

제미니형 양친매성 계면활성제에 관한 연구(제3보)

—두 개의 술포산염과 소수성알킬기를 갖는 양친매성 화합물의 합성—

윤영균 · 김용철 · 정환경* · 남기대

충북대학교 공과대학 공업화학과

*미국메사추세츠대학 고분자공학과

Studies on the Gemini Type Amphipathic Surfactants(3)

—Synthesis of Amphipathic Compound with Two Sulfate Groups
and Two Lipophilic Alkyl Chains—

Y. K. Yun · Y. Ch. Kim · H. K. Jeong* · K. D. Nam

Dept. of Ind. and Eng. Chem., Chungbuk Nat. Univ., 360-763 Korea

**Dept. of Polymer Sci. and Eng. Univ. of Massachusetts Amherst, MA 01003, U.S.A.*

(Received Feb., 20, 1998)

ABSTRACT

Novel type surfactants containing two long-chain hydrophobic alkyl groups and two hydrophilic sulfonate groups were successfully synthesized by reactions of ethylene glycol diglycidyl ether with long-chain fatty alcohols, after then by reactions with 1,3-propane sultone and sodium hydride under THF solvent.

All these compounds, so called Gemini surfactants, were purified by thin layer chromatography and column chromatography. Their structures were identified by FT-IR and ¹H-NMR.

I. 서 론

제미니 계면활성제는 일반적으로 한 분자내에 두 개의 소수성부인 장쇄알킬기의 사슬과 두 개의 친수성부인 이온기와 그에 하나의 연결부를 가지고 있는 화합물들이 차세대 계면활성제로 주목받고 이에 대한 연구가 지속적으로 이루어지고 있다¹⁻⁴⁾.

글리코실을 붙인 담즙산을 마주 보는 양친매제로 Kahne의 합성⁵⁾과 dibenzo barrelane 구조에 단단하게 결합된 두 개의 카르복시산염의 “독특한 머리 구조를 가진 양친매체”를 Stein과 Gelman이 합성⁶⁾

하기 시작하여 이에 대한 것을 “마주 보는 양친매체”, “특이한 양친매체” 등으로 불리어 오늘에 이르러 제미니 계면활성제라고 명명되었다. 역사적 배경을 살펴볼 때 1974년 Denisenko 등⁷⁾이 두 개의 친수성부와 소수성부를 하나의 연결부로 연결된 계면활성제를 처음 합성한 이후 1980년대 후반 Linfield 등⁴⁾이 diamide에 두 개의 장쇄알킬사슬과 두 개의 에틸렌옥사이드[EO]가 결합된 화합물을 합성하기에 이르렀고 Okahara 등⁸⁾은 ethylene glycol diglycidyl ether에 대칭적으로 두 개의 장쇄알킬사슬과 두 개의 친수성부인 sulfate와 sulfonate를 치환시켜 새로운 화합물을 합성하면서 본격적인 연구가 시

작되었다. 제미니형 계면활성제는 구조적인 특성으로 현재는 차세대 계면활성제로 이에 대한 특이성으로 Nakatsuju 등의 많은 연구^{9~17)}가 진행되어 친수성부가 sulfate, sulfonate, phosphate 및 taurate 등이고 장쇄알킬기의 소수성부가 2~3개의 연결고리를 갖는 다양한 계면활성제가 합성되고 계면성이 비교·검토되었다. 그 외에 Rosen¹⁸⁾, Menger¹⁹⁾ 및 Zana²⁰⁾ 등이 계통적으로 연구되었으며 국내적으로도 Nam 등^{21, 22)}이 연구·발표하였다.

본 연구에서는 이러한 뛰어난 특성을 가지는 차세대 계면활성제이며 새로운 조성을 갖는 제미니형 계면활성제를 계통적으로 합성하고 이들 각각의 최종 생성물에 대한 것을 분리정제하여 화학구조를 확인하였다.

II. 실험 방법

1. 술폰산염기를 갖는 제미니형 음이온성 계면활성제의 합성

본 실험에서는 Okahara의 합성방법^{23, 24)}을 개량하여 실험하였다.

중간 생성물인 1,8-bis(alkyloxymethyl)-3,6-dioxaoctane-1,8-diol류는 환류 냉각기가 부착된 250mL 삼구 플라스크 내에서 금속 칼륨 1.56g(0.04 mol)을 60℃에서 각각의 octanol 11.72g(0.09mol), decanol 14.25g(0.09mol), dodecanol 16.77g(0.09 mol), tetradecanol 19.30g(0.09mol), hexadecanol 21.80g(0.09mol)로 용해시키고 ethylene glycol diglycidyl ether 5.23g(0.03mol)을 위 용액에 천천히 적가시킨 후 반응 혼합물을 80℃로 유지하며 12시간 교반시켜 합성하였다.

반응 후 10% HCl로 상온에서 중화시키고, 반응 혼합물은 methylene chloride(3×150mL) - 증류수(150mL) 혼합용매로 추출하고, 추출물은 황산 마그네슘으로 건조시킨 후 과량의 지방알콜을 감압 증류시켰다.

감압증류 후 미정제물은 hexane : acetone(3 : 2 v/v)의 실리카겔 칼럼 크로마토그래피에 의해 분리 정제하여 다음과 같은 1,8-bis(alkyl-oxymethyl)-3,6-dioxaoctane-1,8-diol류 5종을 얻었다.

- 1,8-bis(octyloxymethyl)-3,6-dioxaoctane-1,8-diol ; [BOCD]
- 1,8-bis(octyloxymethyl)-3,6-dioxaoctane-1,8-diol ; [BDED]
- 1,8-bis(dodecyloxymethyl)-3,6-dioxaoctane-1,8-diol ; [BOCD]
- 1,8-bis(tetradecyloxymethyl)-3,6-dioxaoctane-1,8-diol ; [BTED]
- 1,8-bis(hexadecyloxymethyl)-3,6-dioxaoctane-1,8-diol ; [BHED]

그리고 최종 제미니 계면활성제를 얻기 위해 Okahara의 합성방법²⁴⁾에 따라 300mL의 3구 플라스크 내에서 THF 20mL와 1,3-propane-sultone 1.48g(0.012mol)이 들어 있는 용액을 60℃에서 THF 30mL와 앞서 합성한 각각의 1,8-bis(alkyloxy-methyl)-3,6-dioxaoctane-1,8-diol(0.004mol)과 NaH 0.64g(0.016mol)의 현탁 용액에 서서히 적가시키고, 환류 조건하에서 약 28시간 동안 반응시켰다.

