

2-헵타데실이미다졸린의 합성

주윤희, 림정원

현재 생물분해성재료의 합성은 각이한 출발원료에 기초하여 서로 다른 방법으로 진행되고있다. 생물분해성재료의 합성방법은 보다 값죽고 생산하기 쉬우며 우수한 성질을 가진 생물분해성재료를 합성하는데로 지향되고있으며 여기서 나서는 과학기술적문제들을 해결하기 위한 연구[1-3]가 활발히 진행되고있다.

우리는 스테아린산을 기초물질로 하여 계면활성제와 완효성비료피복제 등 여러 분야에 리용할수 있는 생물분해성재료[5]인 2-헵타데실이미다졸린을 합성하기 위한 연구를 하였다.

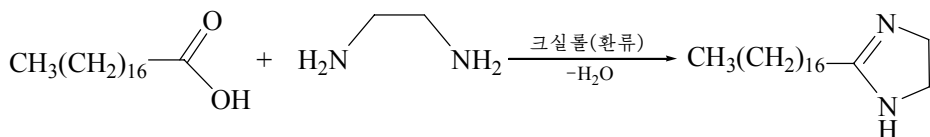
실험 방법

기구로는 물분리관, 온도수감부가 설치된 3구플라스크, 회전증발기, 항온자력교반기, 푸리에변환적외선분광기(《FTIR-8101》)를, 시약으로는 스테아린산(순), 에틸렌디아민(순), 초산에틸에스테르(순), 크실롤(139~144℃에서 증류한것), *n*-헥산을 리용하였다.

먼저 물분리관과 온도수감부가 설치된 3구플라스크를 항온자력교반기에 조립한다. 3구플라스크에 일정한 량의 에틸렌디아민과 촉매(ZnO), 크실롤을 첨가하고 40℃에서 교반하면서 혼합한다. 일정한 량의 크실롤에 계산된 량의 스테아린산을 첨가하고 50~60℃에서 푼 용액을 50min동안 천천히 적하하며(반응용액을 교반하면서) 반응온도를 환류온도(142℃)까지 높인다.

용매는 회전증발기에서 감압제거하여 회수하며 얻어진 생성물을 일정한 량의 초산에틸에스테르에 풀고 려과한 다음 재결정화하여 제품을 얻는다.

2-헵타데실이미다졸린의 합성반응식은 다음과 같다.



2-헵타데실이미다졸린

실험결과 및 고찰

1) 2-헵타데실이미다졸린의 합성에 미치는 몇가지 인자들의 영향

물질량비의 영향 반응온도 142℃, 반응시간 7h일 때 스테아린산 : 에틸렌디아민의 물질량비에 따르는 생성물의 거둢률변화는 그림 1과 같다.

그림 1에서 보는바와 같이 생성물의 거둢률은 물질량비가 증가함에 따라 증가하다가 1 : 1.1이상에서는 변화가 거의 없었다. 따라서 합리적인 물질량비는 1 : 1.1이다.

반응시간의 영향 반응온도 142℃, 스테아린산 : 에틸렌디아민의 물질량비 1 : 1.1일 때 반응시간에 따르는 생성물의 거둢률변화는 그림 2와 같다.

