

N-아세틸-2-피롤리돈-5-카르보산의 합성과 분리분석

양정혁, 박시문

위대한 령도자 김정일동지께서는 다음과 같이 교시하시였다.

《새로운 과학기술분야를 개척하기 위한 사업도 전망성있게 밀고나가야 합니다.》

(《김정일선집》 증보판 제11권 138페이지)

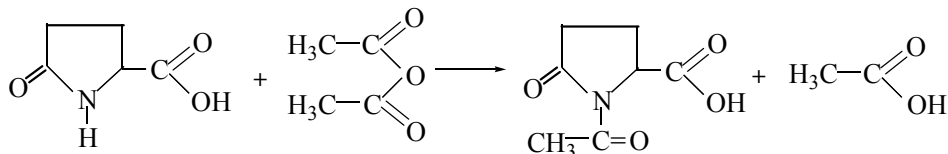
N-아세틸-2-피롤리돈-5-카르보산과 그 유도체들은 식물체에서 유리아욱신의 함량을 늘이고 뿌리, 잎, 줄기의 성장을 촉진시킬뿐아니라 결눈이 빨리 자라게 하며 단백질과 핵산의 합성을 촉진한다.[1] 또한 진통, 해열 및 항갑상선물질대사질환치료약으로 쓰이며 위암, 장암, 전위선암, 유선암, 췌장암, 간암, 폐암, 란소암 등의 치료에 효과적인 항암약으로 이용된다.[3]

N-아세틸-2-피롤리돈-5-카르보산의 합성에는 초산염소무수물법과 디클로로에틸렌법이 이용되고있다.[3]

우리는 2-피롤리돈-5-카르보산과 초산무수물을 직접 반응시켜 N-아세틸-2-피롤리돈-5-카르보산을 합성하고 합성조건들을 검토하였다.

실험 방법

N-아세틸-2-피롤리돈-5-카르보산의 합성반응식은 다음과 같다.



온도계, 역류냉각기와 교반기가 설치된 3구플라스크에 용매(빙초산) 80.0mL와 25.0g의 2-피롤리돈-5-카르보산, 계산된 량의 초산무수물을 넣고 교반하면서 주어진 반응온도에서 일정한 시간동안 반응시킨다. 다음 형성된 초산과 용매를 40mL 류출시키고 반응물을 반응온도까지 식혀 냉동기(2~5℃)에서 24h동안 방치한다. 이때 N-아세틸-2-피롤리돈-5-카르보산결정이 석출되는데 이것을 분리정제하고 거름물을 결정한다.

실험결과 및 해석

1) N-아세틸-2-피롤리돈-5-카르보산의 합성반응에 미치는 인자들의 영향

반응온도의 영향 초산무수물/2-피롤리돈-5-카르보산의 물질량비 1.0, 반응시간 2.0h 일 때 반응온도에 따르는 N-아세틸-2-피롤리돈-5-카르보산의 거름률변화는 그림 1과 같다.

그림 1에서 보는바와 같이 반응온도가 높아지는데 따라 N-아세틸-2-피롤리돈-5-

-카르본산의 거둢률이 증가하다가 85℃이상에서는 점차 감소하였다. 이것은 반응온도가 일정한 온도이상으로 높아지면 반응에서 생긴 초산의 영향으로 N-아세틸-2-피롤리돈-5-카르본산의 분해반응과 결반응들이 일어나 거둢률에 영향을 주기때문이라고 볼수 있다. 그러므로 합리적인 반응온도는 85℃이다.

초산무수물/2-피롤리돈-5-카르본산의 물질량비의 영향 반응온도 85℃, 반응시간 2.0h일 때 물질량비에 따르는 N-아세틸-2-피롤리돈-5-카르본산의 거둢률변화는 그림 2와 같다.

