

N,N''-메틸렌-비스[N'-(3-히드록시메틸-2,5- -디옥소-4-이미다졸리디닐)]뇨소의 합성

한문국, 조완성, 황명조

경애하는 최고령도자 김정은동지께서는 다음과 같이 말씀하시였다.

《경공업부문에서는 공장들을 지식경제시대의 본보기공장으로 꾸리고 원료, 자재의 국산화를 실현하며 생산을 활성화하여 소비품에 대한 인민들의 수요를 보장하여야 합니다.》
(《조선로동당 제7차대회에서 한 중앙위원회사업총화보고》 단행본 55페이지)

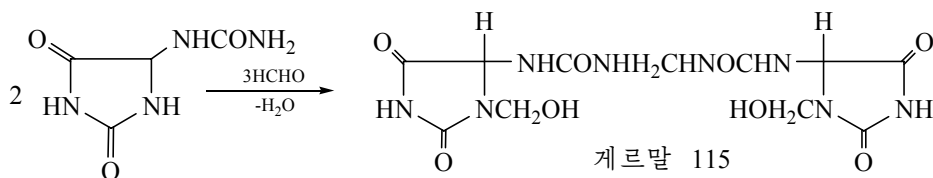
N,N''-메틸렌-비스[N'-(3-히드록시메틸-2,5-디옥소-4-이미다졸리디닐)]뇨소(게르말 115)는 세균과 효모, 곰팡이에 대해서 방부효과가 뚜렷하며 리용에서 독성이 없고 비이온성계면활성제와 각종 단백질들에도 잘 혼합되며 활성이 감소되지 않는 새로운 광폭화장품방부제이다.[1-3]

우리는 N,N''-메틸렌-비스[N'-(3-히드록시메틸-2,5-디옥소-4-이미다졸리디닐)]뇨소를 합성하고 반응의 최적조건을 밝혔다.

실험 방법

알란토인으로는 조품을 3차 재결정화하여 녹음점이 230~232℃인 제품을 썼으며 포름알데히드로는 30% 포름알린용액을 썼다. 반응장치로는 온도계, 교반기, 환류랭각기가 달린 500mL 3구플라스크를 리용하였고 반응온도는 자동온도조절기로 해당한 온도를 ±2℃의 정확도로 보장하였다. 분석장치로는 적외선분광기(《IR-440》)를 리용하였다.

온도계, 교반기, 환류랭각기가 달린 500mL 3구플라스크에 알란토인과 포름알데히드를 물질량비가 1 : 1.5 되게 넣고 해당한 조건에서 가열, 교반한 다음 감압증류하여 물을 제거하고 건조시켜 N,N''-메틸렌-비스[N'-(3-히드록시메틸-2,5-디옥소-4-이미다졸리디닐)]뇨소를 얻었다. 합성반응식은 다음과 같다.



실험결과 및 고찰

반응온도의 영향 반응온도에 따르는 N,N''-메틸렌-비스[N'-(3-히드록시메틸-2,5-디옥소-4-이미다졸리디닐)]뇨소의 거둢률변화를 고찰한 결과는 그림 1과 같다.

그림 1에서 보는바와 같이 반응온도가 높아짐에 따라 거둢률은 증가하다가 100℃이

상에서는 수지상물질이 형성되면서 감소하는데 이것은 온도가 높아짐에 따라 반응속도가 빨라지다가 100℃이상에서는 반응물이 중합되기때문이다.

반응시간의 영향 반응시간에 따르는 N,N''-메틸렌-비스[N'-(3-히드록시메틸-2,5-디옥소-4-이미다졸리디닐)]노소의 거둬들변화를 고찰한 결과는 그림 2와 같다.

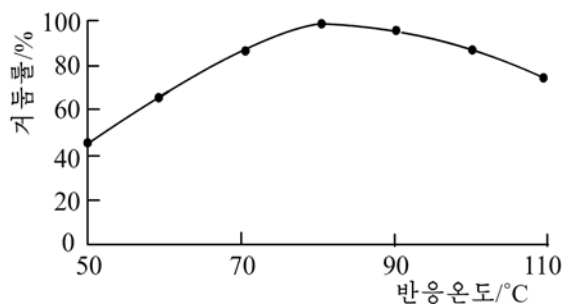


그림 1. 반응온도에 따르는 거둬들변화
반응시간 2h

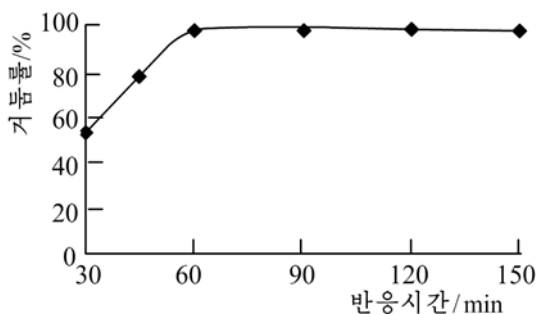


그림 2. 반응시간에 따르는 거둬들변화
반응온도 (80±2)°C

그림 2에서 보는바와 같이 반응은 1h내에 완결되며 120min이상 초과하면 거둬들이 약간 감소하면서 물에 풀리지 않는 수지상물질이 형성된다.

