(19)대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(51) 。Int. Cl.
C07D 241/18 (2006.01)

(11) 공개번호 10-2007-0023351
(43) 공개일자 2007년02월28일

(21) 출원번호 10-2005-0077856
(22) 출원일자 2005년08월24일
심사청구일자 없음

(71) 출원인 이화여자대학교 산학협력단
서울 서대문구 대현동 11-1 이화여자대학교내

(72) 발명자 김영석
서울시 마포구 상암동 월드컵2단지 아파트 207동 705호
한승진
서울시 서대문구 연희2동 100-15번지 브라운 힐 308호

(74) 대리인 김석현
이희숙

전체 청구항 수 : 총 7 항

(54) 타우린과 환원당을 이용한 2-메톡시-5(또는 6)-메틸피라진의 제조방법

(57) 요약

본 발명은 타우린과 환원당을 이용한 2-메톡시-5(또는 6)-메틸 피라진의 제조방법에 관한 것으로서 보다 상세하게는 타우린과 환원당의 혼합물을 가열하여 반응시키는 것를 포함하는 2-메톡시-5(또는 6)-메틸 피라진의 제조방법에 관한 것이다.

본 발명에 따른 제조방법은 2-메톡시-5(또는 6)-메틸 피라진이 효율적이고, 다량으로 제조되는 효과를 갖는다. 따라서 본 발명의 제조방법은 2-메톡시-5(또는 6)-메틸 피라진의 제조에 유용하게 사용할 수 있다.

대표도

도 3a

특허청구의 범위

청구항 1.

타우린(taurin)과 환원당을 가열하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 2-메톡시-5(또는 6)-메틸 피라진의 제조방법.

청구항 2.

제1항에 있어서, 펜탄, 헥산, 데칸(decane), 트리메틸펜탄, 시클로펜탄, 시클로헥산, 1-펜텐, 디이소부틸렌, 자일렌, 디클로로메탄, 1,2-디클로로에탄, 1-클로로부탄, 1-클로로펜탄, 1-클로로프로판, 2-클로로프로판, 브로모에탄, 메탄올, 에탄올, 1-프로판올, 2-프로판올, 1-펜탄올, 2-부톡시에탄올, 벤젠, 톨루엔, 클로로벤젠, 에테르, 에틸에테르, 디에틸에테르, 디이소프로필에테르, 클로로포름, 메틸 아세테이트, 에틸 아세테이트, 아세톤, 사염화탄소, 이황화탄소(carbon disulfide), 디에틸설피드(diethyl sulfide), 4-메틸-2-프로파논, 테트라히드로퓨란, 2-부타논, 1-니트로프로판, 1,4-디옥산(dioxane), 디메틸설폭시드, 아닐린, 디에틸아민, 아세토니트릴, 피리딘, 에틸렌 글리콜로 이루어진 군에서 선택된 용매를 가하여 추출하는 단계 및 상기 용매 추출물에서 2-메톡시-5(또는 6)-메틸 피라진을 분리하는 단계를 추가로 포함하는 것을 특징으로 하는 제조방법.

청구항 3.

제1항 또는 제2항에 있어서, 상기 환원당은 과당(fructose), 자일로스(xylose), 포도당(glucose), 젖당(lactose), 갈락토스(galactose), 아라비노스(arabinose), 맥아당(maltose) 및 자당(sucrose)으로 이루어진 군에서 선택된 것임을 특징으로 하는 제조방법.

청구항 4.

제1항 또는 제2항에 있어서, 상기 가열단계는 150℃ 내지 200℃에서 이루어지는 것을 특징으로 하는 제조방법.

청구항 5.

제4항에 있어서, 상기 가열단계는 180℃에서 이루어지는 것을 특징으로 하는 제조방법.

청구항 6.

제1항 또는 제2항에 있어서, 상기 가열단계는 pH 2 내지 pH 11에서 이루어 지는 것을 특징으로 하는 제조방법.

청구항 7.

제6항에 있어서, 상기 가열단계는 pH 7에서 이루어지는 것을 특징으로 하는 제조방법.

명세서

발명의 상세한 설명

발명의 목적

발명이 속하는 기술 및 그 분야의 종래기술

본 발명은 타우린과 환원당을 이용한 2-메톡시-5(또는 6)-메틸 피라진의 제조방법에 관한 것으로서 보다 상세하게는 타우린과 환원당을 가열하여 반응시키는 것를 포함하는 2-메톡시-5(또는 6)-메틸 피라진의 제조방법에 관한 것이다.

향료는 화장품, 식료품 등의 생활용품에 향기를 가하기 위해 첨가하는 유기물질로 그 유래에 따라 천연물질로부터 얻는 천연향료와 화학반응을 통해 합성하는 합성향료로 크게 나뉘며, 그 용도에 따라서는 식품용으로 사용되는 식품향료(flavor)와 식품용으로 사용되지 않는 향장품향료(香粧品香料, fragrance)로 나뉜다.

그 중, 메톡시 메틸 피라진은 피라진 유도체의 일종으로 헤이즐넛(hazelnut), 아몬드, 땅콩과 유사한 향을 가지는 물질로서 식품 및 음료에 견과류와 유사한 향을 부여하거나 커피향을 증진시키는 향료로 이용되는 물질이다.

메톡시 메틸 피라진의 생산은 주로 메틸 피라진을 이용하여 화학적으로 합성하는 방법이 이용되고 있는데(Nakel et. al., *J. Agric. Food Chem.*, 20: 682 - 684, 1972) 이러한 방법으로는 이성질체의 생성을 막기 어려워서, 현재 시판되고 있는 메톡시 메틸 피라진은 이성질체의 혼합물인 실정이다.

한편, 메일라드(Maillard) 반응은 아미노산, 아민, 펩티드, 단백질 등이 환원당, 알데히드, 케톤 등의 환원성 물질과 일련의 화학반응을 거쳐 최종적으로 갈색 색소인 멜라노이딘(melanoidine)을 형성하는 것으로 비효소적 갈색화 반응(nonenzymatic browning reaction)중 대표적인 것이다.

일반적으로 대부분의 식품은 그 자체 내에 카보닐(carbonyl) 화합물인 당류와 아미노기를 가진 단백질 등을 함유하고 있다. 따라서 메일라드 반응은 많은 식품에서 흔히 관찰되며, 식품을 갈색으로 변하게 하여 품질 저하를 가져오는 단점도 있으나, 대부분의 가열 처리된 식품들, 즉, 빵, 시리얼 제품, 구운 땅콩, 볶은 커피에서의 향미성분은 주로 메일라드 반응에 의해 생성된다(Hwang et al., *J. Agric. Food Chem.*, 43: 179 - 184, 1995).

메일라드 반응을 통해 생성되는 휘발성 향미 성분들의 생성은 아미노산의 종류, 당의 종류, 반응 온도, 반응 시간, pH 및 수분활성과 같은 여러 요인에 의해 영향을 받는 것으로 알려져 있다. 휘발성 향미 성분 중 질소 함유 헤테로시클릭 화합물은 아미노산의 질소로부터 화합물 내의 질소가 유래되기 때문에 생성되는 향미성분의 종류와 양은 아미노산의 영향을 받게 된다 (Hwang et al., *J. Agric. Food Chem.*, 43: 179-184, 1995).

타우린(Taurine; 2-Aminoethanesulfonic acid)은 분자 내에 아민기와 설폰산기를 함유하고 있는 아미노산과 유사한 물질로 아미노산과 같이 자연계에서 주로 쌍극이온 (zwitter-ions)으로 존재한다(Park et al., *J. Korean. Soc. Food Sci. Nutr.*, 27: 801 - 807, 1998).

