



등록특허 10-2732084



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2024년11월18일
(11) 등록번호 10-2732084
(24) 등록일자 2024년11월14일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C07D 213/38 (2006.01)

(52) CPC특허분류
C07D 213/38 (2022.08)

(21) 출원번호 10-2019-0101669

(22) 출원일자 2019년08월20일

심사청구일자 2022년05월23일

(65) 공개번호 10-2021-0022320

(43) 공개일자 2021년03월03일

(56) 선행기술조사문헌

KR1020060123210 A

WO1991004965 A1

WO2007085356 A2

(73) 특허권자

주식회사 엘지화학

서울특별시 영등포구 여의대로 128 (여의도동)

(72) 발명자

서용식

대전광역시 유성구 문지로 188 LG화학 기술연구
원

이정용

대전광역시 유성구 문지로 188 LG화학 기술연구
원

(뒷면에 계속)

(74) 대리인

최희경, 정순성

전체 청구항 수 : 총 7 항

심사관 : 김상인

(54) 발명의 명칭 1-(6-클로로피리딘-3-일)-N-메틸메탄아민의 정제 방법

(57) 요약

본 출원은 1-(6-클로로피리딘-3-일)-N-메틸메탄아민의 정제 방법을 제공한다.

(72) 발명자

정대연

대전광역시 유성구 문지로 188 LG화학 기술연구원

강명구

대전광역시 유성구 문지로 188 LG화학 기술연구원

김도연

대전광역시 유성구 문지로 188 LG화학 기술연구원

명세서

청구범위

청구항 1

물, 1-(6-클로로피리딘-3-일)-N-메틸메탄아민, 1-(6-클로로피리딘-3-일)-N-((6-클로로피리딘-3-일)메틸)-N-메틸메탄아민, 및 물과 상분리 가능한 유기 용매를 포함하는 혼합액(m1)을 준비하는 단계;

상기 혼합액(m1) 중 물층(w1)의 pH를 5 내지 7로 조절하는 단계;

상기 혼합액(m1)에서 상분리된 물층(w1)을 분리하는 단계; 및

상기 물층(w1)으로부터 1-(6-클로로피리딘-3-일)-N-메틸메탄아민을 획득하는 단계를 포함하고,

상기 물과 상분리 가능한 유기 용매는 디에틸 에테르, 톨루엔, 벤젠, 헥산, 디클로로메탄 또는 에틸 아세테이트인 것인 1-(6-클로로피리딘-3-일)-N-메틸메탄아민의 정제 방법.

청구항 2

삭제

청구항 3

청구항 1에 있어서, 상기 물층(w1)의 pH를 5 내지 7으로 조절하는 단계 이후에 상기 혼합액(m1)에 물과 상분리 가능한 유기 용매를 추가하는 단계를 더 포함하고,

상기 물과 상분리 가능한 유기 용매는 디에틸 에테르, 톨루엔, 벤젠, 헥산, 디클로로메탄 또는 에틸 아세테이트인 것인 1-(6-클로로피리딘-3-일)-N-메틸메탄아민의 정제 방법.

청구항 4

청구항 1에 있어서, 상기 혼합액(m1)을 준비하는 단계는 메틸아민 수용액 및 2-클로로-5-(클로로메틸)피리딘을 혼합하는 단계를 포함하는 것인 1-(6-클로로피리딘-3-일)-N-메틸메탄아민의 정제 방법.

청구항 5

청구항 4에 있어서, 상기 혼합액(m1)을 준비하는 단계는 상기 메틸아민 수용액 및 2-클로로-5-(클로로메틸)피리딘을 혼합하는 단계 이후에 혼합액을 60℃ 내지 65℃의 온도 범위로 조절하는 단계를 포함하는 것인 1-(6-클로로피리딘-3-일)-N-메틸메탄아민의 정제 방법.

청구항 6

청구항 1에 있어서, 상기 혼합액(m1)에서 상분리된 물층(w1)을 분리하는 단계; 및 상기 물층(w1)으로부터 1-(6-클로로피리딘-3-일)-N-메틸메탄아민을 획득하는 단계 사이에 혼합액(m1)에서 상분리된 물층(w1)을 분리하고 남은 유기층으로부터 1-(6-클로로피리딘-3-일)-N-메틸메탄아민을 재추출하는 단계를 더 포함하는 것인 1-(6-클로로피리딘-3-일)-N-메틸메탄아민의 정제 방법.

