

올리고글리세롤 모노라우레이트류의 합성에 관한 연구

강 태 준 · 남 기 대 · 김 유 옥* · 윤 영 균** · 김 상 춘

충북대학교 공과대학 공업화학과

*동양 공업전문대학 화학공학과

**한국화학 중앙연구소 정밀화학과 연구부

(1993년 2월 22일 접수, 1993년 5월 27일 채택)

The Synthesis of Oligoglycerol Monolaurates

Tae-Jun Kang, Ki-Dae Nam, Yu-Ok Kim*, Young-Kyun Yun,** and Sang-Chun Kim

Dept. of Ind. Chem., Chungbuk Univ., Cheongju 360-763, Korea

*Dept. of Chem. Eng., Dongyang Ind. College, Seoul 152-714, Korea

**Han Hwa group, Research and Engineering Center, Daejeon 305-345, Korea

(Received February 22, 1993, Accepted May 27, 1993)

요 약: 올리고글리세롤 모노라우레이트 에스테르류를 단계적인 합성 방법으로 monoglycerol monolaurate, diglycerol monolaurate, symmetrical triglycerol monolaurate 및 symmetrical tetraglycerol monolaurate 등을 85~95%의 높은 수율로 각각 제조하였다. 그리고 이 화합물들에 대한 TLC 및 관크로마토그래피를 행하여 순수한 물질로 잘 분리 정제하였고, IR 및 ¹H NMR로 구조를 확인하였다.

Abstract: Defined oligoglycerol monolaurate esters were synthesized by means of step by step synthesis methods, and monoglycerol monolaurate, diglycerol monolaurate, symmetrical triglycerol monolaurate and symmetrical tetraglycerol monolaurate were obtained in a rate of 85~95% yields. All the reacted products could be separated by means of column and thin layer chromatography, and the structure of products has been analyzed with IR, ¹H NMR spectra respectively.

1. 서 론

폴리글리세롤 지방산 에스테르류는 거의 30년 동안 광범위한 HLB 범위와 계면활성의 유용성 때문에 식품, 화장품, 의약품, 중합체의 첨가물로 사용되어 왔다[1]. Babayan[2]은 화장품에 폴리글리세롤 에스테르류의 적용을 연구하였고, 그밖에 많은 연구가 보고되어 있지만[3], 순수한 폴리글리세롤에 대한 계면활성의 물성 연구는 거의 없었고, 순수한 폴리글리세롤기의 특성들은 아직까지는 명료하게 설명되어 있지 않다. 그 이유는 폴리글리세롤 에스테르류는 많은

이성체를 가지고 있기 때문이다.

본 연구에서는 지금까지의 폴리글리세롤 에스테르의 혼합물 형태가 아닌, 단일 물질의 O/W형 및 W/O형 유화제 개발을 위한 올리고글리세롤 모노지방산 에스테르를 효과적인 합성방법을 시도하여 계통적으로 제조하였다. 소수부로는 천연물질로서 풍부한 라우르산 하나만 선택하였고, 친수부로는 글리세롤의 단위 부가 몰수를 1~4 범위로 하였다. 소수부는 라우르산을 필요에 따라서 glycidyl monolaurate로 형성시켰고, 친수부는 글리세롤기에 케탈화시켜 반응을 선택적으로 유도하였다. 소수부와 친수부를 단계적으

로 합성하여 높은 수율로 단일 생성물을 얻었고, 이들 생성물을 분리 정제하여 구조를 확인하였다.

2. 실험

2.1. 시약 및 실험장치

본 연구에서 합성 출발 물질인 라우르산과 디클로로메탄은 Junsei Chem. Co.제의 특급 시약을, 글리시돌, Na, tetraethyl ammonium iodide는 Aldrich Co.제의 특급시약을, 1, 3-dichloro-2-propanol, 2, 2-dimethyl-1, 3-dioxolane-4-methanol, $\text{BF}_3 \cdot \text{ethyl ether complex}$, 에피클로로히드린은 Tokyo Kasei제 일급 시약을 사용하였다. 그밖의 모든 유기용매 및 시약들은 일급 및 특급을 사용하였다. 물은 탈이온화시키고 증류시켜서 사용하였고, 올리고글리세롤 모노라우레이트류를 제조하기 위한 합성장치는 온도계, 적가칼대기 및 건조 염화칼슘관을 부착시킨 환류냉각기, 질소 도입관 등을 장치한 500ml 용량의 둥근바닥 4구 플라스크를 실리콘 오일 항온조 내에 장치하고 교반반응시켰다.

2.2. 크로마토그래피

합성한 생성물을 관크로마토그래피를 사용하여 순수한 물질로 분리하였다. 관크로마토그래피는 $4 \times 500\text{mm}$ 유리관을 사용하였고, 충전물은 Silica gel 60F₂₅₄를 이용하였다. 이동상의 유속을 5ml/min으로 하였고, 10ml씩 분할하여 얻은 시료에 대하여 얇은막 크로마토그래피를 행하였다. 얇은막 크로마토그래피는 E. Merck 제(silicagel 60G, 0.25mm, $20 \times 20\text{cm}$)를 110°C 에서 1시간 동안 활성화시킨 다음, 실리카 겔을 넣어둔 제습기 내에 보관하여 사용하였다. 발색은 UV램프를 이용하였다.

