :  $\text{PCl}_3$  :  $\text{CH}_2\text{O}$ ) is 1.0 : 1.1 : 1.2, reaction temperature is  $100^\circ\text{C}$  and reaction time is 3h.

Key words: N-(phosphonomethyl) iminodiacetic acid, glyphosate, iminodiacetic acid