

界面活性 아미노싸이클리톨 誘導體의 合成

孫 周 煥 · 李 昌 燮

仁荷大學校 工科學 化學工學科

Synthesis of Surface Active Aminocyclitol Derivatives

Sohn, Joo Hwan · Lee, Chang Sup

Dept. of Chemical Engineering, Inha University, In Cheon 160, Korea

(Received March 26, 1987)

ABSTRACT

Inosamine(deoxyaminoinositol) stereomers such as *scyllo*-inosamine, *myo*-inosamine-2, *epi*-inosamine-2 and *myo*-inesamine-4 have been synthesized from *myo*-inositol (1,2,3,5/4,6-hexahydroxycyclohexane) And sixteen of quaternary ammonium salt type deoxyaminoinositols such as dimethylalkyl-deoxy-*scyllo*-inosityl-, dimethylalkyl-2-deoxy-2-*myo*-inosityl-, dimethylalkyl-2-deoxy-2-*epi*-inosityl and dimethylalkyl-4-deoxy-4-*myo*-inosityl ammonium chlorides with straight chain alkyl group having from eight to fourteen carbon atoms have been synthesized from four kinds of the inosamine stereomers. The isolation and detection of dimethylalkyl-deoxy-inosityl ammonium chlorides have been investigated by column chromatography, paper chromatography, infrared absorption spectra and elementary analysis, respectively.

I. 緒 論

비누(soap)는 옛부터 알려진 界面活性劑의 하나이다. 그러나 合成界面活性劑의 先驅는 1931年 E. Frey가 만든 olive 油의 鹼性 反應生成物이며 그 후 油脂로부터 開發된 數種 化合物이 實用됨으로서 發展되어 왔다. 오늘날 石油化學의 發達로 各種 疎水性 및 親水性 材料가 쉽게 얻어지고 이것의 連結 및 組合을 위한 化學的 手段이 크게 發展되어 許多한 界面活性劑가 合成되기에 이르렀다. 그러나 이들 化合物의 産業上 使用이 急增함에 따라 環境汚染을 避하여 保健學的 側面에서의 諸般安定性, 그리고 界面活性劑의 보다 合理的인 活用이라는 側面에서 考察하면 必然 몇가지 考慮해야 할 問題가 隨伴된다. 즉 親水 및 疎水性 材料의 再評價, 이것의 連結試藥에 대한 再檢討, 性能과 分子構造와의 關係, 그리

고 이와 關聯된 界面活性劑 分子設計의 合理的인 改良과 新機能의 探索 등에 대한 檢討가 必要하다 하겠다. 그러나 先行되어야 할 點은 界面活性劑의 合成 素材를 단지 石灰이나 石油에만 依存할 것이 아니라 石油의 有限說이 現實問題로 學論되고 있는 現 視點에서 石油代替資源의 開發이야말로 時急한 課題의 하나이다. 이와같은 觀點에서 糖類의 資源化에 대하여 興味를 가져볼만하다. 따라서 本 研究室에서는 糖類를 親水性 成分으로 한 數種의 界面活性劑를 合成하여 報告한 바 있다^{1,2}.

本 研究는 分子構造가 糖類와 密接하게 關聯된 inositol (I)로 부터 界面活性劑를 誘導할 것에 目的을 두었다. I에는 9種의 立體異性體가 알려져 있고 이 가운데 *myo*-inositol (*my*-II)은 1, 2, 3, 5/4, 6-hexahydroxycyclohexane에 대한 名稱이다. 이것은 農産廢物 특히 쌀겨(rice bran)에 約 15% 포함된 phytin을 加水分解하여 比較的 쉽게 工業的規

模로 얻을 수 있어 糖類에 버금가는 炭素資源이라 하겠다. 따라서 本 研究에서는 *my*-II을 酸化하여 *myo*-inosose-2 (*my*-I₀), 및 *DL*-*epi*-inosose-2 (*ep*-I₀) 등을 얻고 이것들의 phenylhydrozone 및 oxime 등을 還元하여 *scyllo*-inosamine(*sc*-IA), *myo*-inosamine-2(*my*-IA₂), *epi*-inosamine-2 (*ep*-IA₂), 및 *myo*-inosamine-4(*my*-IA₄) 등을 얻어 이것들을 디메틸화한 다음 炭素原子數 8~14 範圍의 알킬기가 導入된 제 4 차 암모늄鹽型 化合物에 到達시켰다.