청구항 7

청구항 6에 있어서, 상기 1-(6-클로로피리딘-3-일)-N-메틸메탄아민을 재추출하는 단계는 혼합액(m1)에서 상분리된 물층(w1)을 분리하고 남은 유기층 및 pH 5 내지 7의 물층(w2)을 포함하는 혼합액(m2)을 제조하는 단계; 상기 혼합액(m2)으로부터 상분리된 물층(w2)을 분리하는 단계; 및 상기 물층(w2)을 물층(w1)과 혼합하는 단계를 포함하고,

상기 물층(w1)으로부터 1-(6-클로로피리딘-3-일)-N-메틸메탄아민을 획득하는 단계는 상기 물층(w1) 및 물층(w2)의 혼합액으로부터 1-(6-클로로피리딘-3-일)-N-메틸메탄아민을 획득하는 단계인 것인 1-(6-클로로피리딘-3-일)-N-메틸메탄아민의 정제 방법.

청구항 8

청구항 6에 있어서, 상기 1-(6-클로로피리딘-3-일)-N-메틸메탄아민을 재추출하는 단계는 1회 이상 수행되는 것인 1-(6-클로로피리딘-3-일)-N-메틸메탄아민의 정제 방법.

발명의 설명

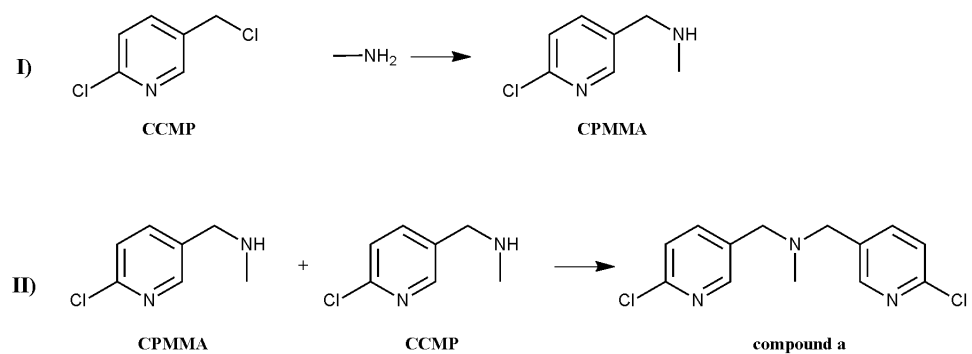
기술 분야

[0001] 본 발명은 1-(6-클로로피리딘-3-일)-N-메틸메탄아민의 정제 방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 아세타미프리드(acetamiprid)는 네오니코티노이드(Neonicotinoid)계 원제로 1-(6-클로로피리딘-3-일)-N-메틸메탄아민(CPMMA)를 거쳐 합성되며, 높은 수율의 아세타미프리드를 합성하기 위해 높은 수율의 CPMMA의 합성이 요구된다.

[0003] 1-(6-클로로피리딘-3-일)-N-메틸메탄아민(CPMMA)은 하기 I)과 같이 2-클로로-5-(클로로메틸)피리딘(CCMP)과 메틸아민의 반응을 통하여 합성할 수 있다. 다만, 이 과정에서 하기 II)와 같이 생성물인 CPMMA와 반응물인 CCMP가 반응하여 1-(6-클로로피리딘-3-일)-N-((6-클로로피리딘-3-일)메틸)-N-메틸메탄아민(화합물 a)과 같은 불순물이 생성될 수 있다.



[0004]

[0005] 이에, 고순도의 CPMMA 확보를 위해서는 추가적인 정제 공정이 필요하다. 기존에는 증류(distillation)를 이용하여 정제하였으나, 증류법을 이용하면 95% 이상의 고순도로 정제하는데 어려움이 있었다. 고순도의 CPMMA의 확보를 위한 정제 방법이 필요한 실정이다.

