

TENZIDEK VÍZBEN VALÓ RÉSZLEGES OLDHATÓSÁGÁNAK JELLEMZÉSE SZÁLOPTIKÁS SPEKTROFOTOMÉTERREL CHARACTERIZING OF WATER PARTIAL SOLUBILITY OF TENZIDES BY SPECTROPHOTOMETER

NAGY ROLAND, SALLAI RUBINA, BARTHA LÁSZLÓ

Kulcsszavak: tenzid, vízben való oldhatóság, spektrofotométer

Keywords: surfactant, water solubility, spectrophotometer

BEVEZETÉS

Napjainkban a környezettudatosság irányába történő törekvés eredményeként egyre több területen kerülnek előtérbe a biológiailag könnyen lebomló, környezetkímélő növényi olaj alapú tenzid típusok. Közöttük a növényi olaj alapú nem-ionos tenzidek ma már a különféle iparágak széles körben alkalmazott vegyületei. A különböző típusúakat a kozmetikai- és háztartásvegyiparban, valamint az olajiparban is jelentős mennyiségben felhasználják. Utóbbi iparágon belül a felhasználással egyrészt az emulzió típusú motorüzemanyagok és a fűtőolajok gyártása valósult meg, másrészt a növényi olaj alapú emulgeátorok perspektivikus lehetőséget képviselnek a természetben könnyen bomló, ún. környezetbarát hűtő- és kenőanyagok előállítására terén is. Ezenfelül a kőolajiparban egyre nagyobb jelentőséggel bíró harmadlagos kőolaj-kitermelésben (EOR) is terjed a nem-ionos felületaktív anyagok használata.

A nem-ionos tenzidek esetén amfipatikus jellegükkel adódóan a molekula egyik kiemelt fontosságú tulajdonságának a vízben vagy olajban való oldhatóság tekinthető. Ezt a jellemzőt felhasználási cél és terület kiválasztásához szükséges meghatározni.

A növényi olaj alapú nem-ionos tenzidek számos előnye mellett jelentős hátrányuk, hogy az alapanyagaikként felhasznált növényolajok, vagy az azokból nyert zsírsavak, illetve észterek sokkomponensűek és összetételük nagymértékben függ az előállításuk változó összetételű alapanyagától, a növényolajtól és tisztítási technológiájától.

Az átalakulatlan alapanyagok jelenléte, illetve a keletkező melléktermékek szintén befolyásolják a tenzid oldhatóságát, tehát ezt a tényezőt elengedhetetlen figyelembe venni az oldhatósággal összefüggő felhasználási tulajdonságok vizsgálatakor. A szakirodalmi adatok azonban ilyen tekintetben nagyon hiányosak, és a gyakorlati feladatok mai igényeknek megfelelő színvonalú megoldását nem teszik lehetővé. Emiatt szükségessé vált az oldhatóság mértékének jellemzésére eddiginél alkalmasabb vizsgálati módszer kidolgozása.

A Pannon Egyetem Vegyészmérnöki és Folyamatmérnöki Intézetének MOL Ásványolaj- és Széntechnológiai Intézeti Tanszékén évek óta intenzív kutatás folyik új EOR célú tenzidek kifejlesztése céljából. Ennek keretében, a saját fejlesztésű tenzidek minősítésére alkalmas vizsgálati módszerek kidolgozását is el kellett végeznünk. E kutatás részeként került előtérbe egy, a tenzidek vízben való oldhatóságával kapcsolatos jellemző megbízható mérésének igénye. Ilyen mérési módszer kidolgozásának lehetőségeként megvizsgáltuk, hogy a rendelkezésünkre álló AvaSpec gyártmányú száloptikás spektrofotométer használata alkalmas lehet-e a tenzidek vízben való oldhatóságának a jellemzésére.

A méréseink során modell anyagként az általunk korábban előállított, saját fejlesztésű, repceolaj alapú nem-ionos tenzideket használtunk fel. Az összetételében túlnyomórészt zsírsav-alkanolamin észtert tartalmazó tenzidek jellemzőit az 1. táblázat tartalmazza.