타우린은 반응성이 강한 설폰산기와 아미노기를 가지고 있어 가열 반응 시 식품 내 다른 성분들과 상호작용하여 향미성분의 생성에 관여할 수 있다고 생각되나, 타우린을 주재료로 하여 환원당과 반응시켜 생성되는 향미성분들에 대한 연구는 거의 진행되지 않았다.

이에 본 발명자들은 타우린을 메일라드 반응의 질소공여체로 하여 생성되는 화합물에 대해 연구하던 중, 메톡시 메틸 피라진의 특정 이성질체인 2-메톡시-5(또는 6)-메틸 피라진이 다량으로 생성된다는 것을 알아내고, 반응 온도와 반응 pH에 따른 2-메톡시-5(또는 6)-메틸 피라진의 생성량을 조사하여 환원당과 타우린을 이용한 2-메톡시-5(또는 6)-메틸 피라진의 제조방법을 개발함으로써 본 발명을 완성하였다.

발명이 이루고자 하는 기술적 과제

따라서, 본 발명의 목적은 타우린과 환원당을 이용한 2-메톡시-5(또는 6)-메틸 피라진의 제조방법을 제공하는 것이다.

발명의 구성

상기와 같은 목적을 달성하기 위하여, 본 발명은 타우린과 환원당을 이용한 2-메톡시-5(또는 6)-메틸 피라진의 제조방법을 제공한다.

보다 구체적으로는 타우린과 환원당을 가열하여 반응시키는 것을 포함하는 2-메톡시-5(또는 6)-메틸 피라진의 제조방법을 제공한다.

이하 본 발명의 내용을 보다 상세히 설명하기로 한다.

본원발명의 2-메톡시-5(또는 6)-메틸 피라진은 종래 다른 아미노산들과 환원당의 가열반응에서 합성된다고 알려져 있지 않았던 물질이다. 타우린 및 환원당의 혼합물을 가열하는 경우 2-메톡시-5(또는 6)-메틸 피라진은 도 1와 같은 과정을 통해 합성될 것으로 생각된다. 이를 상세히 설명하면, 메일라드 반응에서 환원당(도 1에서는 과당)을 가열하면 생성되는 디

카보닐(dicarbonyl) 그룹과 타우린이 반응하여 스트렉커(Strecker) 분해반응을 통해 아미노 케톤이 형성되며 아미노 케톤 두 분자가 탈수축합되어 메틸피라진이 만들어 진다. 한편, 타우린과 과당이 반응하여 아세트산이 만들어지는데, 이렇게 만들어진 아세트산과 메틸피라진이 반응하여 2-메톡시-5(또는 6)-메틸 피라진이 합성될 것으로 생각된다.

따라서, 타우린의 아민기와 설폰산기가 반응에 참여하는 것이므로 상기 반응기작에 부합하는 한 타우린의 유도체도 상기 과정을 통해서 2-메톡시-5(또는 6)-메틸 피라진 합성에 관여할 수 있다.

환원당은 단당류 또는 이당류 중 알데히드기(R-CHO) 또는 케톤기(R-CO-R')를 가지는 것으로 환원성이 있는 당의 총칭으로서, 메일라드 반응은 환원당의 환원성이 이용되므로, 본원발명에서의 환원당은 모든 환원당 또는 가열시 환원당이 생성되는 당이 사용될 수 있으며, 구체적으로는 포도당(glucose), 과당(fructose), 젖당(lactose), 자일로스(xylose), 아라비노스(arabinose), 갈락토스(galactose), 맥아당(maltose) 및 가열시 환원당을 생성하는 자당(sucrose)이 사용될 수 있다.

상기 반응은 150℃ 내지 200℃에서 수행되는 것이 바람직하다. 150℃이하에서는 반응에너지가 충분치 않아 메일라드 반응이 잘 일어나지 않으며, 200℃이상에서는 생성물의 중합반응이 활발하여 멜라노이딘이 많이 생성되므로 2-메톡시-5(또는 6)-메틸 피라진의 수율이 떨어진다.

또한, 상기 반응은 pH 2 내지 pH 11에서 수행되는 것이 바람직하다. 보다 바람직하게는 pH 7에서 수행된다. pH 2 이하에서는 2-메톡시-5(또는 6)-메틸 피라진이 잘 생성되지 않고, 황함유 화합물 및 산소함유 화합물이 주로 생성되며, pH 11 이상에서는 2-메톡시-5(또는 6)-메틸 피라진이 잘 생성되지 않고, 다른 질소함유 화합물이 주로 생성된다.

2-메톡시-5(또는 6)-메틸 피라진을 용이하게 분리하기 위해, 생성된 2-메톡시-5(또는 6)-메틸 피라진을 유기용매로 추출하는 과정을 추가로 포함할 수 있다. 유기용매는 2-메톡시-5(또는 6)-메틸 피라진이 용해될 수 있는 것이면 제한없이 사용될 수 있으며, 바람직하게는 펜탄, 헥산, 데칸(decane), 트리메틸펜탄, 시클로펜탄, 시클로헥산, 1-펜텐, 디이소부틸렌, 자일렌, 디클로로메탄, 1,2-디클로로에탄, 1-클로로부탄, 1-클로로펜탄, 1-클로로프로판, 2-클로로프로판, 브로모에탄, 메탄올, 에탄올, 1-프로판올, 2-프로판올, 1-펜탄올, 2-부톡시에탄올, 벤젠, 톨루엔, 클로로벤젠, 에테르, 에틸에테르, 디에틸에테르, 디이소프로필에테르, 클로로포름, 메틸 아세테이트, 에틸 아세테이트, 아세톤, 사염화탄소, 이황화탄소(carbon disulfide), 디에틸설피드(diethyl sulfide), 4-메틸-2-프로파논, 테트라히드로퓨란, 2-부타논, 1-니트로프로판, 1,4-디옥산(dioxane), 디메틸설폭시드, 아닐린, 디에틸아민, 아세토니트릴, 피리딘, 에틸렌 글리콜이 사용될 수 있다.

2-메톡시-5(또는 6)-메틸 피라진의 분리는 발명이 속하는 기술분야에서 일반적으로 공지된 유기화합물 분리방법이 사용될 수 있다. 바람직하게는 분별증류법, 크로마토그래피법이 사용될 수 있다.

본 발명의 일실시예에서는 타우린과 과당, 자일로스 또는 포도당의 환원당을 가열하여 2-메톡시-5(또는 6)-메틸 피라진을 제조하였다. 그 결과, 과당, 자일로스 및 포도당을 사용하는 경우 모두 2-메톡시-5(또는 6)-메틸 피라진이 생성되었으며, 환원당으로써 자일로스를 사용하는 경우 2-메톡시-5(또는 6)-메틸 피라진이 가장 많이 생성되었고, 과당을 사용하는 경우 가장 높은 순도로 생성되었다.

한편, 본 발명의 다른 실시예에서는 반응온도의 변화에 따른 2-메톡시-5(또는 6)-메틸 피라진의 생성을 확인하였다. 그 결과 포도당을 제외하고는 150℃에서부터 2-메톡시-5(또는 6)-메틸 피라진이 생성되었고, 과당, 자일로스 및 포도당 모두 180℃에서 2-메톡시-5(또는 6)-메틸 피라진이 많이 생성되었다.

한편, 본 발명의 또 다른 실시예에서는 반응 pH의 변화에 따른 2-메톡시-5(또는 6)-메틸 피라진의 생성을 확인하였다. 그 결과 과당, 자일로스 및 포도당을 사용한 경우 모두 pH 3, pH 7 및 pH 10에서 2-메톡시-5(또는 6)-메틸 피라진이 생성되었으며 상기 환원당 모두 pH 7에서 가장 많이 생성되었다.