선행기술문헌

특허문헌

[0006] (특허문헌 0001) CN 106187868 A

발명의 내용

해결하려는 과제

[0007] 본 발명은 1-(6-클로로피리딘-3-일)-N-메틸메탄아민과 1-(6-클로로피리딘-3-일)-N-((6-클로로피리딘-3-일)메틸)-N-메틸메탄아민의 물에 대한 용해도의 차이; 및 1-(6-클로로피리딘-3-일)-N-메틸메탄아민이 수용액과 유기용액의 혼합용액에서 수용액의 pH에 따라 수용액에서의 용해도가 달라지는 점을 이용하여, 고순도의 1-(6-클로로피리딘-3-일)-N-메틸메탄아민을 획득하는 방법을 제공하고자 한다.

과제의 해결 수단

[0008] 본 명세서의 일 실시상태는 상기 과제를 해결하기 위하여 물, 1-(6-클로로피리딘-3-일)-N-메틸메탄아민 및 1-(6-클로로피리딘-3-일)-N-((6-클로로피리딘-3-일)메틸)-N-메틸메탄아민을 포함하는 혼합액(m1)을 준비하는 단계; 상기 혼합액(m1) 중 물층(w1)의 pH를 5 내지 7로 조절하는 단계; 상기 혼합액(m1)에서 물층(w1)을 분리하는 단계; 및 상기 물층(w1)으로부터 1-(6-클로로피리딘-3-일)-N-메틸메탄아민을 획득하는 단계를 포함하는 1-

(6-클로로피리딘-3-일)-N-메틸메탄아민의 정제 방법을 제공한다.

