

Gemini형표면활성제의 합성

서광윤, 정유철

위대한 수령 김일성동지께서는 다음과 같이 교시하시였다.

《새로운 과학분야들을 개척하고 최신과학기술의 성과를 인민경제에 널리 받아들이며 중요한 기초과학부문들을 적극 발전시켜야 합니다.》(《김일성전집》 제27권 391페이지)

지금 세계적으로 환경에 부정적영향을 주지 않고 여러가지 성능을 가진 새형의 표면활성제를 개발하기 위한 연구가 활발히 벌어지고있다.[1]

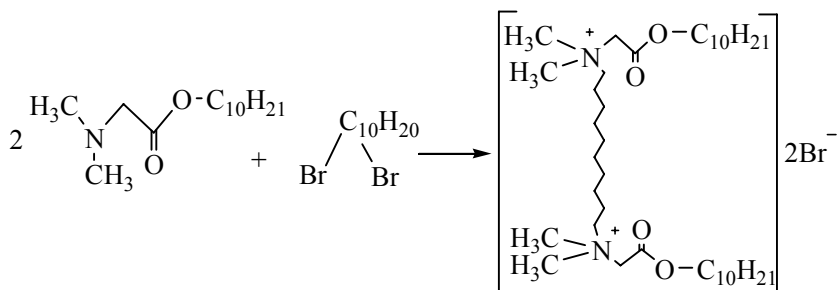
Gemini형표면활성제는 독특한 구조적특성으로 하여 일반표면활성제에 비하여 생물분해성과 살균력이 세고 독성이 약한 새 세대 표면활성제이다.[2, 3] 그러나 Gemini형표면활성제의 구체적인 구조와 합성방법은 발표된것이 없다.

우리는 1,10-디브로모데칸과 N,N-디메틸글리신데실에스테르로부터 Gemini형표면활성제를 합성하였다.

실험 방법

시약으로는 N,N-디메틸글리신데실에스테르, 1,10-디브로모데칸(분석순), 아세토니트릴(분석순), 디에틸에테르(분석순)를, 기구로는 100mL 3구플라스크, 자석교반기가 달린 항온가열기, 푸리에변환적외선분광기(《Bruker Tensor 27》), 전자천평(《FA1204B》), 회전증발기, 초음파공진장치, 핵자기공명스펙트르분석기(《Bruker UltraShieldTM AVANCE》)를 리용하였다.

합성반응식은 다음과 같다.



아세토니트릴 50mL와 N,N-디메틸글리신데실에스테르 2.91g(0.012mol), 1,10-디브로모데칸 1.50g(0.005mol)을 3구플라스크에 넣고 자석교반기가 달린 항온가열기에서 용액을 천천히 교반하면서 온도를 반응온도까지 서서히 올리고 일정한 시간동안 반응시켰다. 다음 회전증발기로 용매인 아세토니트릴을 제거하고 증류수 30mL를 넣어 초음파공진장치에서 반응물을 완전히 풀었다. 디에틸에테르로 3번 세척하여 미반응물을 제거하였다. 다음 회전증발기로 증류수를 제거하여 최종생성물을 얻었다.

푸리에변환적외선분광기와 핵자기공명스펙트르분석기로 생성물을 동정하였다.

실험결과 및 해석

물질량비의 영향 반응온도 60℃, 반응시간 16h의 조건에서 1,10-디브로모데칸과 N,N-디메틸글리신데실에스테르의 물질량비에 따르는 생성물의 거둬들변화는 표 1과 같다.

표 1에서 보는바와 같이 1,10-디브로모데칸과 N,N-디메틸글리신데실에스테르의 물질량비가 1 : 2.4이상일 때 생성물의 거둬들이 거의 변하지 않았다. 따라서 물질량비를 1 : 2.4로 정하였다.

표 1. 물질량비에 따르는 생성물의 거둬들변화

물질량비	1 : 2.0	1 : 2.2	1 : 2.4	1 : 2.6
거둬들/%	62.4	65.5	68.8	68.9

반응온도의 영향 1,10-디브로모데칸과

N,N-디메틸글리신데실에스테르의 물질량비 1 : 2.4, 반응시간 16h의 조건에서 반응온도에 따르는 생성물의 거둬들의 변화는 표 2와 같다.

표 2. 반응온도에 따르는 생성물의 거둬들변화

반응온도/℃	40	50	60	70	80
거둬들/%	56.3	61.3	68.8	71.7	71.8

70℃이상일 때 생성물의 거둬들이 거의 변하지 않았다. 따라서 반응온도를 70℃로 정하였다.

반응시간의 영향 반응온도 70℃, 1,10-디브로모데칸과 N,N-디메틸글리신데실에스테르의 물질량비 1 : 2.4의 조건에서 반응시간에 따르는 생성물의 거둬들변화는 표 3과 같다.

표 3에서 보는바와 같이 반응시간이 길어짐에 따라 생성물의 거둬들이 증가하다가 20h후에는 거의 변하지 않았다. 이로부터 반응시간을 20h로 정하였다.

표 3. 반응시간에 따르는 생성물의 거둬들변화

반응시간/h	14	16	18	20	22	24
거둬들/%	69.8	71.7	73.2	75.3	75.4	75.4

생성물의 구조분석 Gemini형 표면활성제의 IR투과스펙트르는 그림 1과 같다.

