

메틸술폰메탄의 합성

리명성, 김영남, 조성철

위대한 령도자 김정일동지께서는 다음과 같이 교시하시였다.

《기초과학부문들을 발전시켜야 나라의 과학기술수준을 빨리 높일수 있고 인민경제 여러 분야에서 나서는 과학기술적문제들을 원만히 풀수 있으며 과학기술을 주체성있게 발전 시켜나갈수 있습니다.》(《김정일선집》 증보판 제10권 485페이지)

메틸술폰메탄(MSM)은 식물에서 추출한 식물성천연유기류황으로서 사람의 세포구조를 이루는 필수요소이며 호르몬, 효소, 항체, 항산화제 등은 모두 이 물질과 련관되어있다. 따라서 알맞는 영양상태와 건강을 유지하기 위해서는 MSM을 계속 섭취하여야 한다.[3]

지금까지 천연식물로부터 MSM을 추출하기 위한 연구[3]가 진행되어왔지만 원료제한으로 하여 유기합성법에 의한 제조방법이 많이 적용되고있다. 과산화수소[4], 과망간산칼륨[2], 질산[1]을 산화제로 하여 MSM을 합성한 연구결과들이 발표되었지만 촉매를 리용한 산화법에 대해서는 발표된것이 거의 없다.

우리는 촉매를 리용하여 디메틸술폰옥시드로부터 기능성영양식품으로 널리 쓰이고있는 MSM을 합성하였다.

실험 방법

시약으로는 디메틸술폰옥시드(분석순), 30% 과산화수소(분석순), 초산(분석순)을, 기구로는 2L들이 둥근밀3구플라스크, 온도계, 환류랭각기, 적하깔때기, 비커, 가열기, 통풍식건조로, 푸리에변환적외선분광기(《FTIR-8101》), 액체크로마토그래프(《Acquity™ UPLC》)를 리용하였다.

환류랭각기와 적하깔때기를 설치한 2L들이 둥근밀플라스크에 디메틸술폰옥시드 620mL, 초산 10mL를 넣고 가열하였다. 용액의 온도가 90℃에 이르면 여기에 30% 과산화수소용액을 적하하였다. 적하는 처음에는 느리게, 다음에는 빠르게 하며 반응액의 온도를 (120±5)℃로 유지하였다. 적하가 끝난 다음 3h동안 더 환류시켰다.

반응과정에 과산화수소의 량을 잘 조절하여 반응이 끝난 다음 과산화수소가 과잉으로 남아있지 않게 하였다.

반응물을 비커에 넣고 자연랭각시켜 결정을 석출시켰다. 결정을 증류수로 2차재결정화하고 거름물을 결정하였다.

생성물의 동정은 적외선흡수스펙트르분석법으로, 순도는 액체크로마토그래프분석법으로 결정하였다.

실험결과 및 해석

물질량비의 영향 반응온도 110℃, 반응시간 8h, 촉매량 1%의 조건에서 과산화수소와 디메틸술폭시드의 물질량비에 따르는 생성물의 거동률변화는 그림 1과 같다.

그림 1에서 보는바와 같이 과산화수소와 디메틸술폭시드의 물질량비가 1.2일 때 거동률이 가장 높으며 그 이상에서는 변화가 거의 없다.

반응온도의 영향 과산화수소와 디메틸술폭시드의 물질량비 1.2, 반응시간 8h, 촉매량 1%의 조건에서 반응온도에 따르는 생성물의 거동률변화는 그림 2와 같다.

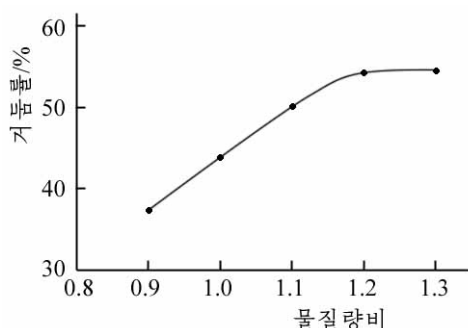


그림 1. 물질량비에 따르는 생성물의 거동률변화

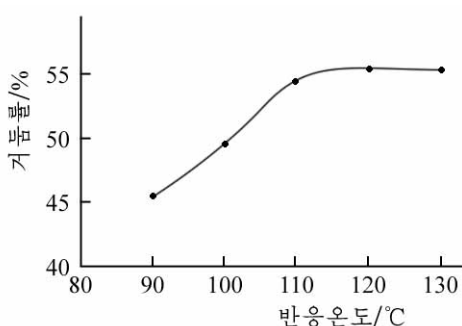


그림 2. 반응온도에 따르는 생성물의 거동률변화

그림 2에서 보는바와 같이 반응온도가 120℃일 때 생성물의 거동률이 가장 높다.