따라서, 본 발명은 타우린과 환원당을 이용한 2-메톡시-5(또는 6)-메틸 피라진의 제조방법을 제공한다. 본 발명을 이용하면, 2-메톡시-5(또는 6)-메틸 피라진의 이성질체 중 일부의 이성질체만을 효율적이고 다량으로 합성할 수 있으며, 본 발명은 식품 산업 등 다양한 분야에서 향료의 일종인 2-메톡시-5(또는 6)-메틸 피라진의 합성에 유용하게 사용할 수 있다.

이하. 본 발명을 실시예에 의해 상세히 설명한다.

단, 하기 실시예는 본 발명을 예시하는 것일 뿐, 본 발명의 내용이 하기 실시예에 한정되는 것은 아니다.

<실시예 1>

2-메톡시-5(또는 6)-메틸 피라진의 제조

타우린(시그마-알드리지, MO, USA) 0.25M 수용액 및 D-과당(시그마-알드리지, MO, USA) 0.05M 수용액을 각각 50ml씩을 비이커에 넣고 400rpm에서 1분간 교반(stirring)하여 혼합하였다.

상기 혼합액을 스테인리스 실린더에 넣고 180℃로 예열된 열풍건조기(EYELA NDO-600SD, Rikakikai Co. Ltd, Tokyo, Japan)에서 2시간 반응시킨 후 바로 흐르는 수돗물에 담가 실온으로 냉각시켰다.

반응 산물에서 휘발성 성분의 추출을 위해 용매 추출법(Ray Marsili, *Flavor, Flagrance and Odor Analysis*, pp. 1 - 24, Macel Dekker. Inc., 2002)을 사용하였다. 그 세부 과정은 다음과 같다. 펜탄(피셔 사이언티픽, NJ, USA)에 메틸 라우레이트(시그마-알드리지, MO, USA) 100ppm(w/v) 용액을 섞은 내부표준물질(I.S., internal standard) 0.05ml를 반응 용액 50ml에 첨가한 후 재증류된 펜탄 50ml를 넣고 400rpm으로 교반하면서 20분간 용매 추출을 하였다. 이를 분액깔대기(separatory funnel)로 용매층과 수분층으로 분획한 후 수분층에 재증류된 펜탄 50ml를 다시 첨가한 후 동일한 방법으로 재 추출하고 분액깔대기로 다시 용매층을 분획하였다. 상기 용매층을 합하여 얻어진 용매추출물(100ml)에 남아있는 당 및 기타 수용성 성분들을 제거하기 위하여 3차 증류수 50ml씩을 넣고 두번 세척하였다. 여분의 수분을 황산나트륨(시그마-알드리지, MO, USA)으로 제거한 후, 질소 가스를 가하면서 용액의 부피가 0.1ml이 되도록 농축하여 분석 및 정량을 위한 시료로 사용하였다. 각 실험은 3회씩 반복하여 각각 하기와 같은 방법으로 분석하였다.

상기 시료의 성분을 분석하기 위해, 가스 크로마토그래프(HP 5890(Ⅱ), Hewlett Packard, PA, USA)에 연결된 질량 검출기(mass selective detector; Hewlett Packard, PA, USA)에 DB-5 ms 융합 실리카 GC 모세관 컬럼(DB-5 ms fused silica GC capillary column; 30 m 길이 X 0.25 mm 내경, 0.25 μm 필름두께; J & W Scientific, CA, USA)을 장착하여 사용하였다. 운반체 가스(carrier gas)는 헬륨 (He)이 사용되었고, 0.8 mL/min의 속도로 주입되었다. 질량 스펙트럼은 70eV에서 전자 이온화 (electron ionization, EI) 방식에 의해 얻어졌다. 추출된 시료는 1L를 1:10 분할 모드(split mode)에서 주사기를 사용하여 주입하였다. GC 오븐의 온도는 40℃에서 5분간 유지시킨 뒤 200℃까지 4℃/min로 증가시켰으며, 200℃에서 10분간 유지시켜 총 55분의 시간이 소요되었다. 주입부와 검출기의 온도는 각각 200℃와 250℃였다.

분리된 화합물을 동정하기 위하여 질량 스펙트럼 결과와 리텐션 인덱스(retention index, RI)를 이용하였다. 질량 스펙트럼 결과는 컴퓨터상 라이브러리(on-computer library, Hewlett-Packard Co., CA, USA)와 수동해석(manual interpretation)으로 동정하였다. RI는 *n*-파라핀 C7-C22를 각 성분들의 외부표준물질로 사용하여 2-메톡시-5(또는 6)-메틸 피라진의 GC/MS 머무름 시간을 비교하여 구하였다 (Majlat et. al., *J. Chromatogr.*, 91: 89 - 109, 1974).

그 결과, 메톡시 메틸 피라진이 다량을 생성되었음을 확인할 수 있었다. 특히 도 2에 나타낸 바와 같은 생성물의 질량 스펙트럼을 이용하여 분석한 결과, 메톡시 메틸 피라진의 이성질체 중 2-메톡시-3-메틸 피라진은 생성되지 않았고, 2-메톡시-5(또는 6)-메틸 피라진만이 생성되었음을 알 수 있었다.

동정된 2-메톡시-5(또는 6)-메틸 피라진의 정량은 메틸 라우레이트의 GC/MS 피크(peak) 영역에 대한 상대적인 피크 영역으로 구하였다(2-메톡시-5(또는 6)-메틸 피라진의 피크의 영역 / 메틸 라우레이트의 피크의 영역 X 100). 메틸 라우레이트의 GC/MS 피크는 도면에서 I.S.(internal standard)로 표시하였다.

또한, D-과당 대신에 D-자일로스(시그마-알드리지, MO, USA) 또는 D-포도당(시그마-알드리지, MO, USA)을 이용하여 상기 방법과 동일한 방법으로 2-메톡시-5(또는 6)-메틸 피라진을 각각 제조하였다.

각각의 환원당에 대해서 생성된 화합물에 대한 GC/MS 이온 크로마토그래피 결과는 도 3a, 도 3b 및 도 3c에 나타낸 바와 같으며, 제조된 2-메톡시-5(또는 6)-메틸 피라진을 분석하여 정량한 결과는 하기 표 1과 같다.

[표 1]

	과당	자일로스	포도당
Peak Area(%)	5.95 ± 1.35	8.03 ± 1.26	0.30 ± 0.02

타우린과 과당, 자일로스 또는 포도당과 가열반응을 한 결과, 2-메톡시-5(또는 6)-메틸 피라진의 경우 세가지 환원당에서 모두 합성되었다. 합성된 물질 전체적으로는 캬라멜(caramel)과 같은 향을 나타내었고, 2-메톡시-5(또는 6)-메틸 피라진은 헤이즐넛, 아몬드, 땅콩과 유사한 향을 보였다.

한편, 2-메톡시-5(또는 6)-메틸 피라진이외에도 다수의 질소함유 화합물, 황함유 화합물 또는 산소함유 화합물이 합성되었음을 알 수 있었다. 합성된 화합물들의 전체적인 양과 종류는 자일로스, 포도당, 과당의 순이었으나 자일로스, 포도당에서는 퍼퓨럴(furfural) 또는 5-메틸 퍼퓨럴 등이 주로 합성되었고, 과당에서는 2-메톡시-5(또는 6)-메틸 피라진이 주로 합성되었다.

<실시예 2>

반응온도에 따른 2-메톡시-5(또는 6)-메틸 피라진의 제조

타우린 및 D-과당의 혼합물을 각각 120℃ 및 150℃에서 반응시키는 것 이외에는 실시예 1과 동일한 방법으로 2-메톡시-5(또는 6)-메틸 피라진을 제조하였다. 180℃에서 반응시킨 것은 실시예 1의 결과를 이용하였다.