II. 材料 및 方法

1. 試藥 및 機器

my-II은 Analab 製, 疎水性 材料와 크로마토그래피용 및 그 밖의 試藥類는 Tokyo Kasei 製 特級 또는 一級試藥을 使用하였다. 이들의 녹는點 또는 끓는點들은 文獻과 잘 一致한다. 녹는點은 Electrothermal 微量熔融點 測定裝置(英製), 赤外線 吸收스펙트럼은 Shimadzu IR-420 赤外線 分光光度計, 元素分析은 Yanaco MT-3 CHN corder를 각각 使用하였다.

2. Inosose類의 合成

my-II로부터 Heyns의 方法³⁾에 따라 Adams 觸媒⁴⁾存在下 空氣酸化하여 *my*-I₀를 얻었다. 그리고 Posternak의 方法⁵⁾에 따라 *my*-II을 窒酸으로 酸化하여서 *ep*-I₀를 얻었다.

my-I₀: 白色結晶, mp. 197°~198°C(dec.), 文獻값³⁾, 198°C(dec.).

ep-I₀: 白色結晶, mp. 197°~200°C(dec.), 文獻값⁵⁾, 198°~200°C(dec.).

3. Phenylhydrazone類의 合成

Posternak의 方法⁵⁾에 따라 *my*-I₀ 및 *ep*-I₀로부터 phenylhydrazine을 反應시켜 얻은 것을 methanol에서 再結晶하였다.

myo-inosose-2 phenylhydrazone(*my*-IOP): 白色針狀結晶, mp. 176°C(dec.), 文獻값⁶⁾, 176°~177°C(dec.).

epi-inosose-2 phenylhydrazone(*ep*-IOP): 白色結晶, mp. 190°~195°C(dec.), 文獻값⁶⁾, 185°~194°C(dec.).

4. Oxime의 合成

May의 方法⁷⁾에 따라 *ep*-I₀와 hydroxylamine을 反應시켜 얻은것을 ethanol에서 再結晶하였다.

ep-I₀ oxime: 白色針狀結晶, mp. 151°~152°C(dec.), 文獻값⁷⁾, 150°~151°C(dec.).

5. Inosamine類의 合成

Carter의 方法⁸⁾에 따라 *my*-IOP 36g을 methanol 200ml에 溶解하고 Raney nickel 10g과 Parr hydrogenator에 넣어 130°C로 調節하면서 水素壓 7氣壓下 12時間 水素化하고 아세트酸 無水物과 反應시켜 hexaacetyl誘導體를 만들어 methanol性 水酸化칼륨溶液으로 處理하여 *N*-acetyl誘導體로 變換시켜 鹽化水素酸으로 加水分解하여서 *sc*-IA을 얻었다. *my*-IA₂는 Latham의 方法⁹⁾에 따라 *my*-IOP 10g을 물 100ml, methanol 100ml의 混合溶媒에 溶解하고 酸化白金 1g과 Parr hydrogenator에 넣고 水素壓 7氣壓下 60°C에서 12時間 水素化하고 아세트酸 無水物과 反應시켜 hexaacetyl誘導體를 만들어 鹽化水素酸으로 加水分解하여서 얻었다. *ep*-IA₂는 Carter의 方法⁸⁾에 따라 *ep*-IOP 10g을 methanol 100ml에 溶解하여 酸化白金 1g과 Parr hydrogenator에 넣어 水素壓 7氣壓下 130°C에서 5時間 水素化하고 아세트酸 無水物과 反應시켜 hexaacetyl誘導體를 얻어 鹽化水素酸으로 加水分解하여 얻었다. *my*-IA₄는 Anderson의 方法¹⁰⁾에 따라 *ep*-I₀ oxime 10% 水溶液 100ml에 sodium amalgam 25g을 10回에 나누어 넣어 還元하고 아세트酸 無水物과 反應시켜 hexaacetyl誘導體를 얻어 Suami의 方法¹¹⁾에 따라 methanol性 암모니아로 處理하여 *N*-acetyl誘導體를 얻어 Straube-Rieke의 方法¹²⁾을 適用하여 水酸化바륨으로 加水分解하여 얻었다.