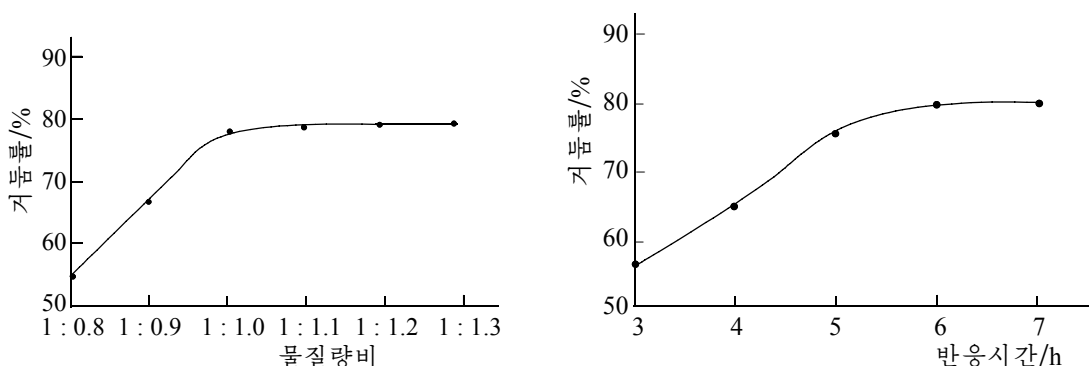


그림 1. 물질량비에 따르는 생성물의 거듭률변화

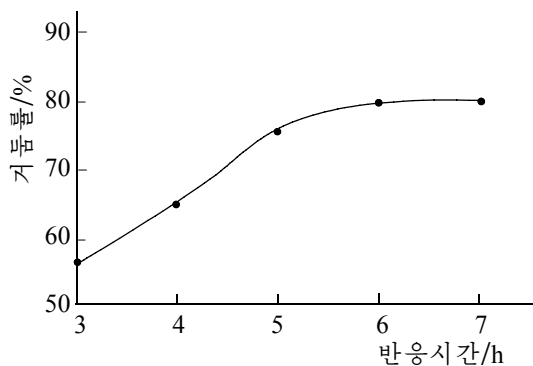


그림 2에서 보는바와 같이 생성물의 거듭률은 반응시간이 길어짐에 따라 증가하며 6h후에는 변화가 거의 없었다. 선행연구[4]에서보다 반응시간이 긴것은 보다 낮은 온도에서 반응이 진행되기때문이라고 보아진다. 그러므로 적합한 반응시간은 6h이다.

크실롤첨가량의 영향 이미다졸린의 합성반응과정에 생성되는 물은 이미다졸린의 형성을 저해한다. 그러므로 반응과정에 생긴 물이 이미다졸린고리형성반응을 저해하지 않도록 반응계에서 물을 빨리 제거하든가, 생긴 물이 부반응에 참가하지 못하도록 물흡수제를 첨가하여야 한다.

높은 온도에서 진행되는 이미다졸린고리형성반응에 미치는 물흡수제의 영향이 매우 중요하므로 반응매질에서 물을 직접 흡수하고 제거할수 있도록 물과 곁끓음혼합물을 형성할수 있는 물질로 크실롤을 선정하였다.

크실롤의 첨가량에 따르는 생성물의 거듭률변화는 그림 3과 같다.

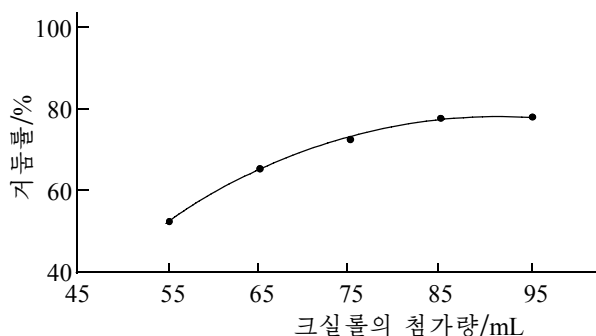


그림 3. 크실롤의 첨가량에 따르는 생성물의 거듭률변화

그림 3에서 보는바와 같이 생성물의 거듭률변화는 크실롤의 첨가량이 증가함에 따라 증가하다가 85mL(74.8g)이상에서는 증가하지 않았다. 크실롤의 첨가량이 작을 때 거듭률이 낮은것은 반응과정에 생기는 물을 충분히 제거하지 못하였기때문이며 반응물인 스테아린산량(5g)의 15배에 해당하는 량이 들어갈 때 충분히 제거된다는것을 알수 있다. 그러므로 적합한 크실롤의 첨가량은 85mL이다.

반응온도의 영향 스테아린산 : 에틸렌디아민의 물질량비 1 : 1.1, 반응시간 6h일 때 반응온도에 따르는 생성물의 거듭률변화는 그림 4와 같다.

그림 4에서 보는바와 같이 생성물의 거듭률은 반응온도가 증가함에 따라 증가하였다. 여기서 반응온도범위를 130~145℃로 제한시켰는데 그것은 130℃아래의 온도에서는

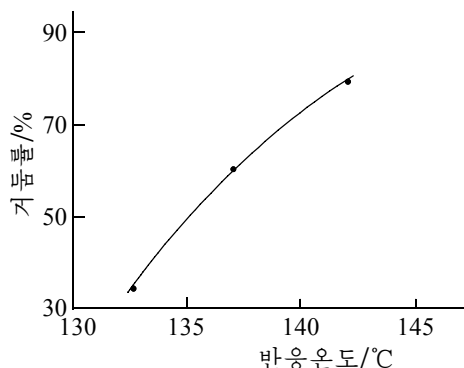


그림 4. 반응온도에 따르는 생성물의
저분율변화

생성물을 얻기 힘들고 환류온도범위에서 합성반응을 진행하였으므로 142°C이상으로 높일수 없었기 때문이다. 따라서 반응온도를 환류온도인 142°C로 정하였다.

