

미크로파에 의한 동-프탈로시아닌의 합성

배응재, 서일남

위대한 수령 김일성동지께서는 다음과 같이 교시하시였다.

《과학자들은 우리 나라의 현실이 요구하는 문제를 연구하여야 하며 우리 인민에게 필요한것을 만들어 내기 위하여 노력하여야 합니다.》(《김일성전집》 제35권 374페이지)

동-프탈로시아닌 합성방법에는 용융법, 용매법, 마이크로파법 등이 있다.[1-3] 용융법에서는 합성거둠률이 낮고 용매법에서는 류산을 리용하므로 생산적제한성이 있다. 마이크로파를 리용한 동-프탈로시아닌 합성자료들은 발표된것이 없다.

우리는 마이크로파를 리용하여 β 형 동-프탈로시아닌을 합성하였다.

실험 방법

시약으로는 프탈산무수물(화학순), 뇨소(화학순), 염화동(I)(화학순), 몰리브덴산암모니움(AM, 화학순), 테트라부틸브롬화암모니움(TBAB, 화학순), 붕산(BA, 화학순), 32% 염산, 78% 에타놀을 리용하였다.

250mL들이 2구플라스크에 프탈산무수물 18mmol, 뇨소 92.0mmol, 염화동(I) 5.00mmol과 촉매를 넣고 마이크로파합성반응기에서 반응시킨다. 이때 반응온도는 250°C, 출력은 1 000W이다. 2min후 반응물은 용융상태로 되며 5min후에는 반응물의 색이 보라색을 띤다.

실험결과 및 해석

촉매의 영향 촉매로 AM, BA, AM+TBAB, BA+TBAB를 리용할 때 촉매농도에 따르는 생성물의 거둠률변화는 그림 1과 같다.

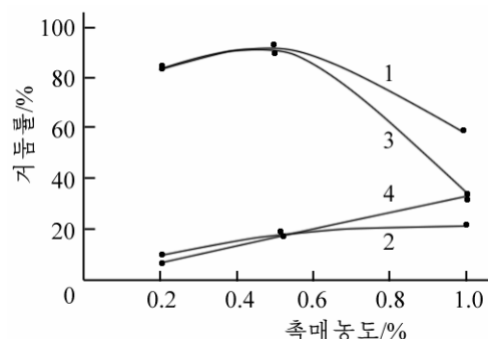


그림 1. 촉매농도에 따르는 거둠률변화
1-AM, 2-BA, 3-AM+TBAB,
4-BA+TBAB

그림 1에서 보는바와 같이 촉매로 AM을 리용한 경우 거둠률이 제일 크며 농도가 0.5%일 때 최대이다. 그것은 촉매량이 너무 많으면 부반응생물이 생기기때문이다.

반응시간의 영향 프탈산무수물 18mmol, 뇨소 92.0mmol, 염화동(I) 5.00mmol, 반응온도 250°C, 촉매 AM, 촉매농도 0.5%의 조건에서 반응시간에 따르는 생성물의 거둠률변화는 그림 2와 같다.

그림 2에서 보는바와 같이 반응시간이 길어짐에 따라 거둠률이 증가하다가 10min후에는 85%정도에서 일정해진다.

반응온도의 영향 반응온도에 따르는 생성물의 거둬들임변화는 그림 3과 같다.