그 반응 혼합물에 15mL의 에탄올 용액을 첨가하고 여과 후 여액을 증류하여 화합물을 얻었다. 이 화합물은 증류수(120mL) : n-BuOH(270mL)로 추출하고, 감압 증류 후 마지막으로 dichloromethane : methanol(20 : 1 v/v) 용출액으로 실리카겔 칼럼 크로마토그래피에 의해 분리·정제하여 다음과 같은 disodium 5,12-bis(2-oxaalkyl)-4,7,10,13-tetraoxa-1,16-hexadecanedisulfonate류 5종을 얻었다.

본 실험의 합성 과정은 Fig. 1에 나타내었다.

- Disodium 5,12-bis(2-oxaocetyl)-4,7,10,13-tetraoxa-1,16-hexadecane disulfonate ; [DOCD]
- Disodium 5,12-bis(2-oxaocetyl)-4,7,10,13-tetraoxa-1,16-hexadecane disulfonate ; [DDED]
- Disodium 5,12-bis(2-oxaocetyl)-4,7,10,13-tetraoxa-1,16-hexadecane disulfonate ; [DDOD]
- Disodium 5,12-bis(2-oxatetradecyl)-4,7,10,13-tetraoxa-1,16-hexadecane disulfonate ; [D-TED]
- Disodium 5,12-bis(2-oxatetradecyl)-4,7,10,13-tetraoxa-1,16-hexadecane disulfonate ; [D-

HED]

2. 생성물의 분리 및 분석

1) 관 및 얇은 막 크로마토그래피

II. 1의 방법으로 합성한 생성물은 관 크로마토그래피를 행하여 가능한한 순수하게 분리하였다. 즉, 관 크로마토그래피는 20×500mm column을 사용하였고, 고정상으로는 silica gel 60G(Merck제)를 충전시키고 이동상으로는 II. 1에서 합성한 diol 유도체에 대해서는 hexane : acetone(3 : 2 v/v)을, disodium염 유도체에 대해서는 dichloromethane : methanol(20 : 1 v/v)을 사용하였다.

이때 이동상의 유속은 2mL/min으로 하였고, 10 mL씩 분할하여 얻은 시료에 대하여는 얇은막 크로

마토그래피를 행하였다. 즉 각각의 용출된 시료를 microcyringe로 취하여 얇은 막의 하단에서 25mm 되는 곳에 40mm 간격으로 작게 점적하고, 각 크로마토그램을 완전히 건조하고 전개조에 넣어 약 10 cm 높이까지 실온에서 전개한 후, TLC plate를 건조하고 I₂ 증기로 spot을 확인하였다. 이때 TLC plate는 E. Merck. Co.제 실리카겔 60 F₂₅₄(20×20 cm)를 실리카겔이 있는 데시케이터 내에 보관하여 사용하였다.

2) 적외선 스펙트럼

II. 1의 방법으로 합성한 중간 생성물 diol 유도체 5종과 생성물 disodium염 유도체 5종에 대한 적외선 스펙트라는 Bomem Michelson series FT-IR spectrometer로 얻었다.

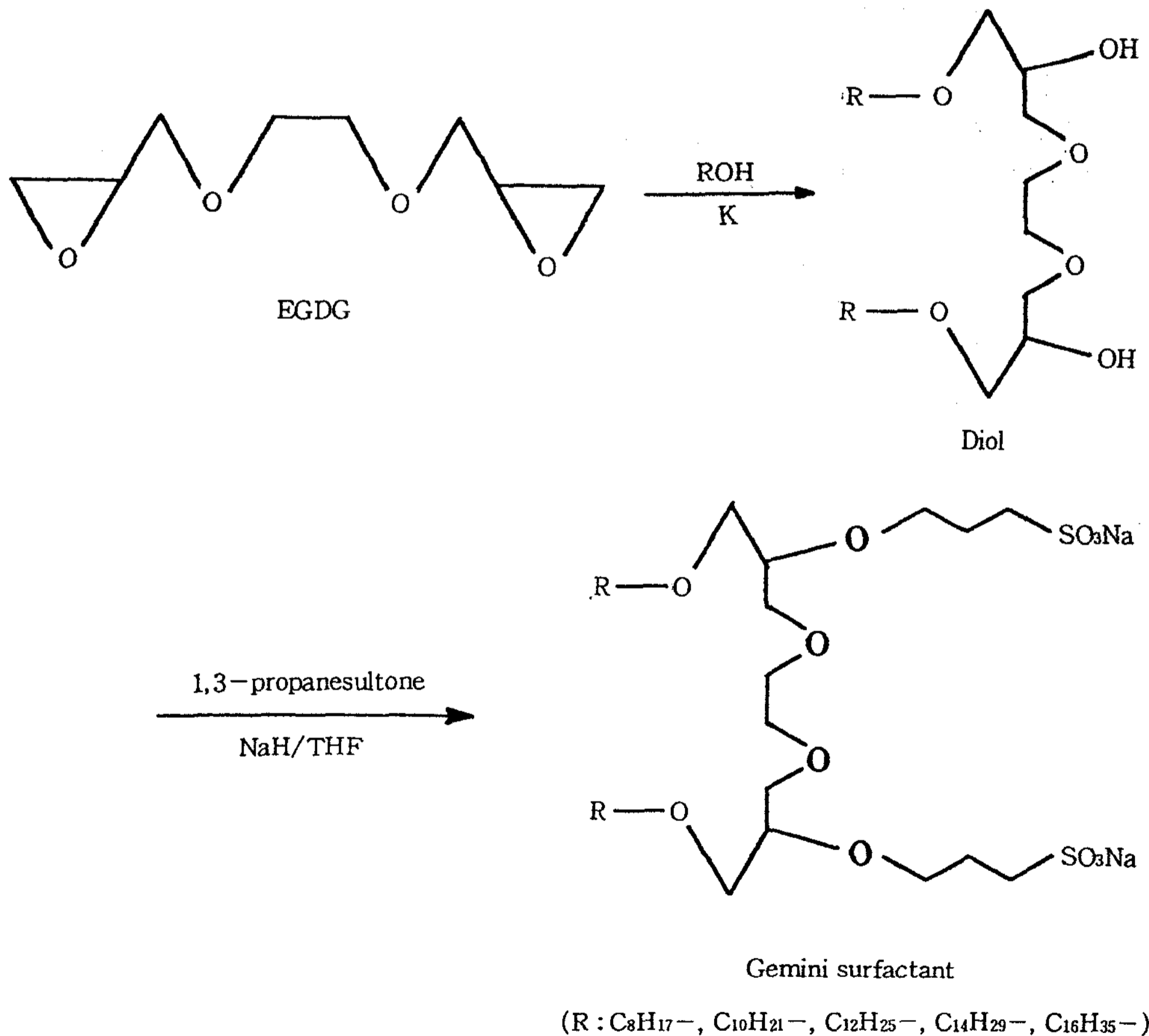


Fig. 1. Synthetic procedures of sulfonate type gemini surfactants.

