

2-메톡시나프탈린의 합성

최유성, 김정진

위대한 령도자 김정일동지께서는 다음과 같이 교시하시였다.

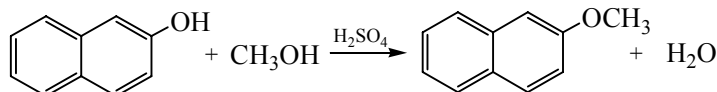
《경공업부문에서는 제품의 량과 가지수를 늘이고 질을 높이기 위한 투쟁을 힘있게 벌임으로써 가까운 몇해안에 인민소비품생산을 세계적수준으로 끌어올려야 하겠습니다.》
(《김정일선집》 증보판 제13권 299~300페이지)

2-메톡시나프탈린(네롤린)은 합성향료의 하나로서 화장품향료 특히 비누향료로 많이 이용되고있다.[2] 세계적으로 2-메톡시나프탈린은 β -나프톨과 류산디메틸 또는 β -나프톨과 요드화메틸을 출발원료로 하여 합성하고있다.[1]

우리는 쉽게 얻을수 있는 β -나프톨과 메타놀을 리용하여 2-메톡시나프탈린을 합성하였다.

실험 방법

합성반응식은 다음과 같다.



500mL들이 둥근밀플라스크에 공업용 β -나프톨 145g(1mol)과 절대메타놀 180mL를 넣고 β -나프톨의 대부분이 풀리면 반응물을 조심히 뒤져서 부단히 접촉시키면서 질은류산(98%) 32mL를 넣었다. 플라스크에 환류랭각기를 설치하고 6h동안 가열하였다.

50°C의 물 500mL에 가성소다 50g을 풀고 2L들이 삼각플라스크에 넣은 다음 뜨거운 반응액을 넣었다. 이때 조네롤린이 어두운 색의 기름으로 가라앉으므로 교반기로 잘 교반하였다. 교반은 기름이 완전히 굳어질 때까지 계속하였다. 고르롭지 못한 모래모양으로 얻어진 생성물을 부흐네르깔때기로 흡인려과한 다음 다시 처음과 같은 량의 가성소다용액으로 처리하였다. 려과한 네롤린을 알카리성이 나타나지 않을 때까지 물로 세척하고 려과한 다음 50°C이하의 온도에서 건조시켰다.

건조시킨 네롤린을 진공증류(160~180°C/2.6kPa)하여 끓는 류분을 받아내었다. 이때 증류물이 굳어지면서 연한 노란색을 띠었다. 이것을 승화시켜 다시 정제하였다.

얻어진 네롤린은 무색의 잎사귀모양이며 녹음점은 72°C, 거둬물은 72%이다.

실험결과 및 고찰

메타놀과 β -나프톨의 물질량비의 영향 반응시간 4h, 촉매량 1.0%일 때 메타놀과 β -나프톨의 물질량비에 따르는 거둬물변화는 그림 1과 같다.

그림 1에서 보느바와 같이 메타놀과 β -나프톨의 물질량비가 4.5일 때 거둬물은 62%

정도이고 그 이상에서는 변화가 거의 없다. 따라서 메타놀과 β -나프톨의 적합한 물질량비는 4.5이다.

촉매량의 영향 반응시간 4h, 메타놀과 β -나프톨의 물질량비 4.5일 때 촉매량에 따르는 거둢률변화는 그림 2와 같다.

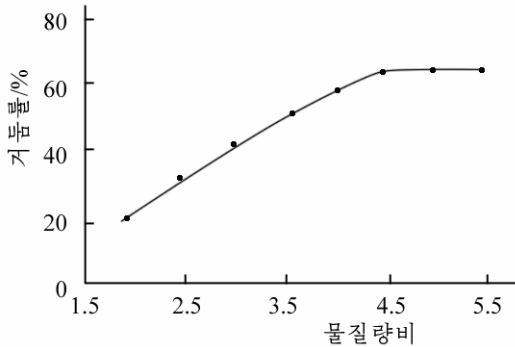


그림 1. 메타놀과 β -나프톨의 물질량비에 따르는 거둢률변화

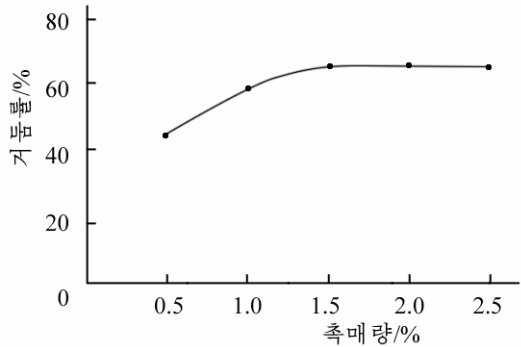


그림 2. 촉매량에 따르는 거둢률변화

그림 2에서 보는바와 같이 촉매량이 1.5%이상일 때 거둢률이 66%정도로서 일정하다. 따라서 적합한 촉매량은 1.5%이다.

