

## L-아스파라긴산무수물염산염의 합성

김철혁, 리상룡

위대한 령도자 김정일동지께서는 다음과 같이 교시하시였다.

《식료가공공업부문에서 주체를 튼튼히 세워 우리 인민들의 구미에 맞는 여러가지 식료품들을 값싸고 먹기 편리하게 만들도록 하여야 하겠습니다.》(《김정일선집》증보판 제10권 354페이지)

L-아스파라긴산무수물염산염은 아스파르테임제조의 중간물질의 하나이다.

아스파르테임은 현시기 세계적으로 주목되고있는 단맛감으로서 차, 커피 등 여러가지 음료들과 단목, 초콜레트, 에스키모, 요구르트, 파자 등 가공식품생산에서 필수적인 원자재로 되고있다.[3] 지금까지 보호기도입법에 의한 아스파르테임의 제조방법에 대하여서는 구체적으로 소개되어있으나 직접법[1, 2]에 의한 아스파르테임의 합리적인 반응조건에 대하여서는 구체적으로 소개되어있지 않다.

우리는 아스파르테임제조의 중간물질의 하나인 L-아스파라긴산무수물염산염의 합리적인 반응조건을 검토하기 위한 연구를 하였다.

### 실험 방법

갈아맞춘 마개가 달린 플라스크에 L-Asp(아스파라긴산) 0.1mmol과 얼음초산 60mL를 넣고 현탁시킨 다음 삼염화린( $\text{PCl}_3$ )을 넣고 방온도에서 세계 교반하면서 일정한 시간동안 반응시킨다. 반응물을 감압려과하고 디클로로에탄과 얼음초산으로 미반응의  $\text{PCl}_3$ 과 부반응생성물들을 세척제거하는 방법으로 무수물을 정제하고 진공데시케터에서 건조시킨다.

반응생성물에 대한 확인은 얇은층크로마토그램 및 적외선투과스펙트럼으로 진행하였다. 정량분석은 은염적정법으로 하였다.

### 실험결과 및 고찰

물질량비의 영향 반응온도  $45^\circ\text{C}$ , 반응시간 25h일 때 L-아스파라긴산과  $\text{PCl}_3$ 의 물질량비에 따르는 생성물의 거둬들변화는 그림 1과 같다.

그림 1에서 보는바와 같이 L-아스파라긴산과  $\text{PCl}_3$ 의 물질량비가 커짐에 따라 L-아스파라긴산무수물염산염의 거둬들율은 점점 커지다가 물질량비 1 : 0.8에서 가장 큰 값을 가지며 그 이상에서는 변화가 없다.

반응시간의 영향 반응온도  $45^\circ\text{C}$ , L-아스파라긴산과  $\text{PCl}_3$ 의 물질량비 0.8일 때 반응시간에 따르는 생성

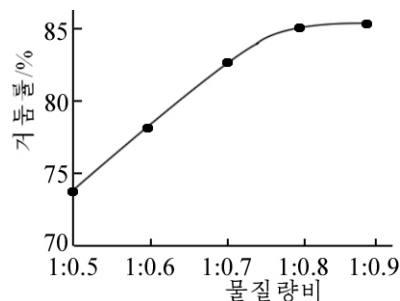


그림 1. 물질량비에 따르는 생성물의 거둬들변화

물의 거둬들변화는 그림 2와 같다.

그림 2에서 보는바와 같이 L-아스파라긴산무수물염산염의 거둬들물은 반응시간이 길어짐에 따라 점점 높아지다가 20h에서부터 거의나 변화가 없다. 이때의 거둬들물은 87%정도이다.

반응온도의 영향 L-아스파라긴산과  $\text{PCl}_3$ 의 물질량비 1 : 0.8, 반응시간 20h일 때 반응온도에 따르는 생성물의 거둬들변화는 그림 3과 같다.