2.3. 히드록시기가의 정량

합성한 올리고글리세롤 모노라우레이트류를 Stetler[4] 등의 방법에 의해 다음과 같은 식으로 히드록시기가를 측정하였다.

$$\text{Hydroxyl value} = \frac{(A-B)N \times 56.11}{m} + \text{acid value} \dots (1)$$

A : 공실험에서 0.1N-알코올성 KOH의 사용량(ml)
 B : 검액에서 0.1N-알코올성 KOH의 사용량(ml)
 N : 알코올성 KOH의 농도(mol/l)
 m : 시료량(g)

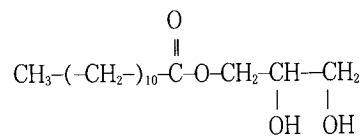
2.4. 적외선 스펙트럼 및 핵자기공명 스펙트럼

올리고글리세롤 모노라우레이트류의 중간물 5종과 최종생성물 4종에 대한 적외선 스펙트럼을 JASCO IR-Report-100 적외선 분광광도계를 사용하여 얻었다.

수소핵자기공명 스펙트럼은 Bruker사의 300M-FT-NMR을 사용하였고, TMS를 내부표준물질로 사용하였고, 시료에 대한 용매는 DMSO를 사용하였다.

2.5. Monoglycerol monolaurate (R_{12}G_1)의 합성

모노글리세리드의 제조에 있어 에폭시 개환반응으로 하는 Zlatanos의 문헌[5]을 일부 수정하여 2.1에 설명한 실험장치로 질소 가스를 도입시키면서 톨루엔 250ml를 반응기에 넣고, 실리콘 오일 항온조를 이용하여 온도를 87°C 로 유지하였다. 라우르산 30.0g (0.150mol), 촉매적 양의 tetraethyl ammonium iodide를 함께 가한 후에, 글리시돌 11.1g(0.150mol)을 점진적으로 가하고, 약 1시간 정도 환류반응시켰다. 용매는 감압하에서 제거시키고, 반응 생성물을 에테르로 세척하여 관크로마토그래피(전개용매: 클로로포름-아세톤-아세트산 (96 : 4 : 0.5, v/v) [6]로 정제하고 TLC($R_f=0.12$)로 확인하였다. 다음과 같은 monoglycerol monolaurate를 39.2g(수율 95%)을 얻었다.



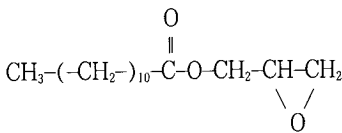
2.6. Diglycerol monolaurate (R_{12}G_2)의 합성

2.6.1. Glycidyl monolaurate의 제조

Kester의 방법[7]에 따라 sodium laurate를 출발 물질로 제조하였다. 2.1에 설명한 실험장치에 아세톤 250ml를 가하고, 라우르산 20.0g(0.100mol)을 용해시키고, 교반하면서 동가의 5N-NaOH를 가하여 제조하였다. NaOH용액을 가하자마자 침전은 시작되었고, 1시간 동안 실온에서 교반하면서 반응시켰다. 반응 생성물을 여과한 후 건조시키고 분쇄시켜 200mesh 체로 걸러낸 다음 진공 건조기로 건조시켜 무수 상태의 sodium laurate를 얻었다.

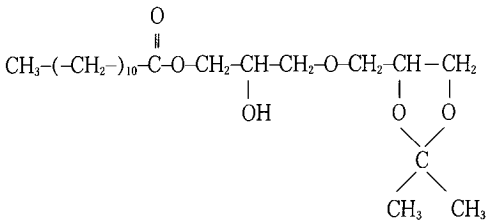
합성된 sodium laurate를 Maerker의 실험방법[8], [9]을 다소 수정하여 에피클로로히드린과 반응시켰다. 즉 2.1의 실험장치로 질소 기류하에서 반응 플라스크 내부를 완전히 건조시키기 위해 100°C 로 유

지하고, 진공펌프를 통해 공기를 배출시켰다. 건조된 플라스크 안에 sodium laurate 10.0g(0.045mol), tetraethyl ammonium iodide의 촉매적 양, 과잉의 에피클로로히드린을 함께 가하고 117℃에서 15분간 환류시키면서 가열하고, 냉각시킨 후, 침전된 NaCl을 여과하고, 여액을 톨루엔에 희석시켜 과잉의 에피클로로히드린과 공비점을 형성시켜 감압하에 용매를 제거하였다. 이것을 다시 클로로포름에 희석시키고 촉매를 제거하기 위해 물로 3번 세척하고, MgSO₄로 건조시키고, 감압하에서 용매를 증류시킨 다음, 반응 생성물을 판크로마토그래피(전개용매; 톨루엔-에테르 (8:2, v/v))로 정제하고 TLC(R_f=0.42)로 확인하였다. 9.8g(이론적 수율 85%)의 glycidyl monolaurate를 얻었다.



2. 6. 2. Isopropylidene diglycerol monolaurate의 제조

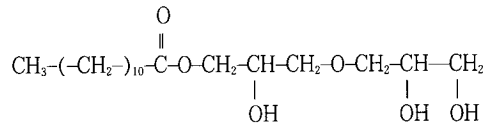
질소기류하에서 플라스크 안에 톨루엔 100ml를 가하고, 2, 2-dimethyl-1, 3-dioxolane-4-methanol 10.0g(0.076mol)과 촉매적 양의 Na를 가하고 환류시켰다. 2. 6. 1의 방법으로 제조한 glycidyl monolaurate 19.5g(0.076mol)을 천천히 가하여 1시간 동안 환류반응시켰다. 반응 생성물을 여과하고 중화시킨 후에 감압하에서 용매를 제거시킨 다음, 판크로마토그래피(전개용매; 톨루엔-아세톤 (6:4, v/v))로 정제하고 TLC(R_f=0.84)로 확인하였다. 다음과 같은 isopropylidene diglycerol monolaurate 27.0g(수율 91%)을 제조하였다.