적외선흡수스펙트럼분석 생성물과 표준물질의 적외선흡수스펙트럼을 측정한 결과는 그림 3과 같다.

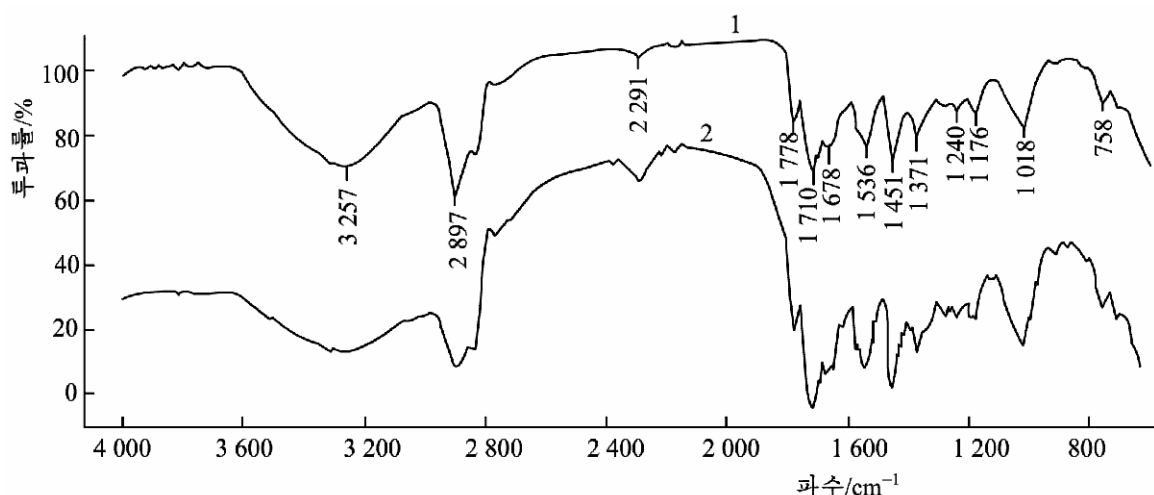


그림 3. 생성물(1)과 표준물질(2)의 적외선흡수스펙트럼

그림 3에서 보는바와 같이 1 778, 1 710cm⁻¹근방에서 나타나는 흡수띠는 이미드기의 C=O신축진동이 있다는것을 의미하며 1 678, 1 536cm⁻¹에서 흡수띠는 아미드-I 띠(-O-NH-C)와 아미드-II 띠(-CO-NH-O)의 결합진동이 있는것을 의미한다. 즉 -NCH₂OH결합이 형성되었다는것을 설명해준다.

또한 -CH₃변각진동은 1 451, 1 371, 1 240cm⁻¹에서 나타났으며 알콜(R-CH₂-OH)의 C-O신축진동도 1 018cm⁻¹에서 나타났다. 이것은 N,N''-메틸렌-비스[N'-(3-히드록시메틸-2,5-디옥소-4-이미다졸리디닐)]노소가 정확히 합성되었다는것을 보여준다.

N,N''-메틸렌-비스[N'-(3-히드록시메틸-2,5-디옥소-4-이미다졸리디닐)]뇨소합성의 최적조건은 반응온도 $(80 \pm 2)^{\circ}\text{C}$, 반응시간 60~90min이다.

맺는 말

알란토인과 포름알데히드를 1 : 1.5의 물질량비로 반응시켜 N,N''-메틸렌-비스[N'-(3-히드록시메틸-2,5-디옥소-4-이미다졸리디닐)]뇨소를 합성하고 적외선흡수스펙트럼으로 그것의 구조를 확증하였다.

참고 문헌

- [1] M. Barathi et al.; Indian Journal of Dermatology, 5, 56, 2011.
- [2] T. Agnerl et al.; Contact Dermatitis, 45, 21, 2014.
- [3] 胡艾希 等; 日用化学工业, 5, 57, 1998.

주체107(2018)년 7월 5일 원고접수

Synthesis of N,N''-Methylen-Bis[N'-(3-Hydroxymethyl-2,5-Dioxo-4-Imidazolidinyl)]Urea

Han Mun Guk, Jo Wan Song and Hwang Myong Jo

We synthesized N,N''-methylen-bis[N'-(3-hydroxymethyl-2,5-dioxo-4-imidazolidinyl)]urea by reacting the allantoin and formaldehyde.

Key words: N,N''-methylen-bis[N'-(3-hydroxymethyl-2,5-dioxo-4-imidazolidinyl)]urea, allantoin, formaldehyde