또한, D-과당 대신에 D-자일로스 또는 D-포도당을 이용하여 실시예 1 및 상기 방법과 동일한 방법으로 2-메톡시-5(또는 6)-메틸 피라진을 각각 제조하였다.

각각의 환원당에 대해서 생성된 화합물에 대한 GC/MS 이온 크로마토그래피 결과는 도 4a, 도 4b 및 도 4c에 나타낸 바와 같으며, 제조된 2-메톡시-5(또는 6)-메틸 피라진을 분석하여 정량한 결과는 하기 표 2와 같다.

[표 2]

		과당	자일로스	포도당
Peak Area(%)	120℃	-	-	-
	150℃	0.38 ± 0.17	0.39 ± 0.03	-
	180℃	5.95 ± 1.35	8.03 ± 1.26	0.30 ± 0.02

그 결과, 2-메톡시-5(또는 6)-메틸 피라진의 생성은 반응온도에 크게 영향을 받는 것으로 나타났다. 반응온도를 120℃로 했을 때 모두 2-메톡시-5(또는 6)-메틸 피라진은 생성되지 않았으며, 자일로스를 환원당으로 사용했을 경우에만 퍼퓨럴이 소량 생성되었을 뿐 다른 화합물들도 전혀 생성되지 않았다. 반응온도를 150℃로 했을 때, 과당과 자일로스를 환원당으로 사용한 경우에 2-메톡시-5(또는 6)-메틸 피라진이 소량 생성되었고, 포도당을 환원당으로 사용한 경우는 전혀 생성되지 않았다. 반응온도를 180℃로 했을 때, 과당, 자일로스 및 포도당을 환원당으로 사용한 경우 2-메톡시-5(또는 6)-메틸 피라진이 생성되었다.

<실시예 3>

반응 pH에 따른 2-메톡시-5(또는 6)-메틸 피라진의 제조

타우린 및 과당의 혼합물을 각각 pH 3, pH 7 및 pH 10로 pH를 조절하여 반응시키는 것 이외에는 실시예 1과 동일한 방법으로 2-메톡시-5(또는 6)-메틸 피라진을 제조하였다. pH 3, pH 7, pH 10으로의 조절은 각각 1N HCl(Showa Chemical Co. Ltd., Japan), 1N NaOH(Showa Chemical Co. Ltd.., Japan) 및 40% NaOH를 사용하였으며, 전체 반응액의 부피(100ml)의 1%이하로 하여 반응액의 농도에 유의적인 영향을 주지 않도록 하였다.

또한, 과당 대신에 자일로스 또는 포도당을 이용하여 실시예 1 및 상기 방법과 동일한 방법으로 2-메톡시-5(또는 6)-메틸 피라진을 각각 제조하였다.

각각의 환원당에 대해서 생성된 화합물에 대한 GC/MS 이온 크로마토그래피 결과는 도 5a, 도 5b 및 도 5c에 나타낸 바와 같으며, 제조된 2-메톡시-5(또는 6)-메틸 피라진을 분석하여 정량한 결과는 하기 표 3과 같다.

[표 3]

		과당	자일로스	포도당
Peak Area(%)	pH 3	11.02 ± 0.18	0.19 ± 0.01	0.15 ± 0.04
	pH 7	43.21 ± 7.74	49.88 ± 18.18	2.77 ± 0.55
	pH 10	2.34 ± 1.01	2.03 ± 0.18	1.68 ± 0.33

인위적으로 pH를 조절하지 않은 경우 타우린과 과당, 자일로스 또는 포도당 혼합물의 반응전 pH는 4.8내지 5.2였으나, 상기 결과에서 알 수 있듯이 반응 pH를 pH 7로 한 경우 2-메톡시-5(또는 6)-메틸 피라진이 가장 많이 생성되었다. 특히 pH 7에서 환원당으로 과당을 사용한 경우 생성된 화합물 중 2-메톡시-5(또는 6)-메틸 피라진의 비율이 현저히 높았다.

한편, 세가지 환원당 모두 낮은 pH에서는 황함유 화합물, 산소함유 화합물의 종류와 수가 많아지고, 높은 pH에서는 질소함유 화합물의 종류와 수가 많았다.(결과 미기재).

발명의 효과

이상 살펴본 바와 같이, 본 발명에 따른 제조방법은 2-메톡시-5(또는 6)-메틸 피라진이 효율적이고, 다량으로 제조되는 효과를 갖는다. 따라서 본 발명의 제조방법은 2-메톡시-5(또는 6)-메틸 피라진의 제조에 유용하게 사용할 수 있다.

도면의 간단한 설명

도 1은 2-메톡시-5(또는 6)-메틸 피라진의 제조 기작을 나타낸 그림이다.

도 2는 2-메톡시-5(또는 6)-메틸 피라진에 대한 질량 스펙트럼 분석 결과를 나타낸 그림이다.

도 3a는 타우린과 과당을 반응시킨 반응물의 GC/MS 이온 크로마토그래피 결과를 나타낸 그림이다.

도 3b는 타우린과 자일로스를 반응시킨 반응물의 GC/MS 이온 크로마토그래피 결과를 나타낸 그림이다.

도 3c는 타우린과 포도당을 반응시킨 반응물의 GC/MS 이온 크로마토그래피 결과를 나타낸 그림이다.

도 4a는 타우린과 과당을 각각 120℃ 및 150℃에서 반응시킨 반응물의 GC/MS 이온 크로마토그래피 결과를 나타낸 그림이다.

도 4b는 타우린과 자일로스를 각각 120℃ 및 150℃에서 반응시킨 반응물의 GC/MS 이온 크로마토그래피 결과를 나타낸 그림이다.

도 4c는 타우린과 포도당을 각각 120℃ 및 150℃에서 반응시킨 반응물의 GC/MS 이온 크로마토그래피 결과를 나타낸 그림이다.

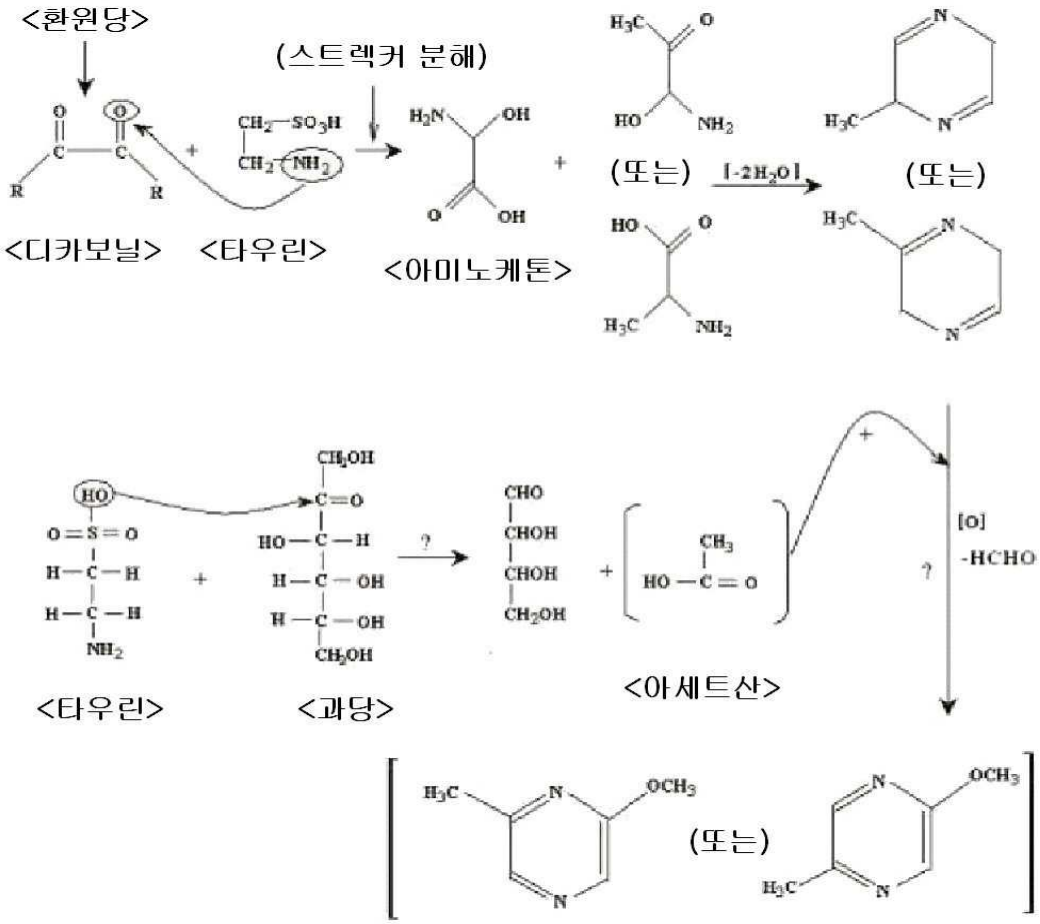
도 5a는 타우린과 과당을 각각 pH 3, pH 7 및 pH 10에서 반응시킨 반응물의 GC/MS 이온 크로마토그래피 결과를 나타낸 그림이다.

