

## 메톡시아세틸클로리드의 합성

최유성, 리국렬

위대한 수령 김일성동지께서는 다음과 같이 교시하시였다.

《화학의 힘으로 모든 논밭의 김을 잡고 온갖 병충해를 막으며 단위당 소출을 더욱 높이도록 하여야 합니다.》(《김일성전집》 제94권 229페이지)

효능이 높은 여러가지 농약을 효과있게 쓰는것과 함께 우리 식으로, 자체의 실정에 맞게 더 많이 생산보장하는것은 병해충과 잡초로부터 농작물을 보호하고 소출을 높이는데서 중요한 의의를 가진다.

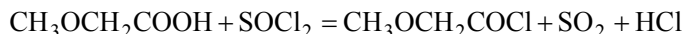
메톡시아세틸클로리드는 농약으로 널리 쓰이는 메탈락실생산의 주요원료이다.[1, 2] 메톡시초산과 삼염화린을 반응시켜 메톡시아세틸클로리드를 합성하는 방법[3]들이 제기되었지만 이 방법의 결함은 정제공정이 복잡한것이다.

우리는 메톡시초산과 염화티오닐로부터 메톡시아세틸클로리드를 합성하기 위한 연구를 하였다.

### 실험 방법

시약으로는 메톡시초산(98%), 염화티오닐(98%)을, 기구로는 푸리에변환적외선분광기(《Nicolet 6700》), 교반기, 방울깔때기, 환류랭각기, 500mL 3구플라스크, 분축관, 직관랭각기를 리용하였다.

합성방법은 다음과 같다. 먼저 교반기와 환류랭각기, 방울깔때기, 가스배출관을 설치한 500mL 3구플라스크에 메톡시초산 72g(0.8mol)을 첨가하고 교반해주면서 염화티오닐 107g(0.9mol)을 방울깔때기를 통하여 1h동안 적하한 다음 반응온도를 60°C로 높이고 2.5h(염화수소가스가 더는 나가지 않을 때까지) 반응시킨다. 이때 반응식은 다음과 같다.



다음 환류랭각기를 직관랭각기로 바꾸고 증류한다. 먼저 미반응염화티오닐(끓음점 78.8°C)을 증류하고 다음 111~113°C 류분 즉 메톡시아세틸클로리드(끓음점 112~113°C)를 증류해낸다. 거둬량은 53.3g이며 거둬율은 60%이다.

### 실험결과 및 고찰

메톡시아세틸클로리드의 거둬율에 미치는 인자들의 영향 메톡시아세틸클로리드의 거둬율에 미치는 염화티오닐과 메톡시초산의 물질량비의 영향을 고찰하였다. 반응온도 50°C, 반응시간 2h일 때 염화티오닐/메톡시초산의 물질량비에 따르는 거둬율변화는 그림 1과 같다.

그림 1에서 보는바와 같이 물질량비 1.1에서 거둬율은 52.6%정도이고 그이상에서는 거둬율변화가 거

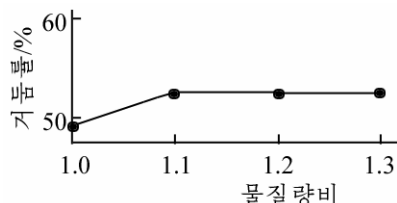


그림 1. 물질량비에 따르는 거둬율변화

의 없다.

다음으로 메톡시아세틸클로리드의 거둬됨률에 미치는 반응온도의 영향을 고찰하였다. 반응시간 2h, 염화티오닐/메톡시초산의 물질량비 1.1일 때 반응온도에 따르는 거둬됨률변화는 그림 2와 같다.

그림 2에서 보는바와 같이 거둬됨률은 반응온도가 높아짐에 따라 증가하다가 60℃에서부터 변화가 없다. 이때 거둬됨률은 56%정도이다.

또한 메톡시아세틸클로리드의 거둬됨률에 미치는 반응시간의 영향을 고찰하였다. 반응온도 60℃, 염화티오닐/메톡시초산의 물질량비 1.1일 때 반응시간에 따르는 거둬됨률변화는 그림 3과 같다.