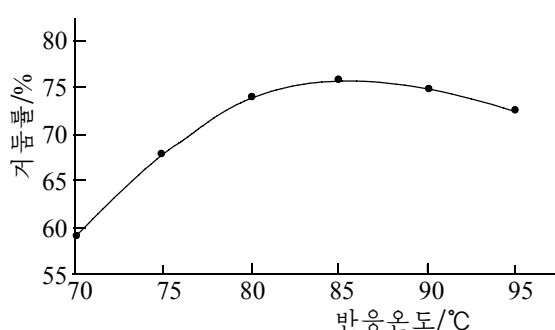


그림 1. 반응온도에 따르는 N-아세틸-2-피롤리돈-5-카르본산의 거둢률변화

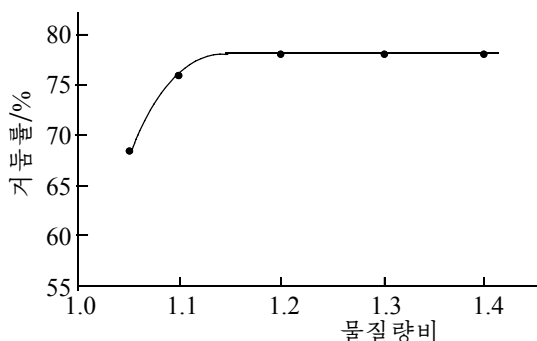


그림 2. 물질량비에 따르는 N-아세틸-2-피롤리돈-5-카르본산의 거둢률변화

그림 2에서 보는바와 같이 물질량비가 커짐에 따라 N-아세틸-2-피롤리돈-5-카르본산의 거둢률은 급격히 증가하다가 1.2이상에서는 변하지 않았다. 따라서 합리적인 물질량비는 1.2이다.

반응시간의 영향 반응온도 85℃, 물질량비 1.2일 때 반응시간에 따르는 N-아세틸-2-피롤리돈-5-카르본산의 거둢률변화는 그림 3과 같다.

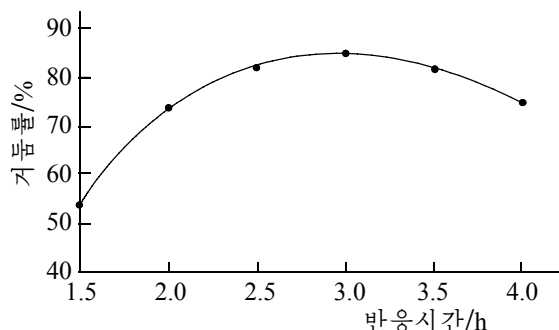


그림 3. 반응시간에 따르는 N-아세틸-2-피롤리돈-5-카르본산의 거둢률변화

그림 3에서 보는바와 같이 반응시간이 길어짐에 따라 N-아세틸-2-피롤리돈-5-카르본산의 거둢률은 증가하다가 3h후에는 점차 감소하였다. 이것은 반응시간이 너무 길어지면 N-아세틸-2-피롤리돈-5-카르본산의 형성반응속도는 떨어지고 초산에 의한 결반응들이 일어나는것과 관련된다. 그러므로 반응시간은 3h로 하는것이 합리적이다.

결과 N-아세틸-2-피롤리돈-5-카르본산합성반응의 최적조건은 반응온도 85℃, 물질량비 1.2, 반응시간 3h이며 이때 N-아세틸-2-피롤리돈-5-카르본산의 거둢률은 84.2%였다.

2) N-아세틸-2-피롤리돈-5-카르본산의 분리분석

녹음점측정 합성한 N-아세틸-2-피롤리돈-5-카르본산은 다음과 같이 분리정제하였다. 결정으로 얻어진 N-아세틸-2-피롤리돈-5-카르본산 15.0g을 찬 증류수 50mL로 세척하고 찬 에타놀 30mL로 다시 세척한 다음 아세톤으로 재결정화하였다.

분리정제한 N-아세틸-2-피롤리돈-5-카르본산의 녹음점측정값은 표 1과 같다.

표 1. N-아세틸-2-피롤리돈-5-카르보산의 녹음점측정값

화합물	색갈 및 형태	녹음점/°C	
		측정값	선행연구결과[2]
N-아세틸-2-피롤리돈-5-카르보산	흰색결정	130~132	132

표 1에서 보는바와 같이 N-아세틸-2-피롤리돈-5-카르보산의 녹음점은 선행연구 결과[2]와 잘 일치하였다.

