

Gemifloxacin의 중간체 합성을 위한 촉매의 불활성화 연구

곽진원, 노현국¹, 임바드로, 이경희*, 이재성
포항공과대학교; LG화학
(kyunglee@postech.ac.kr*)

Gemifloxacin의 중간체인 CMBP(4-cyano-3-methoxyimino-1-(N-t-butoxycarbonyl)-pyrrolidine)의 수소화 과정에서 일어나는 촉매의 불활성화에 대한 연구가 수행되었다. 여러 가지 deactivating agent를 이용하여 촉매를 전처리한 후 CMBP의 수소화 반응을 진행한 결과 Z-AMBP, Z-BAMBP와 산으로 동시에 전처리하였을 때 촉매의 불활성화가 나타났다. BOC 및 그 유도체와 산으로 동시에 전처리한 경우에도 불활성화가 나타났다. 또한 CMBP를 크로마토그래피로 분리한 후 불활성화 반응을 수행한 결과 훨씬 양호한 결과가 나타났으며 크로마토그래피를 이용하여 분리한 불순물들을 첨가하여 불활성화 전처리를 수행한 경우 CMBP의 수소화 반응이 거의 일어나지 않았다. 한편 TPO실험 결과 불활성화가 일어난 촉매의 표면에 유기물들의 흡착을 발견할 수 있었으며 BET 결과 촉매의 불활성화가 일어나면서 표면적이 크게 감소하는 것을 알 수 있었다. 이는 촉매의 불활성화는 촉매 표면의 불순물들이 흡착하여 일어나는 것으로 볼 수 있다.

촉매의 불활성화를 해결하기 위해 이원촉매와 Pd loading에 대한 연구가 수행되었다. 이원촉매 중에서는 보조 금속으로 Re를 쓴 경우 가장 좋은 결과가 나타났으며 불활성화 실험에서도 비교적 양호한 결과가 나타났다. Pd의 양을 일정하게 하고 Pd loading을 달리하여 불활성화에 대한 연구를 수행한 결과 Pd의 loading이 적을수록 불활성화가 완화되었다.