3) 수소핵(¹H) 자기공명 스펙트럼

II. 1의 방법으로 합성한 1,8-bis(alkyloxymethyl)-3,6-dioxaoctane-1,8-diol류 5종과 disodium bis(2-oxaalkyl)4,7,10,13-tetraoxa-1,16-hexadecanedisulfonate류 5종에 대한 수소핵(¹H) 자기공명 스펙트라는 Bruker DPX-300NMR을 이용하여 얻었다.

여기서 NMR 측정의 내부 표준물질로는 TMS를 사용하였고, 이에 대한 용매는 중간 생성물인 1,8-bis(alkyloxymethyl)-3,6-dioxaoctane-1,8-diol류 5종에 대해서는 acetone을 사용하였으며, 최종 생성물인 disodium 5,2 bis(alkoxy methyl)-4,7,10,13-tetraoxa-1,16-hexadecanedisulfonate류 5종에 대해서는 D₂O를 사용하였다.

III. 실험결과 및 고찰

1. 생성물의 합성

본 연구의 목적인 제미니 계면활성제의 중간 물질인 diol 유도체를 합성하기 위해 II. 1의 방법에 따라 EGDG와 5종의 고급 지방알콜을 금속 칼륨 촉매하에서 12시간 반응시켰다. 반응 생성물은 10% HCl로 중화시키고 methylenechloride와 증류수로 추출한 다음 추출물을 감압 증류시켰다. 여기서 반응 후 강산을 넣은 이유는 EGDG와 보다 효율적이며 입체 장애가 없는 반응을 일으키기 위해 넣은 칼륨이 반응 후 강알칼리 조건하에서 부반응을 일으키는 것을 막기 위해 중화시키는 것으로 사료된다. 감압 증류 후 순수한 생성물을 얻기 위해 마지막으로 hexane :

acetone(3:2 v/v)의 실리카겔 칼럼 크로마토그래피에 의해 분리한 후 다시 한 번 감압 증류하여 1,8-bis(alkyloxymethyl)-3,6-dioxaoctane-1,8-diol류 5종을 얻었다. 그러나 시간이 지남에 따라 1,8-bis(tetradecyl-oxymethyl)-3,6-dioxaoctane-1,8-diol 및 1,8-bis(hexadecyloxymethyl)-3,6-dioxaoctane-1,8-diol은 왁스와 같이 굳어버렸다.

각각의 중간 생성물은 약간의 점성을 가진 무색 투명한 액체나 연한 노랑색의 왁스 상태로 얻어졌으며 수득률은 약 50~57% 정도였다.

Table 1에 각 중간 생성물의 물리적 특성 및 수율 등을 나타내었다.

그리고 최종 생성물인 disodium 5,12-bis(2-oxaalkyl)-4,7,10,13-tetraoxa-1,16-hexadecanedisulfonate류 5종은 II. 1의 방법에 따라 앞서 합성한 diol 유도체와 1,3-propanesultone과 NaH를 용매 THF에서 반응시킨 다음 에탄올 첨가 및 용매 추출과 감압 증류 후 실리카겔 칼럼 크로마토그래피에 의해 수율 65~77%로 연한 노랑색의 고체 분말 상태로 얻었다.

최종 생성물에 대한 물리적 특성 및 수율 등은 Table 2에 각각 정리하여 나타내었다.

2. 생성물의 분석

1) 크로마토그래피 분석

TLC는 Stahl²⁵⁾에 의해 이론이 정립된 이래 조각이 간편하고 분리능이 좋기 때문에 오늘날의 유기합성 분야에서 편리한 분석수단으로 이용되고 있으며 계면활성제 분석에서는 Mangold²⁶⁾에 의해 창시되

Table 1. Physical properties and results of TLC and yields of 1,8-Bis(alkyloxymethyl)-3,6-dioxa-octane-1,8-diol

Comp'd.	Formula	Appearance(25°C)	MW	R _f	Yield(%)
[BOCD]	C ₂₄ H ₅₀ O ₆	Colorless Liquid	434	0.48	56.5
[BDED]	C ₂₈ H ₅₈ O ₆	Colorless Liquid	490	0.47	54.6
[BDOD]	C ₃₂ H ₆₆ O ₆	Colorless Liquid	546	0.46	50.2
[BTED]	C ₃₆ H ₇₄ O ₆	Pale-Yellow Wax	602	0.45	54.9
[BHED]	C ₄₀ H ₈₂ O ₆	Pale-Yellow Wax	658	0.44	54.2

where

TLC developer ; hexane-acetone(3:2, v/v) detection ; I₂ vapour

고 발전되어 현재까지 널리 이용되고 있다.

II. 3의 방법으로 합성한 중간 생성물은 1,8-bis(alkyloxymethyl)-3,6-dioxaoctane-1,8-diol류는 각각 hexane : acetone(3 : 62 v/v)의 전개 용매를 사용하여 세 개의 spot을 확인할 수 있었으나, 관 크

로마토그래피에 의해 분리 정제한 후 TLC한 결과 R_f값이 0.44~0.48 범위에서 단일점으로 나타나 순수한 화합물임을 알 수 있었다.

