Analitika ionskih tenzida

Mihaljević, Martina

Undergraduate thesis / Završni rad

2013

Degree Grantor / Ustanova koja je dodijelila akademski / stručni stupanj: **Josip Juraj Strossmayer University of Osijek, Department of Chemistry / Sveučilište Josipa Jurja Strossmayera u Osijeku, Odjel za kemiju**

Permanent link / Trajna poveznica: https://urn.nsk.hr/urn:nbn:hr:182:367391

Rights / Prava: In copyright / Zaštićeno autorskim pravom.

Download date / Datum preuzimanja: **2024-03-28**

Repository / Repozitorij:

Repository of the Department of Chemistry, Osijek







Sveučilište Josipa Jurja Strossmayera u Osijeku

Odjel za kemiju

Preddiplomski studij kemije

Martina Mihaljević

ANALITIKA IONSKIH TENZIDA

Završni rad

Mentor: izv.prof.dr.sc. Milan Sak-Bosnar

Osijek, 2013

Sažetak

Pripremljen je ionsko-izmjenjivački kompleks iz natrijeva dodecilsulfata i cetilpiridinijeva klorida.

Kompleks je korišten pri izradi membrane koja je tada korištena kao senzorski materijal u ionsko-selektivnoj elektrodi.

Napravljena su mjerenja kako bi se odredile odzivne karakteristike elektrode na korištene tenzide.

Abstract

A new ion-exchange complex was prepared from sodium dodecylsulfate and cetylpiridinium chloride.

The complex was used in the preparation of the membrane which was used as the sensor material in ion-selective electrode.

Measurements were made to determine the response characteristics of the electrode to surfactants used in the experiment.

Sadržaj

1.Uvod

2. Eksperimentalni dio

2.1. Reagensi

2.2. Aparatura

2.3. Uvjeti

2.4. Postupak

2.4.1.Sinteza novog ionskog para i priprema membrane

2.4.2. Odzivne karakteristike senzora

3. Rezultati i rasprava

3.1. Odzivne karakteristike senzora

3.1.1. Odziv na kationski tenzid

3.1.2. Odziv na anionski tenzid

4.Zaključak

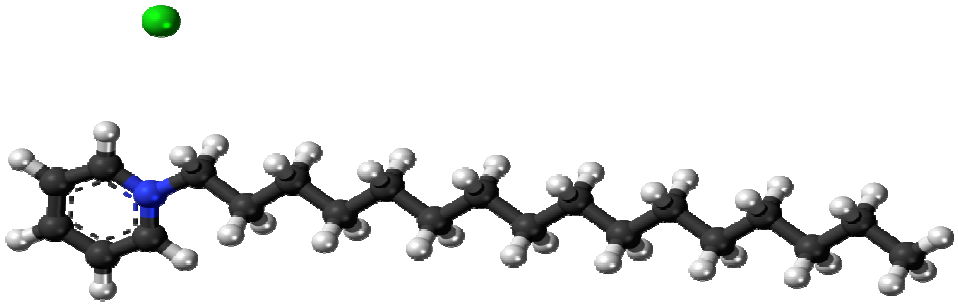
5.Literatura

1.Uvod

Tenzidi su spojevi koji snižavaju površinsku napetost u odnosu na graničnu površinu druge tvari. U otopini se rasporede tako da je njihova koncetracija na graničnoj površini veća od koncetracije u unutrašnjosti otopine. To svojsvo omogućava njihova struktura.

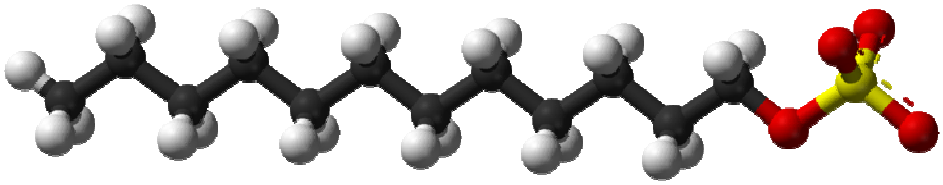
Tenzidi su bifunkcionalni organski spojevi koji se sastoje od hidrofobnog i hidrofilnog dijela. Hidrofobni dio najčešće čini alifatski ugljikovodični lanac (ravni ili razgranati), dok hidrofilni dio molekule ima afinitet prema vodi. Prema skupini koja čini hidrofilni dio molekule tenzide možemo podijeliti na kationske, anionske, neionske i amfolitske.

a) Kationski tenzidi su površinski aktivni spojevi s jednom ili više funkcionalnih skupina koje u vodenim otopinama disociraju na pozitivno nabijene površinski aktivne ione. Najčešće su to kvaterne amonijeve soli.



