

붕산트리메틸에스테르의 합성에 미치는 인자들의 영향

강철용, 조보행

수소저장합금인 함붕소금속화합물을 제조하는데 쓰일뿐아니라 수지합성촉매[1], 붕소의 동위원소조성분석용시료로 이용되는 붕산트리메틸에스테르($B(OCH_3)_3$)의 합성에 대한 구체적인 연구자료는 적다.

우리는 붕산트리메틸에스테르의 합성에 미치는 몇가지 인자들의 영향을 고찰하였다.

실험 방법

기구 및 시약 기구로는 구관랭각기와 온도측정기, 교반기가 설치되고 아르곤분배와 연결된 반응기를, 시약으로는 아니솔과 삼불화붕소(BF_3)기체, 메틸알콜(화학순), 염화칼시움을 이용하였다.

붕산트리메틸에스테르의 합성 먼저 아니솔에 BF_3 기체를 1 : 1의 물질량비로 흡수시켜 얻은 BF_3 -아니솔착화합물 50g을 반응기에 넣고 여기에 메틸알콜과 염화칼시움을 해당하는 물질량비로 넣은 다음 아르곤분위기에서 120r/min으로 교반하면서 일정한 온도에서 해당하는 시간동안 반응시켰다.[2] 그리고 반응물을 50~60°C에서 증류하여 합성된 붕산트리메틸에스테르를 분리하였다.[3]

반응률의 결정 합성된 붕산트리메틸에스테르를 물작용분해시켜 H_3BO_3 으로 전환시킨 다음 그것을 려과하여 건조시키고 저울질하여 다음식에 따라 반응률 $P(\%)$ 를 결정하였다.

$$P = \frac{m_2}{m_1} \times 100$$

여기서 m_1 과 m_2 는 각각 BF_3 -아니솔착화합물과 H_3BO_3 에서 붕소의 물질량(mol)이다.

실험결과 및 해석

반응률에 미치는 반응온도와 반응시간의 영향 반응온도에 따르는 반응률의 변화는 그림 1과 같다.

그림 1에서 보는바와 같이 반응률은 반응온도가 55°C일 때까지 증가한다. 그리고 55°C이상의 온도에서는 반응률이 감소하는데 그것은 합성된 붕산트리메틸에스테르의 일부가 분해되기때문이다. 이로부터 적합한 반응온도는 55°C이다.

반응시간에 따르는 반응률의 변화는 그림 2와 같다.

그림 2에서 보는바와 같이 반응률은 반응시간이 5h까지 증가함에 따라 높아지며 그 이상의 시간에서는 거의나 변화가 없다. 이로부터 적합한 반응시간은 5h라는것을 알수 있다.

반응률에 미치는 염화칼시움 및 메틸알콜첨가량의 영향 붕산트리메틸에스테르의 합성반응식은 다음과 같다.

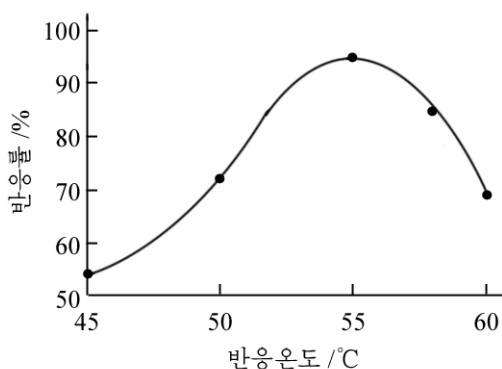


그림 1. 반응온도에 따르는 반응률의 변화
 $\text{CH}_3\text{OH} : \text{CaCl}_2 : \text{BF}_3$ (물질량비) = 30 : 3 : 1,
 반응시간 5h

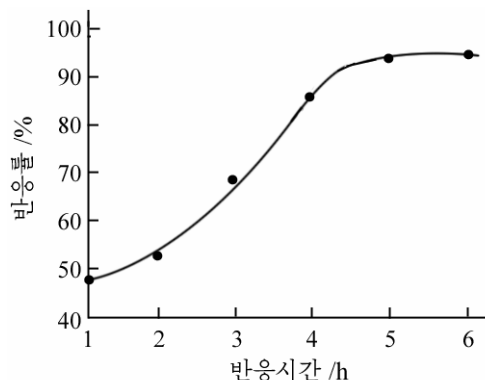
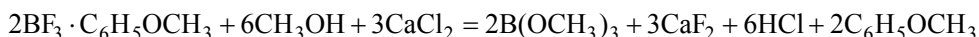


그림 2. 반응시간에 따르는 반응률의 변화
 반응온도 55°C, 기타 조건은 그림 1과 같음



이 식에서 알수 있는것처럼 염화칼시움은 BF_3 으로부터 불소를 떼여내는 작용을 하는 동시에 메틸알콜에 남아있는 미량의 수분을 제거하는 탈수제의 역할을 한다.