sc-IA: 白色結晶, mp. 260°C(dec.), 文獻값⁹⁾, 260°C(dec.), *N*-acetyl化合物: 白色結晶, mp. 288°~290°C, 文獻값⁹⁾, 289°~291°C.

my-IA₂: 白色結晶, mp. 236°~237°C, 文獻값⁹⁾, 236°~237°C, hexaacetyl化合物: 白色結晶, mp. 258°~259°C, 文獻값⁹⁾, 259°~260°C

ep-IA₂: 白色結晶, mp. 234°~235°C(dec.), 文獻값⁹⁾, 234°~236°C(dec.), hexaacetyl化合物: 白色針狀結晶, mp. 191°~192°C, 文獻값⁹⁾, 192°~194°C.

my-IA₄: 白色結晶, mp. 235°~240°C(dec.), 文獻값¹²⁾, 210°~250°C(dec.), *N*-acetyl化合物: 白色針狀結晶, mp. 269°~271°C(dec.), 文獻값¹²⁾, 270°~271°C(dec.).

6. N,N-dimethylaminodeoxyinositol 類의 合成

sc-IA에 대하여는 Holland의 방법¹³⁾을, *my*-IA2 및 *my*-IA4에 대하여는 Latham의 방법⁹⁾을, *ep*-IA2에 대하여는 May의 방법⁷⁾을 각각 適用하여 37% formalin과 98%포름酸 混合物을 反應시켜 디메틸化하고 鹽化水素酸으로 處理하여 N,N-dimethylaminodeoxyinositol(DAII)類의 鹽化水素酸을 각각 얻었다.

N,N-dimethylaminodeoxy-*scyllo*-inositol(DA-sc-II): 白色結晶, mp. 221°~223°C, 文獻값¹³⁾, 222~223°C

2-(N,N-dimethylamino)-2-deoxy-*myo*-inositol (2DA-*my*-II): 白色結晶, mp. 218°~220°C, 文獻값⁸⁾, 218~220°C

2-(N,N-dimethylamino)-2-deoxy-*epi*-inositol (2DA-*ep*-II): 白色結晶, mp. 224°~226°C (dec.), 文獻값⁷⁾, 223°~225°C(dec.).

4-(N,N-dimethylamino)-4-deoxy-*myo*-inositol (4DA-*my*-II): 白色結晶, mp. 226°~227°C (dec.), 文獻값⁹⁾, 225°~227°C

7. 암모늄鹽型 誘導體의 合成

Holland의 방법¹³⁾을 參酌하여 DAII類에 炭素原子數 8~14 範圍의 알킬基를 導入하여 얻었다. 즉 DAII類의 鹽化水素酸鹽 각 10g을 炭酸水素나트륨水溶液 60ml에 溶解하여 冷藏庫內에 24時間 靜置하여 析出物을 거르고 얼음물로 씻은 다음 眞空乾燥하였다. 다음 溫度計, 冷却器, 密閉된 Hirschberg 檢개동이 붙은 500ml 容量 둥근바닥플라스크에 DAII類 0.04 mole과 ethylacetate 200ml를 넣고 1-chloroalkane類 0.2 mole을 넣어 70°C에서 96時間 잘 저으면서 反應시켰다. 여기서 1-chloroalkane類의 炭素原子數는 8, 10, 12 및 14이다. 反應이 完結하면 0°C로 冷却하고 冷藏庫內에 24時間 靜置하여 生成된 白色 結晶을 速小分離하여 少量의 ethylacetate로 3회 씻고 methanol에서 再結晶하여 다음 16種의 dimethylalkyl-deoxy-inosityl ammonium chloride (DAIAC)類를 얻었다.

dimethyloctyl-deoxy-*scyllo*-inosityl ammonium chloride (DOC-*sc*-IAC): 收率 14.2%, mp. 164°~166°C(dec.).

Anal. Calcd. for $C_{16}H_{34}ClNO_5$: C, 54.0; H, 9.6; N, 3.9. Found: C, 54.6; H, 9.4; N, 3.8

dimethyldecyl-deoxy-*scyllo*-inosityl ammonium chloride (DDE-*sc*-IAC): 收率, 13.8%, mp. 190°~192°C(dec.).

