



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2016-0121007
(43) 공개일자 2016년10월19일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C07D 213/04 (2006.01) C07D 213/06 (2006.01)
C07D 213/127 (2006.01)
(52) CPC특허분류
C07D 213/04 (2013.01)
C07D 213/06 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2015-0050346
(22) 출원일자 2015년04월09일
심사청구일자 2015년04월09일

(71) 출원인
경희대학교 산학협력단
경기도 용인시 기흥구 덕영대로 1732 (서천동, 경희대학교 국제캠퍼스내)
(72) 발명자
조영민
경기도 용인시 수지구 용구대로2771번길 66, 201동 1101호(죽전동, 벽산2단지아파트)
권윤자
경기도 용인시 기흥구 마북로154번길 23, 101동 704호(마북동, 교동마을쌍용아파트)
김우람
경기도 안산시 상록구 선진로 75(사동)
(74) 대리인
특허법인 하나

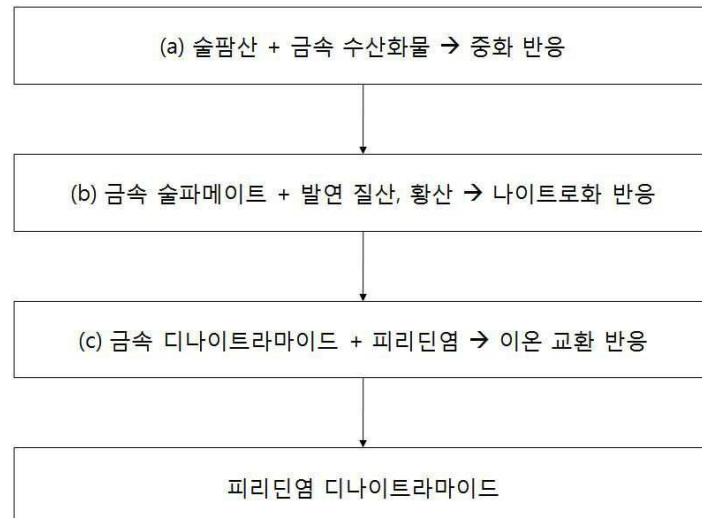
전체 청구항 수 : 총 7 항

(54) 발명의 명칭 피리딘염 디나이트라마이드의 제조방법

(57) 요약

본 발명의 일 실시예는 (a) 숯판산과 금속 수산화물을 혼합하여 반응시키는 단계; (b) 상기 (a) 단계의 생성물에 발연 질산과 황산의 혼합물을 첨가 혼합하여 반응시키는 단계; 및 (c) 상기 (b) 단계의 생성물에 피리딘염을 첨가 혼합하여 반응시키는 단계;를 포함하는 피리딘염 디나이트라마이드의 제조방법을 제공한다.

대표도 - 도1



(52) CPC특허분류
C07D 213/127 (2013.01)

명세서

청구범위

청구항 1

- (a) 숯판산과 금속 수산화물을 혼합하여 반응시키는 단계;
- (b) 상기 (a) 단계의 생성물에 발연 질산과 황산의 혼합물을 첨가 혼합하여 반응시키는 단계; 및
- (c) 상기 (b) 단계의 생성물에 피리딘염을 첨가 혼합하여 반응시키는 단계;를 포함하는 피리딘염 디나이트라마이드의 제조방법.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 (a) 단계에서 상기 금속 수산화물이 수산화 리튬, 수산화 포타슘, 수산화 소듐, 수산화 칼슘, 및 이들 중 2 이상의 혼합물로 이루어진 군으로부터 선택되는 하나인 것을 특징으로 하는, 피리딘염 디나이트라마이드의 제조방법.

청구항 3

제1항에 있어서,

상기 (b) 단계에서 상기 발연 질산과 상기 황산의 부피비가 1 : 0.1 내지 0.5인 것을 특징으로 하는, 피리딘염 디나이트라마이드의 제조방법.

청구항 4

제1항에 있어서,

상기 (b) 단계에서 반응물을 일부 분리하여 상기 반응물의 UV 흡광도가 280 내지 300nm의 파장 범위에서 최대가 되도록 하는 반응 시간을 설정하고, 설정된 상기 반응 시간 동안 반응시키는 것을 특징으로 하는, 피리딘염 디나이트라마이드의 제조방법.

청구항 5

제4항에 있어서,

상기 반응 시간이 30분 내지 60분인 것을 특징으로 하는, 피리딘염 디나이트라마이드의 제조방법.

청구항 6

제1항에 있어서,

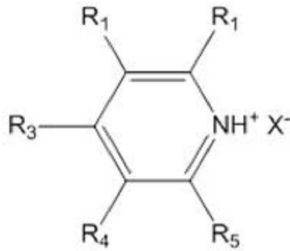
상기 (b) 단계에서 온도를 -50℃ 내지 -35℃의 범위로 조절하는 것을 특징으로 하는, 피리딘염 디나이트라마이드의 제조방법.

