

## 트리초산나트륨의 합성

김성도, 리광춘, 한찬현

디초산나트륨은 위생안전성이 담보된 방부제로서 그것에 대한 연구가 심화되고있다.[3-6] 최근에는 방부력과 방부기간을 증가시키기 위하여 초산을 많이 부가시킨 물질을 합성하여 리용하고있다.[1, 2]

우리는 방부기간이 길고 방부력이 보다 센 물질인 트리초산나트륨을 탄산나트륨을 원료로 하여 합성하였다.

### 실험 방법

시료로는 탄산나트륨(99.9%), 빙초산을, 기구로는 500mL들이 3구플라스크, 구관랭각기, 자석교반기, 온도계, 자동온도조절가열기, 열무게분석기(《TGA-50》), pH미터(《DKK HG-3》)를 리용하였다.

트리초산나트륨의 합성반응식은 다음과 같다.



플라스크에 탄산나트륨과 초산을 일정한 물질량비로 넣고 교반하면서 일정한 온도까지 가열하여 반응시킨 다음 랭각시켜 트리초산나트륨을 얻었다. 생성물을 메타놀+아세톤(1:1)혼합용매로 재결정화한 다음 건조시키고 열무게분석하였다.

초산은 0.1mol/L 가성소다표준용액으로 적정하였으며 초산나트륨의 함량은 시료 5g을 평량하여 184~189℃에서 항량이 될 때까지 건조시킨 후 질량을 측정하여 결정하였다.

$$T = (M_1/M_2) \times 100$$

여기서  $M_1$ 은 건조시킨 후 시료의 질량(g),  $M_2$ 는 건조시키기 전 시료의 질량(g)이다.

물함량은 다음식으로 계산하였다.

$$W = 100 - R - T$$

여기서  $R$ 는 초산함량(%),  $T$ 는 초산나트륨함량(%)이다.

### 실험결과 및 해석

물질량비의 영향 초산과 탄산나트륨의 물질량비를 변화시키면서 134℃에서 3h 동안 반응시킨 다음 생성물의 열무게분석을 진행하고 생성물의 조성함량을 계산한 결과는 그림, 표 1과 같다.

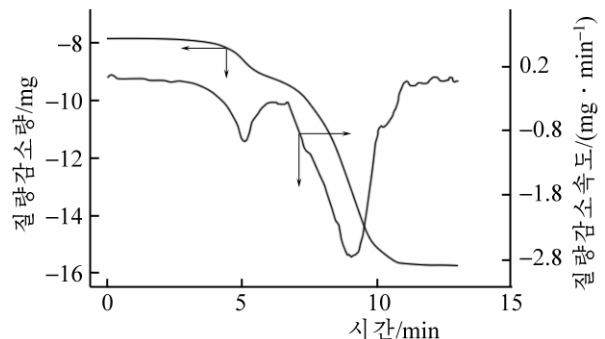


그림. 생성물의 열무게분석곡선  
초산과 탄산나트륨의 물질량비 6 : 1

그림에서 보는바와 같이 낮은 온도구간에서 질량감소가 완만한 부분과 높은 온도구간에서 질량감소가 급격한 부분이 있다.

표 1. 초산과 탄산나트륨의 물질량비에 따르는 생성물의 성분함량

물질량비	생성물의 성분함량/%					거둬들임/%
	초산	물	초산나트륨	낮은 온도에서 분해되는 량	높은 온도에서 분해되는 량	
4 : 1	37.0±1.4	4.6±0.1	58.3±2.8	9.6±0.1	31.9±0.6	82.0±4.1
5 : 1	50.6±1.8	3.15±0.1	46.17±1.6	9.7±0.1	39.9±1.4	91.2±3.3
6 : 1	58.6±1.9	1.2±0.1	40.5±1.8	10.3±0.2	48.3±1.4	98.6±1.2

5회 실험평균값

표 1에서 보는바와 같이 초산과 탄산나트륨의 물질량비가 작아질수록 생성물에서 초산함량이 적어지고 물함량이 많아지며 거둬들이는 량이 떨어진다. 초산과 탄산나트륨의 물질량비가 6 : 1일 때 거둬들이는 량이 가장 높다.

반응온도의 영향 초산과 탄산나트륨의 물질량비가 6 : 1일 때 반응온도에 따르는 생성물의 성분함량은 표 2와 같다.