그림 3에서 보는바와 같이 L-아스파라긴산무수물염산염의 거둬들물은 반응온도가 높아짐에 따라 점점 높아지

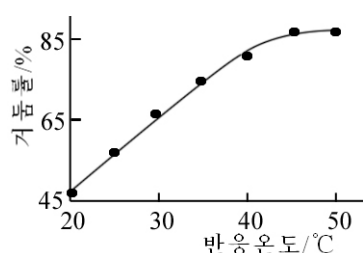


그림 3. 반응온도에 따르는 생성물의 거둬들변화

다가 45°C에서 88%로서 가장 큰 값을 가지며 그 이상에서는 큰 차이가 없다.

L-아스파라긴산무수물염산염의 구조분석 합성한 L-아스파라긴산무수물염산염의 적외선투과스펙트르는 그림 4와 같다.

그림 4에서 보는바와 같이  $1689\text{cm}^{-1}$ 에서 아스파라긴산무수물의  $\text{C}=\text{O}$ 신축진동과  $1601\text{cm}^{-1}$ 에서  $\text{N}-\text{H}$ 변각진동,  $1251\text{cm}^{-1}$ 에서  $\text{C}-\text{O}-\text{C}$ 의 대칭 및 비대칭원자가진동에 해당하는 특성흡수가 나타났다.

알킬구조에 해당하는 기능단( $-\text{CH}_2-$ )의 흡수띠가  $1461\text{cm}^{-1}$ 에서 나타났다. 이 특성흡수띠들은 L-아스파라긴산무수물염산염의 분자구조상특징을 잘 반영한다고 볼수 있다.

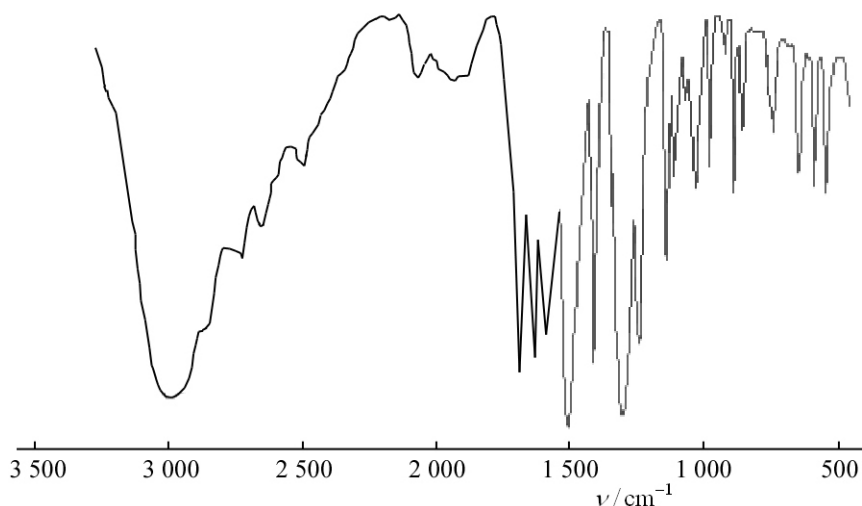


그림 4. L-아스파라긴산무수물염산염의 적외선투과스펙트르

## 맺는 말

아스파르테임제조의 중간물질의 하나인 L-아스파라긴산무수물염산염의 합리적인 반응조건은 L-아스파라긴산과  $\text{PCl}_3$ 의 물질량비 1 : 0.8, 반응시간 20h, 반응온도 45°C에서 반응거둬들물은 88%이다.

## 참 고 문 헌

- [1] O. Fatibello Filho et al.; *Analytica Chimica Acta*, **584**, 167, 2013.
- [2] 張謙; CN 102295680 A, 2011.
- [3] 山口静子; *臨床栄養*, **91**, 1, 43, 2012.

주체107(2018)년 1월 5일 원고접수

## Synthesis of *L*-Aspartic Acid Anhydride Hydrochloride

*Kim Chol Hyok, Ri Sang Ryong*

The reasonable synthetic conditions of *L*-aspartic acid anhydride hydrochloride, a intermediate for aspartame preparation, are the molar ratio of *L*-aspartic acid and  $\text{PCl}_3$  1 : 0.8, the reaction time 20h and the reaction temperature  $45^\circ\text{C}$  and the reaction yield is 88%.

Key words: *L*-Aspartic acid anhydride hydrochloride, aspartame