반응시간의 영향 과산화수소와 디메틸술폭시드의 물질량비 1.2, 반응온도 120℃, 촉매량 1%의 조건에서 반응시간에 따르는 생성물의 거동률변화는 표 1과 같다.

표 1. 반응시간에 따르는 생성물의 거동률변화

반응시간/h	4	5	6	7	8
거동률/%	45.8	50.3	55.5	55.5	55.6

표 1에서 보는바와 같이 반응시간이 6h 일 때 생성물의 거동률이 가장 높으며 그 이상에서는 변화가 거의 없다.

촉매의 영향 과산화수소와 디메틸술폭시드의 물질량비 1.2, 반응온도 120℃, 반응시간 6h의 조건에서 촉매량에 따르는 생성물의 거동률변화는 표 2와 같다.

표 2. 촉매량에 따르는 생성물의 거동률변화

촉매량/%	0	0.5	1.0	2.0	3.0	4.0
거동률/%	40.9	50.1	55.4	56.8	60.3	60.3

표 2에서 보는바와 같이 촉매량이 3% 일 때 생성물의 거동률이 가장 높다.

MSM의 분리분석 석출된 MSM 100g을 증류수 300mL로 2차재결정화하였다.

분리정제한 MSM을 아세토니트릴과 메타놀혼합용액을 이동상으로 하여 액체크로마토 그래프로 분석한 결과 순도가 99.9%였다.

MSM의 적외선흡수스펙트럼분석결과 파수 3 047, 2 961cm⁻¹에서 메틸기의 C-H신축진동에 해당하는 흡수띠가, 1 431, 1 414cm⁻¹에서 C-H변각진동에 해당하는 흡수띠가, 1 337, 1 320cm⁻¹에서 술폰기능단의 S=O신축진동에 해당하는 흡수띠가, 1 140cm⁻¹에서 변각진동에 해당하는 흡수띠가, 940cm⁻¹에서 -C-S-신축진동에 해당하는 흡수띠가 나타났다.(그림 3)

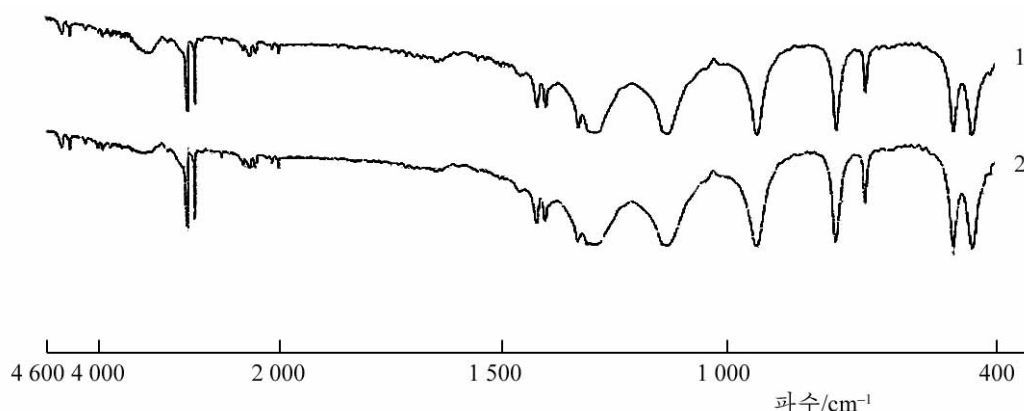


그림 3. MSM의 적외선 흡수 스펙트럼
1-표준시료, 2-합성시료

분석결과 MSM이 정확히 합성되었다는 것을 알 수 있다.

맺는 말

촉매를 리용하여 디메틸설폭시드를 산화시켜 MSM을 합성하였다.

합리적인 합성조건은 과산화수소와 디메틸설폭시드의 물질량비 1.2, 반응온도 120℃, 반응시간 6h, 촉매량 3%이다.

참고 문헌

- [1] L. Rondey et al.; US 0065967 A9, 2013.
- [2] 史春风 等; CN 103288692A, 2012.
- [3] 张勇; 广州食品工业科技, 20, 2, 136, 2004.
- [4] 章思规; 精细有机化学品技术手册(上册), 科学出版社, 779, 1993.

주체104(2015)년 5월 5일 원고접수

Synthesis of Methyl Sulfonyl Methane

Ri Myong Song, Kim Yong Nam and Jo Song Chol

We synthesized methyl sulfonyl methane from dimethyl sulfoxide by oxidizing reaction using catalysis.

Optimal conditions of the synthesis reaction are as follows: molar ratio of the reactants is 1.2, reaction temperature is 120℃, reaction time is 6h and amounts of catalyst is 3%.

Key words: dimethyl sulfoxide, methyl sulfonyl methane, synthesis