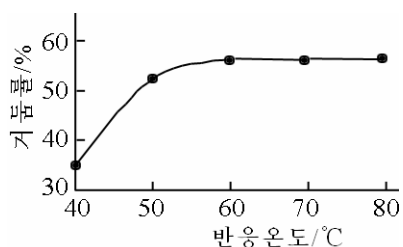


그림 2. 반응온도에 따르는 거둬됨률변화

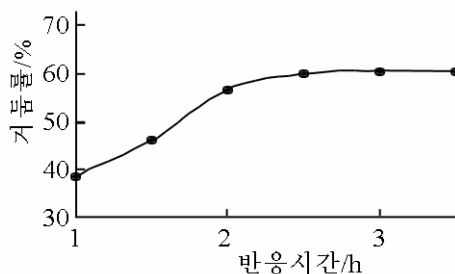


그림 3. 반응시간에 따르는 거둬됨률변화

그림 3에서 보는바와 같이 거둬됨률은 반응시간이 길수록 증가하다가 2.5h이후부터는 변화가 없다.

메톡시아세틸클로리드의 적외선스펙트럼분석 합성물질의 적외선스펙트럼분석은 푸리에변환적외선분광기 《Nicolet 6700》을 리용하여 진행하였다. 메톡시아세틸클로리드의 적외선스펙트르는 그림 4와 같다.

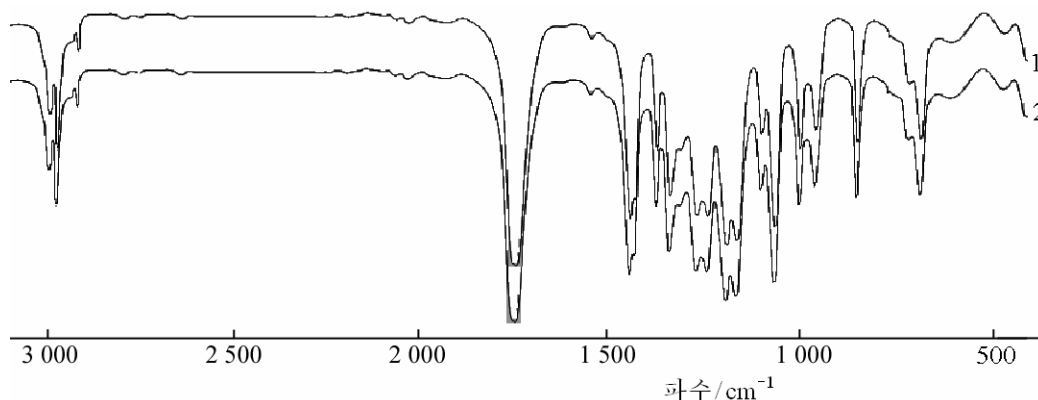


그림 4. 메톡시아세틸클로리드의 적외선스펙트르  
1—표준물질, 2—합성물질

그림 4에서 보는바와 같이 3 062cm<sup>-1</sup>에서 메틸렌기의 C-H신축진동에 해당하는 흡수띠, 2 957cm<sup>-1</sup>에서 메톡시기의 C-H신축진동에 해당하는 흡수띠, 1 781cm<sup>-1</sup>에서 카르보닐기의 C=O신축진동에 해당하는 센 흡수띠, 851cm<sup>-1</sup>에서 C-Cl신축진동에 해당하는 흡수띠, 1 092cm<sup>-1</sup>에서 에테르의 비대칭 C-O-C신축진동에 의한 센 흡수띠가 나타났다. 이 특성흡수띠들은 메톡시아세틸클로리드의 분자구조상특징을 잘 반영한다고 볼수 있다.

## 맺 는 말

메톡시초산과 염화티오닐로부터 메톡시아세틸클로리드합성의 합리적인 반응조건은 염화티오닐/메톡시초산의 물질량비 1.1, 반응온도 60℃, 반응시간 2.5h이다.

## 참 고 문 헌

- [1] Keshab R. et al.; International Journal of Molecular Sciences, **16**, 11750, 2015.
- [2] Yasushi Yamazoe et al.; Food Safety, **3**, 3, 92, 2015.
- [3] Pal Agocs et al.; GB 2221905A, 1990.

주체109(2020)년 7월 5일 원고접수

## Synthesis of Methoxyacetyl Chloride

*Choe Yu Song, Ri Kuk Ryol*

The optimal reaction conditions for synthesis of methoxyacetyl chloride from methoxyacetic acid and thionyl chloride are as follows: the molar ratio of thionyl chloride/methoxyacetic acid is 1.1, the reaction temperature is 60℃ and the reaction time is 2.5h.

Keywords: methoxyacetyl chloride, methoxyacetic acid