청구항 7

제1항에 있어서,

상기 (c) 단계에서 상기 피리딘염이 하기 화학식 1에 의해 표시되는 것을 특징으로 하는, 피리딘염 디나이트라마이드의 제조방법:

[화학식 1]



(상기 화학식 1에서, R₁~R₅는 각각 수소, 할로젠, 메톡시기, 하이드록실기, 나이트로기 또는 C1~C5의 알킬기 중 1이고, X는 할로젠이다.)

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 피리딘염 디나이트라마이드의 제조방법 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 고체 산화제는 안정성 측면에서 액체 산화제에 비해 우수한 물성을 나타내기 때문에 로켓추진제, 자동차 에어백의 주성분으로 활용되고 있다. 기존의 고체 산화제로 과염소산 암모늄, 과염소산 칼륨 등이 사용된 바 있으나, 이들과 같이 염소를 포함한 고체 산화제는 연소 시 육안으로 식별이 가능한 연기를 발생시켜 군사 작전 시 발사 위치를 노출시켜 전략적으로 불리할 뿐만 아니라, 염소 원자는 염소 산화물을 형성하여 궁극적으로 오존층 파괴의 위험성이 존재하여, 각국에서는 이를 대체할 수 있는 친환경적인 고체 산화제의 개발에 주력하게 되었다.

[0003] 이러한 대체 화합물로는, 에너지 효율 및 안정성 측면에서 우수한 물성을 나타내는 질산 암모늄 등의 질산염이 연구되어 왔다. 질산염은 비교적 에너지와 안정성 측면에서 우수한 물성을 나타내나, 수분에 대한 흡습성이 높고 온도 변화에 따른 상 변화가 나타나기 때문에 저장 안정성이 낮은 문제점이 있다.

[0004] 또한, 질산염에 비해 안정성 및 에너지 효율 측면에서 보다 우수한 물성을 나타내는 물질로 암모늄 디나이트라마이드가 제안되었으나, 이 역시 수분에 대한 흡습성 및 용해도가 높아 저장 안정성이 낮은 문제점을 가진다.

[0005] 이러한 문제점을 해결하기 위해, 암모늄 디나이트라마이드와 유사한 추력을 발생시키고, 수분에 대한 흡습성 및 용해도의 문제를 보완할 수 있는 새로운 유기염 디나이트라마이드에 대한 연구가 필요한 실정이다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0006] 본 발명은 전술한 종래기술의 문제점을 해결하기 위한 것으로, 본 발명의 목적은 암모늄 디나이트라마이드와 유사한 추력을 발생시키고, 수분에 대한 흡습성 및 용해도가 낮아 저장 안정성이 우수한 피리딘염 디나이트라마이드의 제조방법을 제공하는 것이다.

과제의 해결 수단

[0007] 상기와 같은 목적을 달성하기 위해, 본 발명의 일 측면은 (a) 술폰산과 금속 수산화물을 혼합하여 반응시키는 단계; (b) 상기 (a) 단계의 생성물에 발연 질산과 황산의 혼합물을 첨가 혼합하여 반응시키는 단계; 및 (c) 상

기 (b) 단계의 생성물에 피리딘염을 첨가 혼합하여 반응시키는 단계;를 포함하는, 피리딘염 디나이트라마이드의 제조방법을 제공한다.

[0008] 일 실시예에 있어서, 상기 (a) 단계에서 상기 금속 수산화물이 수산화 리튬, 수산화 포타슘, 수산화 소듐, 수산화 칼슘, 및 이들 중 2 이상의 혼합물로 이루어진 군으로부터 선택되는 하나일 수 있다.

[0009] 일 실시예에 있어서, 상기 (b) 단계에서 상기 발연 질산과 상기 황산의 부피비가 1 : 0.1 내지 0.5일 수 있다.

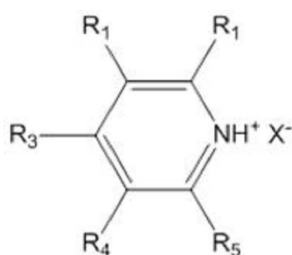
[0010] 일 실시예에 있어서, 상기 (b) 단계에서 반응물을 일부 분리하여 상기 반응물의 UV 흡광도가 280 내지 300nm의 파장 범위에서 최대가 되도록 하는 반응 시간을 설정하고, 설정된 상기 반응 시간 동안 반응시킬 수 있다.

[0011] 일 실시예에 있어서, 상기 반응 시간이 30분 내지 60분일 수 있다.

[0012] 일 실시예에 있어서, 상기 (b) 단계에서 온도를 -50℃ 내지 -35℃의 범위로 조절할 수 있다.

[0013] 일 실시예에 있어서, 상기 (c) 단계에서 상기 피리딘염이 하기 화학식 1에 의해 표시될 수 있다.

[0014] [화학식 1]



[0015]

[0016] (상기 화학식 1에서, R₁~R₅는 각각 수소, 할로젠, 메톡시기, 하이드록실기, 나이트로기 또는 C1~C5의 알킬기 중 1이고, X는 할로젠이다.)