Pannon Egyetem, MOL Ásványolaj- és Széntechnológiai Intézeti Tanszék, Veszprém

1. táblázat: A felhasznált zsírsav-alkanolaminészter típusú tenzidek jellemzői

	RE-1	RE-2	RE-3	RE-4	RE-5	RE-6	RE-7	RE-8	RE-9
KV, mm ² /s	19,20	18,27	18,62	20,58	19,30	20,90	20,70	20,20	20,70
Savszám, mg KOH/g	5,4	4,6	4,6	4,2	1,7	2,7	2,3	4,8	1,7
Elszappanosítási szám, mg KOH/g	116,8	138,1	139,2	134,2	141,4	134,2	138,7	130,8	126,0
HLB*	29,4	14,8	17,3	18	16	18,3	18,7	24,1	21,8
Külső megjelenés	fényes	fényes	fényes	fényes	fényes	fényes	fényes	fényes	fényes

*A vízszám meghatározásán alapuló módszerrel mért adatok.

A mérési adatokból kitűnik, hogy a kísérleti tenzidek HLB értéke szokatlanul nagy. Ez abból adódott, hogy ezen tenzidek kémiai szerkezete és oldhatósága is lényegesen különbözik attól a zsírsav-polietilén-glikol-észter szerkezetű tenzidsorozattól, amelyre a HLB értékek számítási módszerét és HLB értékelési skáláját meghatározták.

A vizsgálathoz egy Avaspec 2048 Standard száloptikás spektrofotométert (1. ábra) használtunk Avalight-DHcCompactHalogen fényforrással (2. ábra).

Spektrofotométer jellemzői:

- Optikai szint: Szimmetrikus Czerny-Turner, 75 mm gyújtótávolság
- Hullámhossz tartomány: 200-1100 nm
- Felbontás: 0,04-20 nm
- Detektor: CCD lineáris, 2048 pixel

Fényforrás jellemzői:

- Hullámhossz tartomány: 200-2500 nm
- Stabilitás: <1 mA
- Optikai teljesítmény (a száliban): 7 μ Watt
- Hőmérséklet tartomány: 5 – 35 °C

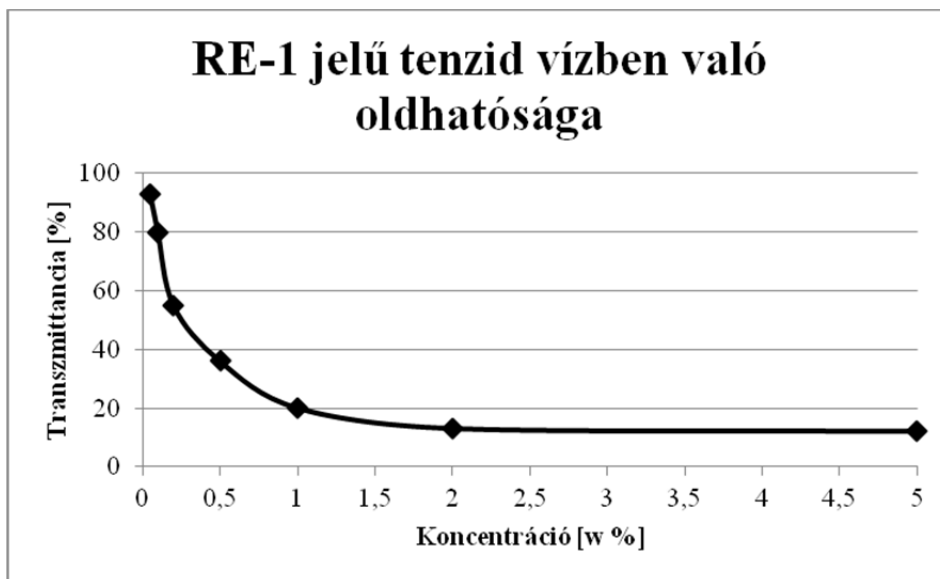
Vizsgálataink során meghatároztuk az előállított tenzidekből 0,1, 0,2, 0,5, 1, 2 és 5 tömeg %-os desztillált vizes oldatainak fényáteresztő képességét. A méréseket 20 °C-on 410 nm-es hullámhosszon végeztük. A száloptikás műszerek igen flexibilis alkalmazhatósága miatt a tenzidoldatból elegendő volt 50 cm³-t készíteni, amivel a vizsgálat egy egyszerű főzőpohárban lefolytatható. A nem-ionos tenzidek vízben való oldhatóságát a bemutatott spektrofotométerrel mért transzmittancia értékekkel kívántuk jellemezni. Az RE-1 jelű nem-ionos tenzid vízben való oldhatóságának koncentrációfüggését a 3. ábra mutatja.