2. 6. 3. Diglycerol monolaurate의 제조

2. 6. 2의 방법으로 합성해서 얻은 isopropylidene diglycerol monolaurate 27.0g을 디클로로메탄 200ml를 용매로하여 BF₃ · ethyl ether complex[9] 43ml를

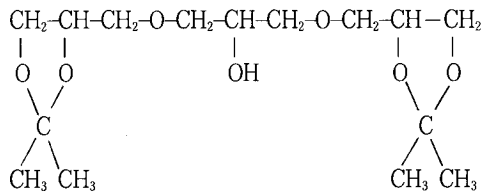
가하여 실온에서 20분간 반응시킨 후에 KOH용액으로 중화하고 40℃에서 용매를 제거시킨 후에 아세톤을 가하여 여과하였다. 여액을 감압하에서 증류시킨 후 판크로마토그래피(전개용매; 톨루엔-아세톤 (1:1, v/v))로 정제하고 TLC(R_f=0.35)로 확인하였다. 다음과 같은 diglycerol monolaurate 22.1g(수율 92%)을 제조하였다.



2. 7. Symmetrical triglycerol monolaurate (R₁₂G₃)의 합성

2. 7. 1. Diisopropylidene triglycerol의 제조

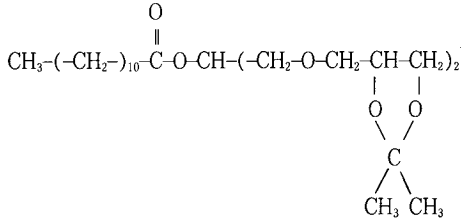
질소기류하의 플라스크안에 톨루엔 150ml를 가하여 80~90℃로 유지하면서 9.2g (0.400mol)의 Na를 가하고, 2, 2-dimethyl-1, 3-dioxolane-4-methanol 52.9g (0.400mol)을 천천히 가한 후 1시간 더 환류반응시켰다. 그리고 1, 3-dichloro-2-propanol 25.8g (0.200mol)을 조심스럽게 가하였고, 그 혼합물을 2시간정도 환류하에서 반응시킨 다음 실온으로 냉각하고 반응 생성물을 여과한 다음, 판크로마토그래피(전개용매; 톨루엔-메탄올 (1:1, v/v))로 정제하고 TLC(R_f=0.45)로 확인하여 다음과 같은 diisopropylidene triglycerol 60.2g(수율 94%)을 제조하였다.



2. 7. 2. Symmetrical diisopropylidene triglycerol monolaurate의 제조

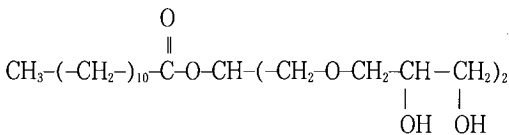
질소기류하의 플라스크 안에 톨루엔 150ml를 가한 후 2. 7. 1의 방법으로 제조한 diisopropylidene triglycerol 9.6g(0.030mol)과 트리에틸아민 4.0g (0.040mol)을 주입하였다. 40℃에서 교반하면서 lauroyl chloride 7.2g(0.031mol)을 천천히 가한 후 1시간 동안 90℃에서 교반시켰다. 미반응의 lauroyl chloride를 분해시키기 위해 물을 가하고, NaCl 수용액으로 세척한 후 증류수로 다시 세척하였다. Na₂SO₄,

로 건조시킨 후 용매를 감압하에서 제거시킨 후 반응 생성물을 관크로마토그래피(전개용매; 톨루엔-메탄올 (1 : 1, v/v))로 정제하고 TLC ($R_f=0.52$)로 확인하여, 다음과 같은 symmetrical diisopropylidene triglycerol monolaurate 14.1g (수율 94%)을 제조하였다.



2. 7. 3. Symmetrical triglycerol monolaurate의 제조

2. 7. 2.의 symmetrical diisopropylidene triglycerol monolaurate 14.1g을 2. 6. 3.의 실험방법과 같은 방법으로 행한 후 반응 생성물을 관크로마토그래피(전개용매; 톨루엔-메탄올 (1 : 1, v/v))로 정제하고 TLC($R_f=0.30$)로 확인하였고, 다음과 같은 symmetrical triglycerol monolaurate 10.7g(수율 90%)을 합성하였다.

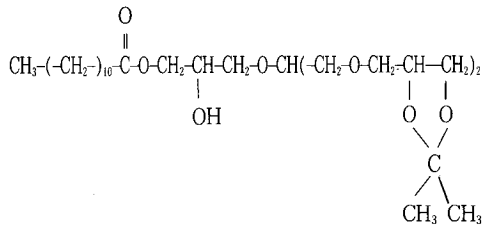


2. 8. Symmetrical tetraglycerol monolaurate ($R_{12}G_4$)의 합성

2. 8. 1. Symmetrical diisopropylidene tetraglycerol monolaurate의 제조

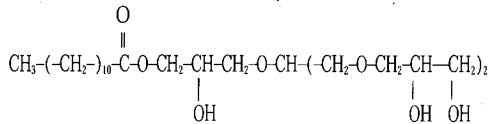
2. 6. 2.의 글리시딜 모노라우레이트와 2. 7. 1.의 diisopropylidene triglycerol을 개환반응시켰다. 질소기류하에서 플라스크 안에 톨루엔 200ml를 가한 후 85~90℃의 온도에서 2. 7. 1.의 diisopropylidene triglycerol 19.2g (0.060mol)을 가한 후 촉매적 양의 Na를 가하고 환류반응시켰다. 2. 6. 2.의 글리시딜 모노라우레이트 15.4g (0.060mol)을 천천히 가하고 1시간 동안 환류반응시켰다. 반응 생성물을 여과하고 중화시킨 후에 감압하에서 용매를 제거시킨 후 관크로마토그래피(전개용매; 톨루엔-메탄올 (1 : 1, v/v))로 정제하여 TLC($R_f=0.41$)로 확인하였고, 다음과 같은 symmetrical tetraglycerol monolaurate 31.2g

(수율 90%)을 제조하였다.