발명의 효과

[0017] 본 발명의 일 실시예에 따른 피리딘염 디나이트라마이드의 제조방법은 중화 반응, 나이트로화 반응, 이온교환 반응을 단계적으로 수행시킴으로써, 암모늄 디나이트라마이드와 유사한 추력을 발생시키고, 저장 안정성이 우수한 대체 화합물인 피리딘염 디나이트라마이드를 제공할 수 있다.

[0018] 또한, 본 발명의 일 실시예에 따른 피리딘염 디나이트라마이드의 제조방법은 중간 생성물을 고체화하여 분리하지 않고, 수용액 상에서 직접 목적 생성물인 피리딘염 디나이트라마이드를 수득하여 시간, 비용의 측면에서 보다 경제적인 합성 경로를 통해 피리딘염 디나이트라마이드를 제조할 수 있다.

[0019] 본 발명의 효과는 상기한 효과로 한정되는 것은 아니며, 본 발명의 상세한 설명 또는 특허청구범위에 기재된 발명의 구성으로부터 추론 가능한 모든 효과를 포함하는 것으로 이해되어야 한다.

도면의 간단한 설명

[0020] 도 1은 본 발명의 일 실시예에 따른 피리딘염 디나이트라마이드의 제조방법을 도식화한 것이다.

도 2는 본 발명의 일 실시예에 따라 제조된 피리딘염 디나이트라마이드의 적외선 분광(FT-IR) 분석 결과를 나타낸 것이다.

도 3은 본 발명의 일 실시예에 따라 제조된 피리딘염 디나이트라마이드의 핵자기 공명 분광(¹H-NMR) 분석 결과를 나타낸 것이다.

도 4는 본 발명의 일 실시예에 따라 제조된 피리딘염 디나이트라마이드의 자외선-가시광선 분광(UV-Vis) 분석 결과를 나타낸 것이다.

도 5는 본 발명의 일 실시예에 따라 제조된 피리딘염 디나이트라마이드의 열분석기(DSC-TGA) 분석 결과를 나타

낸 그래프이다.

도 6은 본 발명의 일 실시예에 따라 제조된 피리딘염 디나이트라마이드의 X-선 회절(XRD) 분석 결과를 나타낸 것이다.

도 7은 본 발명의 일 실시예에 따라 제조된 피리딘염 디나이트라마이드의 주사 전자 현미경(SEM) 이미지를 나타낸 것이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

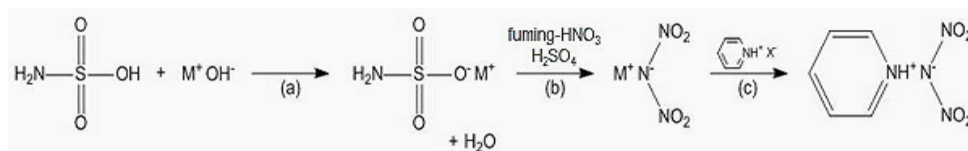
[0021] 이하에서는 첨부한 도면을 참조하여 본 발명을 설명하기로 한다. 그러나 본 발명은 여러 가지 상이한 형태로 구현될 수 있으며, 따라서 여기에서 설명하는 실시예로 한정되는 것은 아니다. 그리고 도면에서 본 발명을 명확하게 설명하기 위해서 설명과 관계없는 부분은 생략하였으며, 명세서 전체를 통하여 유사한 부분에 대해서는 유사한 도면 부호를 붙였다.

[0022] 명세서 전체에서, 어떤 부분이 다른 부분과 "연결"되어 있다고 할 때, 이는 "직접적으로 연결"되어 있는 경우뿐 아니라, 그 중간에 다른 부재를 사이에 두고 "간접적으로 연결"되어 있는 경우도 포함한다. 또한 어떤 부분이 어떤 구성요소를 "포함"한다고 할 때, 이는 특별히 반대되는 기재가 없는 한 다른 구성요소를 제외하는 것이 아니라 다른 구성요소를 더 구비할 수 있다는 것을 의미한다.

[0023] 이하 첨부된 도면을 참고하여 본 발명의 실시예를 상세히 설명하기로 한다.

[0024] 도 1을 참조하면, 본 발명의 일 실시예에 따른 피리딘염 디나이트라마이드의 제조방법이 (a) 술폰산과 금속 수산화물을 혼합하여 반응시키는 단계; (b) 상기 (a) 단계의 생성물에 발연 질산과 황산의 혼합물을 첨가 혼합하여 반응시키는 단계; 및 (c) 상기 (b) 단계의 생성물에 피리딘염을 첨가 혼합하여 반응시키는 단계;를 포함할 수 있다. 상기 (a) 내지 (c) 단계에서 수행되는 반응은 하기 반응식 1로 표시될 수 있다.

[0025] [반응식 1]



[0026]

[0027] 상기 반응식 1에서, M은 리튬, 포타슘, 소듐, 칼슘 중 1이고, X는 할로젠, 바람직하게는 염소일 수 있으나, 이에 한정되는 것은 아니다.