1. ábra: Spektrofotométer



2. ábra: Fényforrás



3. ábra: RE-1 jelű tenzid vízben való oldhatósága

Az egyre nagyobb tenzidkoncentráció miatt nőtt a folyadékban az oldhatatlan, fényabszorpciót okozó tenzidrészecskék száma, ezzel szemben nemlineáris módon csökkent a kialakuló emulzió fényáteresztő képessége. Ugyanakkor közismert, hogy a fényáteresztő képességet a diszpergált részecskék vagy a belőlük kialakuló micellák mérete és az ezzel összefüggő fényszórása is befolyásolja. ezért a diszpergált oldhatatlan részecskék fényáteresztő képességét befolyásoló hatását a részecskeméret-transzmittancia összefüggés vizsgálata alapján tanulmányoztuk.

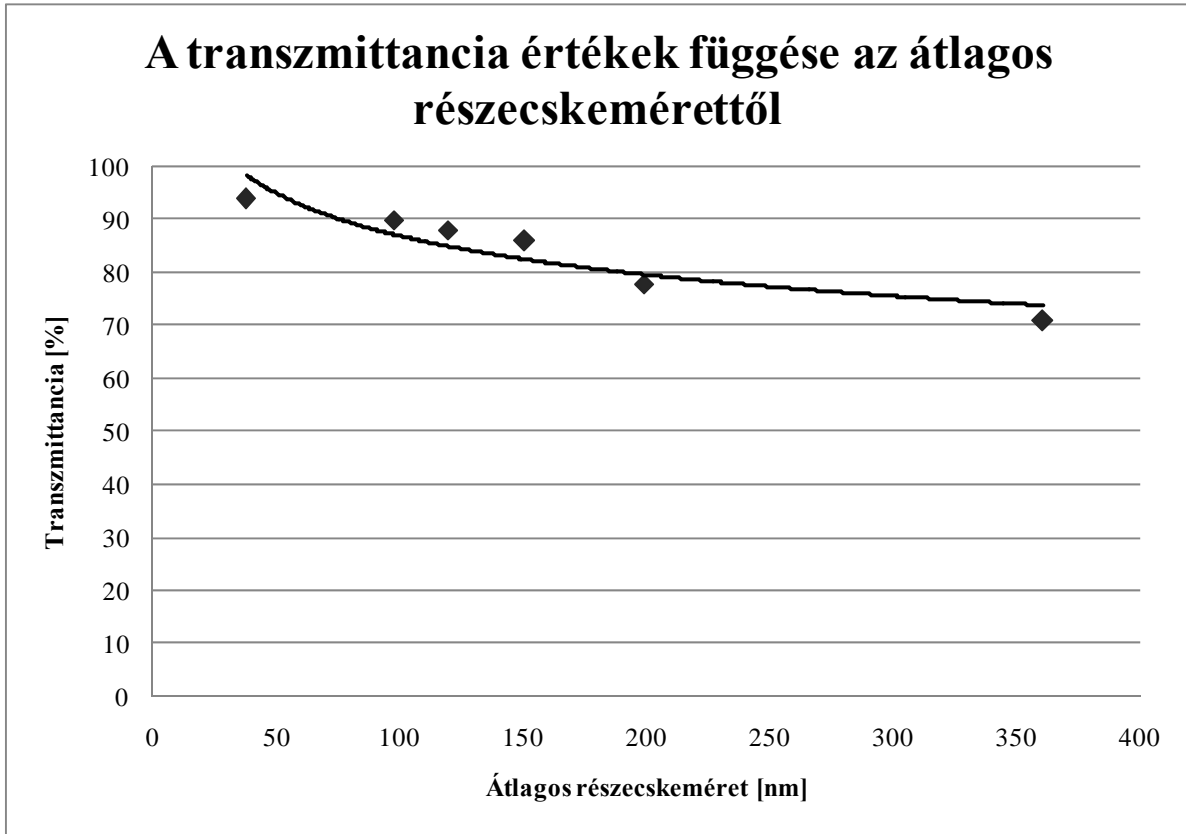
Megvizsgáltuk a különböző részecskemérettel rendelkező tenzid vízben való oldhatóságát is. Azt találtuk, hogy a vizsgált tartományban a növekvő részecskeméret a tenzid oldat transzmittancia csökkenő értékét eredményezi. Az enyhén csökkenő tendencia a 4. ábrán látható, mely alapján az általunk kidolgozott módszert alkalmasnak ítéltük a tenzid vízben való oldhatóságának az összehasonlítására. Ugyanis a vizsgált koncentrációtartományban az oldat fényelnyelő képessége kevésbé függött az oldhatatlan részecskék méretétől, mint a koncentrációjától. Így a transzmittancia értékének csökkenésétől sokkal inkább lehet következtetni az oldhatatlanná vált részecskék koncentrációjára, mint a részecskék méretére.