2. 8. 2. Symmetrical tetraglycerol monolaurate의 제조

2. 8. 1.의 symmetrical diisopropylidene tetraglycerol monolaurate를 2. 6. 3.의 실험 방법과 같은 방법으로 행한 후 관크로마토그래피(전개용매; 톨루엔-메탄올 (1 : 1, v/v))로 정제하고 TLC($R_f=0.27$)로 확인하여 다음과 같은 symmetrical tetraglycerol monolaurate 24.3g(수율 91%)을 제조하였다.



3. 실험결과 및 고찰

3. 1. 합성결과 및 고찰

90% 보다 낮은 순도의 모노글리세리드류는 글리세롤과 트리글리세롤류를 촉매 존재하에 에스테르 교환 반응[10], [11], 또는 고급 지방산류와 글리세롤의 직접적인 에스테르화 반응[12]으로부터 제조하였다. 90% 이상의 순도를 얻는 공업적 제조 방법은 모노글리세리드를 분자증류하여 공정의 제조 비용을 증가시켰다. 본 연구는 높은 수율과 고순도의 모노글리세리드를 제조하기 위해 글리시딜과 지방산을 촉매로는 4급 암모늄염류를 이용하여 반응시켰다. 특히 4급 암모늄염의 선택에서 tetraethyl ammonium iodide가 반응을 더 양호하게 진행시켰다. 또한 주요한 잇점은 고순도의 모노글리세라이드를 얻기 위해 분자증류를 하지 않아도 된다는 점이다.

디, 트리, 테트라-글리세롤 모노라우레이트류의 제조에 있어서, 선택적 반응을 유도하기 위해 고급 지방산 염화물을 이용하여 이온화 반응으로 진행시켰고, 또한 에폭시화물의 삼각형 고리 때문에 다른 에테르류보다 더욱 친핵반응이 강한 것을 이용하여 염기 촉매에 의한 고리 열림 반응을 유도하여 고수율의 생성물을 얻었고, 중간 생성물과 최종 생성물의 수율

은 85~95%로 얻어졌다. 최종생성물에 대한 물성은 Table 1에 일괄 나타내었다.

Table 1. Physical Properties of Oligoglycerol Monolaurates

Comp'd.	Appearance	M _p (°C)
R ₁₂ G ₁	Solid	52~54
R ₁₂ G ₂	Paste	—
R ₁₂ G ₃	Paste	—
R ₁₂ G ₄	Paste	—

3. 2. 히드록시기가의 정량

2. 5, 2. 6, 2. 7, 2. 8의 방법으로 제조한 생성물을 2. 3의 방법으로 측정한 히드록시기는 이론치와 거의 일치하였고, 그 결과는 Table 2에 나타내었다.

Table 2. Hydroxy Values of Oligoglycerol Monolaurates

Comp'd.	Hydroxy Value
R ₁₂ G ₁	408.1 (408.9)
R ₁₂ G ₂	482.2 (482.9)
R ₁₂ G ₃	530.6 (531.1)
R ₁₂ G ₄	564.2 (564.8)

() : Theoretical value

3. 3. 반응 생성물의 구조 확인

3. 3. 1. 적외선 스펙트럼

2. 5, 2. 6, 2. 7, 2. 8의 방법으로 제조한 생성물을

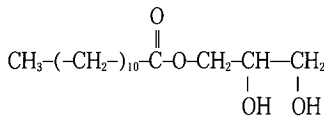
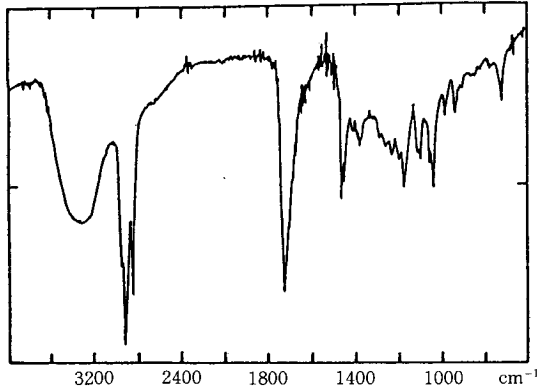


Fig. 1. Infrared spectrum of monoglycerol monolaurate.

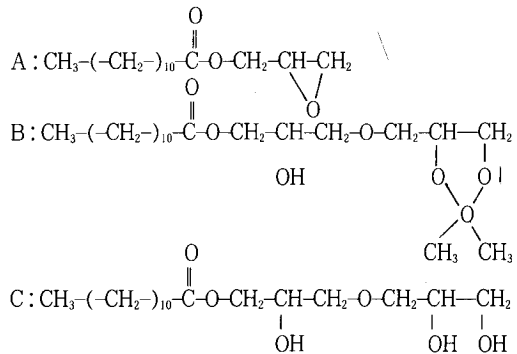
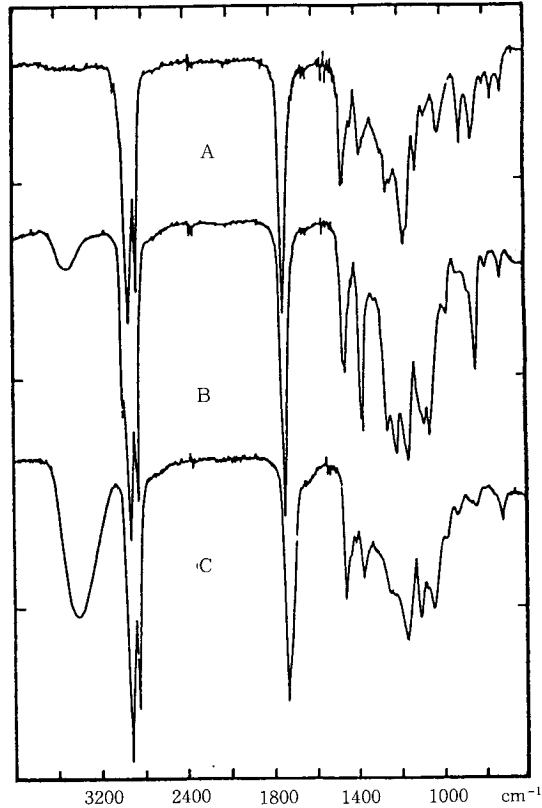


Fig. 2. Infrared spectrum of diglycerol monolaurate derivatives.