도 5b는 타우린과 자일로스를 각각 pH 3, pH 7 및 pH 10에서 반응시킨 반응물의 GC/MS 이온 크로마토그래피 결과를 나타낸 그림이다.

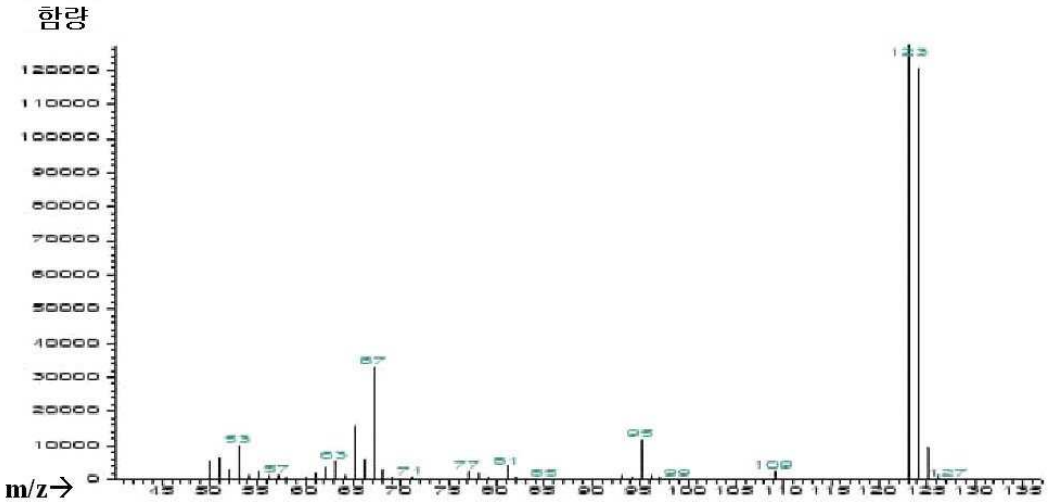
도 5c는 타우린과 포도당을 각각 pH 3, pH 7 및 pH 10에서 반응시킨 반응물의 GC/MS 이온 크로마토그래피 결과를 나타낸 그림이다.