Anal. Calcd. for $C_{18}H_{38}ClNO_5$: C, 56.3; H, 10.0; N, 3.6. Found: C, 56.7; H, 10.2; N, 3.7

dimethyldodecyl-deoxy-*scyllo*-inosityl ammonium chloride (DDO-*sc*-IAC): 收率, 16.3%, mp. 176°~179°C(dec.).

Anal. Calcd. for $C_{20}H_{42}ClNO_5$: C, 58.3; H, 10.3; N, 3.4. Found: C, 58.8; H, 10.1; N, 3.6

dimethyltetradecyl-deoxy-*scyllo*-inosityl ammonium chloride(DTE-*sc*-IAC): 收率, 18.2%, mp. 199°~200°C(dec.).

Anal. Calcd. for $C_{22}H_{46}ClNO_5$: C, 60.0; H, 10.5; N, 3.2. Found: C, 59.7; H, 10.9; N, 3.0

dimethyloctyl-2-deoxy-2-*myo*-inosityl ammonium chloride (DOC-2*my*-IAC): 收率, 12.4%, mp. 162°~164°C(dec.).

Anal. Calcd. for $C_{16}H_{34}ClNO_5$: C, 54.0; H, 9.6; N, 3.9. Found: C, 53.8; H, 9.7; N, 3.4

dimethyldecyl-2-deoxy-2-*myo*-inosityl ammonium chloride (DDE-2*my*-IAC): 收率, 10.8%, mp. 186°~189°C(dec.).

Anal. Calcd. for $C_{18}H_{38}ClNO_5$: C, 56.3; H, 10.0; N, 3.6. Found: C, 55.9; H, 10.1; N, 3.5

dimethyldodecyl-2-deoxy-2-*myo*-inosityl ammonium chloride(DDO-2*my*-IAC): 收率, 13.2%, mp. 172°~174°C(dec.).

Anal. Calcd. for $C_{20}H_{42}ClNO_5$: C, 58.3; H, 10.3; N, 3.4. Found: C, 58.0; H, 10.0; N, 3.5

dimethyltetradecyl-2-deoxy-2-*myo*-inosityl ammonium chloride(DTE-2*my*-IAC): 收率, 15.0%, mp. 194°~195°C(dec.).

Anal. Calcd. for $C_{22}H_{46}ClNO_5$: C, 60.0; H, 10.5; N, 3.2. Found: C, 59.1; H, 11.2; N, 3.3

dimethyloctyl-2-deoxy-2-*epi*-inosityl ammonium chloride(DOC-2*ep*-IAC): 收率, 14.6%, mp. 175°~177°C(dec.).

Anal. Calcd. for $C_{16}H_{34}ClNO_5$: C, 54.0; H, 9.6; N, 3.9. Found: C, 54.2; H, 9.8; N, 3.8

dimethyldecyl-2-deoxy-2-*epi*-inosityl ammonium chloride(DDE-2*ep*-IAC): 收率, 15.3%, mp. 190°~194°C(dec.).

Anal. Calcd. for $C_{18}H_{38}ClNO_5$: C, 56.3; H, 10.0; N, 3.6. Found: C, 56.4; H, 9.9; N, 3.7

dimethyldodecyl-2-deoxy-2-*epi*-inosityl ammonium chloride (DDO-2*ep*-IAC): 收率, 14.5%, mp. 198°~190°C (dec.).

Anal. Calcd. for $C_{20}H_{42}ClNO_5$: C, 58.3; H, 10.3; N, 3.4. Found: C, 58.7; H, 10.4; N, 3.2

dimethyltetradecyl-2-deoxy-2-*epi*-inosityl ammonium chloride (DTE-2*ep*-IAC): 收率, 17.3%, mp. 202~203 (dec.).

Anal. Calcd. for $C_{22}H_{46}ClNO_5$: C, 60.0; H, 10.5; N, 3.2. Found: C, 59.8; H, 10.8; N, 3.4

dimethyloctyl-4-deoxy-4-*myo*-inosityl ammonium chloride (DOC-4*my*-IAC): 收率, 15.3%, mp. 181°~183°C (dec.).

