

## 류산암모니움철(Ⅲ)촉매를 리용한 초산멘틸의 합성

전순영, 김순애, 엄철이

우리의 힘과 기술, 우리의 자원에 의거하여 경제발전과 인민생활향상에 필요한 제품들을 만들어내는것은 인민경제의 자립성과 주체성을 보장하는데서 매우 중요한 의의를 가진다.

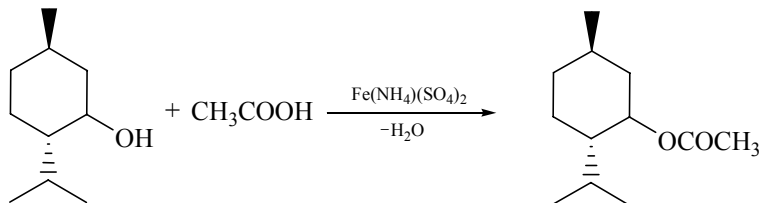
초산멘틸은 식용향인 박하향, 딸기향, 복숭아향의 주성분이며 담배연기의 자극성을 감소시키고 청량감을 주는 작용을 한다.[3] 초산멘틸은 주로 류산이나 톨루올술폰산 등의 촉매존재하에서 *L*-멘톨에 초산 혹은 초산무수물, 초산나트륨을 작용시켜 얻고있는데 이때 센 산성촉매들에 의한 반응물들의 탈수반응, 에테르형성반응이 일어나 생성물의 거둠률이 낮아지고 반응장치들이 심하게 부식되는 현상들이 나타난다.[2]

우리는 촉매 및 탈수작용을 동시에 수행하는  $\text{Fe}(\text{NH}_4)(\text{SO}_4)_2$ 을 촉매로 하여 *L*-멘톨과 초산을 반응시켜 초산멘틸을 합성하기 위한 연구를 하였다.

### 실험 방법

시약으로는 화학순의 초산, *L*-멘톨,  $\text{Fe}(\text{NH}_4)(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 을, 기구로는 온도계( $200^\circ\text{C}$ ), 500mL 3구플라스크와 자석교반기를 리용하였다.

합성반응식은 다음과 같다.



온도계, 교반기, 랭각기가 달린 3구플라스크에 초산과 *L*-멘톨,  $230^\circ\text{C}$ 까지 가열건조하여 탈수한  $\text{Fe}(\text{NH}_4)(\text{SO}_4)_2$ 분말을 넣고 교반 및 가열하면서 일정한 시간동안 반응을 진행한다. 반응을 끝낸 후 반응물을 먼저 증류수로 세척하여 미반응초산과 촉매를 제거하고 포화 수소탄산나트륨용액으로 중화한 다음 세척액의 pH가 7이 될 때까지 증류수로 세척한다.

세척한 생성물을 무수류산나트륨으로 건조시키고  $0^\circ\text{C}$ 까지 랭각할 때 석출하는 미반응 *L*-멘톨결정을 분리한 다음 잔액을 감압증류하여  $116\sim 118^\circ\text{C}/2.9\text{kPa}$ (초산멘틸의 끓음점  $227\sim 228^\circ\text{C}/101.3\text{kPa}$ ,  $116^\circ\text{C}/3\text{kPa}$ [1])에서 나오는 류분을 받고 생성물을 결정하였다.

### 실험결과 및 고찰

반응온도의 영향 초산과 *L*-멘톨의 물질량비를 1로, *L*-멘톨에 대한  $\text{Fe}(\text{NH}_4)(\text{SO}_4)_2$ 촉매의 량을 3mol%로 고정하고 반응시킬 때 온도에 따르는 초산멘틸의 거둠률변화는 표 1과 같다.