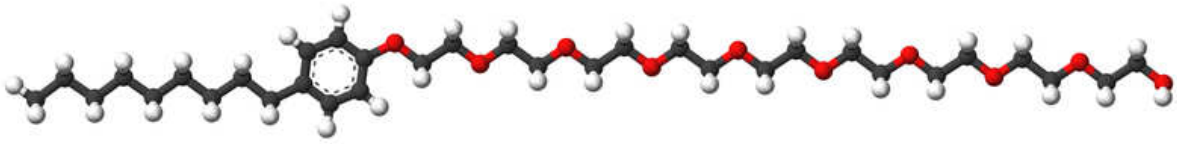
Slika 1. Kationski tenzid – cetilpiridinijev klorid

b) Anionski tenzidi su površinski aktivni spojevi s jednom ili više funkcionalnih skupina koje u vodenim otopinama disociraju na negativno nabijene površinski aktivne ione. Najčešći su sulfati, sulfonati, karboksilati i fosfati.



Slika 2. Anionski tenzid – natrijev dodecilsulfat

c) Neionski tenzidi su površinski aktivni spojevi koji u vodenim otopinama ne disociraju. Njihova topljivost u vodi potječe od polarnosti funkcionalnih skupina u njihovoj strukturi. Najčešći su etoksilirani neionski tenzidi.



Slika 3. Etoksilirani neionski tenzid

d) Amfolitski tenzidi su površinski aktivni spojevi s jednom ili više funkcionalnih grupa koje ovisno o uvjetima u kojima se nalaze u vodenoj otopini mogu disocirati tako da poprime osobine kationskih ili anionskih tenzida. Kada se nalaze u kiseloj pH sredini, molekule imaju pozitivan naboj i ponašaju se kao kationski tenzidi, dok u alkalnoj pH sredini imaju negativan naboj te se ponašaju kao anionski tenzidi. Najčešći su N-alkil betaini.

Tenzidi u otopinama formiraju organizirane strukture – micele. Micele nastaju kako bi se smanjio kontakt između hidrofobnih dijelova molekule i vode čime se snižava slobodna energija sustava. U takvoj strukturi hidrofilni dijelovi molekule okrenuti su prema vodi dok su hidrofobni dijelovi okrenuti prema unutrašnjosti [1].



Slika 4. Prikaz micele u vodenoj otopini

Proizvodnja kationskih tenzida u današnje vrijeme zauzima 5 do 6 % ukupne proizvodnje tenzida. Njihova primjena u industriji je široka. Upotrebljavaju se kao sredstva za dezinfekciju i čišćenje , te se koriste kao ljekarski i kozmetički preparati zbog svojih antibakterijskih, antikorozijskih, antistatičkih, omekšavajućih i emulzijskih svojstava.

Anionski tenzidi predstavljaju oko 70 % ukupne godišnje proizvodnje tenzida. Koriste se u industriji, kućanstvu, kozmetici te brojnim drugim područjima.

Budući da su ionski tenzidi zagađivači okoliša, važna je dobra analitička metoda za njihovo određivanje.

Referentna metoda za određivanje ionskih tenzida je titracija u dvije faze. No, ta metoda ima brojne nedostatke kao što su: nemogućnost određivanja kod obojenih i zamućenih uzoraka, toksičnost korištenih kloriranih organskih otapala te vizualno određivanje završne točke. Mnoge od tih limitacija mogu se izbjeći korištenjem ionsko-selektivnih elektroda kao indikatora u potenciometrijskoj titraciji tenzida [2-6].

2.Eksperimentalni dio

2.1. Reagensi

Cetil-piridinijev klorid (CPC), Merck, Njemačka

Natrijev dodecil sulfat (DDS), Sigma-Aldrich, SAD

Diklormetan, T.T.T., Hrvatska

Bezvodni natrijev sulfat, Kemika, Hrvatska

Metanol, Kemika, Hrvatska

Dietil eter, Carlo Erba Reagent, Italija

o-NPOE, Fluka, Švicarska

Poliviniklorid, Fluka, Švicarska

Tetrahidrofuran, Fluka, Švicarska

2.2. Aparatura

Za doziranje titranta pri potenciometrijskoj titraciji korišten je univerzalni titrator 765 Titrando (Metrohm, Švicarska), u kombinaciji sa izmjenjivom jedinicom tip 780 Metrohm (Metrohm, Švicarska). Tijekom titracije otopine su se mješale kontinuirano pomoću magnetske mješalice sa stalkom (Methrom, Švicarska).



Slika 5. Prikaz aparature

2.3. Uvjeti

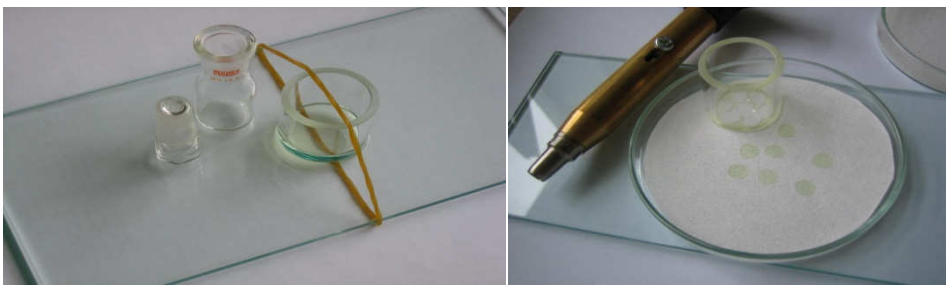
Sva mjerenja i titriranja su provedena pri sobnoj temperaturi pomoću magnetske mješalice bez podešavanja ionske jakosti i pH. Titrator je programiran za rad u DET (Dynamic Ekvivalent point Titration) modu.

