

1,4-디히드록시안트라키논의 합성

조혁철, 맹태원, 김명희

위대한 령도자 김정일동지께서는 다음과 같이 교시하시였다.

《나라의 과학기술을 세계적수준에 올려세우자면 발전된 과학기술을 받아들이는것과 함께 새로운 과학기술분야를 개척하고 그 성과를 인민경제에 적극 받아들여야 합니다.》

(《김정일선집》 증보판 제11권 138~139페이지)

1,4-디히드록시안트라키논[1-3]은 합성섬유용 분산염료로 리용될뿐아니라 여러가지 분산염료를 합성하는 중간체로 리용된다.

우리는 프탈산무수물을 출발물질로 하여 합성섬유용 분산염료인 1,4-디히드록시안트라키논을 합성하고 합리적인 합성조건들을 검토하였다.

실험 방법

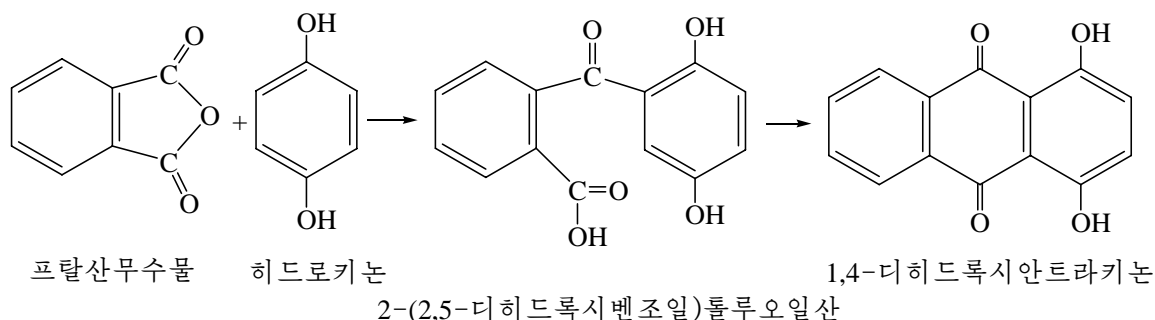
시약으로는 화학순인 프탈산무수물, 히드로키논, 붕산, 류산, 가성소다, 차아염소산나트륨을, 기구로는 3구플라스크, 자석교반기, 자석교반기가 달린 항온조, 진공뿔프, 흡인려과기를 리용하였다.

2-(2,5-디히드록시벤조일)톨루오일산의 합성 자석교반기가 달린 항온조에 설치된 250mL 3구플라스크에 프탈산무수물과 히드로키논, 붕산을 넣고 류산을 용매로 넣은 다음 155℃에서 12h정도 반응시킨다. 다음 물로 희석하여 교반하고 방치하여 옷층의 폐산을 제거한다. 물세척을 3차 진행한 다음 순알카리속에서 pH 7까지 중화하여 1차생성물을 얻었다.

1,4-디히드록시안트라키논의 합성 위에서 얻은 1차생성물에 차아염소산나트륨을 적하하면서 1h동안 넣어주면 1,4-디히드록시안트라키논이 얻어진다.

합성한 1,4-디히드록시안트라키논의 녹음점을 모세관법으로 측정하고 적외선스펙트럼분석은 푸리에변환적외선분광기(《Nicolet 6700》)에서 진행하였다.

1,4-디히드록시안트라키논의 합성반응식은 다음과 같다.



실험결과 및 해석

실험에서는 히드로키논 6g, 류산(98%) 30mL의 조건에서 생성물의 거둬를에 미치는 인자들의 영향을 검토하였다.

1) 1,4-디히드록시안트라키논의 거둬를에 미치는 인자들의 영향

촉매의 영향 반응온도 155°C, 반응시간 12h, 프탈산무수물에 대한 히드로키논의 물질량비가 2일 때 반응계에 대한 촉매량을 4.0, 4.5, 5.0, 5.5, 6.0g으로 변화시키면서 1,4-디히드

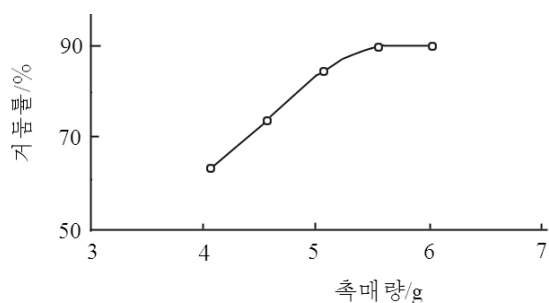


그림 1. 촉매의 량에 따르는 생성물의 거둬를변화

록시안트라키논의 거둬를을 측정한 결과는 그림 1과 같다. 그림 1에서 보는바와 같이 촉매량이 많아질수록 생성물의 거둬를은 증가하다가 5.5g에서 90.1%로서 가장 높고 그 이상에서는 변화가 없다. 그러므로 촉매의 량을 5.5g으로 하는것이 좋다.

반응온도의 영향 촉매량 5.5g, 반응시간

12h, 프탈산무수물에 대한 히드로키논의 물질량비가 2일 때 반응온도를 125, 135, 145,

155, 165, 175°C로 변화시키면서 1,4-디히드록시안트라키논의 거둬를을 측정한 결과는 그림 2와 같다.

그림 2에서 보는바와 같이 온도가 높아짐에 따라 생성물의 거둬를이 증가하다가 155°C에서 가장 높으며 그 이상에서는 점차 감소한다. 따라서 적합한 반응온도는 155°C이다.