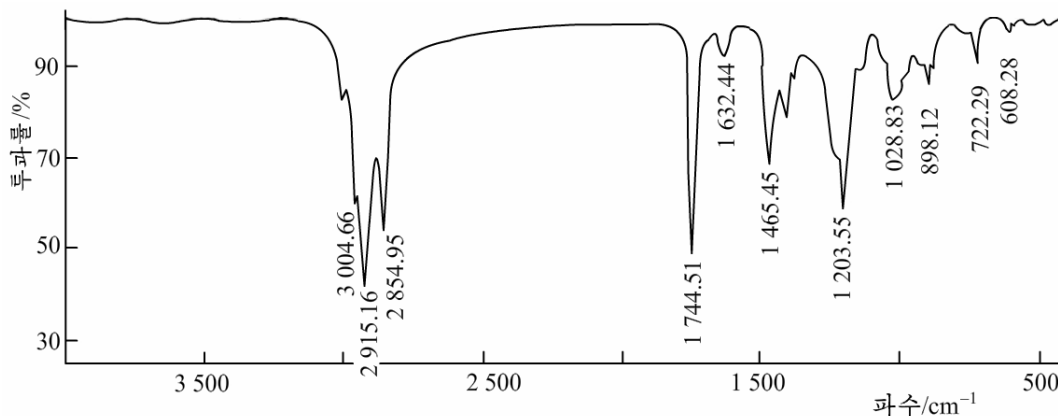


그림 1. Gemini형 표면활성제의 IR투과스펙트르

그림 1에서 보는바와 같이 IR투과스펙트르에는 포화카르보산알킬에스테르의 C=O 결합과 C-O 결합의 신축진동에 해당하는 흡수띠가 각각 1744, 1203 cm^{-1} 에서 나타났다. 또한 2915, 2854 cm^{-1} 에서 CH_2 -결합과 CH_3 결합의 신축진동에 해당하는 흡수띠가, 1465 cm^{-1} 에서 CH_2 -결합의 변각진동에 해당하는 흡수띠가 나타났다.

Gemini형 표면활성제의 $^1\text{H-NMR}$ 스펙트르와 구조단위는 그림 2, 3과 같다.

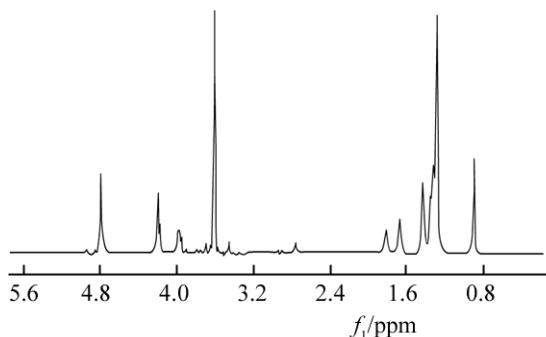


그림 2. Gemini형표면활성제의 ^1H -NMR스펙트럼

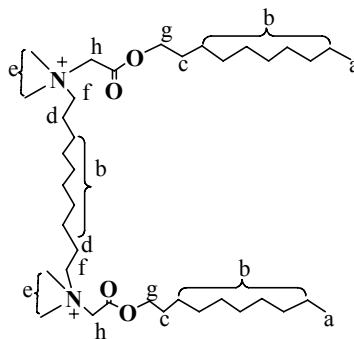


그림 3. Gemini형표면활성제의 구조단위

그림 2에서 보는바와 같이 Gemini형표면활성제의 ^1H -NMR스펙트럼에는 8개의 서로 다른 봉우리가 있다. 이로부터 이 분자안에 8개의 서로 다른 상태에 있는 수소원자들이 있다는것을 알수 있다.

^1H -NMR(400MHz, CDCl_3) : δ (ppm) 0.89(t, 6H, a), 1.34(m, 40H, b), 1.67(m, 4H, c), 1.80(m, 4H, d), 3.60(s, 12H, e), 3.97(t, 4H, f), 4.19(t, 4H, g), 4.79(s, 4H, h)

IR투과스펙트럼과 ^1H -NMR스펙트럼분석결과 합성한 생성물이 목적인 Gemini형표면활성제의 구조와 일치한다는것을 알수 있었다.

맺는말

1,10-디브로모데칸과 N,N-디메틸글리신데실에스테르로부터 Gemini형표면활성제를 합성하였다. Gemini형표면활성제합성의 적합한 반응조건은 1,10-디브로모데칸과 N,N-디메틸글리신데실에스테르의 물질량비 1 : 2.4, 반응온도 70°C , 반응시간 20h이다.

참고문헌

- [1] F. M. Menger et al.; Angew. Chem. Int. Ed., **39**, 1906, 2000.
- [2] A. Lasehewsky et al.; Colloid Polym. Sci., **283**, 4, 469, 2015.
- [3] 徐冬青 等; 化学研究与应用, **22**, 1117, 2010.

주체107(2018)년 1월 5일 원고접수

Synthesis of Gemini Surfactant

So Kwang Yun, Jong Yu Chol

We synthesized Gemini surfactant from 1,10-dibromodecane and N,N-dimethylglycine decyl ester. The optimum condition of synthesis of Gemini surfactant is as follows; the molar ratio of 1,10-dibromodecane and N,N-dimethylglycine decyl ester is 1 : 2.4, the reaction temperature is 70°C and the reaction time is 20h.

Key words: N,N-dimethylglycine ester, Gemini surfactant, 1,10-dibromodecane