(NATURAL SCIENCE)

Vol. 61 No. 11 JUCHE104(2015).

주체104(2015)년 제61권 제11호

L-카르니틴염화물의 합성

주윤히, 림정원

위대한 령도자 김정일동지께서는 다음과 같이 교시하시였다.

《현시대는 과학과 기술의 시대이며 사회주의경제건설의 성과는 높은 과학기술에 의하여 담보됩니다.》(《김정일선집》 중보판 제15권 305폐지)

L-카르니틴은 강한 흡습성을 가지고있으므로 보통의 조건에서도 취급하기 힘들고 구조변형되기 쉽다.[1, 2] 이러한 불리한 성질을 극복하기 위하여 L-카르니틴을 무기 및 유기산염으로 전환시키고있다.[3]

우리는 선행연구[4]에서와는 달리 염산으로 L-카르니틴염화물을 직접 합성하고 구조를 확정하였다.

실험재료 및 방법

시약으로는 염산(36%), L-카르니틴(자체합성, 순도 99.8%), 에틸알콜(순), 아세톤(순)을 리용하였다.

L-카르니틴 8g(0.5mol)을 36% 염산 76mL에 첨가하고 일정한 시간동안 교반한 다음 진 공건조시켰다. 이것을 70mL의 에틸알콜로 추출하고 려과한 다음 려액을 10mL정도 될 때 까지 농축시키고 L-카르니틴염화물이 침전될 때까지 아세톤 120mL를 첨가하였다.

침전된 L─카르니틴염화물을 려과하고 이소프로필알콜에서 재결정화하여 순수한 L─ 카르니틴염화물을 얻었다. 이때 거둠률은 76%이다.

실험결과 및 해석

물질량비와 염산농도의 영향 반응시간 1h, 반응온도 20℃의 조건에서 반응물들의 물질량

표 1. 반응물들의 물질량비와 염산농도에 따르는 L-카르니틴염화물의 거둠률변화(%)

물질량비	염 산 농 도/%					
	16	22	26	32	36	
1.0	34.4 ± 0.5	39.3 ± 0.4	48.4 ± 0.2	56.7 ± 0.6	63.2 ± 0.8	
2.0	39.3 ± 0.2	46.7 ± 0.4	54.5 ± 0.6	64.2 ± 0.3	68.4 ± 0.5	
3.0	43.9 ± 0.4	55.8 ± 0.5	66.4 ± 0.5	71.2 ± 0.4	74.8 ± 0.6	
4.0	46.2 ± 0.3	58.6 ± 0.3	68.6 ± 0.6	72.8 ± 0.4	76.5 ± 0.2	
5.0	50.3 ± 0.6	59.4 ± 0.6	69.2±0.8	74.2 ± 0.7	76.6 ± 0.3	

비와 염산의 농도에 따르는 L-카 르니틴염화물의 거둠률변화는 표 1 과 같다.

표 1에서 보는바와 같이 염산 농도가 짙어질 때 거둠률은 급격히 증가하며 물질량비 4.0~5.0, 염산농 도 32~36%에서 70%이상이다. 그 러나 염산농도가 짙을 때에는 물질 량비가 커짐에 따라 거둠률이 크게 변화되지 않는다. 그것은 염산농도가 일정하므로 반응매질의 pH가 변하지 않기때문이다.

반응온도와 반응시간의 영향 물질량비 4.0, 염산농도 36%의 조건에서 반응온도와 반응시간에 따르는 L-카르니틴염화물의 거둠률변화는 표 2와 같다.

표 2에서 보는바와 같이 반응시간 60min, 반응온도 30~40℃에서 L-카르니틴염화물의 거둠률은 76%이상이다.

반응온도가 일정할 때 반응 ⁻시간이 길어짐에 따라 거둠률은 천천히 증가하며 60min에서 최대 로 되고 그 이상에서는 크게 변 하지 않는다.

또한 반응시간이 일정할 때

표 2. 반응시간과 반응온도에 따르는 L-카르니틴염화물의 거둠률변화(%)

반응온도/℃	반응시간/min						
	10	20	40	60	80		
20	69.2±0.5	72.3 ± 0.7	73.3 ± 0.4	74.3 ± 0.2	74.5 ± 0.6		
30	71.6 ± 0.4	79.4 ± 0.2	74.7 ± 0.5	76.4 ± 0.6	76.6 ± 0.5		
40	71.2 ± 0.3	74.2 ± 0.6	75.4 ± 0.6	76.2 ± 0.7	76.4 ± 0.3		
50	70.6 ± 0.4	72.5 ± 0.4	71.8 ± 0.4	70.3 ± 0.5	68.3 ± 0.2		
60	65.7 ± 0.2	63.7 ± 0.3	60.8 ± 0.4	58.5 ± 0.4	56.2 ± 0.6		

반응온도가 높아짐에 따라 생성물의 거둠률은 크게 변하지 않으며 50℃이상에서는 감소한다. 이것은 50℃이상에서는 염화수소가 기체로 되여 날아나기때문이다.

