

깐넛짜로반응을 리용한 푸란카르본산의 합성

김광주, 김명복

위대한 령도자 김정일동지께서는 다음과 같이 교시하시였다.

《과학연구기관들과 과학자, 기술자들은 우리 나라의 실정에 맞고 나라의 경제발전에 이바지할수 있는 과학기술적문제를 더 많이 풀어야 하겠습니다.》(《김정일선집》 증보판 제13권 173페이지)

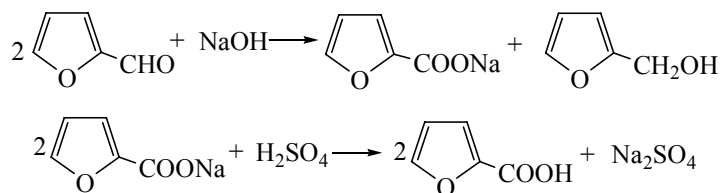
푸란카르본산은 푸란계 향료들을 합성하는 원료로 쓰일뿐아니라 여러가지 의약품과 농약을 합성하는 원료로 리용된다.[1-4]

론문에서는 푸르푸롤로부터 깐넛짜로반응을 리용하여 푸란카르본산을 합성하기 위한 구체적인 반응조건을 밝혔다.

실험 방법

시약으로는 98.5% 푸르푸롤, 98% 가성소다, 40% 류산수용액, 99% 디에틸에테르, 무수류산나트륨을, 기구로는 500mL 3구플라스크와 저온랭각항온조, 항온건열기, 교반전동기를 리용하였다.

깐넛짜로반응을 리용하여 푸르푸롤로부터 푸란카르본산을 합성하는 반응식은 다음과 같다.



실험에서는 97.5g의 푸르푸롤을 500mL 3구플라스크에 넣고 저온랭각항온조를 리용하여 푸르푸롤의 온도를 -5°C 로 랭각하였다. 다음 교반하면서 여기에 70mL의 33% 가성소다수용액을 적하하였다. 이때 가성소다수용액의 적하속도는 반응액의 온도가 10°C 보다 높아지지 않을 정도로 조절하였다. 가성소다수용액의 적하가 끝난 다음 반응액의 온도를 10°C 로 유지하면서 2h동안 더 반응시켰다. 반응이 진행됨에 따라 용액의 색깔이 누런색으로 변화되면서 앙금이 형성된다. 반응이 끝나면 100mL의 물을 반응액에 첨가하고 앙금이 완전히 풀릴 때까지 교반하였다.

다음 200mL의 디에틸에테르로 4번에 나누어 반응액으로부터 부반응생성물인 푸르푸릴알콜을 추출하였다. 분액깔때기를 리용하여 물층과 에테르층을 분리한 다음 에테르추출액에 무수류산나트륨을 일정한 량 넣고 하루동안 방치하였다. 에테르를 수욕에서 증류한 다음 나머지를 진공증류하여 푸르푸릴알콜을 얻었다.

에테르로 추출한 물층에 40% 류산을 천천히 적하하면서 반응액의 pH를 2~3으로 맞추었다. 이때 푸란카르본산이 앙금으로 가라앉는다. 재결정화법으로 얻어낸 조푸란카르본

산을 정제한 다음 항온건열기로 90℃에서 충분히 건조시켰다.

승화법으로 푸란카르본산을 정제하고 녹음점을 측정하여 합성방법과 분리정제방법의 정확성을 확인하였다.

실험결과 및 고찰

물질량비의 영향 반응온도 10℃, 반응시간 1h인 조건에서 푸르푸롤과 가성소다의 물질량비 변화에 따르는 푸란카르본산의 거뭇물변화는 표와 같다.

표. 물질량비에 따르는 푸란카르본산의 거뭇물변화

물질량비(푸르푸롤 : 가성소다)	1 : 0.5	1 : 0.6	1 : 0.7	1 : 0.8	1 : 0.9	1 : 1
거뭇물/%	12.4	19.6	25.0	25.0	25.0	25.0

표에서 보는바와 같이 푸르푸롤과 가성소다의 물질량비가 1 : 0.7일 때 푸란카르본산의 거뭇물이 25.0%로 가장 높았으며 그 이상에서는 변화가 없었다. 이로부터 푸란카르본산합성에 적합한 푸르푸롤과 가성소다의 물질량비를 1 : 0.7로 정하였다.

