

## 2-(4'-디에틸아미노-2'-히드록시벤조일)안식향산의 합성

엄철이, 박철주, 허광철

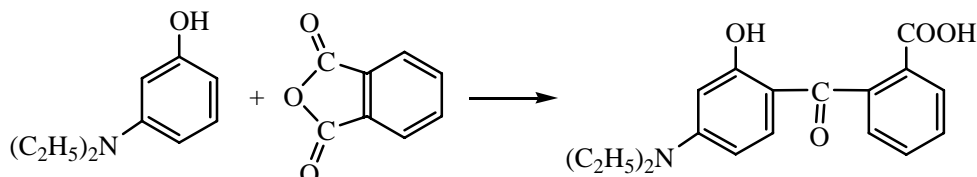
2-(4'-디에틸아미노-2'-히드록시벤조일)안식향산(DHBB)은 플루오란계감염색소들의 전구체이다. 그러나 DHBB의 합성방법[1, 2]들은 모두 특허자료들로서 반응조건이 명확치 않거나 값비싼 원료들을 요구한다.

우리는 *m*-디에틸아미노페놀(*m*-DEAP)과 프탈산무수물(PA)을 반응시켜 DHBB를 합성하였다.

### 실험 방법

시약으로는 공업순제품을 감압증류하여 정제한 *m*-디에틸아미노페놀, 프탈산무수물(화학순), 톨루올(화학순)을, 장치로는 환류랭각기, 교반기와 온도계가 달린 3구플라스크를 이용하였다.

합성반응식은 다음과 같다.



3구플라스크에 *m*-디에틸아미노페놀 8.2g(0.05mol)과 톨루올 25mL를 넣고 균일용액이 되면 프탈산무수물 8.9g(0.06mol)을 첨가하여 교반하면서 12h동안 환류시킨다. 다음 방온도까지 랭각시키고 생긴 앙금을 러과하여 더운 톨루올로 4~5번 세척한다.

얻어진 물질을 건조시키고 메타놀로 재결정화하여 담황색의 DHBB결정을 얻는다. 이때 DHBB결정의 녹음점은 200~204°C(203~204°C[3])이고 거둬들은 71%이다.

### 실험결과 및 해석

자동원소분석기(《2PA-2400》)로 DHBB를 분석한 결과는 다음과 같다.

측정값: C 67.85%, H 6.30%, N 4.49%; 계산값: C 68.99%, H 6.11%, N 4.47%.

생성물을 적외선흡수스펙트럼분석한 결과 3 500~3 800cm<sup>-1</sup>에서 O-H의 신축진동에 해당하는 흡수띠가, 1 660cm<sup>-1</sup>에서 C=O의 신축진동에 해당하는 흡수띠가, 1 330cm<sup>-1</sup>에서 C-N의 신축진동에 해당하는 흡수띠가, 1 230cm<sup>-1</sup>에서 카르복실기와 방향족알콜의 C-O의 신축진동에 해당하는 흡수띠가 나타났다. 분석결과 합성한 물질이 DHBB라는것을 확증하였다.

반응온도의 영향 반응온도에 따르는 DHBB의 거둬들임변화는 그림 1과 같다.

그림 1에서 보는바와 같이 온도가 높아짐에 따라 거둢률이 증가한다. 그러나 용매인 톨루올의 끓음점( $110.6^{\circ}\text{C}$ )이상 온도를 높일수 없으므로 반응에 적합한 온도는  $105\sim 110^{\circ}\text{C}$ 이다. 반응시간의 영향 반응시간에 따르는 DHBB의 거둢률변화는 그림 2와 같다.