A mérések során 1 tömeg%-os tenzidtartalmú, szűrt algyóli rétegvizes oldatot vizsgáltunk 80°C-on.

A tenzid megfelelő mértékű oldódása céljából a mérések előtt az oldatokat hőkezeltük, majd ultrahangos kezelést alkalmaztunk. A részecskeméret analízishez a Malvern cég által gyártott Zetasizer készüléket alkalmaztuk, mely a dinamikus fényszórás módszerét (DLS, Dynamic Light Scattering) felhasználva határozza meg a részecskeméret eloszlását. Ezzel a módszerrel akár egyensúlyi rendszerek is vizsgálhatók, ezzel biztosítva a megfelelő vizsgálati közeget. A készülékkel 1 nm-től - 5 µm-ig terjedő mérettartományba tartozó részecskék vizsgálhatók.

A részecskeméret analízishez felhasznált tenzid koncentrációja a gyakorlati alkalmazási koncentráció, azaz 0,6 %. Ez a koncentrációérték a cmc (kritikus micellaképződési koncentráció) értéke felett van.

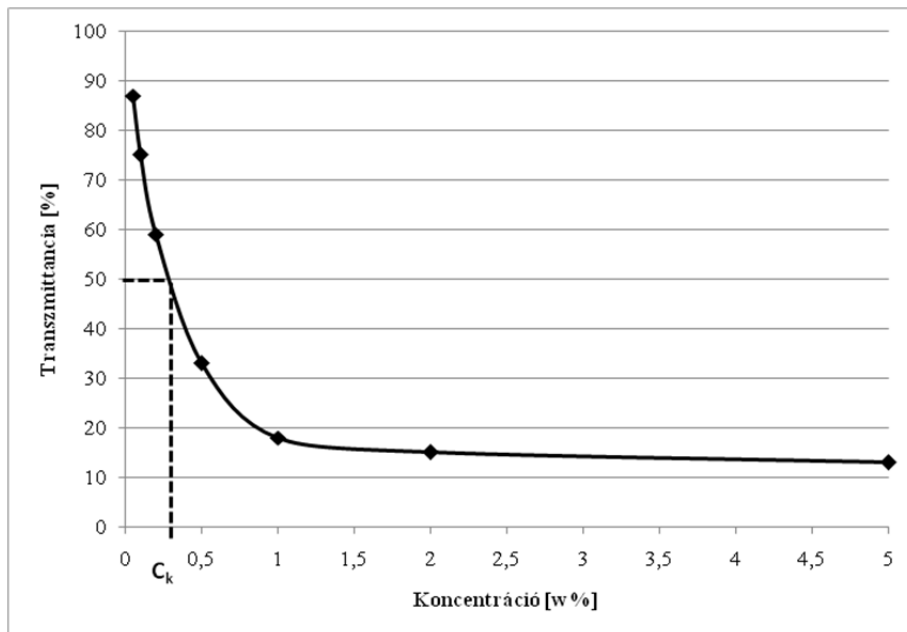
Az eredményeket értékelve megállapítottuk, hogy a koncentráció csökkenése a tenzid vízben való oldhatóságát növelte. A tenzid jellemző alkalmazási koncentrációjánál (0,6 %) a vízben való oldhatóság mértéke 50 % felettinek adódott. Tekintettel arra, hogy a nem-ionos tenzid kőolajipari alkalmazása rendszerint tenzidkeverékek alkalmazásaként történik, a kapott oldhatósági adatokat összehasonlító értékelésre megfelelőnek tartottuk.