최종 생성물인 disodium 5,12-bis(2-oxaalkyl)-4,7,10,13-tetraoxa-1,16-hexadecanedisulfona-

Table 2. Physical properties and results of TLC and yields of disodium 5,12-bis(2-oxaalkyl)-4,7,10,13-tetraoxa-1,16-hexadecanedisulfonate

Comp'd.	Formula	Appearance(25°C)	MW	R _f	Yield(%)
[DOCD]	C ₃₀ H ₆₀ O ₁₂ S ₂ Na ₂	Pale-Yellow Solid	734	0.41	77.2
[DDED]	C ₃₄ H ₆₈ O ₁₂ S ₂ Na ₂	Pale-Yellow Solid	790	0.40	65.1
[DDOD]	C ₃₈ H ₇₆ O ₁₂ S ₂ Na ₂	Pale-Yellow Solid	846	0.39	72.9
[DTED]	C ₄₂ H ₈₄ O ₁₂ S ₂ Na ₂	Pale-Yellow Solid	902	0.38	65.5
[DHED]	C ₄₆ H ₉₂ O ₁₂ S ₂ Na ₂	Pale-Yellow Solid	958	0.37	73.9

where

TLC developer ; dichloromethane-methanol(20 : 1, v/v) detection ; I₂ vapour

Table 3. Infrared absorption bands of product derivatives

Comp'd.	Functional group					
	-OH	-(CH ₂) _n -	-CH ₃	S=O	S-O	C-O-C
[BOCD]	3420	2900	1460	-	-	1109
[BDED]	3420	2920	1460	-	-	1109
[BDOD]	3418	2921	1460	-	-	1110
[BTED]	3420	2926	1462	-	-	1109
[BHED]	3420	2920	1460	-	-	1110
[DOCD]	-	2931	1432	1195	620	1050
[DDED]	-	2936	1450	1196	620	1050
[DDOD]	-	2930	1445	1195	620	1050
[DTED]	-	2926	1436	1195	620	1050
[DHED]	-	2930	1450	1196	620	1050

where :

[BOCD] : 1,8-bis(octyloxymethyl)-3,6-dioxaoctane-1,8-diol

[BDED] : 1,8-bis(decyloxymethyl)-3,6-dioxaoctane-1,8-diol

[BDOD] : 1,8-bis(dodecyloxymethyl)-3,6-dioxaoctane-1,8-diol

[BTED] : 1,8-bis(tetradecyloxymethyl)-3,6-dioxaoctane-1,8-diol

[BHED] : 1,8-bis(hexadecyloxymethyl)-3,6-dioxaoctane-1,8-diol

[DOCD] : Disodium 5,12-bis(2-oxaoctyl)-4,7,10,13-tetraoxa-1,16-hexadecanedisulfonate

[DDED] : Disodium 5,12-bis(2-oxadecyl)-4,7,10,13-tetraoxa-1,16-hexadecanedisulfonate

[DDOD] : Disodium 5,12-bis(2-oxadodecyl)-4,7,10,13-tetraoxa-1,16-hexadecanedisulfonate

[DTED] : Disodium 5,12-bis(2-oxatetradecyl)-4,7,10,13-tetraoxa-1,16-hexadecanedisulfonate

[DHED] : Disodium 5,12-bis(2-oxahexadecyl)-4,7,10,13-tetraoxa-1,16-hexadecanedisulfonate

te류도 또한 전개용매 dichloromethane:methanol (20:1 v/v)의 조건으로 TLC 결과, R_f 값이 0.37~0.41에서 단일 반점이 나타났고, Table 1과 Table 2로부터 알 수 있듯이 알킬기의 증가에 따라 R_f 값은 약간 감소함을 알 수 있었다.

2) 적외선 스펙트럼

II.1의 방법에 의해 합성한 반응 생성물들을 II.3.2)의 방법으로 측정하여 얻은 적외선 스펙트럼을 Fig. 2, 3에 도시하였고, 각 화합물들의 중요 흡수 특성 피크를 Table 3에 요약하여 나타내었다.

중간 생성물인 diol 유도체는 ethylene glycol diglycidyl ether 내에 존재하는 에폭시기가 지방알콜에 의한 고리열림 반응인 S_N2 반응에 의해 진행되었기 때문에 diol 유도체는 알킬기와 알콜기, 그리고 에테르기로 구성되어 있다. 중간 생성물의 적외선 스펙트럼을 자세히 살펴보면, 알콜기가 $3,420\text{ cm}^{-1}$, 알킬기는 $2,854\sim 2,924\text{ cm}^{-1}$ 에서, $-\text{CH}_3$ 기는 $1,460\text{ cm}^{-1}$ 에서, 그리고 연결부의 에테르 결합은 $1,110\text{ cm}^{-1}$ 에서 각각 나타나 중간 생성물의 합성을

확인할 수 있었다.

다음으로 최종 생성물인 두 개의 술폰산염기를 가지는 제미니 계면활성제 유도체의 경우에는 중간 생성물과 거의 비슷하나, 중간 생성물 내 알콜의 수소가 1,3-propanesultone에 의해 술폰화 되었기 때문에 중간 생성물에서는 나타나지 않았던 술폰산염기의 피크가 $3,450\text{ cm}^{-1}$ 과 $1,195\text{ cm}^{-1}$, 620 cm^{-1} 에서 각각 나타났다. 또 알킬기는 $2,920\text{ cm}^{-1}$, $-\text{CH}_3$ 기는 $1,440\text{ cm}^{-1}$ 에서 나타났고, 에테르 결합은 $1,050\text{ cm}^{-1}$ 에서 나타난 것으로부터 최종 생성물의 특성 피크를 확인할 수 있었다.

3) 수소핵(^1H) 자기공명 스펙트럼

II.1의 방법에 따라 합성한 중간 생성물 5종과 최종 생성물 5종에 대한 ^1H -NMR 스펙트럼의 결과를 Fig. 4, 5에 도시하였고, 각 화합물의 중요 시그날을 Table 4에 일괄 표시하였다.