표 1. 온도에 따르는 초산멘틸의 거둠률변화

온도/°C	80	90	100	110	120
거둠률/%	22.4	36.7	46.6	54.1	63.6

반응시간 10h

표 1에서 보는바와 같이 초산멘틸의 거둠률은 온도가 높아지면서 급격히 증가한다. 반응물의 끓음점때문에 반응계의 온도를 120°C이상으로 높일수 없으므로 합리적인 반응 온도를 120°C로 정하였다.

반응시간의 영향 초산과 *L*-멘톨의 물질량비를 1로, *L*-멘톨에 대한 촉매의 량을 3mol%로, 반응온도를 120°C로 고정하고 반응시킬 때 반응시간에 따르는 초산멘틸의 거둠률변화는 표 2와 같다.

표 2. 반응시간에 따르는 초산멘틸의 거둠률변화

시간/h	2	4	6	8	10
거둠률/%	40.8	51.7	63.5	63.5	63.6

표 2에서 보는바와 같이 초산멘틸의 거둠률은 반응시간이 길어짐에 따라 증가하다가 6h이상부터는 거의 변화가 없다. 따라서 합리적인 반응시간을 6h로 정하였다.

물질량비의 영향 *L*-멘톨에 대한 촉매의 량을 3mol%로, 반응온도를 120°C, 반응시간을 6h로 고정하고 반응시킬 때 초산과 *L*-멘톨의 물질량비에 따르는 초산멘틸의 거둠률변화는 표 3과 같다.

표 3. 초산과 *L*-멘톨의 물질량비에 따르는 초산멘틸의 거둠률변화

초산 : <i>L</i> -멘톨	1	1.5	2	2.5	3
거둠률/%	63.5	68.7	73.3	73.6	73.5

표 3에서 보는바와 같이 물질량비가 증가함에 따라 초산멘틸의 거둠률은 서서히 증가하는데 물질량비 2이상부터는 큰 변화가 없었다. 따라서 초산과 *L*-멘톨의 합리적인 물질량비를 2로 정하였다.

촉매량의 영향 초산과 *L*-멘톨의 물질량비를 2로, 반응온도를 120°C, 반응시간을 6h로 고정하고 반응시킬 때 촉매의 량에 따르는 초산멘틸의 거둠률변화는 표 4와 같다.

표 4. *L*-멘톨에 대한 촉매의 량에 따르는 초산멘틸의 거둠률변화

Fe(NH <sub>4</sub> )(SO <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> 의 량/mol%	1	2	3	4	5
거둠률/%	63.5	68.7	73.3	77.9	78.0

표 4에서 보는바와 같이 촉매의 량이 증가하면서 초산멘틸의 거둠률은 높아지는데 4mol%이상부터는 변화가 없다. 따라서 합리적인 촉매의 량을 *L*-멘톨에 대하여 4mol%로 정하였다.

## 맺는 말

Fe(NH<sub>4</sub>)(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>촉매로 초산과 *L*-멘톨을 반응시켜 초산멘틸을 합성하는 반응의 합리적인 조건은 초산과 멘톨의 물질량비 2, *L*-멘톨에 대한 Fe(NH<sub>4</sub>)(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>의 량 4mol%, 반응온도 120°C, 반응시간 6h이고 이때 초산멘틸의 거둠률은 77.9%였다.

## 참 고 문 헌

- [1] 위철 등; 향료편람, 공업출판사, 38~99, 주체 106(2017).
- [2] 谢剑平; 烟草香原料, 化学工业出版社, 32~142, 2009.
- [3] 刘树文; 合成香料技术手册, 轻工业出版社, 32~142, 2009.

주체107(2018)년 10월 5일 원고접수

## Synthesis of Methyl Acetate by Using Ammonium Iron Sulfate(Ⅲ) Catalyst

*Jon Sun Yong, Kim Sun Ae and Om Chol I*

We synthesized mentyl acetate by reacting acetic acid with *L*-menthol using  $\text{Fe}(\text{NH}_4)(\text{SO}_4)_2$  as catalyst and determined the rational reaction conditions.

Key words : acetic acid, *L*-menthol