도면

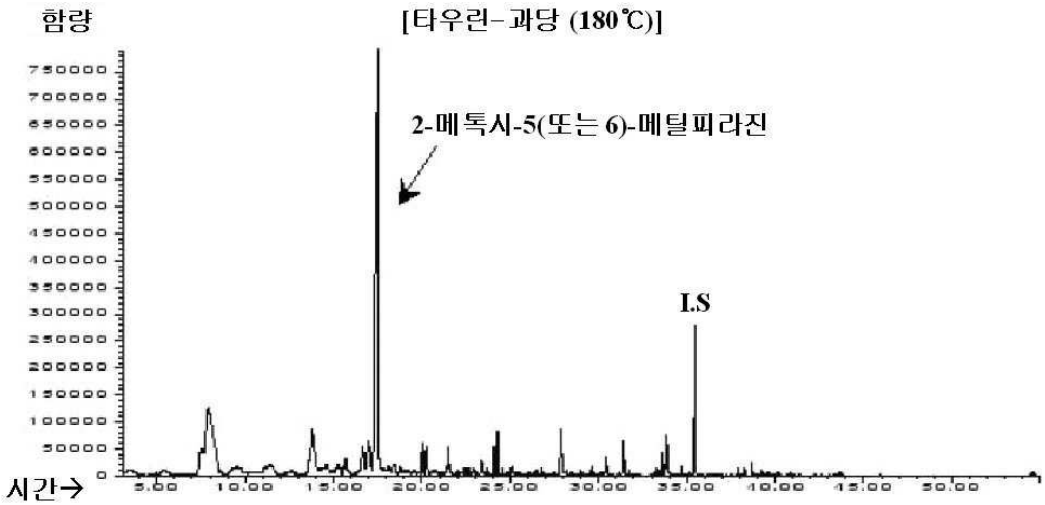
도면1



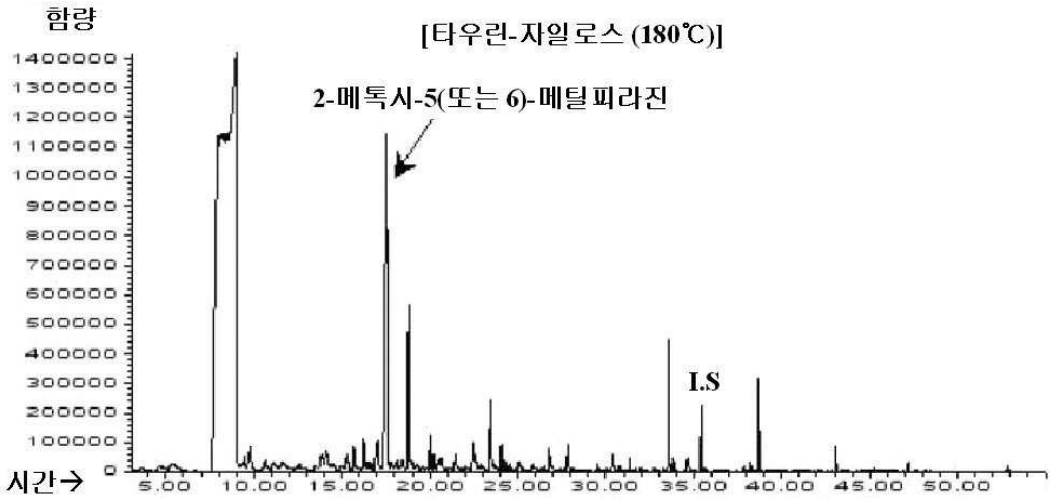
도면2



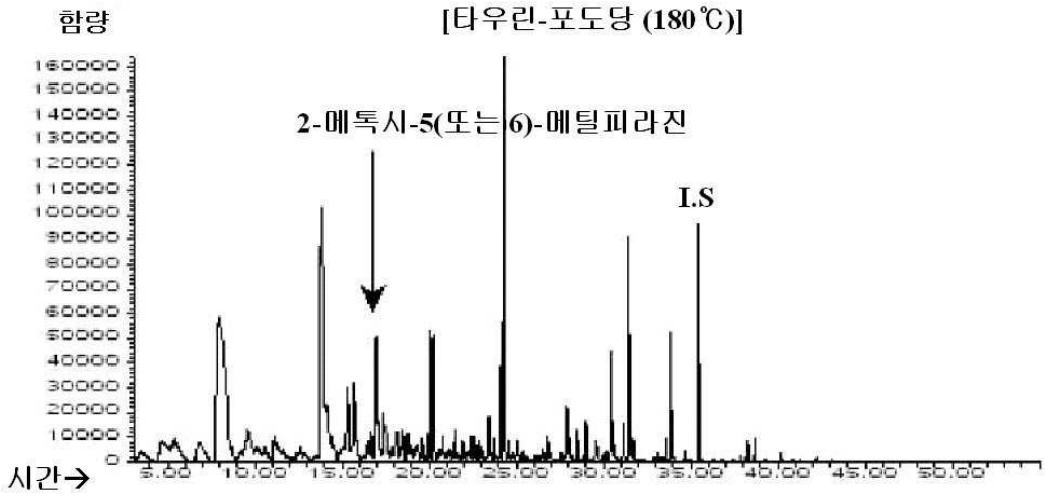
도면3a



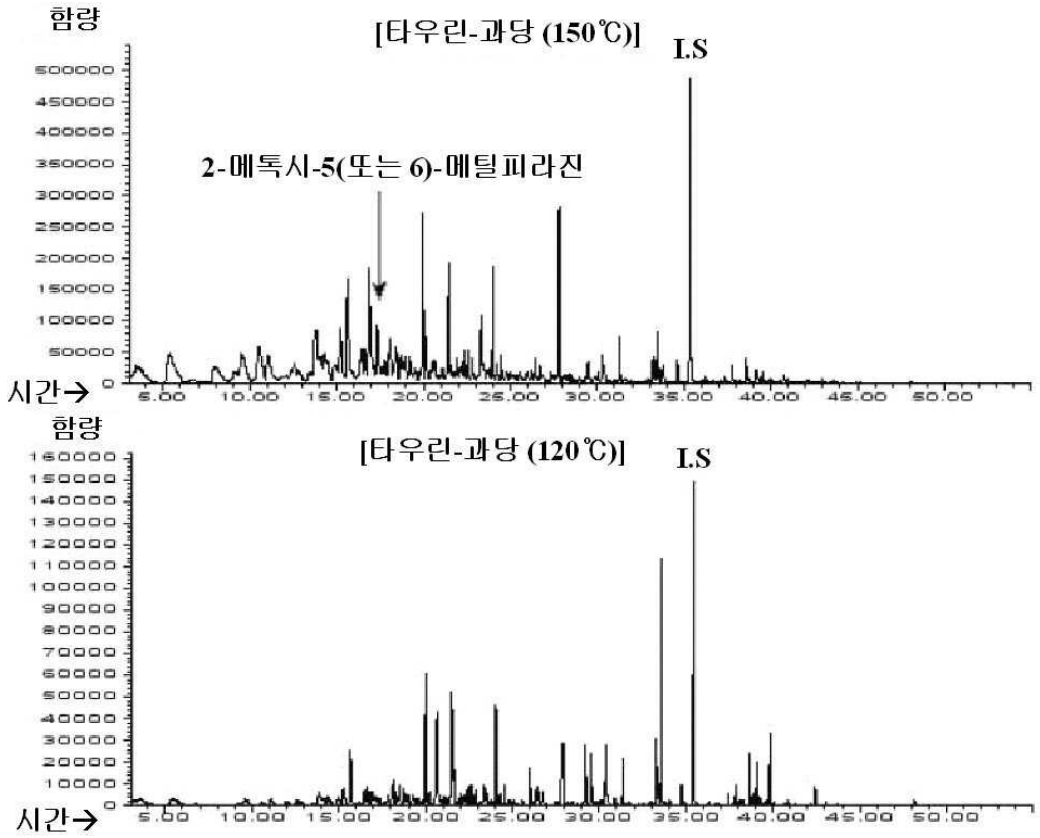
도면3b



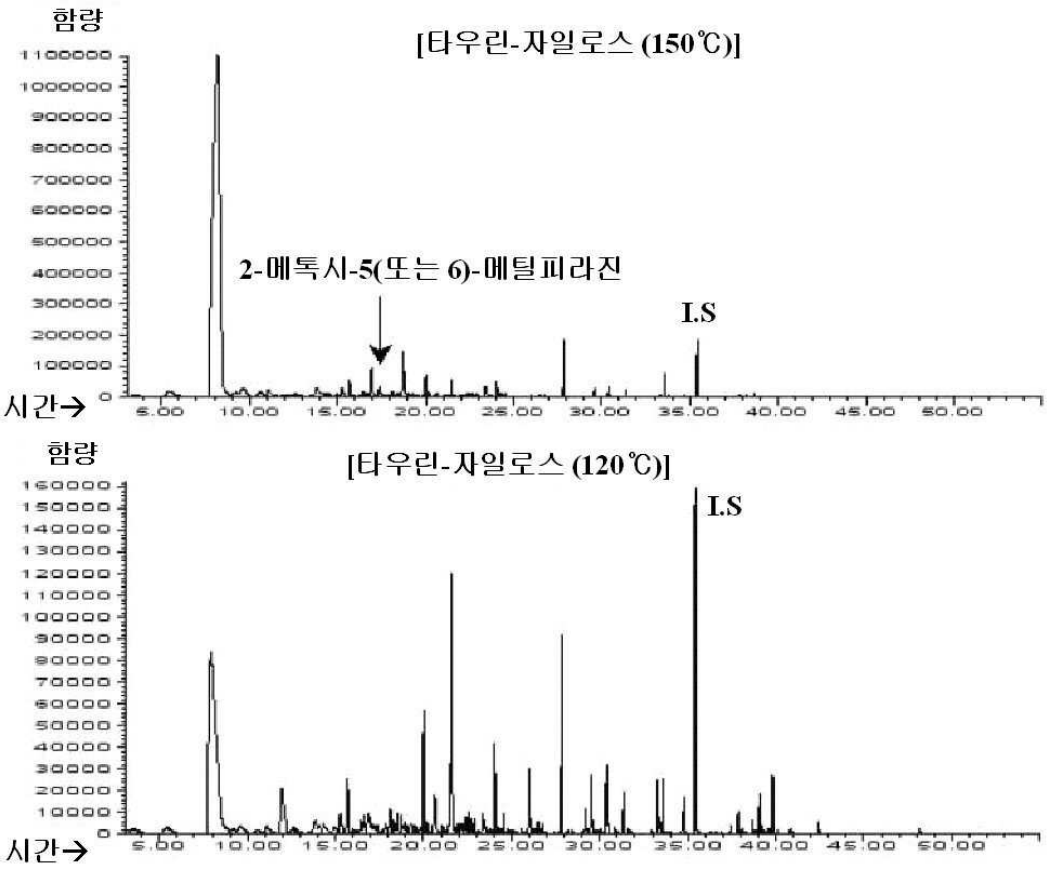
도면3c



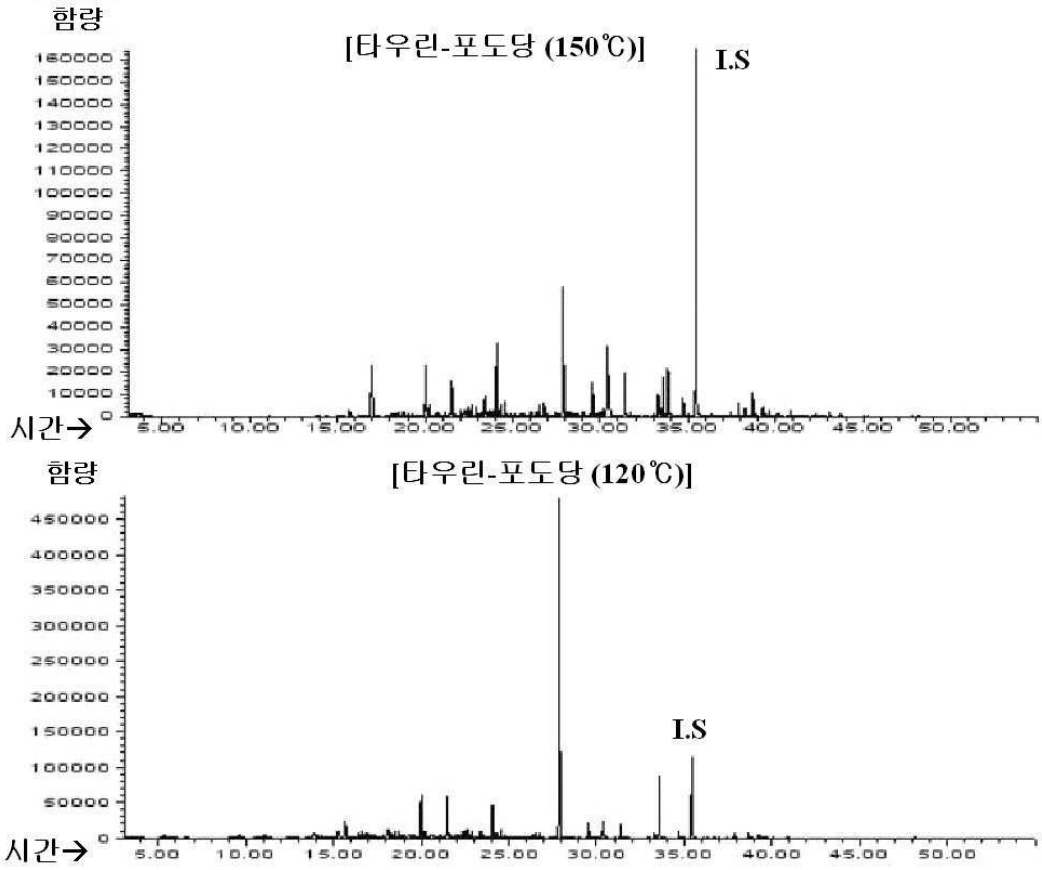
도면4a


함량
[타우린-과당 (150℃)]
I.S
2-메톡시-5(또는 6)-메틸피라진