Fig. 4에서와 같이 수소핵 자기공명 스펙트라에서 관측되는 $\delta = 0.80\sim 0.90$ 범위의 시그날은 고급 지방알콜의 말단 메틸기에 해당된다. 말단의 메틸기는

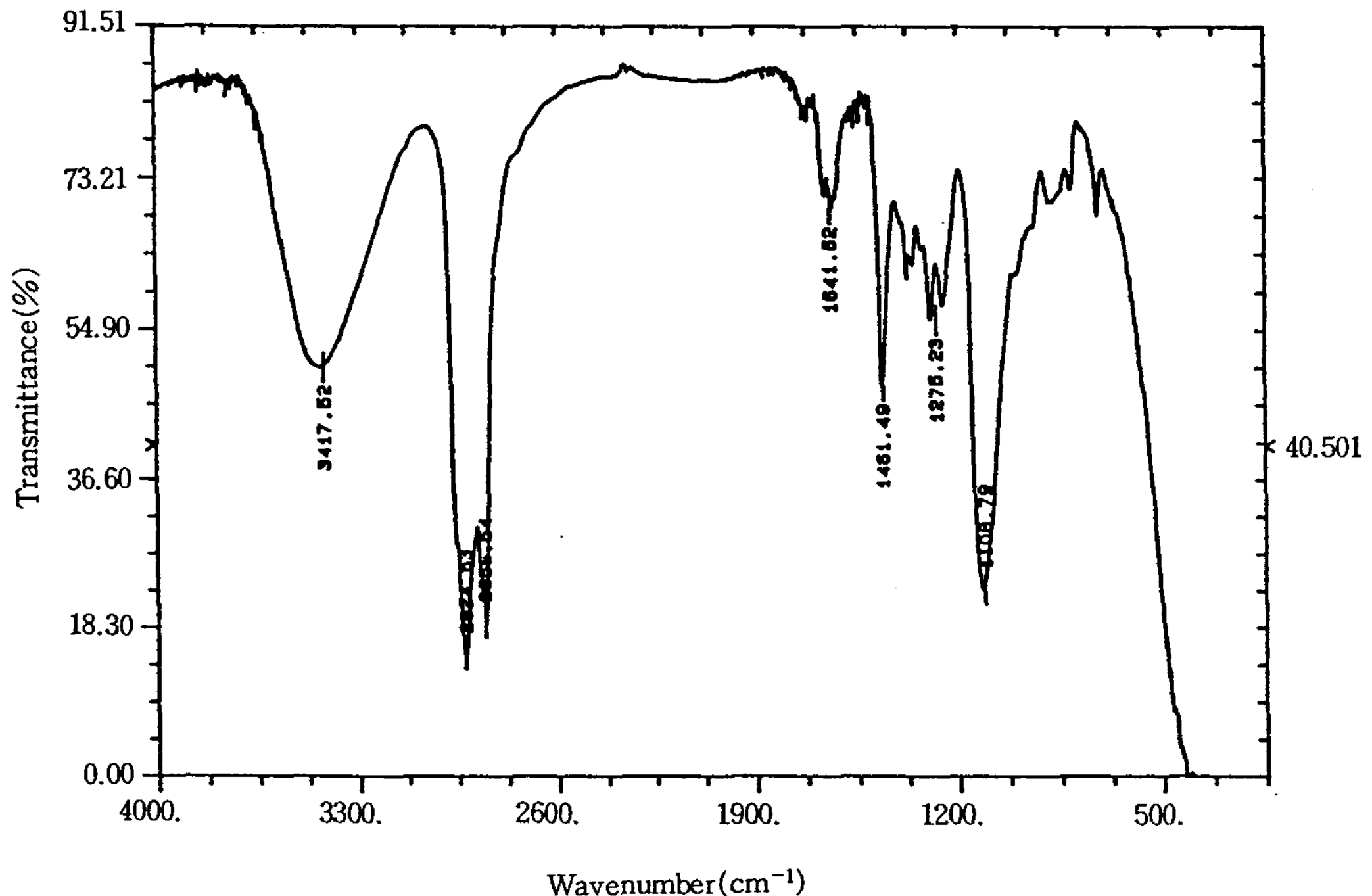


Fig. 2. FT-IR spectrum of 1,8-bis(decyloxymethyl)-3,6-dioxaoctane-1,8-diol.