Anal. Calcd. for $C_{16}H_{34}ClNO_5$: C, 54.0; H, 9.6; N, 3.9. Found: C, 53.8; H, 9.2; N, 3.7.

dimethyldecyl-4-deoxy-4-*myo*-inosityl ammonium chloride (DDE-4*my*-IAC): 收率, 14.9%, mp. 198°~200°C (dec.).

Anal. Calcd. for $C_{18}H_{38}ClNO_5$: C, 56.3; H, 10.0; N, 3.6. Found: C, 56.7; H, 10.3; N, 3.5

dimethyldodecyl-4-deoxy-4-*myo*-inosityl ammonium chloride (DDO-4*my*-IAC): 收率, 17.1%, mp. 201°~203°C (dec.).

Anal. Calcd. for $C_{20}H_{42}ClNO_5$: C, 58.3; H, 10.3; N, 3.4. Found: C, 57.9; H, 10.8; N, 3.3

dimethyltetradecyl-4-deoxy-4-*myo*-inosityl ammonium chloride (DTE-4*my*-IAC) 收率 14.8%, mp. 210°~212°C (dec.).

Anal. calcd. for $C_{22}H_{46}ClNO_5$: C, 60.0; H, 10.5; N, 3.2. Found: C, 59.7; H, 10.9; N, 3.0

8. 反應生成物の 分析 및 確認

inosose類는 Angyal의 方法¹⁴⁾으로 종이 크로마토그래피에 의하여 分析하였고 점적의 檢出은 Trevelyan의 方法¹⁵⁾을 適用하였다. inosamine類는 Iinuma의 方法¹⁶⁾에 따라 silica gel (Wakogel G 200), methanol-chloroform-17% aq. ammonia (4:1:1, v/v)系 管 크로마토그래피에 의하여 分離하고 Fischer의 方法¹⁷⁾으로 종이 크로마토그래피에 의하여 分析하였다. 그리고 Straube-Rieke의 方法¹²⁾에 따라 N→O acyl migration試驗으로 立體配置를 檢討하였다. 제 4차 암모늄鹽型 化合物類는 Waters의 方法¹⁸⁾에 따라 Amberlite CG 400 (Cl⁻型, 100~200 mesh), 55% methanol-0.5M 鹽化나트륨水溶液 (5:5, v/v)系 管 크로마토그래피에 의하여 分離하고 Gadsen의 方

法¹⁹⁾으로 종이 크로마토그래피에 의하여 分析하였다. 이때 점적의 檢出은 Block의 方法²⁰⁾을 適用하여 褐色 또는 黑色 점적으로 觀察하였다. 그리고 제 4차 암모늄鹽型 化合物類에 대하여는 赤外線 吸收 스펙트럼을 얻어 檢討하고 또 元素分析等의 結果로 미루어 그 構造를 確認하였다.

III. 結果 및 考察

1. 종이 크로마토그래피의 結果

my-II을 II-2의 方法에 의하여 酸化한 生成物 *my*-10 및 *ep*-10 등의 phenylhydrazone, *ep*-10 oxime등을 II-5의 方法에 의하여 還元하여서 얻은 化合物 그리고 II-7의 方法에 의하여 合成한 제 4차 암모늄鹽型 誘導體類에 대하여 II-8의 方法을 適用한 종이 크로마토그래피의 結果는 Table 1 및 2와 같다.

Table 1에서 보면 *my*-II의 酸化生成物の 종이 크로마토그래피結果로 얻은 R_f 값 0.22는 *my*-10, 그리고 0.26은 *ep*-10의 文獻上的 R_f 값¹⁴⁾과 잘 一致한다. 그리고 이들의 phenylhydrazone 또는 oxime 등의 還元生成物の 종이 크로마토그래피의 結果로 얻은 R_f 값 0.13, 0.15, 0.11, 0.14 등은 각각 *sc*-1A, *my*-1A2, *ep*-1A2 및 *my*-1A4 등의 文獻上的 R_f 값¹⁷⁾과 잘 一致한다. 그리고 제 4차 암모늄鹽型 化合物

Table 1. Paper chromatographic behavior of oxidation and amination products of *my*-II