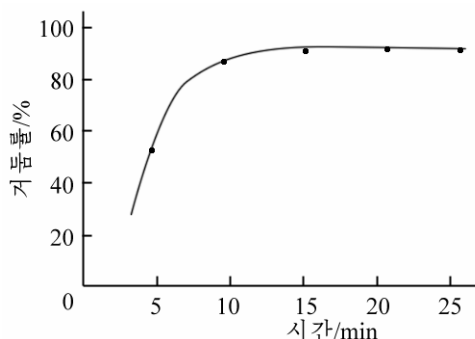


그림 2. 시간에 따르는 거둬들임변화

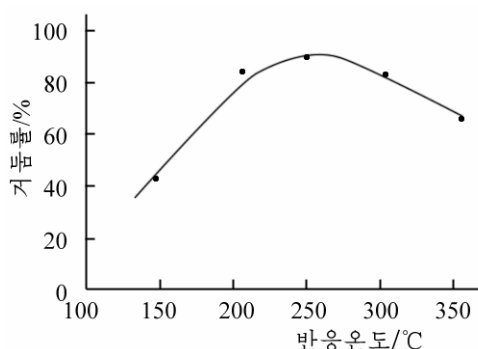


그림 3. 반응온도에 따르는 거둬들임변화

그림 3에서 보는바와 같이 반응온도가 높아짐에 따라 거둬들임은 증가하다가 250°C에서 최대이며 그 이상에서는 감소한다. 250°C이상에서 거둬들임이 감소하는것은 부반응생성물이 생기기때문이다.

생성물의 분리분석 동-프탈로시아닌은 질은 류산, 린산, 클로로술폰산, 트리클로로초산 및 용융알카리 등에만 용해되는데 이것을 물로 희석하면 다시 석출된다.

생성물을 산 및 알카리처리한 다음 적외선흡수스펙트르분석(《FTIR-8101》)과 X선회절분석을 하였다.

동-프탈로시아닌의 적외선흡수스펙트르를 측정한 결과 1 118.48, 1 090.09, 1 053.34, 864.51, 752.56cm⁻¹에서 프탈로시아닌골격진동에 해당하는 흡수띠가, 1 285.88cm⁻¹에서 C-N 신축진동에 해당하는 흡수띠가, 898.53cm⁻¹에서 C-N만곡진동에 해당하는 흡수띠가, 1 331.49, 1 418.88cm⁻¹에서 방향족페닐고리진동에 해당하는 흡수띠가, 1 604.99cm⁻¹에서 C=C, C=N의 고리신축진동에 해당하는 흡수띠가, 770.07, 1 165cm⁻¹에서 C-H만곡진동에 해당하는 흡수띠가 나타났다.

생성물의 XRD도형은 그림 4와 같다.

그림 4에서 보는바와 같이 12.4-12.8, 18.3, 18.8°에서 β형 동-프탈로시아닌의 회절선[2]들이 나타났다.

분석결과 우리가 합성한 생성물이 β형 동-프탈로시아닌이라는것을 알수 있다.

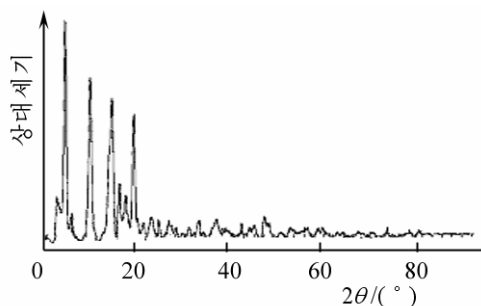


그림 4. 생성물의 XRD도형

맺 는 말

미크로파에 의한 동-프탈로시아닌의 합성에서 몰리브덴산암모니움의 농도 0.5%, 반응시간 10min, 반응온도 250°C일 때 생성물의 거둬들임이 제일 크다.

합성한 동-프탈로시아닌은 β형이다.

참 고 문 헌

- [1] N. Ziaefar et al.; Archives of Applied Science Research, **3**, 4, 542, 2011.
- [2] P. Borker et al.; Indian Journal of Chemical Technology, **13**, 341, 2006.
- [3] K. R. V. Reddy et al.; Dyes and Pigments, **53**, 187, 2002.

주체105(2016)년 9월 5일 원고접수

Synthesis of Copper-Phthalocyanine by Microwave

Pae Ung Jae, So Il Nam

In the synthesis of CuPc by microwave irradiation, when the amount of ammonium molybdate is 0.5%, the reaction time is 10min and the reaction temperature is 250°C, the yield of product is the highest. The synthesized CuPc is β -type.

Key words: copper-phthalocyanine, microwave