

## 프로판술포의 합성

로진혁, 백남, 이성균

위대한 령도자 김정일동지께서는 다음과 같이 교시하시였다.

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

프로판술포( $C_3H_6O_3S$ )은 살균제, 살충제, 물감, 가류촉진제 등 화학제품생산에서 분자안에 프로필술포기를 도입하기 위한 중간체로 널리 리용되며 특히 니켈과 동도금첨가제합성의 중간원료로 리용된다.[1-3]

우리는 산성동도금 및 니켈도금광택첨가제합성의 중간체인 프로판술포를 합성하였다.

### 실험 방법

10% 류산용액으로 40% 수소아류산나트륨용액 390mL의 pH를 7로 맞추고 과산화수소를 전체 질량의 0.1% 되게 넣은 다음 세게 교반하면서 알릴알콜(93%) 100mL를 2h동안 적하한다. 10% 류산으로 pH를 중성으로 맞춘 다음 반응용액의 체적이 절반으로 될 때까지 가열농축한다. 방온도에서 24h동안 방치시키고 생긴  $Na_2SO_4$ 을 려과제거한다. 려액에 20% 염산 100mL와 에틸알콜 100mL를 넣어 결정성NaCl을 제거한다. 다음  $140\sim 160^\circ C$ , 감압(2kPa) 조건에서 증류하여 프로판술포를 얻는다.

생성물은 흰색의 결정성고체이며 녹음점은  $31^\circ C$ , 끓음점은  $180^\circ C$ 이다. 반응거둠률은 약 80%이다.

생성물의 구조는 푸리에변환적외선분광기(《FTIR-8101》)로 동정하였다.

### 실험결과 및 해석

알릴알콜의 술포화반응으로부터 얻은 3-히드록시-1-프로필술포산과 프로판술포의 IR흡수스펙트르는 그림 1과 같다.

그림 1에서 보논바와 같이 3-히드록시-1-프로필술포산에서는  $3\ 441.5$ ,  $1\ 651.1cm^{-1}$ 에서 1급알콜의 특성흡수띠가,  $1\ 193.6$ ,  $1\ 045.61cm^{-1}$ 에서  $CH_2-S$ 와 술포산이온의 특성흡수띠가 나타났다. 또한 프로판술포에서는  $2\ 971$ ,  $1\ 461cm^{-1}$ 에서

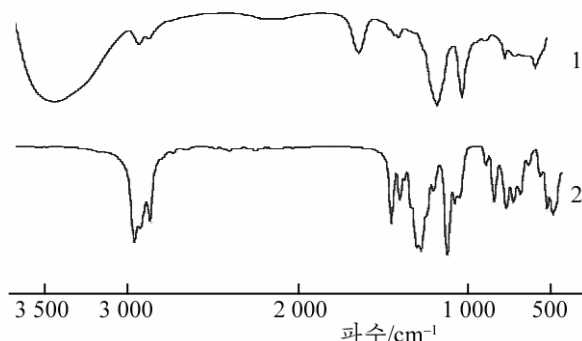


그림 1. 3-히드록시-1-프로필술포산  
(1)과 프로판술포(2)의 IR흡수스펙트르

메틸렌기의 특성 흡수띠가,  $1\,410$ ,  $1\,287.8\text{cm}^{-1}$ 에서 술폰산에스테르의 특성 흡수띠가,  $1\,088.7$ ,  $544.8\text{cm}^{-1}$ 에서  $\text{CH}_2\text{-O-S}$ 의 특성 흡수띠가 나타났다. 따라서 합성한 물질이 프로판술폰이라는 것을 알 수 있다.

온도의 영향 프로판술폰합성반응은 높은 온도( $110\sim 180^\circ\text{C}$ )에서 진행된다. 온도에 따르는 생성물의 거둬들변화는 그림 2와 같다.

그림 2에서 보는바와 같이 온도가 높아짐에 따라 생성물의 거둬들율은 증가하다가  $150^\circ\text{C}$ 에서 최대가 되고 그 이상에서는 감소한다. 온도가 너무 높으면 3-히드록시-1-프로필술폰산이 분해되면서 아류산무수물과 분자량이 큰 부반응생성물이 얻어지며 낮은 온도에서는 3-히드록시-1-프로필술폰산에서 물이 떨어지지 못하여 고리가 형성되지 않으므로 거둬들율은 감소하게 된다. 따라서 합리적인 반응온도를  $150^\circ\text{C}$ 로 정하였다.

압력의 영향 프로판술폰의 고리형성은 진공( $4\text{kPa}$ 이하)조건에서 이루어진다. 반응계의 압력에 따르는 생성물의 거둬들변화는 그림 3과 같다.

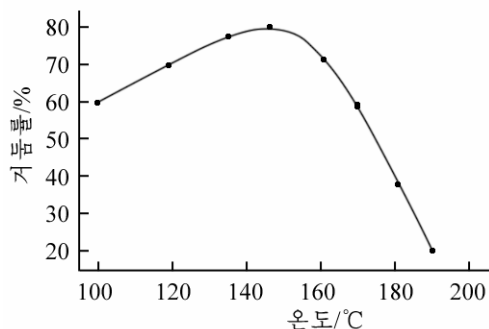


그림 2. 온도에 따르는 생성물의 거둬들변화

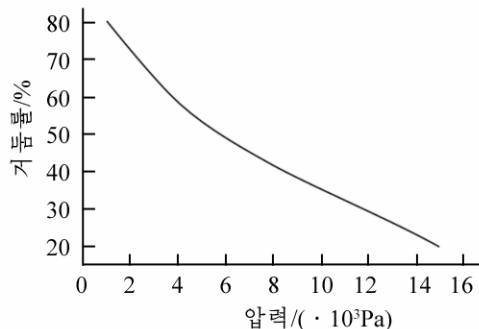


그림 3. 압력에 따르는 생성물의 거둬들변화

그림 3에서 보는바와 같이 압력이  $2\text{kPa}$ 이하일 때 생성물의 거둬들이 약 80%이고 그 이상에서는 감소한다. 따라서 프로판술폰은  $2\text{kPa}$ 이하의 진공속에서 증류하여야 한다.

## 맺는 말

프로판술폰을 알릴알콜로부터 술폰화하고 탈수하여 얻는 합성과정에서 높은 진공과 온도조건은 생성물의 거둬들을 규정하는 기본인자이다. 온도  $150^\circ\text{C}$ , 압력  $2\text{kPa}$ 이하일 때 생성물의 거둬들이 최대가 된다.

## 참고 문헌

- [1] 刘仁志 等; 电镀添加剂技术问答, 化学工业出版社, 270, 2008.
- [2] 姜俊; CN101157681 A, 2008.
- [3] 何义龙; CN102633771 A, 2012.

## Synthesis of Propane Sultone

*Ro Jin Hyok, Paek Nam and Ri Song Gyun*

We synthesized propane sultone from allyl alcohol by sulfonation and dehydration.

High vacuum and the reaction temperature are essential factors affecting the yield of product. When the reaction temperature is 150°C and the pressure is below 2kPa, the yield of the product is the maximum.

Key words: propane sultone, allyl alcohol