4. ábra: Transzmittancia – átlagos részecskeméret kapcsolata

Ahhoz, hogy a kidolgozott módszert alkalmazni tudjuk, egy összehasonlításra alkalmasnak talált mérőszámot is megadtunk, mely alatti transzmittancia érték esetén a tenzid vízben való oldhatósága alkalmazástechnikailag nem elegen-

dő. Mérőszámként a transzmittancia 50 %-os értékéhez tartozó koncentrációt is választottuk, amely az 5. ábra alapján állapítható meg. Az 50 %-os határérték megválasztása alkalmazástechnikai szempontok alapján történt.



5. ábra: Transzmittancia – átlagos részecskeméret kapcsolata

A tenzidek oldatokban történő felhasználása esetén gyakran lényeges, hogy transzparens legyen a vizes oldat. Az 50 %-os transzmittancia feletti koncentrációnál a fényabszorpciót főleg az oldott állapotú tenzid koncentrációja és kevésbé az emulziókban lévő részecskék száma és mérete határozza meg. Az 50 % feletti fényáteresztőképességű oldatok csak enyhén opálos, transzparens külleműek és zavarosságot okozó 10 nm-nél, azaz az oldható micellák átlagos méreténél nagyobb részecskéket csak jelentéktelen koncentrációban tartalmaznak.

A 0,1 tömeg%-os oldatok transzmittancia eredményei alapján a mérési adatok megbízhatósági vizsgálatait is elvégeztük, melynek eredményei a 2. táblázat szemlélteti.

2. táblázat: Tenzideket tartalmazó vizes oldatok transzmittancia mérésének megbízhatóságát jellemző adatok

Tenzid jele	Átlag	SD,%	RSD, %
RE-1	80,4	1,14	1,42
RE-2	75,4	0,55	0,73
RE-3	73	2,35	3,21
RE-4	77,6	1,14	1,47
RE-5	73	1,87	2,56
RE-6	72,6	0,55	0,75
RE-7	74,2	1,10	1,48
RE-8	74,8	1,64	2,20
RE-9	72,9	1,34	1,84

A módszer megbízhatóságát jellemző ismételtetőségi vizsgálatok adatai alapján megállapítottuk, hogy az általunk kidolgozott módszerrel mért transzmittancia értékek a vizsgált azonos típusú tenzidek vízben való oldhatóságának relatív összehasonlítására megbízhatóan alkalmazható. A meghatározott relatív szórás értékek a szigorú 5 %-os érték alattiaknak adódtak.

A módszerfejlesztési munkánk során a saját fejlesztésű és szintetizálású, azonos kémiai típusú, nem-ionos tenzidek vizes oldatait vizsgáltuk, melyeket elsősorban kőolajipari célokra állítottunk elő. Megvizsgáltuk a rendelkezésre álló műszernek a tenzidek jellemzésére való alkalmazhatóságát. A tapasztalatok alapján kidolgozott mérési módszer a tenzidek vízben való oldhatóságának a összehasonlító értékelésére megbízhatónak bizonyult.

A különböző oldatok mérési adatai közötti különbségek szignifikanciájának megállapítása céljából t-próbákat végeztünk, mely az előzőekben leírtakat támasztották alá.

Összefoglalva megállapítottuk, hogy a vizsgált anyagok esetében és az alkalmazott koncentráció tartományban a száloptikás spektrofotometriás analitikai módszert előnyösen alkalmazhatónak találtuk tenzidek vízben való oldhatóságának összehasonlítására és becslésére is.