

에톡시나프탈렌의 합성

안광철, 홍충심

지금 세계적으로 천연향료와 함께 합성향료에 대한 연구가 활발히 진행되고있다. 에톡시나프탈렌은 에테르계향료로서 화장품의 향료로 많이 쓰이고있다.[1]

이러한 에톡시나프탈렌의 합성에서 에톡시화를 유독한 디에틸류산을 리용하여 진행시키고있다.[3, 4] 이로부터 우리는 에톡시나프탈렌을 류산의 존재하에서 β -나프톨과 에틸알콜을 직접 반응시켜 합성하고 합성에 미치는 여러가지 인자들의 영향을 고찰하였다.

실험 방법

환류랭각기와 온도계가 설치된 250mL 3구플라스크에 에틸알콜을 넣고 뜨거운 상태로 유지하면서(기름욕에서) 여기에 β -나프톨을 푼 다음 류산을 첨가한 후 이 용액을 반응시간과 반응온도를 변화시키면서 가열하여 생성물을 얻었다. 얻어진 생성물을 재결정화하여 분말상태로 만든 다음 30℃의 진공건조기에서 24h동안 건조시키고 푸리에변환적외선분광기(《Nicolet 6700》)에서 IR투과스펙트르를 측정하여 분석하였다.

실험결과 및 고찰

1) 생성물의 거둬름에 미치는 몇가지 인자들의 영향

반응온도의 영향 반응시간 7h, 에틸알콜: β -나프톨의 물질량비 5, 류산함량 8%인 조건에서 반응온도에 따르는 생성물의 거둬름변화는 그림 1과 같다.

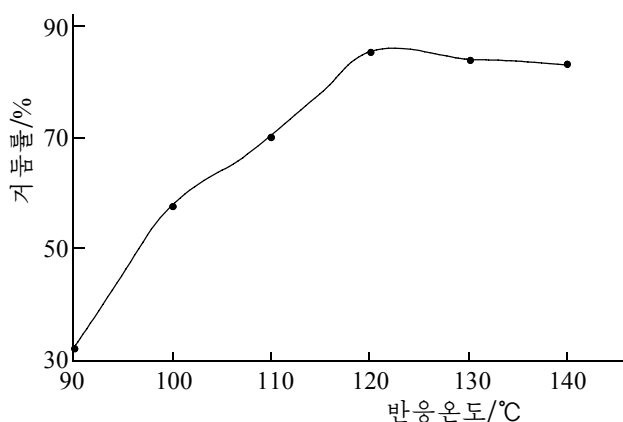


그림 1. 반응온도에 따르는 생성물의 거둬름변화

그림 1에서 보는바와 같이 반응온도가 증가함에 따라 생성물의 거둬름은 증가하다가 120℃이상에서는 약간 감소하였다. 그것은 120℃이상에서는 반응중간생성물인 모노에틸류산의 거둬름이 떨어져 생성물의 거둬름에 영향을 미치기때문이라고 볼수 있다. 따라서 반응온도를 120℃로 하는것이 보다 합리적이다.

반응시간의 영향 반응온도 120°C , 에틸알콜 : β -나프톨의 물질량비 5, 류산함량 8%인 조건에서 반응시간에 따르는 생성물의 거둠률변화는 그림 2와 같다.

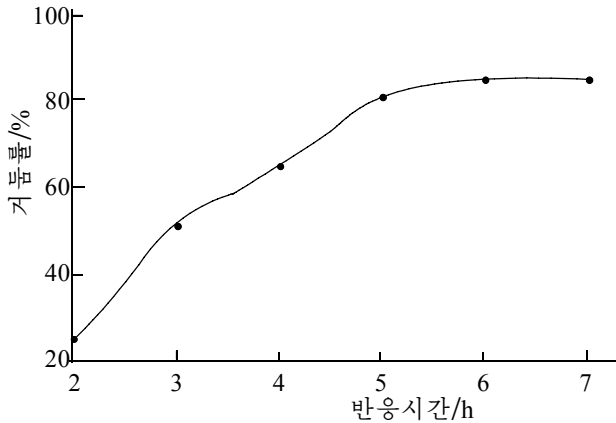


그림 2. 반응시간에 따르는 생성물의 거둠률변화

그림 2에서 보는바와 같이 생성물의 거둠률은 반응시간이 길어짐에 따라 증가하다가 6h이후부터는 변화가 없었다. 그러므로 합리적인 반응시간은 6h이다.

