

2-(2-디에틸아미노에톡시카르보닐)안식향산의 합성

강만철, 이정우, 리석철

위대한 수령 김일성동지께서는 다음과 같이 교시하시였다.

《화학공업부문의 과학자, 기술자들은 농업발전에 필요한 화학사료와 성장촉진제에 대한 연구사업도 적극적으로 하여야 하겠습니다.》(《김일성전집》 제34권 370페이지)

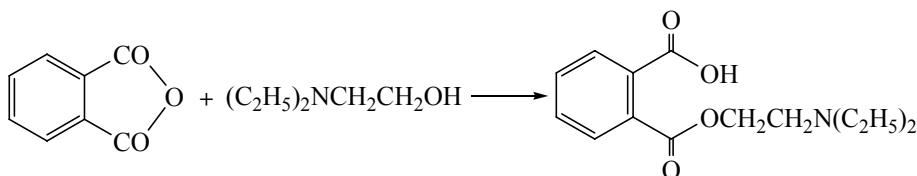
2-(2-디에틸아미노에톡시카르보닐)안식향산은 세계적으로 널리 알려진 효능높은 식물성장조절제인 DCPTA[1], DA-6[2]과 구조가 유사한 물질로서 DCPTA보다 구조와 합성공정이 간단하고 적용효과가 높을것으로 기대된다.

2-(2-디에틸아미노에톡시카르보닐)안식향산의 합성에 대한 연구결과는 발표된것이 없으므로 논문에서는 2-(2-디에틸아미노에톡시카르보닐)안식향산의 합성반응에 대하여 고찰하였다.

실험 방법

시약으로는 프탈산무수물(PA, 화학순)과 2-디에틸아미노에틸알콜(DEAE, 화학순)을, 기구로는 500mL 둥근밀플라스크, 적외선분광광도계(《IR-440》)와 초고성능액체크로마토그래프-질량분석기(《ACQUITY UPLC SQD-2》)를 리용하였다.

2-(2-디에틸아미노에톡시카르보닐)안식향산(DEAECBA)의 합성반응식은 다음과 같다.



온도계, 공기펌프각기가 설치된 2구둥근밀플라스크에 프탈산무수물과 과잉의 2-디에틸아미노에틸알콜을 혼합하고 기름욕에서 가열하면서 반응시킨다. 일정한 시간 반응시킨 후 미반응2-디에틸아미노에틸알콜을 감압증류하여 제거하고 생성물을 얻는다.

실험결과 및 고찰

1) 인자들의 영향검토

반응온도의 영향 프탈산무수물의 녹음점과 2-디에틸아미노에틸알콜의 끓음점을 고려하여 120~165℃의 온도에서 DEAECBA의 거둬를 고찰한 결과는 표 1과 같다.

표 1. DEAECBA의 거둬를에 미치는 반응온도의 영향

온도/℃	120	140	160	165
거둬를/%	50.3	81.5	92.5	92.5

DEAE/PA=1(물질량비), 반응시간 2h

표 1에서 보는바와 같이 반응온도 160℃이상에서는 거둬들이는 비율이 더 높아지지 않는다. 반응시간의 영향 거둬들이는 비율에 미치는 반응시간의 영향을 고찰한 결과는 표 2와 같다.

표 2. DEAECEBA의 거둬들이는 비율에 미치는 반응시간의 영향

반응시간/h	0.5	1	1.5	2
거둬들이는 비율/%	56.2	92.5	92.5	92.5

DEAE/PA=1(물질량비), 반응온도 160℃

표 2에서 보는바와 같이 반응시간 1h이후부터 거둬들이는 비율에서 변화가 없다.

물질량비의 영향 PA : DEAE물질량비가 거둬들이는 비율에 미치는 영향을 검토한 결과는 표 3과 같다.

표 3. 2-(2-디에틸아미노에톡시카르보닐)안식향산의 거둬들이는 비율에 미치는 PA : DEAE물질량비의 영향

물질량비(PA : DEAE)	1	1.1	1.2	1.3	1.4
거둬들이는 비율/%	92.5	93.8	97.5	97.5	97.5

반응온도 160℃, 반응시간 1h

표 3에서 보는바와 같이 물질량비 1.2이상부터 거둬들이는 비율이 97.5%로서 변하지 않았다.

2) 생성물확인

생성물은 밀도가 d_4^{20} 1.135 g/cm³ 인 끈기가 강한 파스타모양의 밤색물질이었다. 생성물에 대한 분석은 적외선분광광도계와 초고성능액체크로마토그래프-질량분석기로 진행하였다.

생성물의 적외선스펙트럼측정결과는 그림 1과 같다.