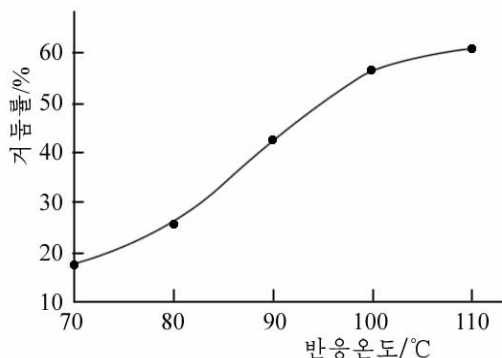


그림 1. 반응온도에 따르는 DHBB의 거둢률변화  
물질량비  $m\text{-DEAP} : \text{PA}=1 : 1$ , 반응시간 14h

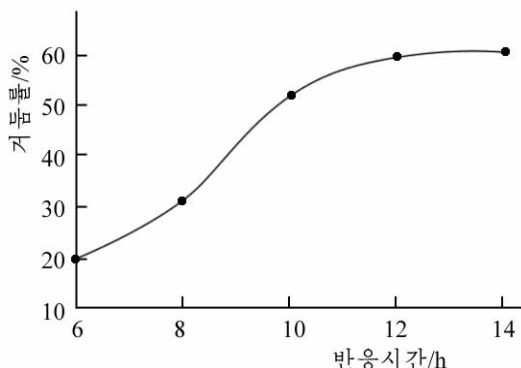


그림 2. 반응시간에 따르는 DHBB의 거둢률변화  
물질량비  $m\text{-DEAP} : \text{PA}=1 : 1$ , 반응온도  $110^{\circ}\text{C}$

그림 2에서 보는바와 같이 12h이상부터 거둢률에서는 큰 변화가 없다.

물질량비의 영향 물질량비에 따르는 DHBB의 거둢률변화는 그림 3과 같다.

그림 3에서 보는바와 같이 프탈산무수물과  $m$ -디에틸아미노페놀의 물질량비가 1.2일 때 거둢률이 제일 높으며 그이상에서는 변화가 거의 없다.

### 맺는 말

$m$ -디에틸아미노페놀과 프탈산무수물로부터 2-(4'-디에틸아미노-2'-히드록시벤조일)안식향산을 합성하였다.

2-(4'-디에틸아미노-2'-히드록시벤조일)안식향산의 합리적인 합성조건은  $m$ -디에틸아미노페놀과 프탈산무수물의 물질량비 1.2, 반응온도  $105\sim 110^{\circ}\text{C}$ , 반응시간 12h이며 이때 DHBB의 거둢률은 71%정도이다.

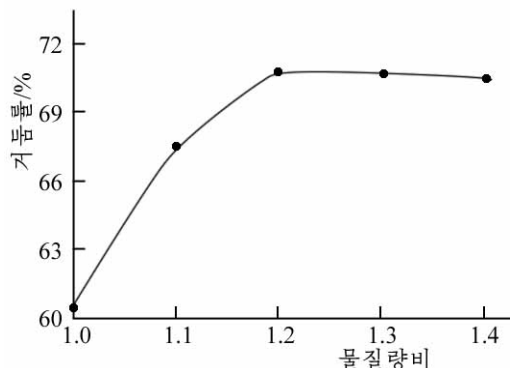


그림 3. 물질량비에 따르는 DHBB의 거둢률변화  
반응온도  $105\sim 110^{\circ}\text{C}$ , 반응시간 12h

### 참고문헌

- [1] Ishii Yasunori; JP 285563, 2003.
- [2] Kiyohara Kawashima; US 5417748, 1995
- [3] W. L. F. Armarego et al.; Purification of Laboratory Chemicals, Oxford, 743, 2009.

주체104(2015)년 2월 5일 원고접수

## Synthesis of 2-(4'-Diethylamino-2'-Hydroxybenzoyl) Benzoic acid

*Om Chol I, Pak Chol Ju and Ho Kwang Chol*

We established a method of preparing 2-(4'-diethylamino-2'-hydroxybenzoyl) benzoic acid from *m*-diethylaminophenol and phthalic anhydride.

The reasonable synthesis conditions of 2-(4'-diethylamino-2'-hydroxybenzoyl) benzoic acid are the molar ratio of *m*-diethylaminophenol and phthalic anhydride 1 : 2, the reaction temperature 105~110°C and the reaction time 12h and the yield of DHBB is 71%.

Key words: *m*-diethylaminophenol, phthalic anhydride, DHBB