[0028] 상기 반응식 1에 따르면, 상기 (a) 단계에서 상기 술폰산과 상기 금속 수산화물을 혼합하면 산-염기 중화 반응이 진행될 수 있으며, 주생성물로 금속 술포메이트가 생성되고, 부생성물로 물이 생성될 수 있으므로, 상기 (a) 단계가 수용액 상에서 수행될 수 있다.

[0029] 상기 (a) 단계에서 상기 금속 수산화물이 수산화 리튬, 수산화 포타슘, 수산화 소듐, 수산화 칼슘, 및 이들 중 2 이상의 혼합물로 이루어진 군으로부터 선택되는 하나일 수 있고, 바람직하게는 수산화 소듐 또는 수산화 포타슘일 수 있으나, 이에 한정되는 것은 아니다.

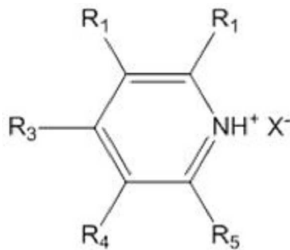
[0030] 상기 (b) 단계에서 상기 (a) 단계의 주생성물인 금속 술포메이트에 상기 발연 질산과 황산의 혼합물을 첨가 혼합하면 나이트로화 반응이 진행될 수 있으며, 금속 디나이트라마이드가 생성물로 얻어질 수 있다. 상기 (a) 단계가 수용액 상에서 수행된 경우, 상기 (b) 단계도 수용액 상에서 수행될 수 있다.

[0031] 상기 금속 디나이트라마이드를 고체화하여 분리한 후 이후의 단계를 수행하거나, 이러한 단계를 거치지 않고 수용액 상에서 바로 이후의 단계를 수행할 수 있다.

[0032] 수용액 상에서 바로 이후의 단계를 수행하는 경우, 반응의 중간 생성물을 고체화하여 분리하지 않고, 수용액 상에서 직접 목적 생성물인 피리딘염 디나이트라마이드를 수득하여 시간, 비용의 측면에서 보다 경제적으로 피리

딘염 디나이트라마이드를 제조할 수 있다.

- [0033] 일 실시예에 있어서, 상기 (b) 단계에서 상기 발연 질산과 황산의 부피비가 1 : 0.1 내지 0.5일 수 있다. 친전 자체인 나이트로늄 이온을 형성하는 반응은 가역적이기 때문에, 상기 발연 질산의 부피비 1을 기준으로, 상기 황산의 부피비가 0.1 미만이면 역반응이 진행되어 반응 효율이 저하될 수 있다. 또한, 상기 황산의 부피비가 0.5 초과이면 반응물이 잔류하거나 과다한 부생성물이 생성되는 등 반응 효율이 저하될 수 있다.
- [0034] 일 실시예에 있어서, 상기 (b) 단계에서 반응물을 일부 분리하여 상기 반응물의 UV 흡광도가 280 내지 300nm의 범위, 바람직하게는 284nm에서 최대가 되도록 하는 반응 시간을 설정하고, 설정된 상기 반응 시간 동안 반응시킬 수 있다.
- [0035] 디나이트라마이드 음이온의 특징적인 UV 흡광도가 284nm에 해당하므로, UV 흡광도가 상기 범위에서 최대가 될 때, 상기 (b) 단계의 생성물인 상기 금속 디나이트라마이드의 수율이 최대가 될 수 있다.
- [0036] 따라서, UV 흡광도가 상기 범위에서 최대가 되는 반응 시간 동안 반응을 수행시킨 후, 이후의 단계를 수행함으로써 목적 생성물인 피리딘염 디나이트라마이드의 수율을 높일 수 있다. 바람직하게는, UV 흡광도가 상기 범위에서 최대가 되는 반응 시간이 30분 내지 60분일 수 있다.
- [0037] 일 실시예에 있어서, 상기 (b) 단계에서 온도를 -50℃ 내지 -35℃의 범위, 바람직하게는 -45℃로 조절할 수 있다. 상기 온도가 -50℃ 미만이면 반응에 필요한 활성화 에너지가 충분히 공급되지 않아 반응 속도가 저하될 수 있고, -35℃ 초과이면 강산 조건의 반응액 상에서 생성물의 안정성이 저하되어 분해가 촉진되거나, 역반응이 진행되어 반응 효율이 저하될 수 있다.
- [0038] 상기 (c) 단계에서 상기 (b) 단계의 생성물인 금속 디나이트라마이드에 상기 피리딘염을 첨가 혼합하면 이온교환 반응이 진행될 수 있으며, 피리딘염 디나이트라마이드가 생성물로 얻어질 수 있다.
- [0039] 구체적으로, 상기 (c) 단계에서 상기 피리딘염이 하기 화학식 1에 의해 표시될 수 있으나, 이에 한정되는 것은 아니다.
- [0040] [화학식 1]