물질량비의 영향 반응온도 120°C , 반응시간 6h, 류산함량 8%인 조건에서 에틸알콜 : β -나프톨의 물질량비에 따르는 생성물의 거둠률변화는 그림 3과 같다.

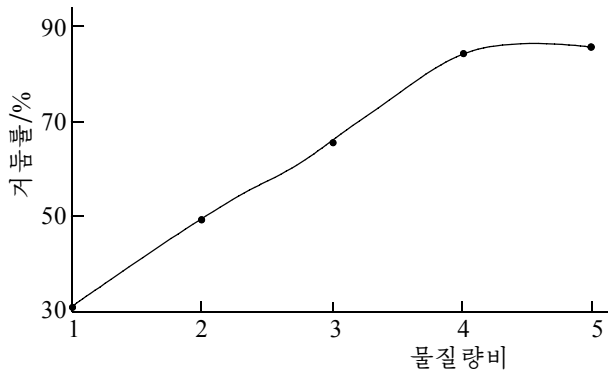


그림 3. 물질량비에 따르는 생성물의 거둠률변화

그림 3에서 보는바와 같이 생성물의 거둠률은 물질량비가 증가함에 따라 증가하다가 4이상부터는 거의나 변화가 없었다. 이로부터 물질량비를 4로 하는것이 보다 합리적이라는것을 알수 있다.

류산함량의 영향 반응온도 120°C , 반응시간 6h, 에틸알콜 : β -나프톨의 물질량비 4인 조건에서 류산함량에 따르는 생성물의 거둠률변화는 그림 4와 같다.

그림 4에서 보는바와 같이 생성물의 거둠률은 류산함량이 증가함에 따라 증가하다가 10%이상부터 약간씩 감소하였다. 이것은 류산함량 10%이상에서는 류산에 의한 반응물질들의 탄화가 일어나 거둠률에 영향을 주기때문이라고 볼수 있다. 그러므로 류산함량을 10%로 하는것이 합리적이다.

이상의 결과로부터 합리적인 반응조건은 반응온도 120°C , 반응시간 6h, 에틸알콜 : β -나프톨의 물질량비 4, 류산함량 10%이며 이때 생성물은 85%정도의 거둠률로 얻어졌다.

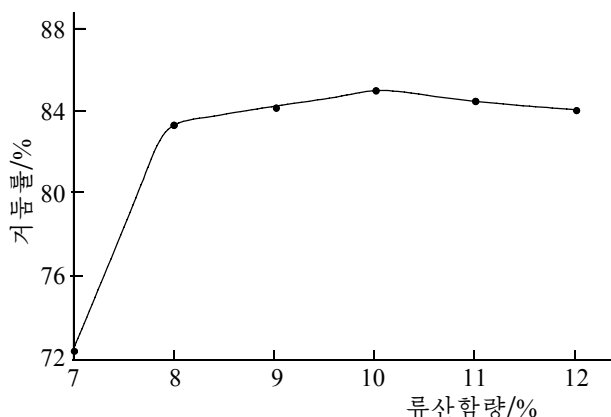


그림 4. 류산함량에 따르는 생성물의 거둠률변화

2) 생성물분석

적외선스펙트럼분석 합성한 생성물을 재결정화하여 분말상태로 만든 다음 30℃의 진공건조기에서 24h동안 건조시켜 적외선투과스펙트럼을 측정하였다.(그림 5)