실험결과로부터 반응시간 60min, 반응온도 30℃, 염산농도 36%, 물질량비 4.0인 조건에서 L-카르니틴염화물의 거둠률을 76%이상으로 높일수 있다는것을 알수 있다.

L-카르니틴염화물의 분리정제 및 확인 합성한 L-카르니틴염화물을 진공상태에서 건조시킨 다음 에틸알콜로 추출하고 려파하였다. 이 용액을 농축시키고 아세톤으로 L-카르니틴염화물을 침전시켰다. 침전된 L-카르니틴염화물을 려파한 후 다시 이소프로필알콜용액에서 재결정화하여 순수한 L-카르니틴염화물을 얻었다.

L-카르니틴염화물의 녹음점은 138° C($138\sim139^{\circ}$ C[3])이고 2% 수용액의 선광도는 $[\alpha]_D^{20} = -30.1^{\circ}$ 로서 선행연구결과[3](-30.1°)와 일치하였다.

L-카르니틴염화물의 순도는 얇은충크로마토그라프로 확인하였다. 고정상 실리카겔 G, 전개판크기 $4cm \times 12cm$, 현색제 요드, 전개용매 n-부타놀: 초산: 물=6:2:2의 조건에서 R_f 값은 0.33으로서 L-카르니틴(0.34)에 비하여 작으며 1개의 단일점이 얻어졌다.

합성한 L-카르니틴염화물의 적외선흡수스펙트르는 그림과 같다.

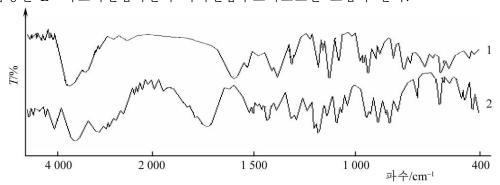


그림. L-카르니틴염화물의 적외선흡수스펙트르 1-L-카르니틴. 2-L-카르니틴염화물

그림에서 보는바와 같이 두 물질에서는 카르복실기에 대한 흡수띠에서 차이난다.

카르복실기는 L-카르니틴에서는 음이온상태로 존재하고 L-카르니틴염화물에서는 해리되지 않은 상태로 존재한다. 즉 L-카르니틴이 L-카르니틴염화물로 전환되면서 음이온상태의 카르복실기에 해당한 $1.580 \mathrm{cm}^{-1}$ 에서의 강한 흡수가 없어지고 $1.724 \mathrm{cm}^{-1}$ 에서 카르복실기에 해당한 흡수가 새로 나타났다. 이것은 L-카르니틴이 정확히 L-카르니틴염화물로 넘어갔다는것을 보여준다.

맺 는 말

염산매질을 리용하는 L-카르니틴염화물합성의 합리적조건은 염산농도 36%, 물질량비 (L-카르니틴:염화수소) 4.0, 반응온도 40°C, 반응시간 60min이다.

합성한 L-카르니틴염화물의 녹음점 138° C, 선광도 $[\alpha]_D^{20}=-30.1^{\circ}$ 이며 적외선흡수스펙트르에서 L-카르니틴염화물의 카르복실기에 해당한 흡수는 1 724, 1 190cm $^{-1}$ 에서 새롭게나타난다.

참 고 문 헌

- [1] P. Jain Rajendra et al.; Tetrahedron Letters, 42, 27, 4437, 2001.
- [2] A. Ratriyanto et al.; Asian-Australian Journal of Animal Science, 22, 10, 1461, 2009.
- [3] Buechner Thomas et al.; US 20120059189A1, 2012.
- [4] Vincenzo Lannella et al.; US 4933490, 1990.

주체104(2015)년 7월 5일 원고접수

Synthesis of L-Carnitine Chloride

Ju Yun Hui, Rim Jong Won

We established the synthetic method of L-carnitine chloride using HCl.

The reasonable conditions are as follows: concentration of HCl is 36%, molar ratio (L-carnitine:hydrogen chloride) is $4.0 \sim 5.0$, reaction temperature is $40 \,^{\circ}$ C and reaction time is 60min.

We confirmed the structure of L-carnitine chloride by melting point, optical rotation and IR spectrum analysis.

Key words: L-carnitine, L-carnitine chloride, synthesis