표 2. 반응온도에 따르는 생성물의 성분함량

반응온도/℃	생성물의 성분함량/%					거둬들임/%
	초산	물	탄산나트륨	낮은 온도에서 분해되는 량	높은 온도에서 분해되는 량	
100	55.4±2.2	7.5±0.1	37.1±1.4	12.9±0.2	42.5±2.1	89.4±1.9
120	58.1±2.1	1.9±0.1	40.0±1.7	10.9±0.2	47.2±2.3	98.1±1.4
134	58.6±1.9	1.2±0.1	40.5±1.8	10.3±0.2	48.3±1.4	98.6±1.2

5회 실험평균값, 반응시간 3h

표 2에서 보는바와 같이 반응온도가 높을수록 생성물에 결합된 초산량, 특히 생성물의 질에 결정적영향을 주는 높은 온도에서 분해되는 초산량이 많아지며 거둬들임도 높아진다.

반응온도가 134℃일 때 높은 온도에서 분해되는 초산량이 120℃일 때보다 훨씬 많다. 이것은 반응온도가 초산나트륨에서 수소결합된 물분자의 최대분리온도(140℃정도)에 가깝게 접근하였기때문이다. 즉 반응온도를 134℃로 하는것이 좋다.

반응시간의 영향 초산과 탄산나트륨의 물질량비 6 : 1, 반응온도 134℃일 때 반응시간에 따르는 생성물의 성분함량은 표 3과 같다. 이때 반응기에서 온도가 117℃(녹음점)에서 134℃(끓음점)까지 올라갈 때까지 20min정도 걸렸다.

표 3에서 보는바와 같이 반응시간에 관계없이 거둬들임은 97~98%정도로서 차이가 없다. 또한 생성물에서 수소결합한 초산의 함량은 57%정도로서 큰 변화가 없으며 오직 높은 온도와 낮은 온도에서 분해되는 초산량이 변한다.

반응시간이 길수록 높은 온도에서 분해되는 초산량이 많아지고 낮은 온도에서 분해되는 초산량이 적어진다.

표 3. 반응온도에 따르는 생성물의 성분함량

반응시간	생성물의 성분함량/%					거름률/%
	초산	물	탄산나트륨	낮은 온도에서 분해되는 량	높은 온도에서 분해되는 량	
2min	56.9±1.7	4.2±0.2	38.9±2.1	18.1±0.1	39.9±1.2	97.8±1.4
0.5h	57.4±0.4	3.5±0.2	39.1±1.9	13.3±0.1	45.4±1.5	98.2±1.5
1.5h	57.6±1.6	2.8±0.1	39.6±1.7	10.5±0.1	48.4±1.2	98.7±1.1
3.0h	57.8±1.9	1.3±0.1	39.9±1.8	10.3±0.2	48.3±1.4	98.3±1.2

5회 실험평균값

반응시간이 3h일 때 높은 온도에서 분해되는 초산함량이 48%로서 가장 높다.

실험결과로부터 초산과 탄산나트륨의 물질량비 6 : 1, 반응온도 134℃에서 3h동안 반응시키면 질 좋은 생성물이 얻어진다는것을 알수 있다.

### 맺 는 말

트리초산나트륨의 최적합성조건은 물질량비(초산 : 탄산나트륨) 6 : 1, 반응온도 134℃, 반응시간 3h이다.

### 참 고 문 헌

- [1] Fischer Hans Joop et al.; WO 2000049095 A1, 2000.
- [2] G. Chesneau; Theoretical Principles of the Methods of Analytical Chemistry based upon Chemical Reactions, Forgotten Books, 150, 2013.
- [3] F. K. stekelenburg; Food Microbiology, 20, 133, 2003.
- [4] 葛明兰; 北京石油化工学院学报, 10, 1, 34, 2002.
- [5] 田华; 食品科技, 5, 37, 2004.
- [6] 陈伟雄; 化工科技市场, 7, 24, 2003.

주체105(2016)년 6월 5일 원고접수

## Synthesis of Sodium Triacetate

*Kim Song Do, Ri Kwang Chun and Han Chan Hyon*

We established a method for synthesis of sodium triacetate. The optimum conditions of synthesis of sodium triacetate are the molar ratio(acetic acid : sodium carbonate) 6 : 1, reaction temperature 134℃ and reaction time 3h.

Key words: sodium triacetate, synthesis