반응온도의 영향 푸르푸롤과 가성소다의 물질량비 1 : 0.7, 반응시간 1h인 조건에서 반응온도에 따르는 푸란카르본산의 거뭇물변화는 그림 1과 같다.

그림 1에서 보는바와 같이 반응온도가 높아짐에 따라 푸란카르본산의 거뭇물은 증가하다가 낮아지는 경향성이 나타났다. 이것은 반응온도가 높은 경우 푸르푸롤분자들사이에서 수지화반응이 촉진되기때문이라고 보아진다.

이로부터 푸란카르본산합성에 적합한 반응온도를 10~15℃로 정하였다.

반응시간의 영향 푸르푸롤과 가성소다의 물질량비 1 : 0.7, 반응온도 15℃인 조건에서 반응시간에 따르는 푸란카르본산의 거뭇물변화는 그림 2와 같다.

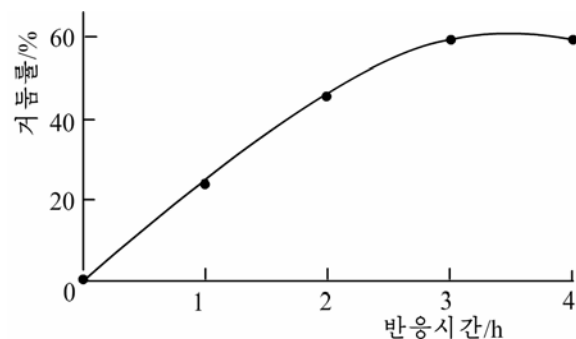


그림 2. 반응시간에 따르는 푸란카르본산의 거뭇물변화

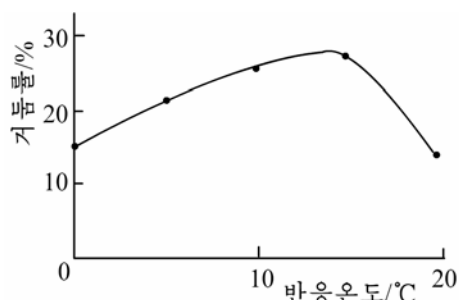


그림 1. 반응온도에 따르는 푸란카르본산의 거뭇물변화

그림 2에서 보는바와 같이 반응시간이 길어짐에 따라 푸란카르본산의 거뭇물은 점차 증가하다가 3h이상부터는 60%정도로서 거의 변화가 없었다. 이로부터 푸란카르본산합성에 적합한 반응시간을 3h로 정하였다.

실험결과들로부터 간헐적으로 반응을 이용한 푸란카르본산합성의 합리적인 반응조건은 푸르푸롤과 가성소다의 물질량비 1 : 0.7, 반응온도 10~15℃, 반응시간 3h이며 이때 푸란카르본산의 거뭇물은 60%정도라는것을 알

수 있다. 승화법으로 정제한 푸란카르본산의 녹음점을 측정한 결과는 132~133℃인데 이것은 문헌값(133℃[3])과 잘 일치한다.

맺 는 말

칸닛짜로반응을 리용하여 푸르푸롤로부터 푸란카르본산을 합성하기 위한 기초연구를 진행하고 푸란카르본산의 거듭률에 미치는 여러가지 인자들의 영향을 검토하여 합리적인 반응조건을 밝혔다.

합리적인 반응조건은 물질량비(푸르푸롤 : 가성소다) 1 : 0.7, 반응온도 10~15°C, 반응시간 3h이다.

참 고 문 헌

- [1] 柴志宏 等; Science and Technology Project, 10, 75, 2015.
- [2] 图博 等; Chinese J. Struct. Chem., 31, 4, 562, 2012.
- [3] 常云青; CN 104550651 A, 2015.
- [4] 沈华 等; CN 103105395 A, 2013.

주체108(2019)년 4월 5일 원고접수

Synthesis of Furoic Acid by Using Cannizzaro Reaction

Kim Kwang Ju, Kim Myong Bok

We studied the synthesis of furoic acid from furfural by using Cannizzaro reaction. The suitable synthesis reaction conditions are as follows: the molar ratio of furfural and sodium hydroxide is 1 : 0.7, the reaction temperature is 10~15°C and the reaction time is 3h.

Key words: furfural, furoic acid, Cannizzaro reaction