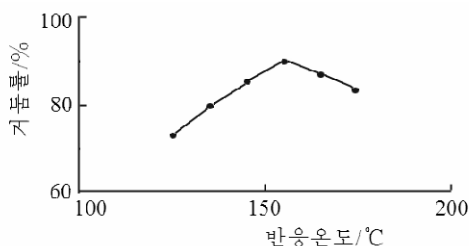


그림 2. 반응온도에 따르는 생성물의 거둬를변화

반응시간의 영향 촉매량 5.5g, 반응온도 155°C, 프탈산무수물에 대한 히드로키논의 물질량비가 2일 때 반응시간을 9, 10, 11, 12, 13, 14h로 변화시키면서 1,4-디히드록시안트라키논의 거둬를을 측정한 결과는 그림 3과 같다.

그림 3에서 보는바와 같이 반응시간이 길어짐에 따라 생성물의 거둬를은 증가하다가 12h이상부터는 변화가 없다. 따라서 적합한 반응시간은 12h이다.

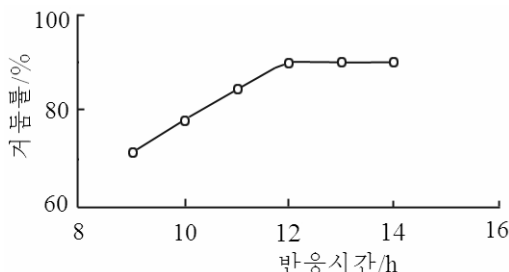


그림 3. 반응시간에 따르는 생성물의 거둬를변화

프탈산무수물에 대한 히드로키논의 물질량비의 영향 촉매량 5.5g, 반응온도 155℃, 반응시간 12h일 때 물질량비를 1.7, 1.8, 1.9, 2.0, 2.1, 2.2로 변화시키면서 1,4-디히드록시안트라키논의 거둢률을 측정한 결과는 그림 4와 같다.

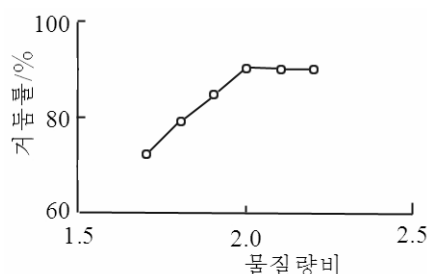


그림 4. 물질량비에 따르는 생성물의 거둢률변화

그림 4에서 보는바와 같이 프탈산무수물에 대한 히드로키논의 물질량비 2.0에서 생성물의 거둢률이 가장 높으며 그 이상에서는 변화가 없다. 따라서 적합한 물질량비는 2.0이다.

2) 생성물의 분석

생성물의 녹음점을 측정한 결과는 200~202℃로서 선행연구결과[2]와 일치하였다. 생성물과 표준물질의 적외선흡수스펙트르는 그림 5와 같다.

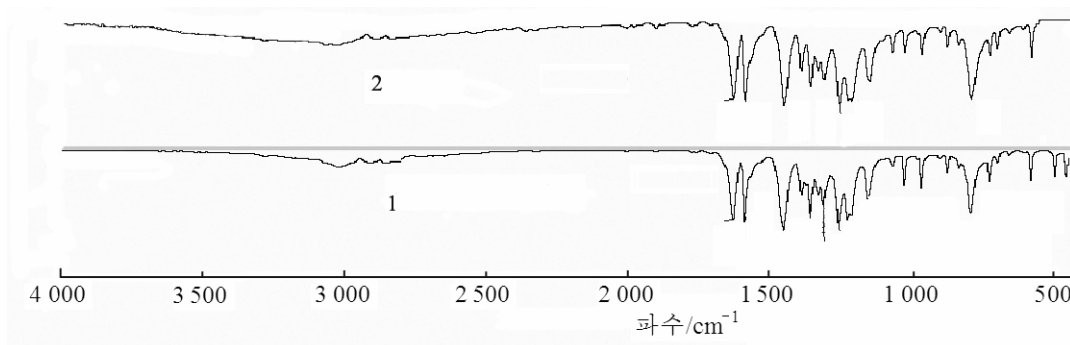


그림 5. 생성물과 표준물질의 적외선흡수스펙트르

1-표준물질, 2-생성물

그림 5에서 보는것처럼 생성물과 표준물질의 적외선흡수스펙트르는 거의 일치하였다. 따라서 생성물이 1,4-디히드록시안트라키논이라는것을 알수 있다.

맺 는 말

붕산을 촉매로 리용하여 프탈산무수물과 히드로키논으로부터 1,4-디히드록시안트라키논을 합성하기 위한 합리적인 조건을 밝히고 녹음점측정과 적외선흡수스펙트르분석을 통하여 합성한 물질이 1,4-디히드록시안트라키논이라는것을 확인하였다.

참 고 문 헌

- [1] Elisa Ghelardi et al.; Anal Bioanal Chem., 407, 1415, 2015.
- [2] 谷晓丽; 辽宁化工, 29, 131, 2000.
- [3] 何海兰; 精细化工产品手册, 化学工业出版社, 563~581, 2004.

주체108(2019)년 7월 5일 원고접수

Synthesis of 1,4-Dihydroxyanthraquinone

Jo Hyok Chol, Maeng Thae Won and Kim Myong Hui

We synthesized 1,4-dihydroxyanthraquinone from the phthalic anhydride and hydroquinone by using boric acid as the catalyst and established the optimal reaction conditions of synthesis of 1,4-dihydroxyanthraquinone.

Key words: 1,4-dihydroxyanthraquinone, synthesis, hydroquinone