2. 4의 방법으로 중간 생성물 5종과 최종 생성물 4종을 측정하여 Fig. 1~Fig. 4에 도시하였다. 글리세라이드류의 적외선 스펙트럼은 수소부의 카르보닐기와 친수부의 글리세롤 부가 단위에 따른 1차 알콜기, 2차 알콜기, 에테르 결합의 흡수 파장을 비교할 수 있어 확인이 용이하였다. 카르보닐기의 흡수 파장은 1740cm⁻¹ 부근에서 나타나고, 1차 알콜기는 1050cm⁻¹, 2차 알콜기는 1100cm⁻¹, 에테르 결합은 1175cm⁻¹에

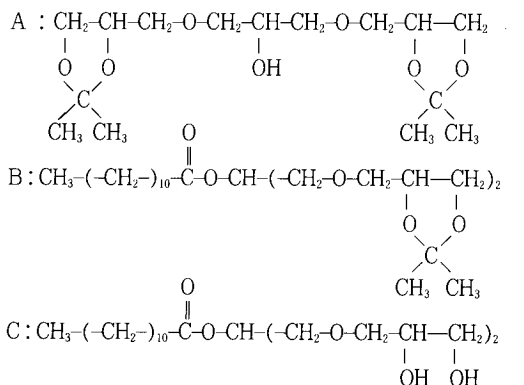
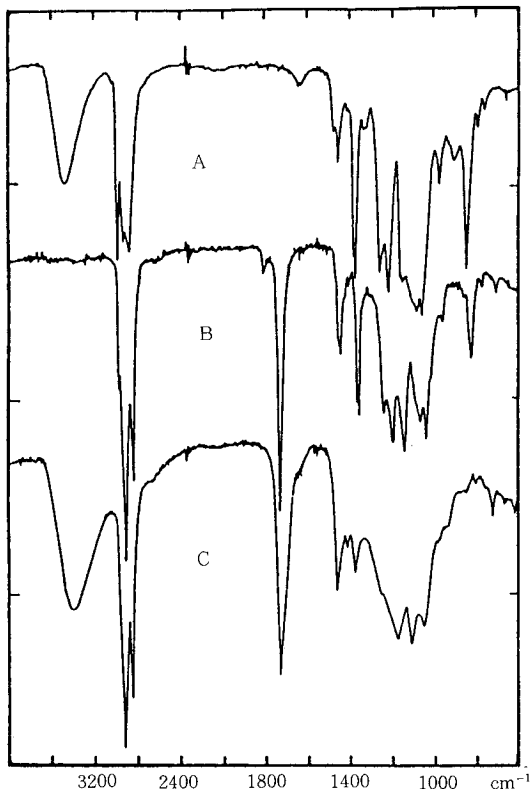


Fig. 3. Infrared spectrum of symmetrical triglycerol monolaurate derivatives.

서 나타났다. 글리세롤을 케탈화시켜 반응시킨 것은 1175cm^{-1} 에서 나타나는 에테르 결합의 흡수 파장이 강하게 나타났고, 최종 생성물의 제조에서 보호기를 제거함으로써 -OH기 흡수 파장이 3200cm^{-1} 부근에서 글리세롤 부가 단위 몰수가 증가할수록 피크의 면적이 증가하는 것을 관찰하여 반응을 확인하였다.

3. 3. 2. 수소핵(1H)자기공명 스펙트럼

2. 4의 방법으로 앞서 설명한 5종의 중간 생성물과

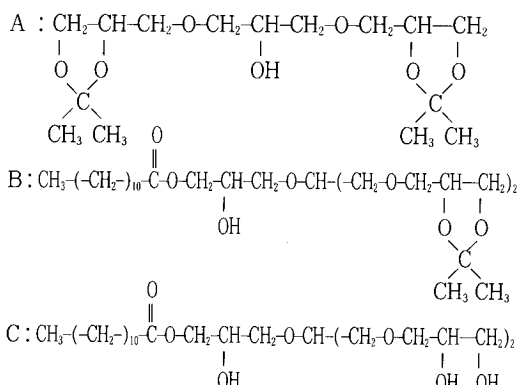
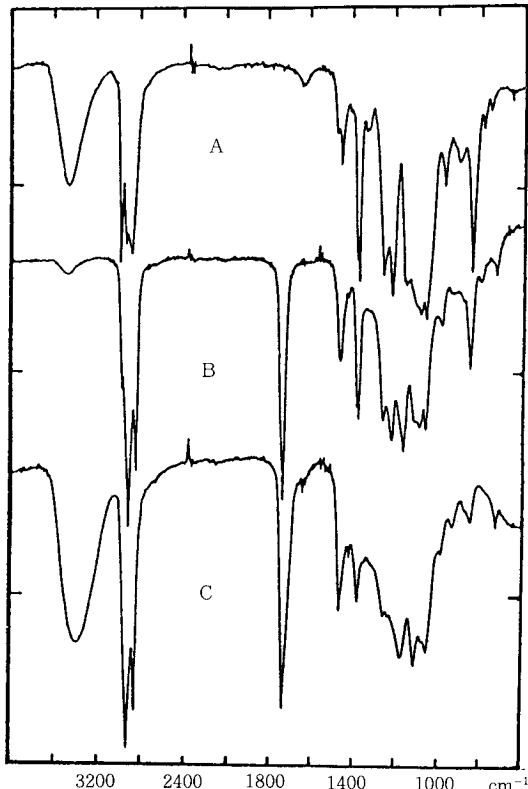
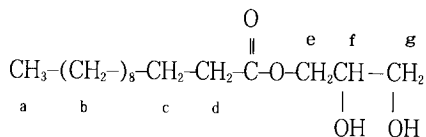