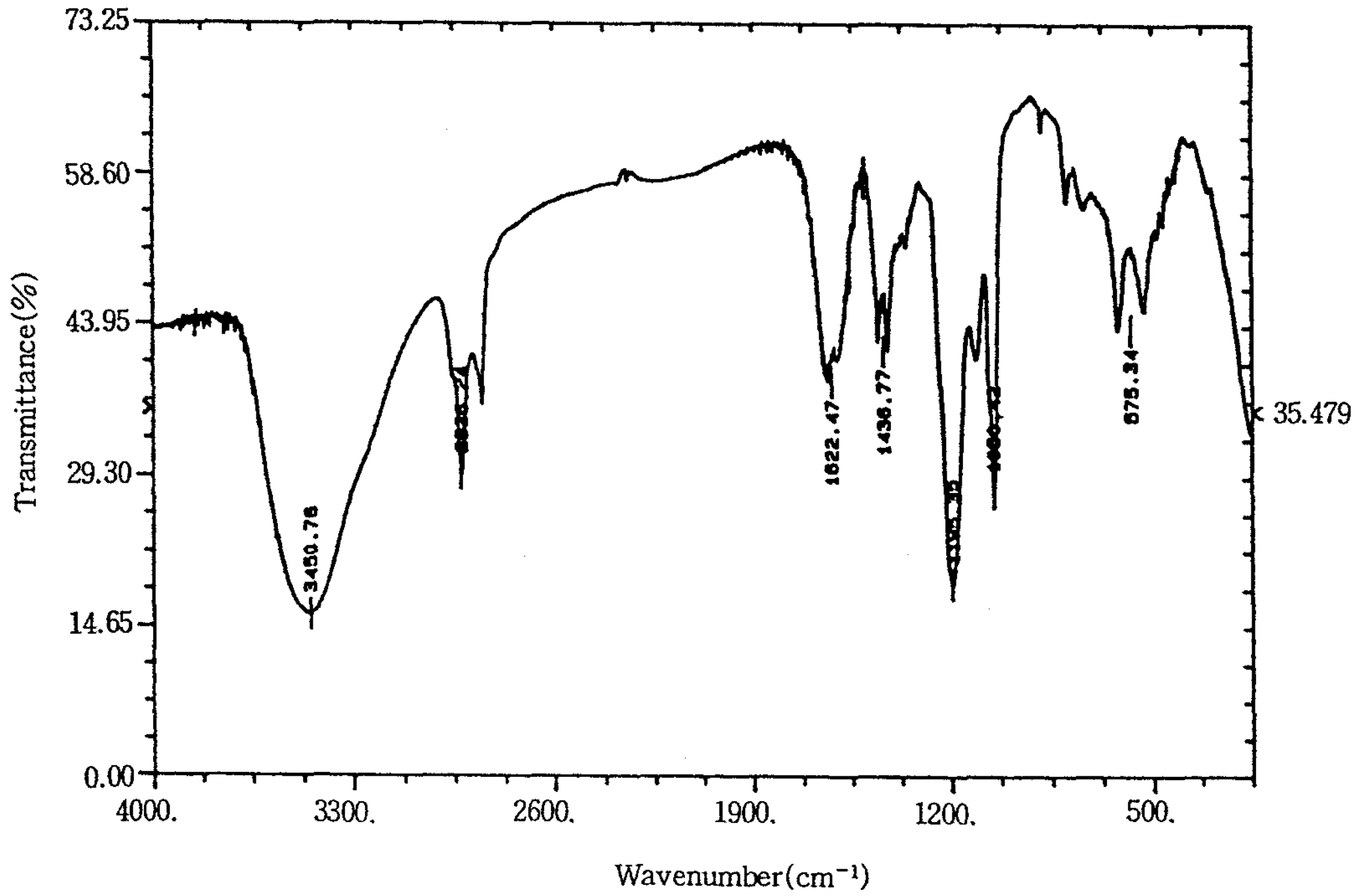


Fig. 3. FT-IR spectrum of disodium 5,12-bis(2-oxadecyl)-4,7,10,13-tetraoxa-1,16-hexadecanedisulfonate.

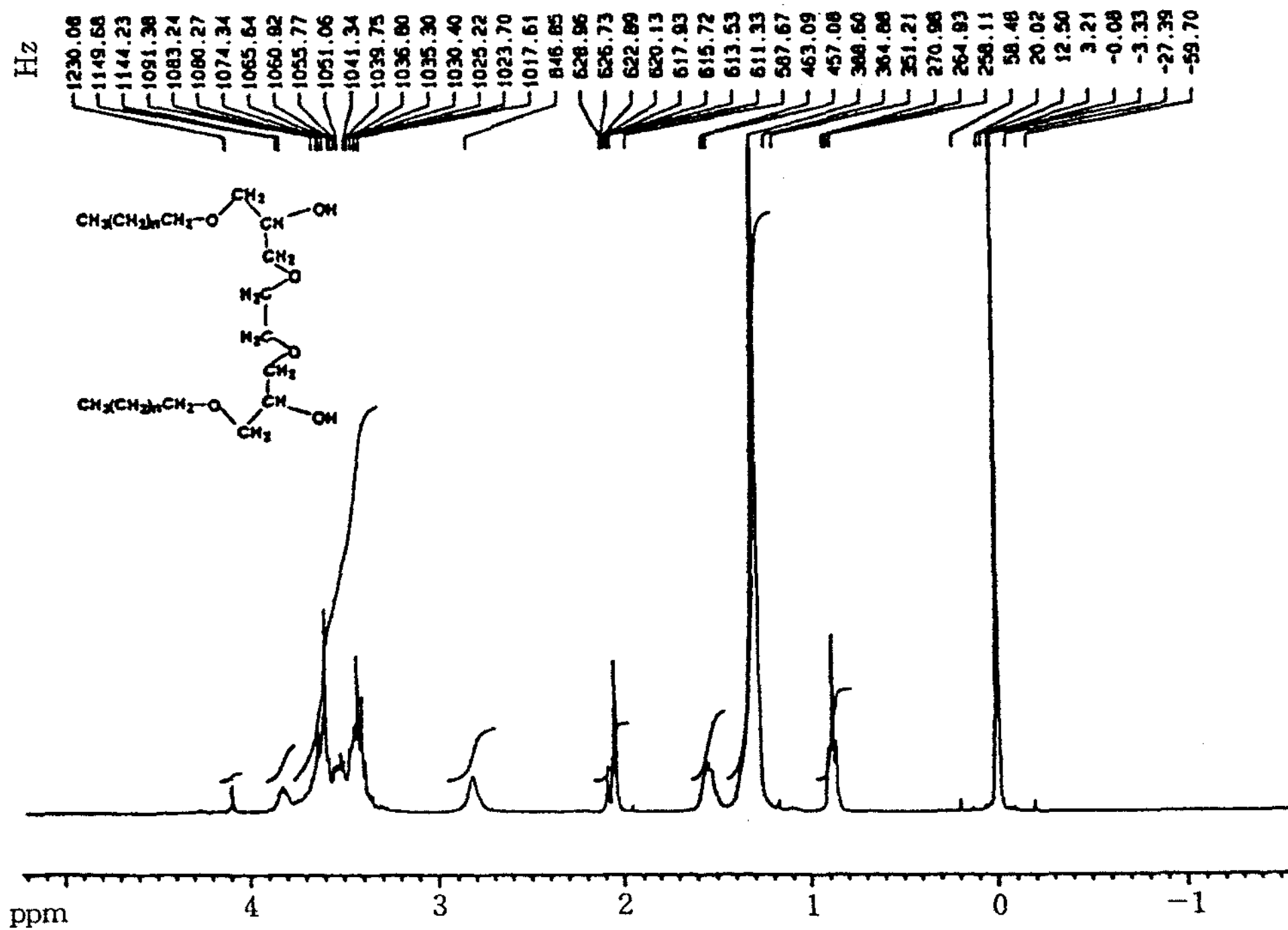


Fig. 4. ¹H-NMR spectrum of 1,8-bis(decyloxymethyl)-3,6-dioxaoctane-1,8-diol.