발명의 효과

- [0009] 본 발명의 일 실시상태에 따르면, 별도의 증류 공정을 거치지 않고 수용액의 pH의 변화에 따른 1-(6-클로로피리딘-3-일)-N-메틸메탄아민의 수용액에서의 용해도 변화를 이용한 2-클로로-5-(클로로메틸)피리딘의 정제 방법을 제공한다.
- [0010] 본 발명의 일 실시상태에 따른 1-(6-클로로피리딘-3-일)-N-메틸메탄아민의 정제 방법에 의하면 높은 순도의 1-(6-클로로피리딘-3-일)-N-메틸메탄아민의 수득이 가능하고, 정제 공정의 편의성이 개선된다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0011] 본 명세서 있어서, 용어 '상분리'란 하나의 상을 형성하고 있는 물질계가 온도, 압력, 조성 등의 변수의 변화로 두 상으로 갈라지는 현상을 의미한다. 본 명세서에 있어서, 용어 '상'이란 공간 상에 어떤 물질들이 모여서 거시적 관점에서 균일한 물리적 성질을 만든 상태를 의미한다.
- [0012] 본 명세서에 있어서, '상분리'는 '층분리'와 동일한 의미로 사용될 수 있고, 실질적으로 하나의 성분에 의해 형성된 층이 실질적으로 다른 성분에 의해 형성된 층 상에 위치하거나 배열되는 것을 의미할 수 있다. 일 실시상태에 있어서, 상기 '상분리'는 용액-용액의 상분리를 의미할 수 있으며, 용액과 용액이 계면을 경계로 나뉘어 2상을 형성하는 것일 수 있다.
- [0013] 본 명세서에 있어서, '물층'이란 순수한 물 또는 기타 용질과 혼합된 수용액을 의미한다. 일 실시상태에 있어서, '물층'은 순수한 물이거나, 물이 1-(6-클로로피리딘-3-일)-N-메틸메탄아민 및/또는 1-(6-클로로피리딘-3-일)-N-((6-클로로피리딘-3-일)메틸)-N-메틸메탄아민과 혼합된 수용액 상태를 의미할 수 있다.
- [0014] 본 명세서에 있어서, '혼합액'이란 2종 이상의 물질로 구성된 혼합물의 일종으로, 물질의 상태에 관계 없이 두 가지 이상의 물질이 균일 또는 불균일하게 섞인 상태를 모두 포함한다.
- [0015] 본 명세서에 있어서, '농축'이란 용액에서 용매 등을 제거하는 것을 의미하며, 예를 들어 용액을 전기 히터나 증기 등의 열원을 이용하여 가열함으로써 행해질 수 있다.
- [0016] 본 발명은 1-(6-클로로피리딘-3-일)-N-메틸메탄아민의 정제 방법에 관한 것이다. 보다 구체적으로 상기 정제 방법은 1-(6-클로로피리딘-3-일)-N-메틸메탄아민과 1-(6-클로로피리딘-3-일)-N-((6-클로로피리딘-3-일)메틸)-N-메틸메탄아민의 혼합물로부터 1-(6-클로로피리딘-3-일)-N-메틸메탄아민을 분리하는 방법일 수 있다.
- [0017] 본 발명의 일 실시상태는 물, 1-(6-클로로피리딘-3-일)-N-메틸메탄아민 및 1-(6-클로로피리딘-3-일)-N-((6-클로로피리딘-3-일)메틸)-N-메틸메탄아민을 포함하는 혼합액을 준비하는 단계; 상기 혼합액(m1) 중 물층의 pH를 5 내지 7로 조절하는 단계; 상기 혼합액(m1)에서 물층(w1)을 분리하는 단계; 및 상기 물층(w1)으로부터 1-(6-클로로피리딘-3-일)-N-메틸메탄아민을 획득하는 단계를 포함하는 1-(6-클로로피리딘-3-일)-N-메틸메탄아민의 정제 방법을 제공한다.
- [0018] 본 발명의 발명자들은 물의 pH를 조절함으로써 1-(6-클로로피리딘-3-일)-N-메틸메탄아민(CPMMA)의 물에 대한 용해도를 조절할 수 있음을 확인하였다. 특히 물의 pH를 5 내지 7로 조절하는 경우, 1-(6-클로로피리딘-3-일)-N-메틸메탄아민(CPMMA)의 물에 대한 용해도를 극대화하면서도 1-(6-클로로피리딘-3-일)-N-((6-클로로피리딘-3-일)메틸)-N-메틸메탄아민의 물에 대한 용해도를 최소화할 수 있음을 확인하고, 본 발명을 발명하였다.
- [0019] 물층의 pH가 5 미만인 경우 1-(6-클로로피리딘-3-일)-N-((6-클로로피리딘-3-일)메틸)-N-메틸메탄아민(화합물 a) 또한 염으로 생성되어 물층에 불순물의 염이 포함되므로, CPMMA의 순도가 저하된다. 또한 물층의 pH가 7을 초과할 경우 1-(6-클로로피리딘-3-일)-N-메틸메탄아민(CPMMA)의 염이 생성되지 않아, 유기층으로부터 물층으로의 CPMMA의 이동량이 적어, 물층으로부터 얻을 수 있는 CPMMA의 수득량이 감소한다.
- [0020] 일 실시상태에 있어서, 상기 혼합액(m1)은 물, 1-(6-클로로피리딘-3-일)-N-메틸메탄아민 및 1-(6-클로로피리딘-3-일)-N-((6-클로로피리딘-3-일)메틸)-N-메틸메탄아민을 포함하며, 상기 물은 물층(w1)으로 존재한다. 즉, 상기 혼합액(m1)에서 물은 층의 형태로 포함될 수 있다.
- [0021] 일 실시상태에 있어서, 상기 혼합액(m1)을 준비하는 단계는 메틸아민 수용액 및 2-클로로-5-(클로로메틸)피리딘을 혼합하는 단계를 포함한다.