- [0041]
- [0042] 상기 화학식 1에서, R₁~R₅는 각각 수소, 할로젠, 메톡시기, 하이드록실기, 나이트로기 또는 C1~C5의 알킬기 중 1 이고, X는 할로젠, 바람직하게는 염소일 수 있으나, 이에 한정되는 것은 아니다.
- [0043] 상기 (a) 내지 (c) 단계를 수행시키는 경우에 있어서, 각 단계마다 산성을 띠는 물질이 존재하여 반응계가 산성을 띌 수 있기 때문에, 각 단계의 중간 과정마다 반응에 영향을 미치지 않는 범위에서 염기성 물질을 첨가하여 중화 반응을 거친 후 이후의 단계를 수행할 수 있다. 바람직하게는, 반응 물질과 동일한 금속 수산화물을 사용하여 중화 반응을 수행하여 부생성물을 최소화할 수 있다.
- [0044] 상기 (c) 단계에서 이온교환 반응이 종결된 후 감압 농축법, 용매 추출법 등을 추가적으로 수행하여 부생성물을 제거하고, 고체 상의 피리딘염 디나이트라마이드를 분리하는 단계가 수행될 수 있다. 상기 용매 추출법은 유기 용매를 사용하여 수행될 수 있으며, 바람직하게는 아세톤, 아세테이트, 알코올, 에테르, 및 이들 중 2 이상의 혼합물로 이루어진 군으로부터 선택되는 하나를 사용하여 수행될 수 있으며, 더욱 바람직하게는 에틸 아세테이트, 2-프로판올, 석유 에테르로 이루어진 군으로부터 선택되는 하나를 사용하여 수행될 수 있다.
- [0045] 또한, 상기 (b) 단계가 수행되어 금속 디나이트라마이드를 생성시킨 후, 암모늄염, 바람직하게는 황산 암모늄을 상기 (b) 단계의 생성물에 첨가 혼합하여 반응시킨 후에 상기 (c) 단계를 수행시킬 수 있다.
- [0046] 상기 암모늄염을 상기 (b) 단계와 상기 (c) 단계의 중간 단계에서 첨가 혼합하여 반응시키는 경우, 이온교환 반응을 통해 암모늄 디나이트라마이드가 중간 생성물로 수득될 수 있고, 이를 고체 상의 결정 형태로 분리하고 중

류수에 용해시킨 후, 상기 (c) 단계를 수행시킴으로써 상기 암모늄 디나이트라마이드와 피리딘염 간의 이온교환 반응이 진행되어 최종적으로 피리딘염 디나이트라마이드가 생성될 수 있다.

[0047] 도 7을 참조하면, 본 발명의 일 실시예에 따라 제조된 고체 상의 피리딘염 디나이트라마이드 니들(needle) 형상의 결정성을 나타내고, 크기는 $20\mu\text{m}$ 내지 $100\mu\text{m}$ 의 분포를 가질 수 있다.

[0048] 이하, 본 발명의 실시예에 관하여 상세히 설명하기로 한다.

[0049] 실시예 1

[0050] 500ml, 2N-플라스크에 발연 질산(45ml, 98%)과 황산(16ml, 95%)이 혼합된 수용액을 가하고, 소듐 술파메이트(16g)를 0.5g씩 고체 상태로 서서히 가하면서 40분 동안 -45°C 의 온도에서 교반하였다. 이후, 10°C 의 물(150g)과 얼음(150g)을 가하고, 즉시 수산화 포타슘 수용액으로 pH 7.5로 중화하였다. 반응액을 진공 증발기(vacuum evaporator)를 이용하여 농축한 후, 아세톤(50ml)을 가하여 용해되지 않은 고체 화합물을 제거하고, 다시 반응물을 농축한 후, 피리딘-염산 염(9g)을 물(20ml)에 용해시킨 수용액을 가하면서 상온에서 30분 동안 교반하였다. 고체화된 농축액에 아세톤(50ml)을 가하여 부생성물을 고체로 석출시켜 여과하였다. 여과액은 진공 증발기로 농축하고, 에틸 아세테이트(50ml)를 가하여 최종 생성물을 고체로 석출시킨 후, 건조하여 피리딘염 디나이트라마이드 13g(전체 수율 52%)을 수득하였다.

[0051] 비교예 1

[0052] 200ml, 2N-플라스크에 발연 질산(22.5ml, 98%)과 황산(8ml, 95%)이 혼합된 수용액을 가하고, 포타슘 술파메이트(8.5g)를 0.5g씩 고체 상태로 서서히 가하면서 40분 동안 -45°C 의 온도에서 교반하였다. 이후, 10°C 의 물(75g)과 얼음(75g)을 가하고, 즉시 수산화 포타슘 수용액으로 pH 7.5로 중화하였다. 반응액을 진공 증발기(vacuum evaporator)를 이용하여 농축한 후, 아세톤(50ml)을 가하여 합성된 고체를 여과하고, 다시 여과액을 농축한 후, 2-프로판올(50ml)을 가하여 고체 상의 포타슘 디나이트라마이드 4.4g(수율 48%)을 수득하였다.