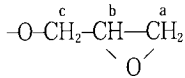
Fig. 4. Infrared spectrum of symmetrical tetraglycerol monolaurate derivatives.

4종의 최종 생성물에 대한 1H NMR 스펙트럼의 결과를 Fig. 5~Fig. 13과 Table 3에 도시하였다.

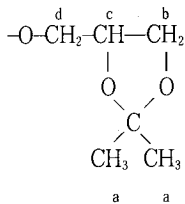
수소핵자기공명 스펙트럼의 특징적인 것을 간략하게 설명하면 다음과 같이 나타낼 수 있고,



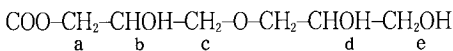
- a : 0.84ppm; triplet
- b : 1.2~1.4ppm; multiplet
- c : 1.61ppm; quintet
- d : 2.27ppm; triplet
- e : 4.15ppm; doublet of doublets
- 4.20ppm; doublet of doublets
- f : 3.92ppm; quintet (or multiplet)
- g : 3.59ppm; doublet of doublets
- 3.69ppm; doublet of doublets



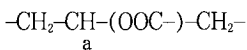
- a : 2.65ppm; doublet of doublets
- 2.88ppm; doublet of doublets
- b : 3.25ppm; multiplet
- c : 3.78ppm; doublet of doublets
- 4.42ppm; doublet of doublets



- a : 1.33ppm; singlet
- 1.39ppm; singlet
- b : 3.71ppm; multiplet
- 4.03ppm; doublet of doublets
- c : 4.25ppm; multiplet
- d : 3.49ppm; doublet of doublets
- 3.55ppm; doublet
- 3.61ppm; doublet of doublets



- a : 4.13ppm; doublet (or complex)
- b : 4.02ppm; quintet (or complex)
- c : 3.4~4.2ppm; multiplet
- d : 3.89ppm; quintet
- e : 3.4~3.7ppm; multiplet



- a : 4.89ppm; quintet
- a : 3.56ppm; multiplet
- 3.79ppm; multiplet

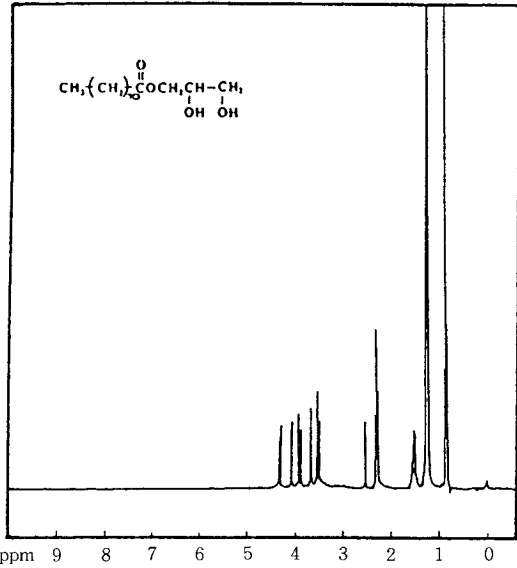
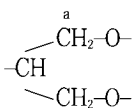


Fig. 5. ¹H NMR spectrum of monoglycerol mono-laurate.

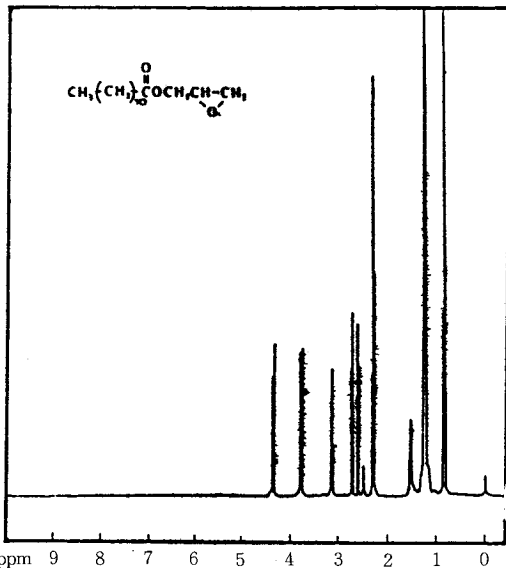


Fig. 6. ¹H NMR spectrum of glycidyl monolaurate.

또한 글리세롤에 케탈화된 것의 특징적 피크로 앞서 설명된 것처럼 1.33ppm과 1.39ppm에서 나타나고, 이것을 산 가수분해시켰을 때 그 피크가 사라지는 것을 관찰할 수 있었다. 중간 생성물 및 최종 생성물에 대한 chemical shift의 강도 비율에 따른 각각의 화학

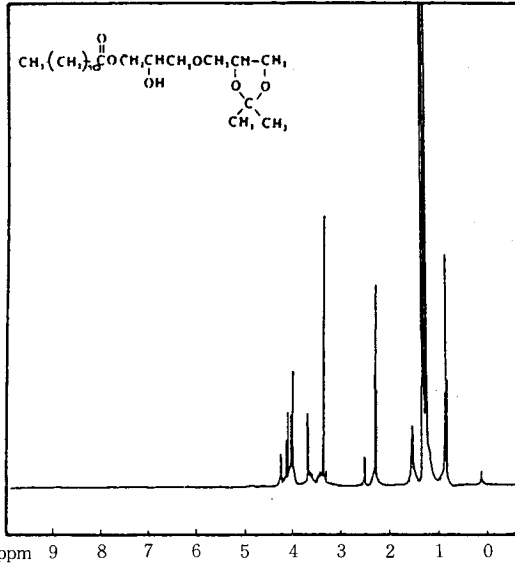


Fig. 7. ¹H NMR spectrum of isopropylidene diglycerol monolaurate.