- [0022] 일 실시상태에 있어서, 상기 메틸아민 수용액은 메틸아민 가스를 물에 용해시켜 형성할 수 있으나, 그 형성방법은 한정되지 않는다.
- [0023] 일 실시상태에 있어서, 메틸아민 수용액 및 2-클로로-5-(클로로메틸)피리딘의 혼합은 메틸아민 수용액에 2-클로로-5-(클로로메틸)피리딘을 첨가하거나, 2-클로로-5-(클로로메틸)피리딘에 메틸아민 수용액을 첨가하는 방식으로 이루어질 수 있다. 첨가 방법은 예를 들어, dropwise 방식으로 이루어질 수 있으나, 이에 한정되지 않는다.
- [0024] 일 실시상태에 있어서, 상기 메틸아민 수용액의 메틸아민과 2-클로로-5-(클로로메틸)피리딘의 당량비는 3:1 내지 10:1일 수 있다.
- [0025] 일 실시상태에 있어서, 상기 2-클로로-5-(클로로메틸)피리딘은 유기 용매(b)에 포함된 상태로 상기 혼합액에 혼합될 수 있다. 여기서 2-클로로-5-(클로로메틸)피리딘을 포함하는 유기 용매(b)는 에탄올과 같이 물과 섞일 수 있는 용매(b1)일 수도 있고, 톨루엔, 헥산 및 에틸 아세테이트 등과 같이 물과 섞이지 않는 용매(b2)일 수도 있다.
- [0026] 본 명세서에 있어서, 물과 섞이는 용매란 물과 혼합 시 상분리 현상을 일으키지 않는 용매를 의미하며, 물과 섞이지 않는 용매란 물과 혼합 시 상분리 현상을 일으키는 용매를 의미한다.
- [0027] 일 실시상태에 있어서, 상기 2-클로로-5-(클로로메틸)피리딘이 물과 섞일 수 있는 유기 용매(b1)에 포함된 상태로 상기 혼합액에 혼합되는 경우, 혼합액을 준비하는 단계 및 상기 혼합액 중 물층의 pH를 5 내지 7로 조절하는 단계 사이에 상기 유기 용매(b1)를 제거하는 단계를 더 포함할 수 있다.
- [0028] 일 실시상태에 있어서, 메틸아민 수용액 및 2-클로로-5-(클로로메틸)피리딘의 혼합은 30분 내지 2시간; 또는 50분 내지 1시간 30분동안 이루어질 수 있다.
- [0029] 일 실시상태에 있어서, 상기 혼합액(m1)을 준비하는 단계는 상기 메틸아민 수용액 및 2-클로로-5-(클로로메틸)피리딘을 혼합하는 단계 이후에 혼합액을 60℃ 내지 65℃의 온도 범위로 조절하는 단계를 포함한다.
- [0030] 일 실시상태에 있어서, 상기 물, 1-(6-클로로피리딘-3-일)-N-메틸메탄아민 및 1-(6-클로로피리딘-3-일)-N-((6-클로로피리딘-3-일)메틸)-N-메틸메탄아민을 포함하는 혼합액(m1)의 pH는 7 초과일 수 있으며, 일 실시상태에 있어서 pH는 11 내지 11.5이다.
- [0031] 일 실시상태에 있어서, 상기 혼합액(m1)을 준비하는 단계에서 상기 혼합액(m1)은 물과 상분리 가능한 유기 용매를 더 포함한다.
- [0032] 일 실시상태에 있어서, 상기 혼합액(m1) 중 물층(w1)의 pH를 5 내지 7로 조절하는 단계 이후에 상기 혼합액(m1)에 물과 상분리 가능한 유기 용매를 추가하는 단계를 더 포함한다.
- [0033] 본 명세서에 있어서, 물과 상분리 가능한 유기 용매란 본 발명의 정제 방법시의 온도 및 압력 하에서 액체로서 물과 상분리 가능한 용매라면 제한되지 않고 사용할 수 있다. 일 실시상태에 있어서, 물과 상분리 가능한 유기 용매란 5℃ 내지 50℃의 온도; 바람직하게는 10℃ 내지 30℃의 온도에서 물과 상분리되는 유기 용매를 의미할 수 있다. 일 실시상태에 있어서, 물과 상분리 가능한 유기 용매는 800 hPa 내지 1200hPa의 압력 하에서 물과 상분리되는 유기 용매를 의미할 수 있다.
- [0034] 본 명세서에 있어서, 물과 상분리 가능한 유기 용매는 디에틸 에테르, 톨루엔, 벤젠, 헥산, 디클로로메탄, 에틸 아세테이트 등일 수 있으나, 이에 한정되지 않는다.
- [0035] 상기 물층의 pH를 5 내지 7로 조절하는 방법은 한정되지 않으며, 일 실시상태에 있어서 pH 7 미만의 산을 물층에 포함시키는 것일 수 있다. 일 실시상태에 있어서, 상기 pH 7 미만의 산은 산 수용액 형태로 물층에 포함될 수 있다. 일 실시상태에 있어서, 상기 pH 7 미만의 산은 예를 들어 HCl, HI, HBr, H₂SO₄, HClO₃, HNO₃, H₃PO₄ 등일 수 있으며, 물층의 pH를 5 내지 7로 조절하는데 필요한 적절한 양이 사용될 수 있다.
- [0036] 일 실시상태에 있어서, 상기 물층(w1)의 pH를 5 내지 7로 조절하는 단계는 물층에 존재하는 1-(6-클로로피리딘-3-일)-N-메틸메탄아민 또는 이의 염의 당량을 증가시키는 단계일 수 있다.
- [0037] 일 실시상태에 있어서, 상기 물층(w1)의 pH를 5 내지 7로 조절하는 단계는 10 ℃ 내지 40 ℃; 20 ℃ 내지 40 ℃; 또는 20 ℃ 내지 30 ℃에서 이루어질 수 있다.
- [0038] 일 실시상태에 있어서, 상기 혼합액(m1)에서 물층(w1)을 분리하는 단계; 및 물층(w1)으로부터 1-(6-클로로피리딘-3-일)-N-메틸메탄아민을 획득하는 단계 사이에 혼합액(m1)에서 물층(w1)을 분리하고 남은 유기층으로부터 1-