[0053] 수득한 포타슘 디나이트라마이드(4.4g)와 황산 암모늄(4g)을 각각 증류수(10ml)에 용해시킨 후 혼합하여 30분 동안 교반하였다. 이후, 2-프로판올(50ml)을 가하여 부생성물을 고체로 석출시키고 여과하였다. 여과액을 진공 증발기로 농축하고, 2-프로판올(20ml)과 석유 에테르(20ml)를 가하여 고체 상의 암모늄 디나이트라마이드 3.3g(전체 수율 42%)을 수득하였다.

[0054] 실험예 1 : 고체 산화물의 종류에 및 합성 방법에 따른 충격민감도 측정

[0055] 상기 실시예 1 및 비교예 1에 따라 제조된 고체 산화제를 각각 STNAG 4489 방법에 따라 BAM fall-hammer를 이용하여 충격 민감도를 측정하였고, 그 결과를 하기 표 1에 나타내었다.

표 1

	실시예 1	비교예 1
충격 민감도	4J	4J

[0057] 상기 표 1을 참조하면, 반응 발생 확률이 50%인 높이 에너지를 go-nogo method로 측정한 결과, 모두 4J의 값을 가지는 것으로 확인되었으며, 이는 기존에 보고된 암모늄 디나이트라마이드의 충격 민감도와 같은 값을 나타내는 것으로 확인되었다. 따라서, 본 발명의 일 실시예에 따라 제조된 피리딘염 디나이트라마이드가 에너지 발생에 있어서 기존의 암모늄 디나이트라마이드와 유사한 성능을 나타낼 것으로 분석된다.

[0058] 실험예 2 : 적외선 분광(FT-IR) 분석에 따른 합성 물질의 구조 분석

- [0059] 상기 실시예 1에 따라 제조된 물질(5mg)을 ATR 방법으로 diamond window에 올린 후, 압력을 가하면서 400~4000 cm^{-1} 범위에서 적외선 분광도(FT-IR) 분석을 실시하였고, 그 결과를 도 2에 나타내었다.
- [0060] 도 2를 참조하면, 3101, 3024, 2804, 1525, 1537, 1480, 1450, 1396, 1189, 1155, 1003, 744, 675cm^{-1} 에서 신호가 나타나며, 이는 피리딘염 디나이트라마이드의 특징적인 피크(peak)에 해당하는 것으로, 실시예 1에 따라 피리딘염 디나이트라마이드가 제조되었음을 확인하였다.
- [0061] 실험예 3 : 핵 자기 공명 분광($^1\text{H-NMR}$) 분석에 따른 합성 물질의 구조 분석
- [0062] 상기 실시예 1에 따라 제조된 물질을 DMSO- d_6 에 용해시킨 후, Varian 400M-NMR(Inova AS400)을 이용하여 핵 자기 공명 분광도($^1\text{H-NMR}$) 분석을 실시하였고, 그 결과를 도 3에 나타내었다.
- [0063] 도 3을 참조하면, 실시예 1에 따라 제조된 물질은 8 ppm 부근에서 aromatic proton이 ortho, meta, para 위치에서 각각 2개, 2개, 1개의 신호가 확인되었다. 이를 통해 실시예 1에 따라 제조된 물질은 피리딘 구조를 포함하는 물질임을 확인하였다.
- [0064] 실험예 4 : 자외선-가시광선 분광(UV-Vis) 분석에 따른 합성 물질의 구조 분석
- [0065] 상기 실시예 1에 따라 제조된 물질(3mg, $1.6 \times 10^{-5}\text{M}$)을 CRAY 300 Bio(Vaian)을 통해 적외선-가시광선 분광도(UV-Vis) 분석을 실시하여 흡광도를 측정하였고, 그 결과를 도 4에 나타내었다.
- [0066] 도 4를 참조하면, 실시예 1에 따라 제조된 물질은 디나이트라마이드 음이온의 고유한 흡광도 피크(peak)인 λ 284nm 및 피리딘의 고유한 흡광도 피크인 λ 257nm, 263nm에서 신호가 확인되었다. 이를 통해 실시예 1에 따라 피리딘염 디나이트라마이드가 제조되었음을 확인하였다.
- [0067] 실험예 5 : 열 분석기(DSC-TGA) 분석에 따른 합성 물질의 열적 특성 분석
- [0068] 상기 실시예 1에 따라 제조된 피리딘염 디나이트라마이드를 온도 상승 조건과 질소의 유속을 각각 $5^\circ\text{C}/\text{min}$ 와 $\text{N}_2=30\text{ml}/\text{min}$ 으로 하여 DSC-TGA 분석(SDT Q600)을 실시하였고, 그 결과를 도 5에 나타내었다.
- [0069] 도 5의 DSC 그래프를 참조하면, 실시예 1에 따라 제조된 피리딘염 디나이트라마이드는 흡열 최저 온도가 77.3°C , 발열 최고 온도가 146.6°C 의 값을 나타내는 것으로 확인되었다. 따라서, 상기 실시예 1에 따라 제조된 피리딘염 디나이트라마이드는 77.34°C 에서 용해를 비롯한 상변화가 발생하고, 약 130°C 에 이르게 되면서 분해가 시작되며, 172°C 에서 종료되는 것으로 분석되었다.
- [0070] 또한, 도 5의 TGA 그래프를 참조하면, 실시예 1에 따라 제조된 피리딘염 디나이트라마이드는 한 단계 분해 과정으로 균일하게 완전 연소되는 것으로 분석되었다.
- [0071] 실험예 6 : X-선 회절(XRD) 분석에 따른 합성 물질의 결정 분석
- [0072] 상기 실시예 1에 따라 제조된 피리딘염 디나이트라마이드를 X-선 회절 분석기(D8 Advance, Bruker)를 이용하여 각각의 입자 패턴을 확인하였고, 그 결과를 도 6에 나타내었다.
- [0073] 도 6을 참조하면, 실시예 1에 따라 제조된 피리딘염 디나이트라마이드는 2θ 10.42, 7.36, 6.56, 5.18, 4.51, 4.06, 3.17, 3.13, 2.92, 2.58, 2.40의 값이 특징적으로 확인되었다. 이를 통해 실시예 1에 따라 피리딘염 디나이트라마이드가 제조되었음을 확인하였고, 피리딘염의 양이온과 디나이트라마이드 음이온의 화학적 결합이 안정적으로 이루어졌음을 확인하였다.
- [0074] 진술한 본 발명의 설명은 예시를 위한 것이며, 본 발명이 속하는 기술분야의 통상의 지식을 가진 자는 본 발명의 기술적 사상이나 필수적인 특징을 변경하지 않고서 다른 구체적인 형태로 쉽게 변형이 가능하다는 것을 이해