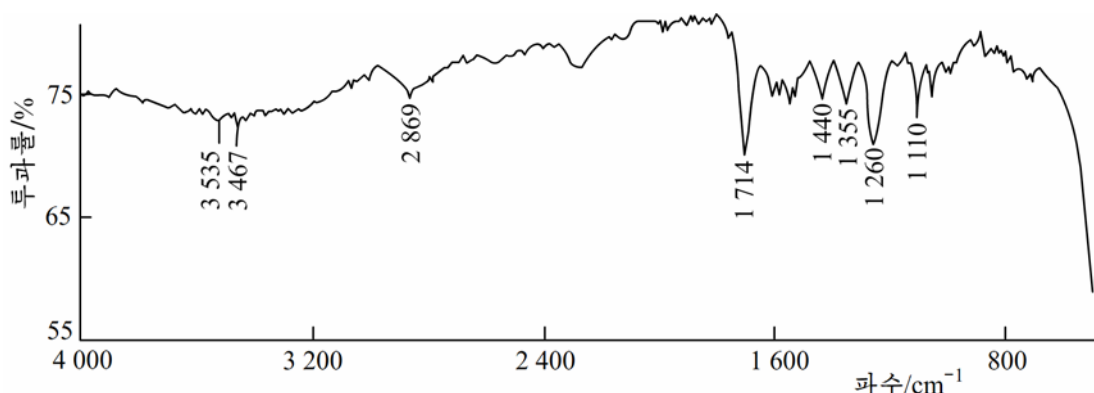


그림 1. 생성물의 적외선스펙트럼

그림 1에서 보는바와 같이 2-디에틸아미노에틸알콜에서 수산기의 존재를 나타내는 3 191cm⁻¹의 강한 흡수가 없어지고 대신 3 000-3 800cm⁻¹범위에서 넓은 흡수가 관측된다.(표준물질에서 C-H신축진동은 2 869cm⁻¹, C=O신축진동은 1 714cm⁻¹, 벤졸고리에서 신축 및 변각진동은 1 440cm⁻¹, O-H변각진동은 1 355cm⁻¹, C-O신축 및 C-N변각진동은 1 260cm⁻¹, 방향족고리에서 C-H변각진동은 1 110cm⁻¹에서 나타난다.) 이것은 2-디에틸아미노에틸알콜의 수산기가 없어지고 2-(2-디에틸아미노에톡시카르보닐)안식향산의 카르복실기와 3급아민기 사이에 강한 수소결합이 생긴다는것을 의미한다. 결합거리를 고려하면 카르복실기와 3급아민사이의 수소결합은 분자내에서가 아니라 분자들사이에서 일어

난다는것을 알수 있다.

생성물의 질량스펙트르는 그림 2와 같다.

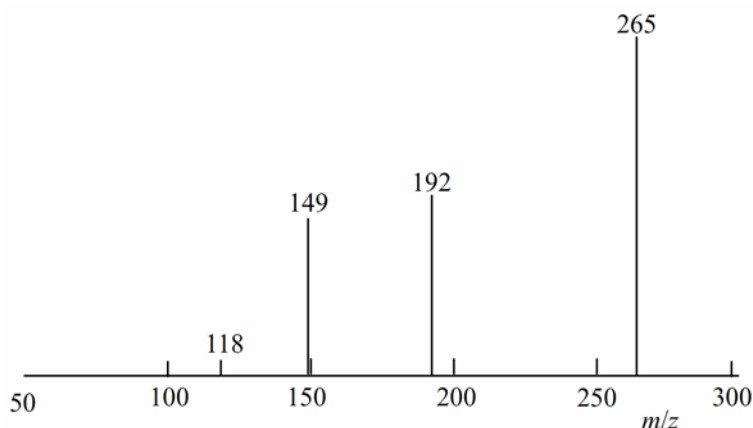


그림 2. 생성물의 질량스펙트르

그림 2에서 보는바와 같이 2-(2-디에틸아미노에톡시카르보닐)안식향산(DEAECBA)에 해당하는 265분자이온봉우리가 나타났다. 이로부터 우리가 목적하는 물질이 정확히 얻어졌다는것을 알수 있다.

맺는 말

2-(2-디에틸아미노에톡시카르보닐)안식향산합성의 합리적인 반응조건은 반응온도 160°C, 반응시간 1h, 프탈산무수물과 2-디에틸아미노에틸알콜의 물질량비 1.2 : 1이며 이때 DEAECBA의 합성거둠률은 97.5%이다.

참고 문헌

- [1] 李丽 等; 湖南文理学院学报(自然科学版), 18, 4, 11, 2006.
- [2] 姚艳丽 等; 热带作物学报, 32, 7, 7, 2011.

주체107(2018)년 10월 5일 원고접수

Synthesis of 2-(2-(Diethylamino) Ethoxycarbonyl) Benzoic Acid

Kang Man Chol, Ri Jong U and Ri Sok Chol

We determined the reasonable conditions for synthesis of 2-(2-(diethylamino) ethoxycarbonyl) benzoic acid by reacting phthalic anhydride with 2-diethylaminoethanol.

Key words : phthalic anhydride, 2-diethylaminoethanol.