얇은층크로마토그래프분석 얇은층판으로는 30mm×200mm의 《sillufol》을, 전개용매로는 초산에틸에스테르 : 아세톤 : *i*-프로파놀=1 : 2 : 1인 혼합용매를, 현색제로는 I₂기체를 리용하였다.

N-아세틸-2-피롤리돈-5-카르보산의 얇은층크로마토그래프분석결과는 표 2와 같다.

표 2. N-아세틸-2-피롤리돈-5-카르보산의 얇은층크로마토그래프분석결과

화합물	전개용매	R_f
N-아세틸-2-피롤리돈-5-카르보산	초산에틸에스테르 : 아세톤 : <i>i</i> -프로파놀=1 : 2 : 1	0.78
2-피롤리돈-5-카르보산		0.71

표 2에서 보는바와 같이 전개용매로 초산에틸에스테르 : 아세톤 : *i*-프로파놀=1 : 2 : 1인 혼합용매를 리용할 때 2-피롤리돈-5-카르보산이 완전히 분리된다는것을 알수 있다.

IR스펙트르분석 합성한 생성물의 IR투과스펙트르는 그림 4와 같다.

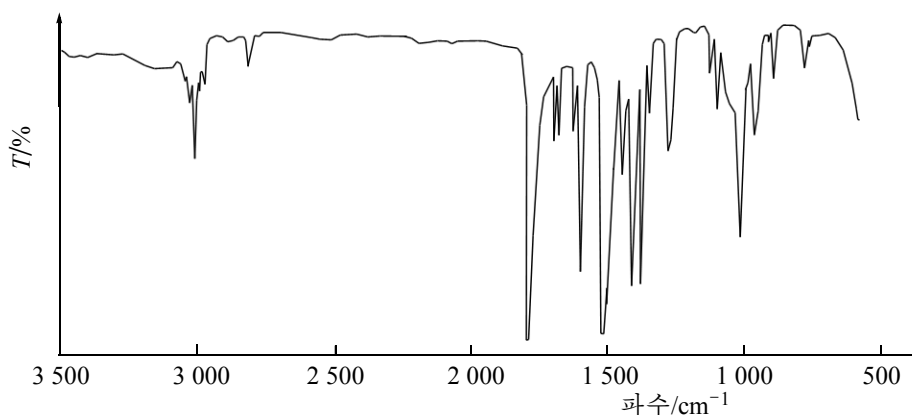


그림 4. 생성물의 IR투과스펙트르

그림 4에서 보는바와 같이 O-H기능단의 신축진동은 3481cm^{-1} , 피롤리딘고리에서 CH₂의 C-H기능단의 신축진동은 2856cm^{-1} , CH₃의 C-H기능단의 신축진동은 2979cm^{-1} , C=O기능단의 신축진동은 1742cm^{-1} , 피롤리딘고리에서 C=O기능단의 신축진동은 1675cm^{-1} , 피롤리딘고리에서 C-H기능단의 면외진동은 874cm^{-1} , 변각진동은 1028cm^{-1} , C-N기능단의 신축진동은 1328cm^{-1} 에서 나타났다.

이로부터 합성한 생성물이 N-아세틸-2-피롤리돈-5-카르보산으로서 정확히 합성되고 분리정제되었다는것을 알수 있다.

맺 는 말

N-아세틸-2-피롤리돈-5-카르본산합성의 합리적인 반응조건은 반응온도 85°C, 초산 무수물과 2-피롤리돈-5-카르본산의 물질량비 1.2, 반응시간 3h이다.

참 고 문 헌

- [1] D. S. Breson et al.; J. Am. Chem. Soc., 133, 4, 1581, 2011.
- [2] E. M. Quiley et al.; Chem. Rev., 5, 1468, 2016.
- [3] 吴华昌; 浙江医科大学学报, 2, 173, 2015.

주체108(2019)년 4월 5일 원고접수

Synthesis, Separation and Analysis of N-Acetyl-2-Pyrolidone -5-Carbonic Acid

Yang Jong Hyok, Pak Si Mun

We synthesized N-acetyl-2-pyrolidone-5-carbonic acid by reacting 2-pyrolidone-5-carbonic acid and acetic anhydride and established the synthetic conditions.

Key words: N-acetyl-2-pyrolidone-5-carbonic acid, synthesis