Compods	R_f + Values x 100	
	A	B
<i>my</i> -10	22	
<i>ep</i> -10	26	
<i>sc</i> -1A		13
<i>my</i> -1A2		15
<i>ep</i> -1A2		11
<i>my</i> -1A4		14

Paper: Whatman No.1 paper for chromatography (4 x 45cm)

Developer: A. acetone - water (4:1, v/v) system
B. Fischer-Dorfel solution system¹⁷⁾

Detection of spot: oxidation products, Trevelyan method¹⁵⁾

amination products, ninhydrin-acetone reagent²¹⁾

Condition: ascending development, temperature 25°C, relative humidity 50~60%

Table 2. Paper chromatographic behavior of quaternary ammonium salt type derivatives.

Compods	R _f Values x 100		Compods	R _f Values x 100	
DOC- <i>sc</i> -IAC	84	32	DOC-2 <i>ep</i> -IAC	88	44
DDE- <i>sc</i> -IAC	81	45	DDE-2 <i>ep</i> -IAC	85	36
DDO- <i>sc</i> -IAC	79	28	DDO-2 <i>ep</i> -IAC	82	28
DTE- <i>sc</i> -IAC	83	33	DTE-2 <i>ep</i> -IAC	94	41
DOC-2 <i>my</i> -IAC	84	23	DOC-4 <i>my</i> -IAC	89	34
DDE-2 <i>my</i> -IAC	91	31	DDE-4 <i>my</i> -IAC	93	41
DDO-2 <i>my</i> -IAC	87	42	DDO-4 <i>my</i> -IAC	90	40
DTE-2 <i>my</i> -IAC	88	36	DTE-4 <i>my</i> -IAC	86	33

Paper : Whatman No. 1 paper for Chromatography (4 x 45cm)

Developer : A Phenol-aq. buffer solution (4:1, v/v) system (aq. buffer solution contained 6.3% sodium citrate and 3.7% potassium dihydrogen phosphate)

B butanol-propanoic acid-water (4:2:3, v/v) system

Detection of spot : Block reagent (20)

Condition : ascending development, temperature 25°C, relative humidity 50-60%

은 이 溶媒系에서 比較的 잘 分離되고 [A] 溶媒系에서 R_f 값은 0.79~0.94 範圍에서 觀察되고 [B] 溶媒系에서는 R_f 값이 0.23~0.45 範圍에서 觀察되었다.

2. N→O acyl migration의 結果 및 考察

Straube-Rieke의 方法¹²⁾에 따른 *sc*-IA, *my*-IA2, *ep*-IA2 및 *my*-IA4 등의 N→O acyl migration의 結果는 Fig. 1과 같다.

Fig. 1에서 보는바와 같이 *ep*-IA2 및 *my*-IA2의 N→O acyl migration은 *my*-IA4 및 *sc*-IA보다 매우 빠르게 進行된다는 事實이 觀察되었다. 아미노基와 隣接된 히드록시基가 서로 *cis* 配列인 경우 N→O acyl migration은 *trans* 配列인 경우보다 빠르다는 것이 Straube-Rieke에 의하여 알려져 있다. 따라서 4種의 inosamine類中에서 *ep*-IA2 및 *my*-IA2의 아미노基와 히드록시基는 必然 *cis* 配列이어서 *axial-equatorial* ↔ *equatorial-axial*의 conformation이라는 事實이 分明하다.

3. 赤外線 吸收스펙트럼의 檢討

II-7의 方法에 의하여 合成한 계 4차 암모늄鹽型誘導體類의 赤外線 吸收스펙트럼은 Table 3과 같다.