염화칼시움과 BF_3 의 물질량비에 따르는 반응률의 변화는 그림 3과 같다.

그림 3에서 보는바와 같이 반응률은 염화칼시움과 BF_3 의 물질량비가 3.2 : 1일 때까지 증가하며 그 이상의 물질량비에서는 거의나 일정하다. 이로부터 염화칼시움과 BF_3 의 적합한 물질량비는 3.2 : 1이다.

메틸알콜과 BF_3 의 물질량비에 따르는 반응률의 변화는 그림 4와 같다.

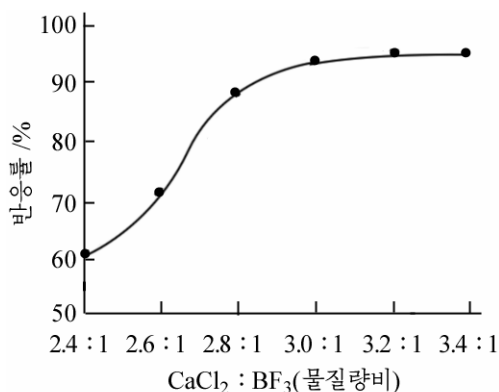


그림 3. 염화칼시움과 BF_3 의 물질량비에
 따르는 반응률의 변화
 $\text{CH}_3\text{OH} : \text{BF}_3$ (물질량비) = 30 : 1,
 반응온도 55°C, 반응시간 5h

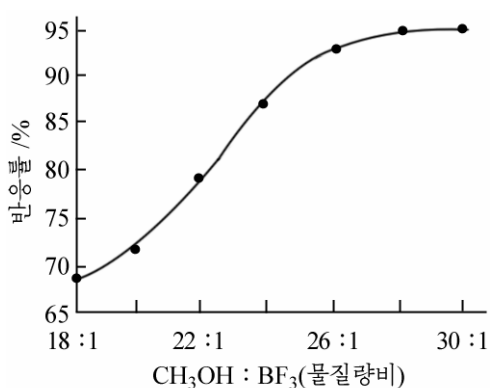


그림 4. 메틸알콜과 BF_3 의 물질량비에
 따르는 반응률의 변화
 $\text{CaCl}_2 : \text{BF}_3$ (물질량비) = 3.2 : 1,
 기타 조건은 그림 3과 같음

그림 4에서 보는바와 같이 반응률은 메틸알콜과 BF_3 의 물질량비가 28 : 1일 때까지 증가하여 최대값(95%)에 도달하며 그 이상의 물질량비에서는 거의나 일정하다. 이로부터 메틸알콜과 BF_3 의 적합한 물질량비는 28 : 1이며 최대반응률은 95%라는것을 알수 있다.

맺 는 말

붕산트리메틸에스테르의 합성에 미치는 몇가지 인자들의 영향을 고찰하였다.

합리적인 반응조건은 반응온도 55°C , 반응시간 5h, $\text{CH}_3\text{OH} : \text{CaCl}_2 : \text{BF}_3$ (물질량비) = 28 : 3.2 : 1이며 최대반응률은 95%이다.

참 고 문 헌

- [1] C. Cakanyildirim; J. of Thermal Science and Technology, **35**, 1, 53, 2015.
- [2] S. G. katalnikov; Sep. Sci. Tech., **36**, 1737, 2001.
- [3] S. K. Fiskum; Sep. Sci. Tech., **41**, 2461, 2006.

주제107(2018)년 10월 5일 원고접수

Influences of Factors on the Synthesis of Trimethyl Borate

Kang Chol Ung, Jo Po Haeng

We considered the influences of some factors on the synthesis of trimethyl borate.

The reasonable reaction conditions are as follows : the reaction temperature is 55°C , the reaction time is 5h and $\text{CH}_3\text{OH} : \text{CaCl}_2 : \text{BF}_3$ (molar ratio) = 28 : 3.2 : 1. Under these conditions the maximum reaction yield is 95%.

Key words : trimethyl borate, synthesis