(6-클로로피리딘-3-일)-N-메틸메탄아민을 재추출하는 단계를 더 포함한다.

- [0039] 일 실시상태에 있어서, 상기 1-(6-클로로피리딘-3-일)-N-메틸메탄아민을 재추출하는 단계는 혼합액(m1)에서 물층(w1)을 분리하고 남은 유기층 및 pH 5 내지 7의 물층(w2)을 포함하는 혼합액(m2)을 제조하는 단계; 상기 혼합액(m2)으로부터 물층(w2)을 분리하는 단계; 및 상기 물층(w2)을 물층(w1)과 혼합하는 단계를 포함하고, 상기 물층(w1)으로부터 1-(6-클로로피리딘-3-일)-N-메틸메탄아민을 획득하는 단계는 상기 물층(w1) 및 물층(w2)의 혼합액으로부터 1-(6-클로로피리딘-3-일)-N-메틸메탄아민을 획득하는 단계이다.
- [0040] 일 실시상태에 있어서, 혼합액(m2)을 제조하는 단계는 혼합액(m1)에서 물층(w1)을 분리하고 남은 유기층에 물을 혼합하여 유기층 및 물층이 포함된 혼합액을 제조하는 단계; 및 상기 물층의 pH를 5 내지 7로 조절하여 유기층 및 pH 5 내지 7의 물층(w2)을 포함하는 혼합액(m2)을 형성하는 단계를 포함한다.
- [0041] 일 실시상태에 있어서, 상기 혼합액(m2)을 제조하는 단계는 혼합액(m1)에서 물층(w1)을 분리하고 남은 유기층에 pH 5 내지 7의 수용액을 혼합하여 유기층 및 물층(w2)을 포함하는 혼합액(m2)을 형성하는 단계를 포함한다.
- [0042] 일 실시상태에 있어서, 상기 1-(6-클로로피리딘-3-일)-N-메틸메탄아민을 재추출하는 단계는 1회 이상; 또는 2회 이상 수행될 수 있다. 일 실시상태에 있어서, 상기 재추출하는 단계의 횟수가 증가할수록 최종 생성물 내의 1-(6-클로로피리딘-3-일)-N-메틸메탄아민의 양이 증가한다.
- [0043] 일 실시상태에 있어서, 상기 물층(w1)으로부터 1-(6-클로로피리딘-3-일)-N-메틸메탄아민을 획득하는 단계는 물층(w1)을 농축하는 단계를 포함한다. 일 실시상태에 있어서, 물층(w1)의 농축 방법으로는 물층(w1)으로부터 물을 제거할 수 있는 통상의 방법이라면 한정없이 사용할 수 있다.
- [0044] 이하, 본 출원에 따르는 실시예 및 본 출원에 따르지 않는 비교예를 통하여 본 출원을 보다 상세히 설명하나, 본 출원의 범위가 하기 제시된 실시예에 의해 제한되는 것은 아니다.
- [0046] <실시예 1>
- [0047] 1-(6-클로로피리딘-3-일)-N-메틸메탄아민 2g을 디클로로메탄 5mL에 용해시킨 용액을 플라스크에 넣고 40wt%의 메틸아민 수용액 4.5mL를 추가 투입 후 60°C 내지 65°C로 1시간에 걸쳐 가열한다. 냉각 후 물층과 유기층의 상분리가 일어날 때까지 정치시킨다. 유기층을 회수하여 물을 추가적으로 10mL 투입후 반응 혼합물에 Conc. HCl을 투입하여 pH를 6.5로 조절한다. 그 다음 물층과 유기층의 상분리가 일어날 때까지 정치시킨다. 물층을 분리하여 농축하여 1.35g의 생성물을 수득하였다. 상기 생성물 중 CPMMA와 화합물 a(1-(6-클로로피리딘-3-일)-N-((6-클로로피리딘-3-일)메틸)-N-메틸메탄아민)의 GC 피크 면적비는 99:1 이었다.