시간→
함량
[타우린-과당 (120℃)]
I.S
시간→

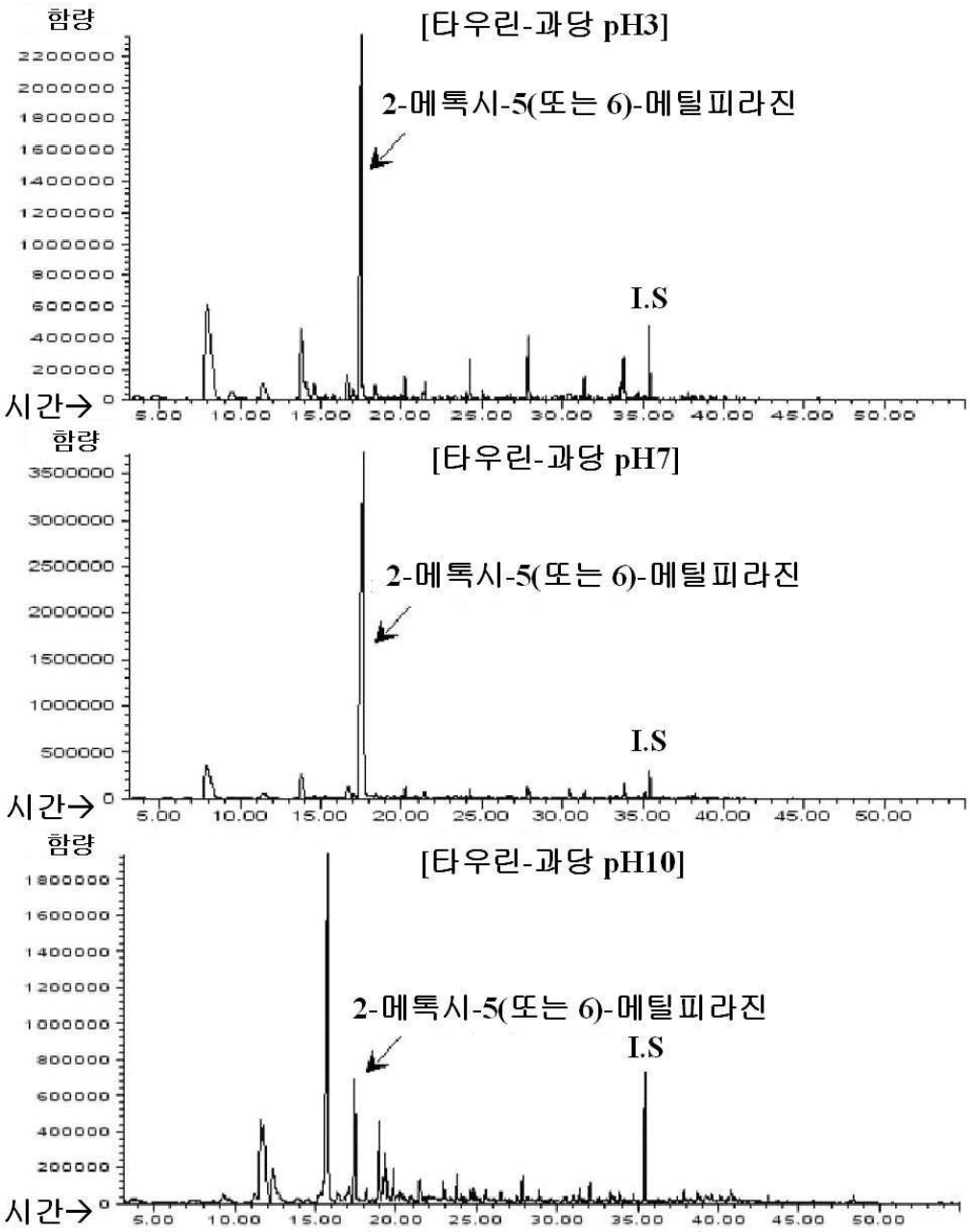
도면4b


함량
[타우린-자일로스 (150℃)]
2-메톡시-5(또는 6)-메틸피라진
I.S
시간→
함량
[타우린-자일로스 (120℃)]
I.S
시간→

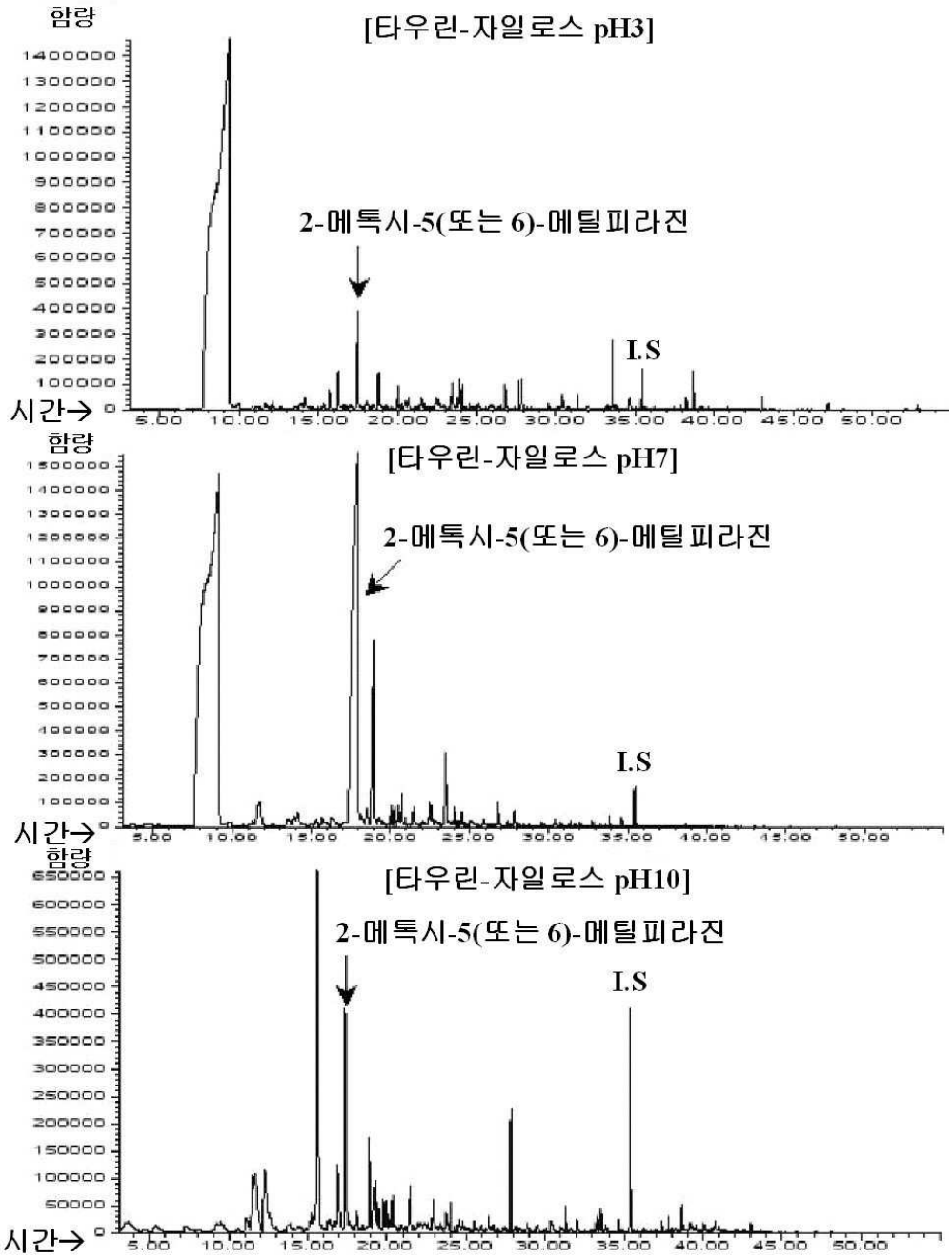
도면4c



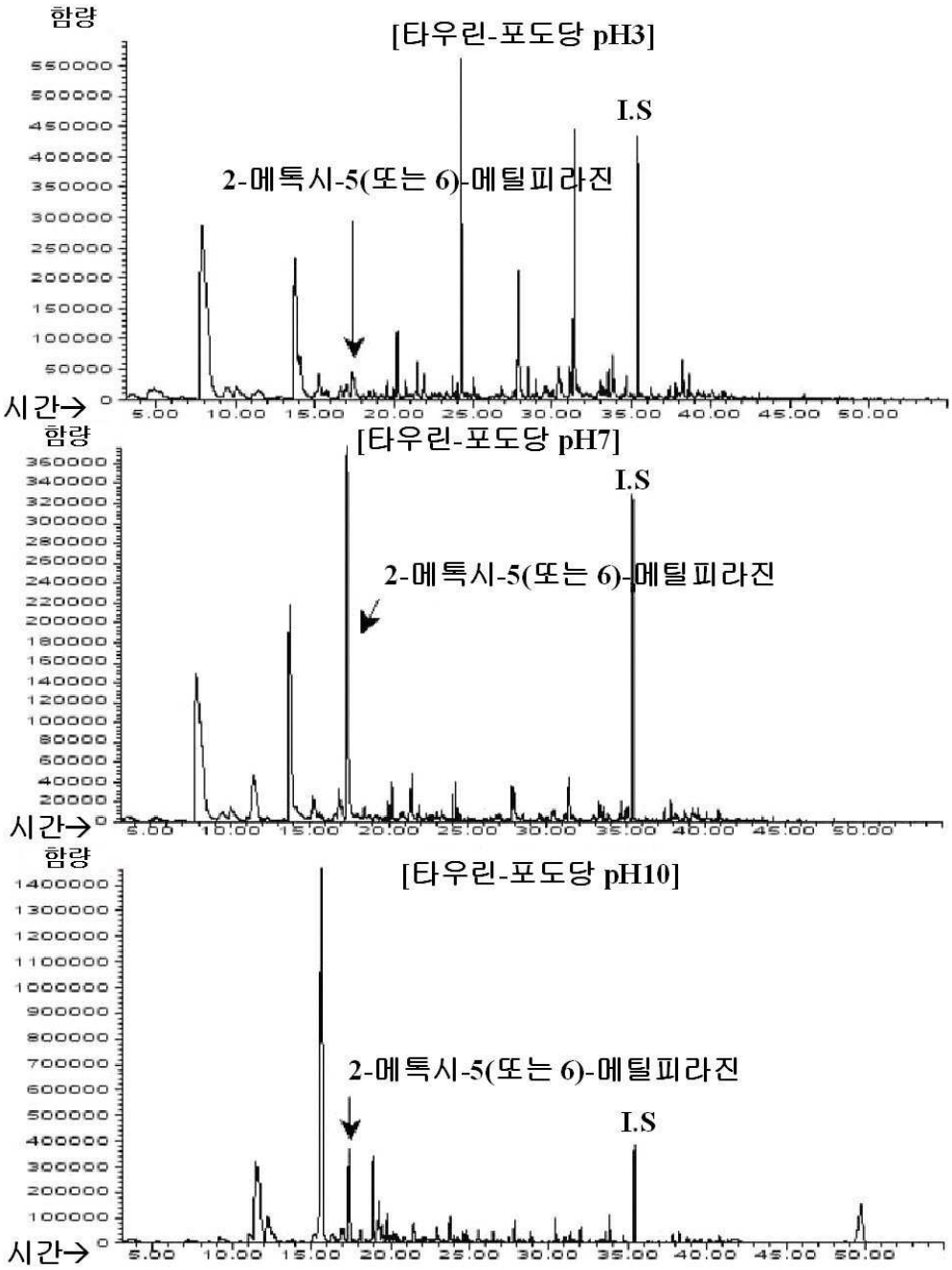
도면5a


함량
[타우린-과당 pH3]
2-메톡시-5(또는 6)-메틸피라진
I.S
시간→
함량
[타우린-과당 pH7]
2-메톡시-5(또는 6)-메틸피라진
I.S
시간→
함량
[타우린-과당 pH10]
2-메톡시-5(또는 6)-메틸피라진
I.S
시간→

도면5b


함량
[타우린-자일로스 pH3]
2-메톡시-5(또는 6)-메틸피라진
I.S
시간→
함량
[타우린-자일로스 pH7]
2-메톡시-5(또는 6)-메틸피라진
I.S
시간→
함량
[타우린-자일로스 pH10]
2-메톡시-5(또는 6)-메틸피라진
I.S
시간→

도면5c


함량
[타우린-포도당 pH3]
I.S
2-메톡시-5(또는 6)-메틸피라진
시간→
함량
[타우린-포도당 pH7]
I.S
2-메톡시-5(또는 6)-메틸피라진
시간→
함량
[타우린-포도당 pH10]
2-메톡시-5(또는 6)-메틸피라진
I.S
시간→