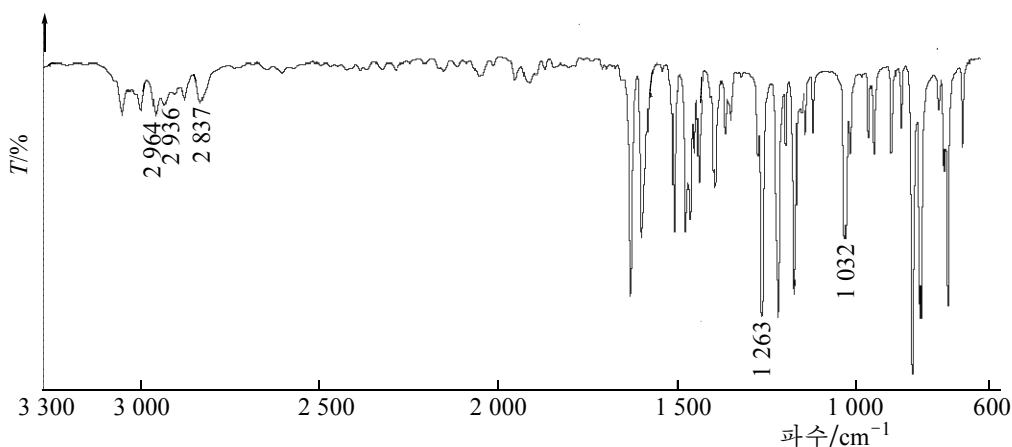


그림 5. 생성물의 적외선투과스펙트럼

그림 5에서 보는바와 같이 방향족핵에서의 C—H신축진동에 해당하는 흡수띠가 2 964, 2 936cm⁻¹에서, 에톡시기의 C—H신축진동에 해당하는 흡수띠가 2 837cm⁻¹에서, C—O신축진동에 해당하는 특성흡수띠가 1 263, 1 032cm⁻¹에서 나타났다. 이로부터 합성한 생성물이 에톡시나프탈렌이라는것을 알수 있다.

에톡시나프탈렌의 물리화학적성질 합성한 에톡시나프탈렌의 물리화학적성질을 고찰해보면 표와 같다.

표. 에톡시나프탈렌의 물리화학적성질

지표	측정결과	선행연구[2]
겉보기상태	광택있는 판상결정	광택있는 판상결정
향기	아카시아꽃향기	아카시아꽃향기
풀림성	물에 풀리지 않고 에틸알콜, 에테르, 톨루올에 풀린다.	물에 풀리지 않고 에틸알콜, 에테르, 톨루올에 풀린다.
녹음점	37℃	37℃

표에서 보는바와 같이 얻어진 생성물은 에톡시나프탈렌으로서 아카시아꽃향기가 나고 광택있는 관상결정이다. 또한 녹음점은 37°C 이고 물에는 풀리지 않고 에틸알콜과 에테르, 톨루올에 풀린다는것을 알수 있다.

맺 는 말

1) 에톡시나프탈렌의 합리적인 합성조건은 반응온도 120°C , 반응시간 6h, 류산함량 10%, 에틸알콜 : β -나프톨의 물질량비가 4이다.

2) 생성물의 적외선투과스펙트르를 측정하여 에톡시나프탈렌이라는것을 확인하고 물리화학적성질들을 확정하였다.

참 고 문 헌

- [1] 김일성종합대학학보(자연과학), 63, 10, 100, 주체106(2017).
- [2] 김광립; 향장품화학, 고등교육도서출판사, 164, 주체100(2011).
- [3] T. M. Srinivasan; Indian Journal of History of Science, 50, 2, 306, 2015.
- [4] C. A. Faler et al.; Tetrahedron Lett., 67, 1299, 2014.

주체109(2020)년 1월 5일 원고접수

Synthesis of Ethoxynaphthalene

An Kwang Chol, Hong Chung Sim

The reasonable synthesis conditions of ethoxynaphthalene are the reaction temperature 120°C , the reaction time 6h, the concentration of sulphuric acid 10% and the molar ratio of ethyl alcohol and β -naphthol 4. We confirmed the structure by IR spectrum and determined the physical and chemical properties of ethoxynaphthalene.

Keywords: ethoxynaphthalene, perfume, naphthol