- [0048] <실시예 2>
- [0049] Conc. HCl을 투입하여 pH를 6.5가 아닌 5.8으로 조절한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 방법으로 1.32g의 생성물을 수득하였다. 상기 생성물 중 CPMMA와 화합물 a의 GC 피크 면적비는 98:2 이었다.
- [0050] <비교예 1>
- [0051] Conc. HCl을 투입하여 pH를 6.5가 아닌 3으로 조절한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 방법으로 1.62g의 생성물을 수득하였다. 상기 생성물 중 CPMMA와 화합물 a의 GC 피크 면적비는 94:6 이었다.
- [0052] <비교예 2>
- [0053] Conc. HCl을 투입하여 pH를 6.5가 아닌 10으로 조절한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 방법으로 0.15g의 생성물을 수득하였다. 상기 생성물 중 CPMMA와 화합물 a의 GC 피크 면적비는 99:1 이었다.
- [0054] <정제 전의 합성된 CPMMA 및 화합물 a의 양>
- [0055] 1-(6-클로로피리딘-3-일)-N-메틸메탄아민 2g을 디클로로메탄 5mL에 용해시킨 용액을 플라스크에 넣고 40wt%의 메틸아민 수용액 4.5mL를 추가 투입 후 60°C 내지 65°C로 1시간에 걸쳐 가열한다. 냉각 후 물층과 유기층의 상분리가 일어날 때까지 정치시킨다.
- [0056] 유기층을 회수하고 농축하여 1.79g의 생성물을 수득하고, 물층을 회수하고 농축하여 0.05g의 생성물을 수득하였다. 유기층의 생성물 중 CPMMA와 화합물 a의 GC 피크 면적비는 91:9 이었다.
- [0058] 상기 실시예 및 비교예에서의 GC 측정 조건은 다음과 같다.
- [0059] 1) GC 장치: Nexis GC-2030 / SHIMADZU

- [0060] 2) 컬럼(column): DB-5 MS(30m × 0.25mm ID, 0.25 μ m 모세관(capillary))
- [0062] 실시예 1 및 2로부터, 물층의 pH를 본 발명의 범위로 조절하는 경우 유기층으로부터 물층으로 CPMMA가 이동하여, 물층으로부터 수득할 수 있는 CPMMA의 양이 증가하는 것을 확인하였다.
- [0063] 실시예 1 및 2와 비교예 1을 비교하면, 물층의 pH가 5 미만인 경우 유기층의 불순물 a의 물층으로의 이동이 많아, 물층에서 수득되는 CPMMA의 순도가 낮아진 것을 확인할 수 있다.
- [0064] 실시예 1 및 2와 비교예 2를 비교하면, 물층의 pH가 7 초과인 경우 유기층으로부터 CPMMA를 물층으로 이동시키기 어려워, 물층으로부터 수득할 수 있는 CPMMA의 양이 감소한 것을 확인할 수 있다.