반응시간의 영향 촉매량 1.5%, 메타놀과 β -나프톨의 물질량비 4.5일 때 반응시간에 따르는 거둢률변화는 그림 3과 같다.

그림 3에서 보는바와 같이 반응시간이 6h 일 때 거둢률은 72%정도이고 그 이상에서는 변화가 거의 없다. 따라서 적합한 반응시간은 6h 이다.

IR흡수스펙트르 승화시켜 얻은 생성물을 분말로 만든 다음 30°C의 진공건조기에서 24h동안 건조시켰다.

적외선분광기(《Nicolet 6700》)로 건조시킨 생성물의 IR흡수스펙트르를 측정하였다.(그림 4)

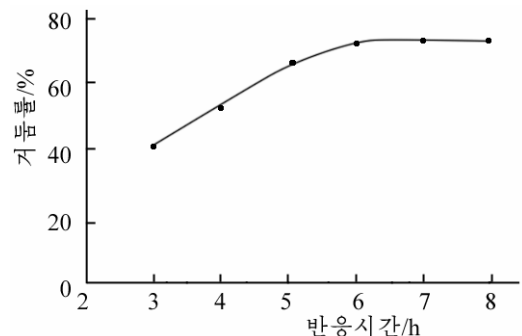


그림 3. 반응시간에 따르는 거둢률변화

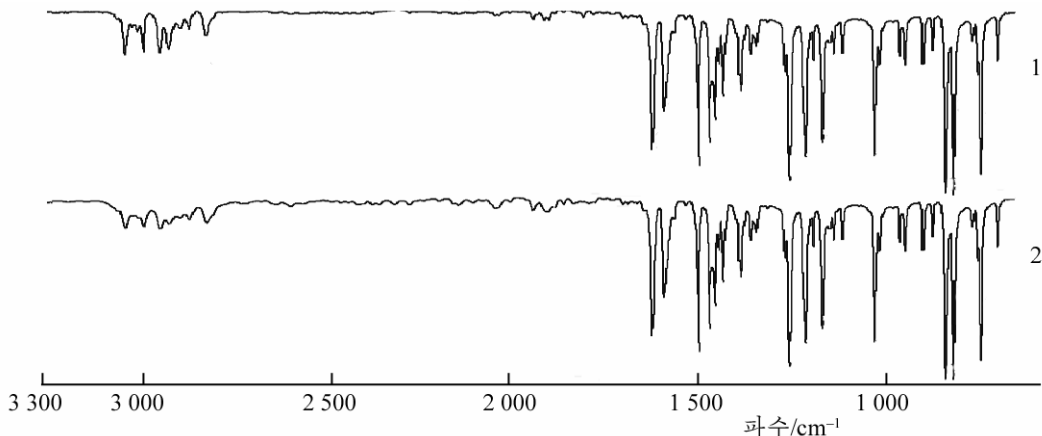


그림 4. 생성물의 IR흡수스펙트르

1-표품, 2-생성물

그림 4에서 보논바와 같이 생성물의 IR 흡수스펙트럼에서는 파수 $2\,963$, $2\,937\text{cm}^{-1}$ 에서 방향족핵에서의 C-H 신축진동에 해당하는 흡수띠가, $2\,836\text{cm}^{-1}$ 에서 메톡시기의 C-H 신축진동에 해당하는 흡수띠가, $1\,262$, $1\,031\text{cm}^{-1}$ 에서 카르보닐기의 C-O 신축진동에 해당하는 흡수띠가 나타났다. 따라서 합성한 생성물이 네롤린이라는것을 알수 있다.

맺는 말

메타놀과 β -나프톨로부터 2-메톡시나프탈린을 합성하는 반응의 최적조건은 다음과 같다.

메타놀과 β -나프톨의 물질량비 4.5, 촉매량 1.5%, 반응시간 6h.

참고 문헌

[1] C. A. Faler et al.; Tetrahedron Lett., **67**, 1299, 2014.

[2] 易封萍 等; 合成香料加工工艺学, 中国轻工业出版社, 31~43, 2006.

주체106(2017)년 6월 5일 원고접수

Synthesis of 2-Methoxynaphthalene

Choe Yu Song, Kim Jong Jin

We established the optimal conditions of synthesis of 2-methoxynaphthalene from methanol and β -naphthol.

The conditions are as follows: the molar ratio of methanol and β -naphthol is 4.5, the content of catalyst is 1.5% and the reaction time is 6h.

Key words: 2-methoxynaphthalene, nerolin, β -naphthol, methanol