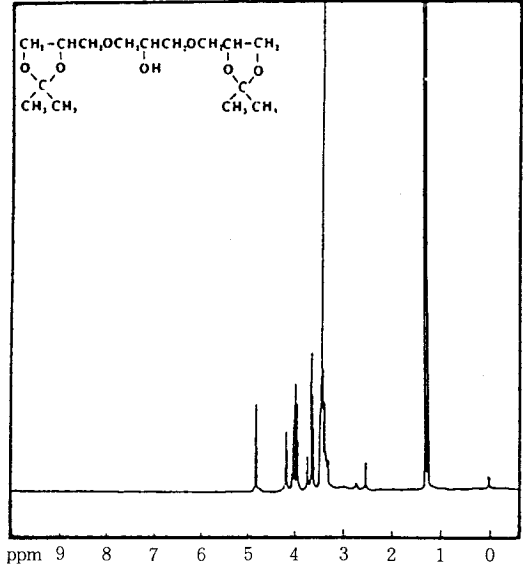


Fig. 9. ¹H NMR spectrum of diisopropylidene triglycerol.

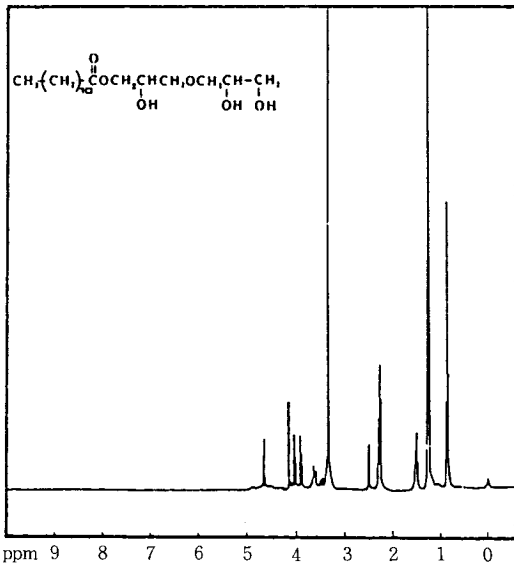


Fig. 8. ¹H NMR spectrum of diglycerol monolaurate.

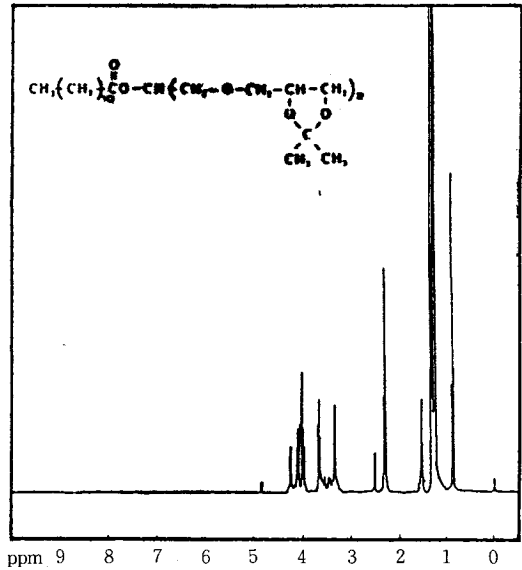


Fig. 10. ¹H NMR spectrum of symmetrical diisopropylidene triglycerol monolaurate.

물의 수소 원자수의 분포의 결과는 Table 4에 일괄 나타냈으며 그러한 결과들로부터 목적인 화합물이 생성된 것을 확인할 수 있었다.

4. 결 론

올리고글리세롤 모노라우레이트류 4종의 비이온성 계면활성제를 효과적인 합성 방법을 시도하여 제조하였고, 단일한 생성물을 얻고자 소수부는 지방산 중에서 라우르산을 선택하였고, 친수부는 글리세롤을 케

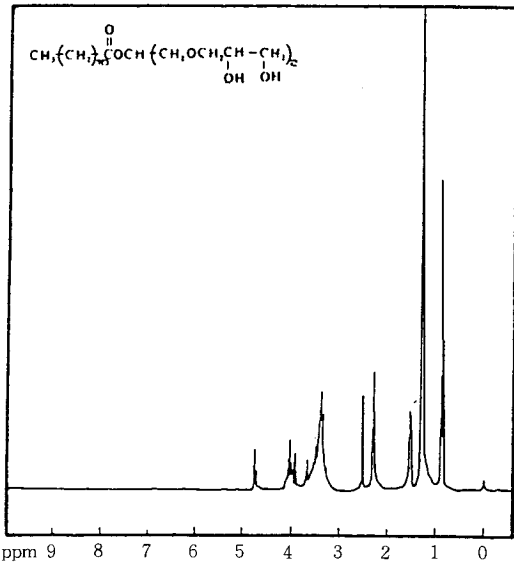


Fig. 11. ¹H NMR spectrum of symmetrical triglycerol monolaurate.

