

L-페닐알라닌메틸에스테르염산염의 제조

김철혁, 리상룡, 안광철

위대한 령도자 김정일동지께서는 다음과 같이 교시하시였다.

《식료가공공업부문에서 주체를 튼튼히 세워 우리 인민들의 구미에 맞는 여러가지 식료품들을 값싸고 먹기 편리하게 만들도록 하여야 하겠습니다.》(《김정일선집》증보판 제10권 354페이지)

L-페닐알라닌메틸에스테르염산염은 식료가공공업에서 절실히 필요한 단맛감재료인 아스파르테임제조의 중간물질의 하나이다.

아스파르테임을 합성하는데서 보호기를 도입한 L-페닐알라닌메틸에스테르염산염의 제조방법에 대해서는 구체적으로 알려져있지만[1, 2] 직접법에 의한 합성조건은 밝혀져있지 않다.

우리는 직접법으로 아스파르테임의 합성중간체인 L-페닐알라닌메틸에스테르염산염을 합성하고 그 합성에 미치는 여러가지 인자들의 영향을 검토하였다.

실험 방법

기구로는 3구플라스크(500mL), 교반기, 자동온조조절기, 분액깔때기, 진공뿔프를, 시약으로는 L-페닐알라닌(화학순), 메타놀(화학순), 염화티오닐을 리용하였다.

먼저 교반기가 달린 3구플라스크에 계산된 량의 메타놀과 L-페닐알라닌을 넣고 일정한 온도에서 염화티오닐을 적하한다. 이 반응물을 적당한 온도에서 일정한 시간동안 교반하면서 반응시키고 다음 감압증류하여 미반응메타놀과 염화티오닐, SO₂을 제거한 후 L-페닐알라닌메틸에스테르염산염을 초산에틸에스테르와 에테르로 정제한다.

실험결과 및 해석

염화티오닐의 적하온도의 영향 L-페닐알라닌과 염화티오닐과의 반응은 발열반응이므로 적하속도를 조절하여 적하온도를 보장할수 있다. 반응온도 65℃, 반응시간 8h, 물질량비 10일 때 염화티오닐의 적하온도에 따르는 L-페닐알라닌메틸에스테르염산염의 거동률변화는 표 1과 같다.

표 1. 적하온도에 따르는 L-페닐알라닌메틸에스테르의 거동률변화

적하온도/℃	-15	-10	-5	0	5
거동률/%	76.3	82.2	86.5	71.5	55.0

표 1에서 보는바와 같이 적하온도가 높아짐에 따라 생성물의 거동률이 커지다가 -5℃ 이상부터는 급격히 작아진다. 이것은 적하온도 -5℃이상부터는 부반응생성물들의 형성이 우

세해지기때문이라고 볼수 있다. 따라서 합리적인 적하온도는 -5°C 이다.

메타놀과 L-페닐알라닌의 물질량비의 영향 염화티오닐의 적하온도 -5°C , 반응온도 65°C , 반응시간 8h일 때 메타놀과 L-페닐알라닌의 물질량비에 따르는 L-페닐알라닌메틸에스테르염산염(생성물)의 거둢률변화는 그림과 같다.

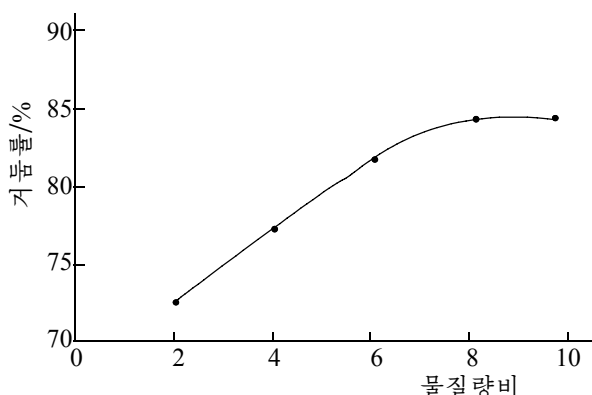


그림. 물질량비(메타놀 : L-페닐알라닌)에 따르는 생성물의 거둢률변화

그림 1에서 보는바와 같이 물질량비가 증가하는데 따라 L-페닐알라닌메틸에스테르염산염의 거둢률은 증가하다가 물질량비 8이상부터는 변화가 없었다. 따라서 가장 합리적인 물질량비는 8이며 이때 L-페닐알라닌메틸에스테르염산염의 거둢률은 84%이다.

반응온도의 영향 염화티오닐의 적하온도 -5°C , 물질량비 8, 반응시간 8h일 때 반응온도에 따르는 L-페닐알라닌메틸에스테르염산염의 거둢률변화는 표 2와 같다.

표 2. 반응온도에 따르는 L-페닐알라닌메틸에스테르염산염의 거둢률변화

반응온도/ $^{\circ}\text{C}$	40	45	50	55	60	65
거둢률/%	55.7	67.1	74.3	80.8	88.7	85.2

표 2에서 보는바와 같이 온도가 증가함에 따라 L-페닐알라닌메틸에스테르염산염의 거둢률은 점차 증가하다가 60°C 이상부터는 감소하였다. 이것은 반응물인 메타놀의 끓음점이 64.5°C 인것으로 하여 거둢률에 영향을 주기때문이다. 따라서 적합한 반응온도는 60°C 이며 이때 거둢률은 88.7%이다.

반응시간의 영향 염화티오닐의 적하온도 -5°C , 물질량비 8, 반응온도는 60°C 일 때 반응시간에 따르는 L-페닐알라닌메틸에스테르염산염의 거둢률변화는 표 3과 같다.

표 3. 반응시간에 따르는 L-페닐알라닌메틸에스테르염산염의 거둢률변화

시간/h	4	5	6	7	8
거둢률/%	58.2	72.3	84.2	88.5	88.7

표 3에서 보는바와 같이 반응시간이 길어짐에 따라 L-페닐알라닌메틸에스테르염산염의 거둢률은 점차 증가하다가 반응시간 7h이후부터는 변화가 거의 없었다. 그러므로 합리적인 반응시간은 7h이다.

맺 는 말

아스파르테임의 합성중간체인 *L*-페닐알라닌메틸에스테르염산염을 반응물로부터 직접 합성하고 합성반응에 미치는 여러가지 인자들의 영향을 검토하였다. 반응의 최적조건은 염화티오닐적하온도 -5°C , 물질량비(메타놀 : *L*-페닐알라닌) 8, 반응온도 60°C , 반응시간 7h 이다.

참 고 문 헌

- [1] E. Nakao; Journal of Organometallic Chemistry, 690, 2, 13, 2005.
- [2] 山口静子; 臨床栄養, 91, 1, 43, 2012.

주체108(2019)년 7월 5일 원고접수

Preparation of *L*-Phenylalaninmethyl Ester Hydrochloride

Kim Chol Hyok, Ri Sang Ryong and An Kwang Chol

We directly prepared *L*-phenylalaninmethyl ester hydrochloride, the intermediate of aspartame synthesis, from the reactant and examined the influence of some factors on synthesis reaction. The optimum conditions of reaction are as follows: the dropping temperature of tionylchloride is -5°C , the molar ratio of methanol and *L*-phenylalanine is 8, the reaction temperature is 60°C and the reaction time is 7h.

Key words: sweetening agent, *L*-phenylalaninmethyl ester hydrochloride