Table 4. $^1\text{H-NMR}$ spectral characteristics of sulfonate type gemini surfactants

Comp'd.	δ (chemical shift)
[DOCD]	0.88(t, 6H), 1.25~1.46(m, 20H), 1.60(m, 4H), 2.04(m, 4H), 2.97(m, 4H), 3.45~3.85(m, 22H)
[DDED]	0.88(t, 6H), 1.26~1.46(m, 28H), 1.58(m, 4H), 2.04(m, 4H), 2.98(m, 4H), 3.48~3.82(m, 22H)
[DDOD]	0.88(t, 6H), 1.25~1.45(m, 36H), 1.60(m, 4H), 2.04(m, 4H), 2.98(m, 4H), 3.45~3.80(m, 22H)
[DTED]	0.90(t, 6H), 1.26~1.42(m, 44H), 1.58(m, 4H), 2.05(m, 4H), 2.98(m, 4H), 3.50~3.78(m, 22H)
[DHED]	0.88(t, 6H), 1.22~1.40(m, 52H), 1.55(m, 4H), 2.00(m, 4H), 2.96(m, 4H), 3.48~3.76(m, 22H)

where ;

[DOCD] : Disodium 5,12-bis(2-oxaocetyl)-4,7,10,13-tetraoxa-1,16-hexadecanedisulfonate

[DDED] : Disodium 5,12-bis(2-oxadecyl)-4,7,10,13-tetraoxa-1,16-hexadecanedisulfonate

[DDOD] : Disodium 5,12-bis(2-oxadodecyl)-4,7,10,13-tetraoxa-1,16-hexadecanedisulfonate

[DTED] : Disodium 5,12-bis(2-oxatetradecyl)-4,7,10,13-tetraoxa-1,16-hexadecanedisulfonate

[DHED] : Disodium 5,12-bis(2-oxahexadecyl)-4,7,10,13-tetraoxa-1,16-hexadecanedisulfonate

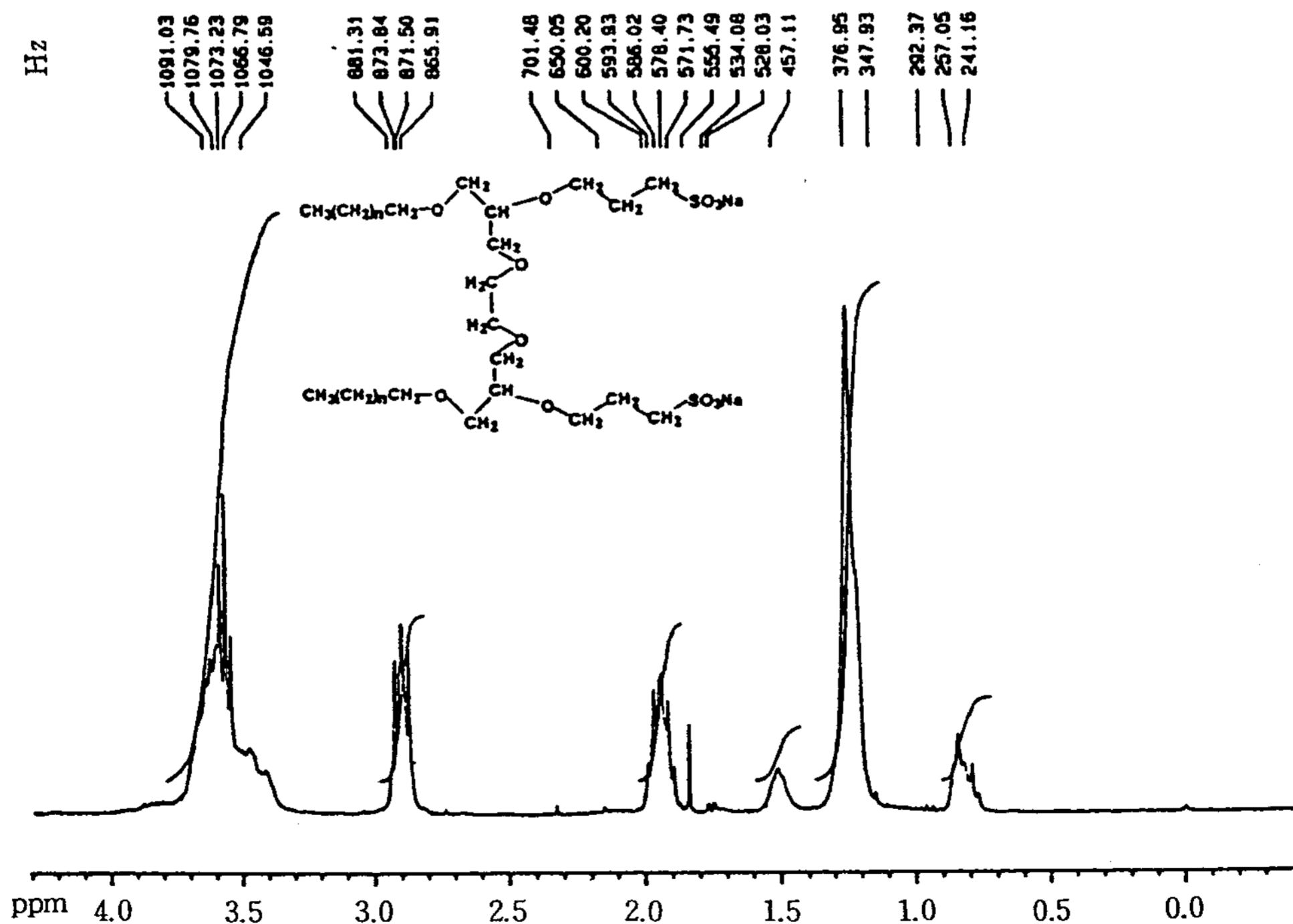


Fig. 5. $^1\text{H-NMR}$ spectrum of disodium 5,12-bis(2-oxadecyl)-4,7,10,13-tetraoxa-1,16-hexadecanedisulfonate.

바로 다음의 장쇄 메틸기에 의해 삼중선으로 나타났다. $\delta = 1.20 \sim 1.45$ 범위의 시그날은 장쇄 메틸렌기로서 이들 메틸렌은 chemical shift가 거의 변하지 않은 단일선으로 관측되었다.

각 chemical shift에서 관측되는 면적강도는 장쇄 메틸렌의 수소수에 비례한다. $\delta = 1.6$ 에서는 소수기인 장쇄 알킬기에서 에테르 옆에 있는 메틸기의 시그날이 관측되고, $\delta = 2.9 \sim 3.0$ 은 알콜의 수소 피크가 나타났다. 또 $\delta = 3.4 \sim 3.9$ 범위에서는 ethylene glycol diglycidyl ether에서 유도된 메틸기의 시그날이 비슷한 부근에서 각각 나타났다. 이 사실로부터 중간 생성물인 diol 유도체가 합성되었음을 추정할 수 있다.