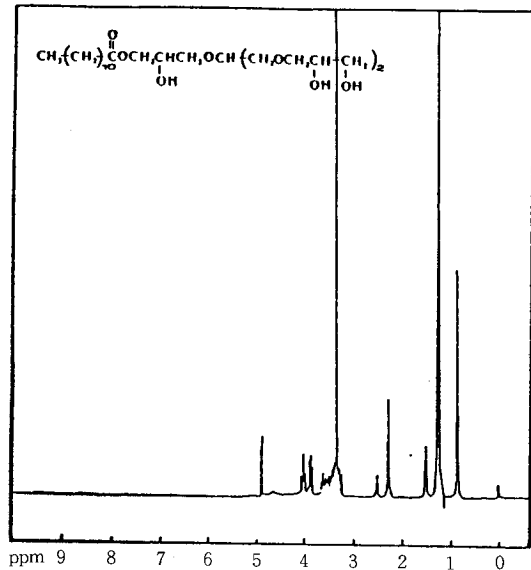


Fig. 13. ¹H NMR spectrum of symmetrical tetraglycerol monolaurate.

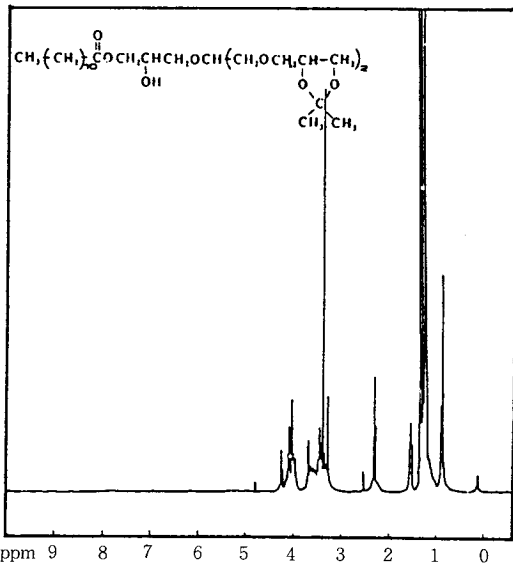


Fig. 12. ¹H NMR spectrum of symmetrical diisopropylidene tetraglycerol monolaurate.

탈화시켜 선택적으로 1~4mol을 소수부에 부가 반응시켜 중간생성물 5종과 최종생성물 4종을 합성하여 관크로마토그래피로 분리 정제하여 화학적 정량법과 IR 및 ¹H NMR로 구조를 확인하여 85~95%의 높은

Table 3. ¹H NMR Spectra of Reaction Products

Comp'd	δ
II. 3	0.85(3H), 1.2~1.4(16H), 1.61(2H), 2.27(2H), 3.59~3.69(2H), 3.92(1H), 4.15~4.20(2H)
II. 4. 1	0.84(3H), 1.2~1.4(16H), 1.61(2H), 2.27(2H), 2.65(1H), 2.88(1H), 3.25(1H), 3.78(1H), 4.42(1H)
II. 4. 2	0.85(3H), 1.2~1.4(22H), 1.61(2H), 2.29(2H), 3.49~3.61(2H), 3.71(1H), 4.02~4.13(5H), 4.25(1H)
II. 4. 3	0.84(3H), 1.2~1.4(16H), 1.61(2H), 2.27(2H), 3.4~3.7(6H), 3.70(1H), 3.89(1H), 4.02(1H), 4.13(2H), 4.70(1H)
II. 5. 1	1.33(6H), 1.39(6H), 3.4~3.6(8H), 3.71(2H), 4.03(2H), 4.25(2H), 4.90(2H)
II. 5. 2	0.85(3H), 1.2~1.4(28H), 1.61(2H), 2.27(2H), 3.4~3.6(4H), 3.7~3.8(6H), 4.03(2H), 4.25(2H), 4.89(1H)
II. 5. 3	0.85(3H), 1.2~1.4(16H), 1.61(2H), 2.27(2H), 3.4~3.8(12H), 3.9~4.2(2H), 4.89(1H)
II. 6. 1	0.84(3H), 1.2~1.4(28H), 1.61(2H), 2.27(3H), 3.4~3.6(6H), 3.7~3.8(6H), 4.02(3H), 4.13(2H), 4.25(2H), 4.89(1H)
II. 6. 2	0.84(3H), 1.2~1.4(16H), 1.61(2H), 2.27(2H), 3.4~3.8(15H), 3.9~4.2(4H), 4.89(1H)

수율로 목적하는 화합물을 제조하였다.

참고문헌

1. 宋下和男, 油脂, **33**, 84 (1980).
2. V. K. Babayan, T. G. Kaufan, H. Lehman, and R. J. Tkaczak, *J. Soc. Cosmet. Sci.*, **15**, 473 (1964).
3. R. T. McIntyre, *JAOCS*, **56**, 835A (1979).
4. R. S. Stetzler and C. F. Smullin, *Anal. Chem.*, **34**, 194 (1962).
5. S. N. Zlatanos, A. N. Sagredos, and V. P. Papageorgiou, *JAOCS*, **62**, 1575 (1985).
6. W. Wachs, *Tenside*, **4**, 40 (1967).
7. E. B. Kester, C. J. Gaiser, and M. E. Lazar, *J. Org. Chem.*, **3**, 550 (1943).
8. G. Maerker, J. F. Carmichael, and W. S. Port, *J. Org. Chem.*, **26**, 2681 (1961).
9. G. Maerker, E. J. Saggese, and W. S. Port, *JAOCS*, **38**, 194 (1961).
10. H. H. Young and H. C. Black, *J. Am. Chem. Soc.*, **60**, 2803 (1938).
11. W. Fisher, *Chem. Tech.*, **8**, 343 (1980).
12. T. P. Hilditch and J. G. Rigg, *J. Chem. Soc.*, 1974 (1935).