이 化合物들은 水素結合에 의한 幅넓은 強한 吸收가 觀察되며 2865~2700cm⁻¹ 範圍에서 ν_{N-CH₃}와 1480~1440cm⁻¹ 範圍에서 ν_{-CH₂-} 등의 stretching vibration을 觀察할 수 있다. 그리고 이들 스펙트럼

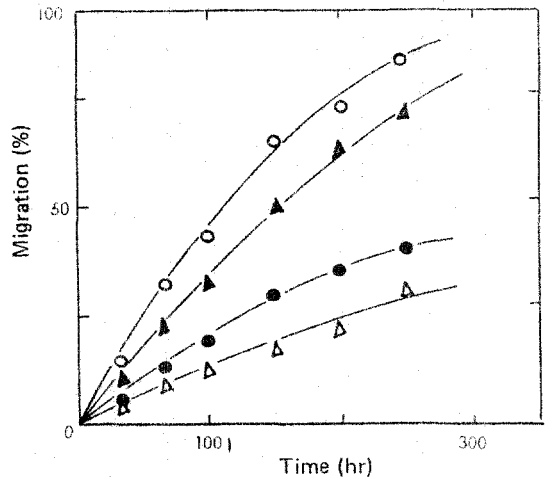


Fig. 1. N→O acyl migration of various inosamines

○ : *ep*-IA2 ● : *my*-IA4
 △ : *sc*-IA ▲ : *my*-IA2

에서는 3500cm⁻¹ 및 3400cm⁻¹ 附近에서 觀察할 수 있는 1차 아민의 特性 吸收와 2500cm⁻¹ 附近과 1200cm⁻¹ 附近에서 볼 수 있는 3차 아민의 ν_{C-N}의 stretching vibration은 찾아 볼 수 없다. 그러나 1345~1190cm⁻¹ 領域에 걸쳐 長鎖狀알킬基의 methylene에서 由來되는 wagging에 의한 작은 吸收가 거의 等間隔으로 나타나 있다. 따라서 종이 크로마

Table 3. Principal infrared characteristic absorption bands of various quaternary ammonium salts type derivatives.

Compods	absorption maxima, cm ⁻¹					
	OH	N-CH ₃	-CH ₂ -	finger print region		
DDE- <i>sc</i> -IAC	V. br	2785 (s)	1460 (s)	710 (s)	920 (m)	810 (w)
DDO- <i>sc</i> -IAC	V. br	2850 (s)	1480 (s)	720 (s)	935 (m)	808 (w)
DTE- <i>sc</i> -IAC	V. br	2825 (s)	1440 (s)	725 (s)	924 (m)	755 (m)
DTE- <i>sc</i> -IAC	V. br	2816 (s)	1455 (s)	740 (s)	950 (m)	755 (w)
DOC-2 <i>my</i> -IAC	V. br	2865 (s)	1458 (s)	710 (s)	950 (m)	840 (m)
DDE-2 <i>my</i> -IAC	V. br	2750 (s)	1440 (s)	730 (s)	920 (m)	850 (m)
DDO-2 <i>my</i> -IAC	V. br	2775 (s)	1472 (s)	745 (s)	940 (m)	820 (m)
DTE-2 <i>my</i> -IAC	V. br	2745 (s)	1463 (s)	720 (s)	925 (m)	835 (m)
DOC-2 <i>ep</i> -IAC	V. br	2765 (s)	1440 (s)	720 (s)	905 (m)	810 (m)
DDE-2 <i>ep</i> -IAC	V. br	2700 (s)	1452 (s)	735 (s)	905 (m)	825 (m)
DDO-2 <i>ep</i> -IAC	V. br	2774 (s)	1458 (s)	720 (s)	920 (m)	750 (m)
DTE-2 <i>ep</i> -IAC	V. br	2763 (s)	1424 (s)	715 (s)	910 (m)	808 (w)
DOC-4 <i>my</i> -IAC	V. br	2720 (s)	1454 (s)	720 (s)	930 (m)	830 (m)
DDE-4 <i>my</i> -IAC	V. br	2754 (s)	1430 (s)	715 (s)	985 (m)	820 (m)
DDO-4 <i>my</i> -IAC	V. br	2765 (s)	1460 (s)	720 (s)	975 (m)	785 (m)
DTE-4 <i>my</i> -IAC	V. br	2820 (s)	1450 (s)	740 (s)	855 (m)	790 (m)

Abbreviation: V. br, very broad; s, strong; m, moderate; w, weak

로그래피의 結果, N→O acylmigration 試驗結果, 赤外線 吸收 스펙트럼의 檢討 및 元素分析의 結果 등을 綜合하여 檢討하면 제 4 차 암모늄鹽型 誘導體類의 化學構造를 알 수 있다.

IV. 結論

本 研究의 結果를 要約하면 다음과 같다.