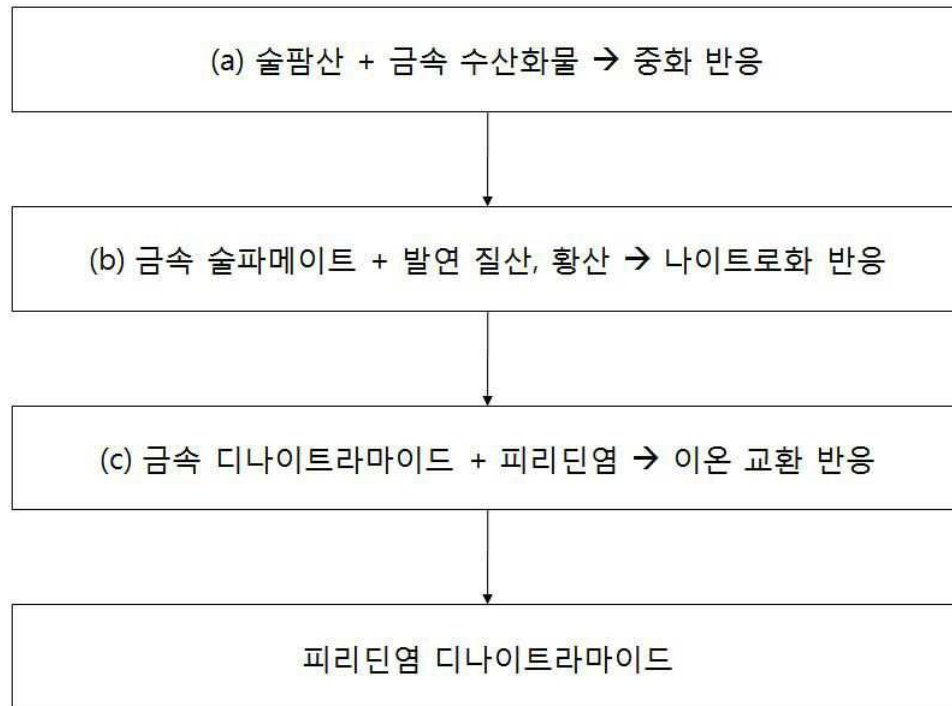
할 수 있을 것이다. 그러므로 이상에서 기술한 실시예들은 모든 면에서 예시적인 것이며 한정적이 아닌 것으로 이해해야만 한다. 예를 들어, 단일형으로 설명되어 있는 각 구성 요소는 분산되어 실시될 수도 있으며, 마찬가지로 분산된 것으로 설명되어 있는 구성 요소들도 결합된 형태로 실시될 수 있다.

[0075]