2) 합성된 생성물의 분석

녹음점측정 합성한 생성물의 녹음점을 측정한 결과 64~65°C로서 2-헵타데실이미다졸린의 녹음점[4](65~66°C)과 일치하였다.

얇은층크로마토그래프분석 합성한 생성물의 얇은층크로마토그래프는 단일점으로 나타나며 이때 R_f 는 0.69이다.

적외선스펙트럼분석 합성한 생성물의 적외선 투과스펙트르는 그림 5와 같다.

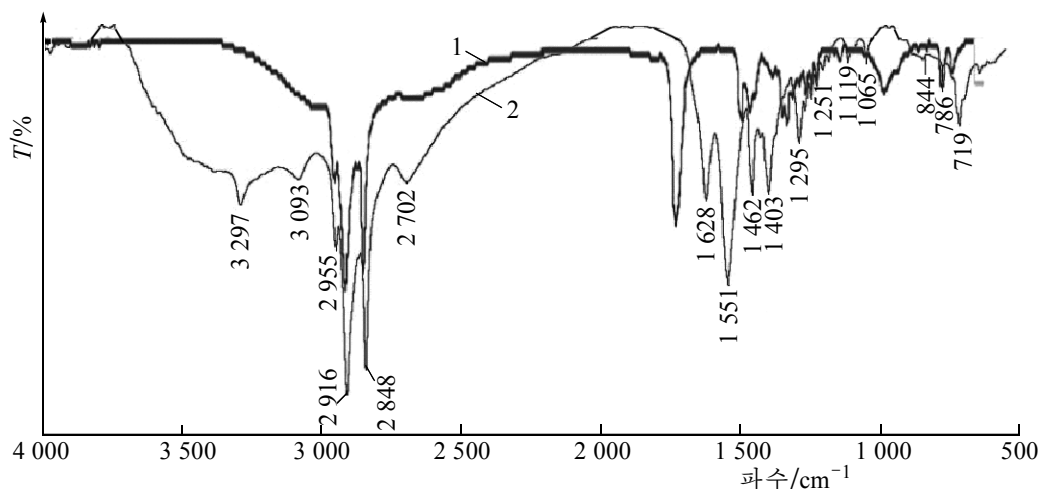


그림 5. 생성물의 적외선 투과스펙트르
1-스테아린산(표준물질), 2-생성물

그림 5에서 보는바와 같이 생성물에서는 스테아린산의 카르보닐기의 신축진동에 해당하는 흡수띠들이 1700, 942 cm^{-1} 에서 나타나지 않았다. 또한 1628 cm^{-1} 에서 2-헵타데실이미다졸린의 $-\text{N}=\text{C}<$ 결합에 해당하는 흡수띠와 1295, 3297 cm^{-1} 에서 2급아민의 신축진동에 해당하는 흡수띠, 719 cm^{-1} 에서 2급아민의 변각진동에 해당하는 흡수띠, 2916, 2848 cm^{-1} 에서 CH의 신축진동에 해당하는 흡수띠, 1551 cm^{-1} 에서 NH기의 변각진동에 해당하는 흡수띠, 1462, 1403 cm^{-1} 에서 에틸기의 신축진동에 해당하는 흡수띠들이 각각 나타났다.

이상의 분석결과로부터 생성물이 2-헵타데실이미다졸린으로서 정확히 합성되었다는 것을 알수 있다.

맺는 말

2-헵타데실이미다졸린의 합리적인 반응조건은 스테아린산과 에틸렌디아민의 물질량비 1 : 1.1, 반응온도 142°C, 크실롤의 첨가량 85mL(스테아린산량의 15배), 반응시간 6h이다.

참 고 문 헌

- [1] 박기성 등; 화학과 화학공학, 4, 28, 주체96(2007).
- [2] V. M. Abbasov et al.; International Journal of Engineering and Innovative Technology, 10, 5, 4, 2015.
- [3] 吴路平等; 化工新型材料, 7, 71, 2007.
- [4] 苗俊良; CN 101845019A, 2010.
- [5] 张舜; CN 102603640A, 2012.

주체110(2021)년 1월 5일 원고접수

Synthesis of 2-Heptadecyl Imidazoline

Ju Yun Hui, Rim Jong Won

We established the synthetic method of 2-heptadecyl imidazoline from stearic acid and ethylenediamine. The reasonable conditions are as follows: the reaction temperature is 142°C, the molar ratio of stearic acid and ethylenediamine is 1 : 1.1, the amount of xylol is 15 times as much as the amount of stearic acid and the reaction time is 6h.

Keywords: heptadecyl imidazoline, stearic acid, ethylenediamine