1. *my*-II 을 Adams 觸媒 存在下 空氣酸化하여 *my*-I₀를 얻고 窒酸으로 酸化하여 *ep*-I₀를 얻었다.
2. *my*-IOP을 Raney nickel 觸媒下 水素化하여 *sc*-IA을 얻고 酸化白金觸媒下 水素化하여 *my*-IA₂를 얻었다. 한편 *ep*-I₀을 酸化白金觸媒下 水素化하여 *ep*-IA₂를 얻고 *ep*-I₀ oxime을 sodium amalgam으로 還元하여 *my*-IA₂를 얻었다.
3. *sc*-IA, *my*-IA₂, *ep*-IA₂ 및 *my*-IA₄ 등 4 種의 inosamine 類에 대하여 formaldehyde 및 포름酸을 反應시켜 DAll 類를 얻었다.
4. DAll 類에 대하여 炭素原子數 8~14 範圍의 octyl decyl, dodecyl 및 tetradecyl 基等을 각각 導入하여 암모늄鹽型 化合物에 該當하는 16 種의 DA-IAC 類에 到達시켰다.

文 獻

- 本報는 界面活性劑의 合成에 관한 研究(第17報)임.
- 前報(第16報)는 *Inha University, R.I.S.T.*, 15, 印刷中(1987).
1. 孫周煥, 南基大, *Inha University, R.I.S.T.*, 8, 155, 163(1981); 10, 123, 135(1982); 大韓化學會誌, 25, 283(1981); 26, 49(1982).
 2. 孫周煥, 李昌燮, *Inha University, R.I.S.T.*, 14, 337(1986); 15, 印刷中.
 3. K. Heyns and H. Paulsen, *Chem. Ber.*, 86, 833(1953).
 4. R. Adams, V. Voorhees and R. L. Shriner, "Org. Synth., Coll. Vol. 1," 2nd Ed., P. 463, John Wiley & Sons, New York, U.S.A., (1941).
 5. T. Posternak, *Helv. Chim. Acta*, 19, 1333(1936).
 6. T. Posternak, *Helv. Chim. Acta*, 24, 1045(1941).
 7. E. L. May and E. Mosettig, *J. Org. Chem.*, 14, 1137(1949).
 8. H. E. Carter, R. K. Clark, Jr., B. Lytle and G. E. McCasland, *J. Biol. Chem.*, 175, 683

- (1948).
9. G. H. Latham, Jr. E. L. May and E. Mosettig, *J. Amer. Chem. Soc.*, **74**, 2684(1952).
 10. L. Anderson and H. A. Lardy, *J. Amer. Chem. Soc.*, **72**, 3141(1950).
 11. T. Suami and K. Yabe, *Bull. Chem. Soc. Japan*, **38**, 855(1965).
 12. Straube-Rieke, H. A. Lardy and L. Anderson, *J. Amer. Chem. Soc.*, **75**, 694(1953).
 13. G. F. Holland, R. C. Durant, S. L. Friess and B. Withop, *J. Amer. Chem. Soc.*, **80**, 6031(1958).
 14. S. J. Angyal, D. J. McHugh and P. T. Gilham, *J. Chem. Soc.*, 1430(1950).
 15. W. E. Trevelyan, D. P. Proctor and J. S. Harri-
son, *Nature*, **166**, 444(1950).
 16. K. Iinuma, S. Kondo, K. Maeda and H. Umezawa, *Bull. Chem. Soc. Japan*, **50**, 1850(1977).
 17. F. G. Fischer and H. Dorfel, *Hoppe-seyler's Z. physiol. Chem.*, **301**, 224(1955).
 18. J. Waters and W. Kupter, *Anal. Chim. Acta*, **85**, 241(1976).
 19. E. L. Gadsen, C. H. Edwards and G. A. Edwards, *Anal. Chem.*, **32**, 1415(1969).
 20. R. J. Block, E. L. Durrum and G. Eweig, "Manual of Paper Chromatography and Paper Electrophoresis," P. 408, Academic Press, New York, U.S.A., 1958.
 21. C. Fromegeot, M. Jutisg, D. Heyer and L. Penasse, *Compt. Rend.*, **230**, 1905(1950).