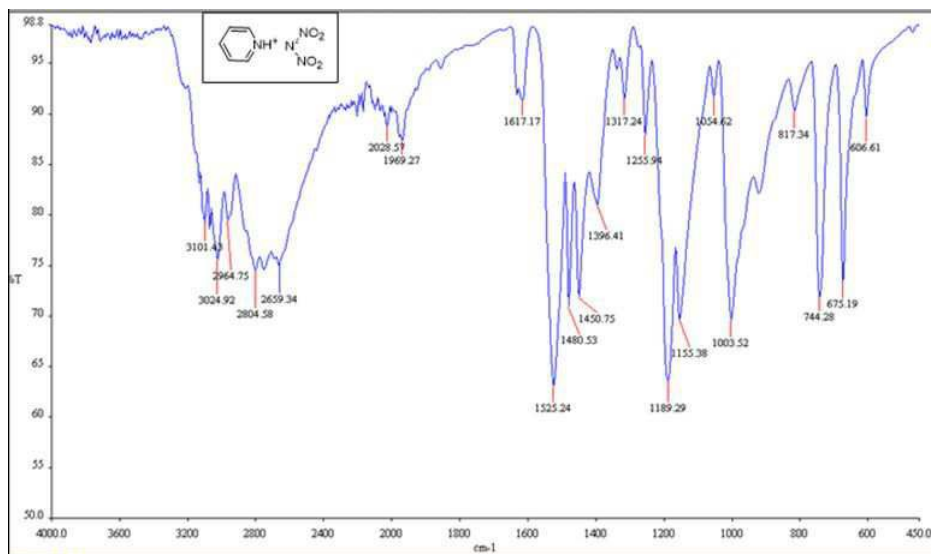
본 발명의 범위는 후술하는 특허청구범위에 의하여 나타내어지며, 특허청구범위의 의미 및 범위 그리고 그 균등 개념으로부터 도출되는 모든 변경 또는 변형된 형태가 본 발명의 범위에 포함되는 것으로 해석되어야 한다.

도면

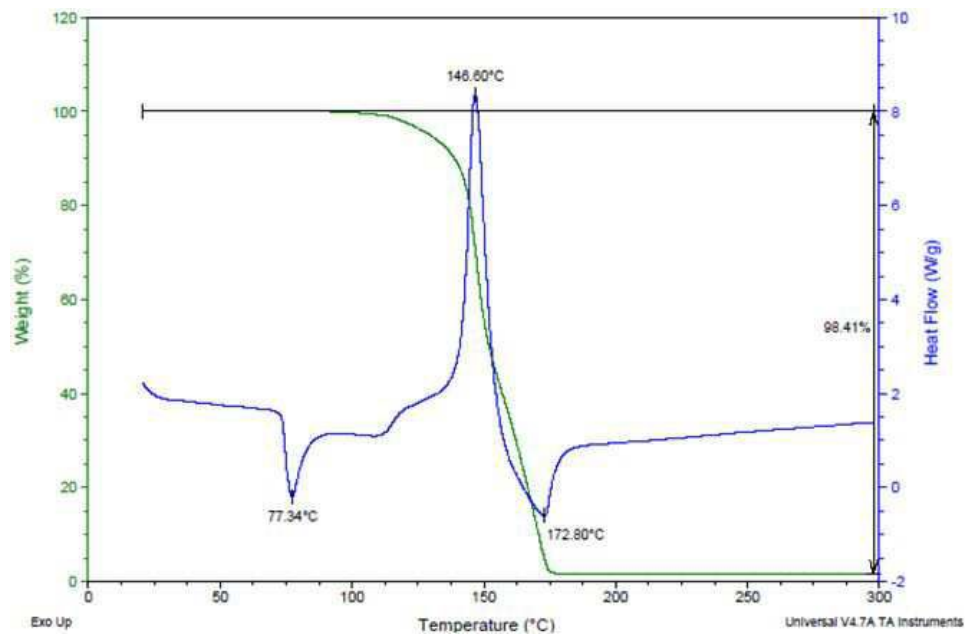
도면1



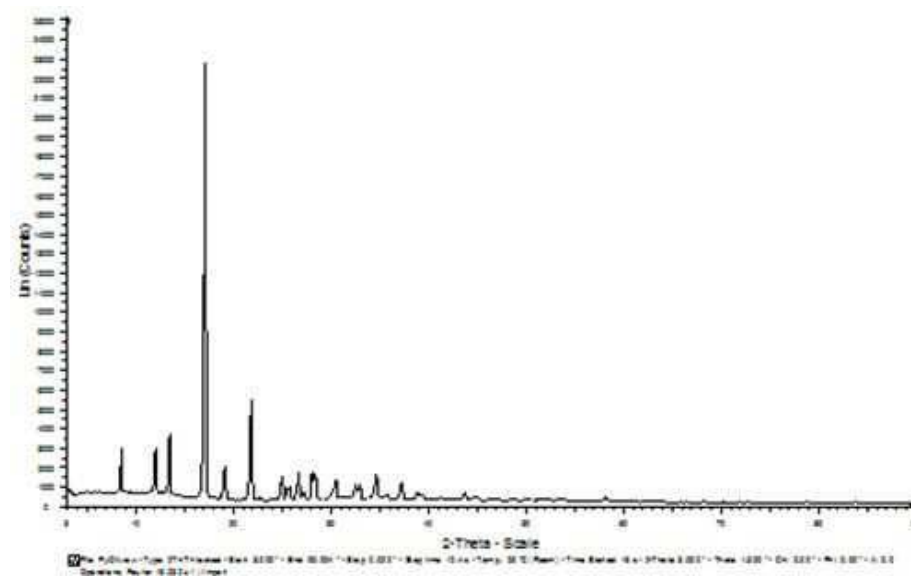
도면2



도면5



도면6



도면7