Fig. 5에서와 같이 최종 생성물인 disodium 5, 12-bis(2-oxaalkyl)-4,7,10,13-tetraoxa-1,16-hexadecanedisulfonate류의 경우에는 특별한 피크 변화없이 중간 생성물과 거의 비슷하나, 중간 생성물에서 알콜의 피크가 관찰된 $\delta = 3.0$ 에서 중간 생성물의 CH_2OH 와 반응한 1,3-propanesultone의 메틸기 피크가 하나 더 관찰되었다. 또한 $\delta = 0.88$ 에서는 말단메틸기, $\delta = 1.26 \sim 1.46$ 은 장쇄메틸기, $\delta = 1.53$ 은 알킬기 내에서 에테르 바로 옆의 메틸기가 관측되었고, $\delta = 3.39 \sim 3.9$ 에서는 제미니 계면활성제 내 연결부에 있는 메틸기의 피크가 각각 나타났다. 위 사실로부터 목적인 화합물이 생성되었음을 확인할 수 있었다.

IV. 결 론

소수성 부분의 탄화수소의 탄소수 8~16 범위의 고급 지방알콜 5종을 알칼리 조건하에서 ethylene glycol diglycidyl ether와 반응시켜 중간 물질인 1,8-bis(alkyloxymethyl)-3,6-dioxaoctane-1,8-diol류 5종을 각각 합성하였고, 여기에 sodium hydride와 1,3-propanesutone과의 반응에 의하여 최종 생성물인 제미니 계면활성제 disodium 5,12-bis(2-oxaalkyl)-4,7,10,13-tetraoxa-1,16-hexadecanedisulfonate류 5종을 얻었다. 이들 각각의 화합물은 분리·정제한 후 각종 크로마토그래피 및 스펙트럼을 통하여 그 구조를 확인하여 다음과 같은 화합물을 얻었다.

- Disodium 5,12-bis(2-oxaocetyl)-4,7,10,13-tetraoxa-1,16-hexadecanedisulfonate
- Disodium 5,12-bis(2-oxadecyl)-4,7,10,13-tetraoxa-1,16-hexadecane disulfonate
- Disodium 5,12-bis(2-oxadodecyl)-4,7,10,13-tetraoxa-1,16-hexadecanedisulfonate
- Disodium 5,12-bis(2-oxatetradecyl)-4,7,10,13-tetraoxa-1,16-hexadecanedisulfonate
- Disodium 5,12-bis(2-oxahexadecyl)-4,7,10,13-tetraoxa-1,16-hexadecanedisulfonate

문 헌

1. F. M. Menger and C. A. Littau, *J. Amer. Chem. Soc.*, 113, 1452(1991), *ibid.*, 115, 10083(1993).
2. M. J. Rosen and L. D. Song, *J. Colloid. Interf. Sci.*, 179, 261(1996).
3. S. Karaborni, K. Esselink, P. A. J. Hilbers, B. Smit, J. Karthausser, N. M. van Os, and R. Zana, *Science.*, 226, 254(1994).
4. T. J. Micich and W. M. Linfield, *J. Amer. Oil. Chem. Soc.*, 65, 820(1988).
5. Y. Cheng, D. M. Ho, D. Kahne, and M. A. Bruck, *J. Amer. Chem. Soc.*, 114, 7319(1992).
6. T. M. Stein and S. H. Gellman, *J. Amer. Chem. Soc.*, 114, 3943(1992).
7. Y. Deinega, Z. R. Ul'berg, L. G. Marochko, V. Rudi, and V. P. Denisenko, *Kolloidn. Zh.*, 36, 649(1974).
8. M. Okahara, A. Masuyama, Y. Sumida, and Y. P. Zhu, *J. Jpn. Oil Chem. Soc.*, 37(9), 746(1988).
9. Yun-Peng Zhu, K. Ishihara, A. Masuyama, Y. Nakatsuji, and M. Okahara, *J. Jpn. Oil Chem. Soc.*, 42, 161(1993).
10. A. Masuyama, T. H. Yun-Peng Zhu, M. Okahara, and M. J. Rosen, *J. Jpn. Oil Chem. Soc.*, 41, 301(1992).
11. M. Okahara, A. Masuyama, T. Nagata, and

- Yun-Peng Zhu, *J. Jpn. Oil Chem. Soc.*, **40**, 473(1988).
12. Yun-Peng Zhu, Y. Kirito, A. Masuyama, M. J. Rosen and M. Okahara, *J. Jpn. Oil Chem. Soc.*, **69**(7), 626(1992).
13. Yun-Peng Zhu, K. Ishihara, A. Masuyama, Y. Nakatsuji, and M. Okahara, *J. Jpn. Oil Chem. Soc.*, **42**(2), 86(1993).
14. Yun-Peng Zhu, A. Masuyama, and M. Okahara, *J. Amer. Oil Chem. Soc.*, **68**(4), 268 (1991).
15. Yun-Peng Zhu, Akari Masuyama, Y. Kirito, and Mitsuo Okahara, *J. Amer. Oil Chem. Soc.*, **68**, 539(1991).
16. Yun-Peng Zhu, A. Masuyama, and M. Okahara, *J. Amer. Oil Chem. Soc.*, **67**(7), 459 (1990).
17. Yun-Peng Zhu, A. Masuyama and M. Okahara, *J. Colloid Interf. Sci.*, **158**, 40(1993).
18. M. J. Rosen, "Surface Interfacial Phenomena", 2nd ed., Wiley-Interscience Publication, New York, 1989.
19. F. M. Menger, *Angew. Chem. Int. Engl.*, **30**, 1086(1991).
20. R. Zana and Y. Talmon, *Nature*, **362**, 228 (1993).
21. N. H. Jeong and K. D. Nam, "The Synthesis and Surface Active Properties of Anionic Oligomer Surfactant with α -Sulfo Alkanoic Acid", *Chungbuk Nat'l Univ., Doctor Thesis*, 1996.
22. Y. H. Yeon and K. D. Nam, "Synthesis and Surface Active Properties of Disodium Bis (N-Acyl Taurate) Types of Gemini Surfactant", *Chungbuk Nat'l Univ., Master Thesis*, 1996.
23. Y. Nakatsuji, Y. Tsuji, I. Ikeda, and M. Okahara, *J. Org. Chem.*, **51**, 78(1986).
24. Yun-Peng Zhu, A. Masuyama, T. Nakata and M. Okahara, *J. Jpn. Oil Chem. Soc.*, **40** (6), 473(1991).
25. E. Stahl, *Chemiker-Z.*, **82**, 323(1953).
26. H. K. Mangold and R. Kammereck, *J. Amer. Oil Chem. Soc.*, **39**, 201(1962).