2.4. Postupak

2.4.1. Sinteza novog ionskog para i priprema membrane

Ionski par cetilpiridinij-dodecilsulfat (CP-DDS) pripremljen je polaganim dodavanjem 50 mL otopine cetilpiridinijeva klorida ($c=4\cdot10^{-3}$M) u 50 mL otopine natrijeva dodecilsulfata ($c=4\cdot10^{-3}$M) uz miješanje na magnetskoj miješalici. Nastali bijeli talog profiltriran je preko Büchnerovog lijevka i ispran ultra čistom vodom. Talog je zatim tri puta ekstrahiran sa po 30 mL diklormetana. Skupljeni ekstrakti isprani su tri puta sa po 50 mL ultra čiste vode i osušeni s bezvodnim natrijevim sulfatom. Otapalo je ostavljeno da ishlapi na sobnoj temperaturi. Nakon toga talog je otopljen u 10 mL smjese metanola i dietil-etera (1:1) uz pomoć ultrazvučne kupelji. Smjesa otapala je otparena pri -18 ^{0}C. Dobiveni talog zagrijavan je do konstantne mase pri temperaturi 60-65 ^{0}C.

Pripremljena je membrana koja se sastoji od izoliranog ionsko-izmjenjivačkog kompleksa CP-DDS (1%) kao senzorskog materijala, o-NPOE kao plastifikatora i polivinilklorida visoke molekularne mase. Oko 180 mg ove smjese otopljeno je u 2 mL tetrahidrofurana uz pomoć ultrazvučne kupelji. Bistra otopina pažljivo je izlivena u stakleni prsten (i.d. 24 mm) koji je bio pričvršćen na staklenu ploču. Nakon skrutnjavanja izrezani su mali diskovi promjera 7 mm.



Slika 6. Priprema membrane

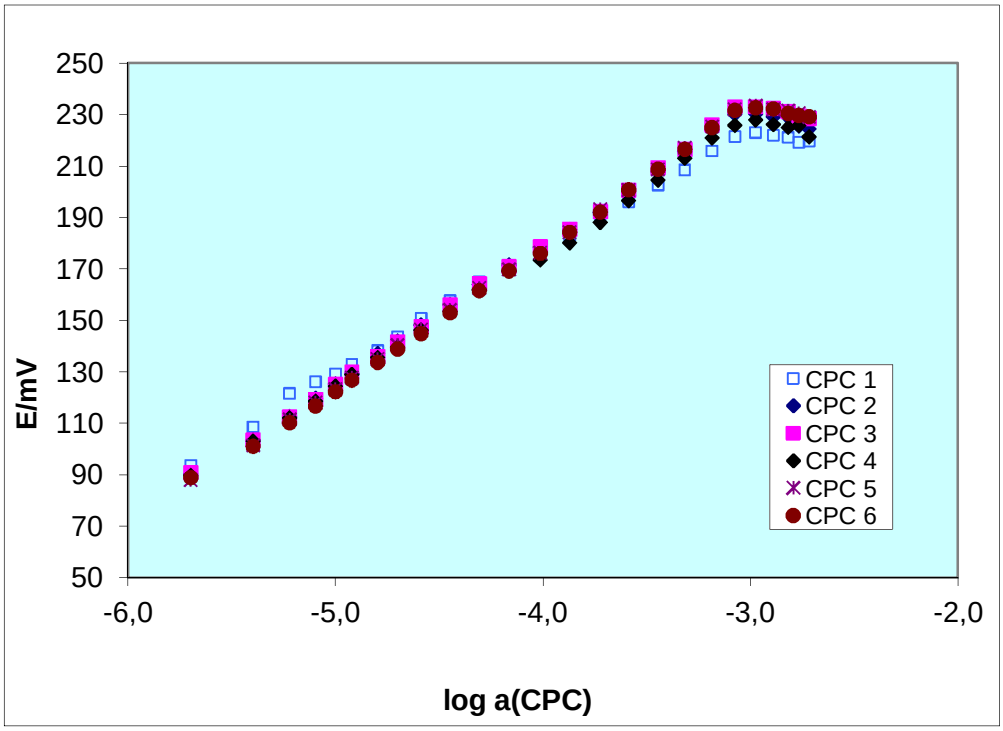
2.4.2. Odzivne karakteristike senzora

Odzivne karakteristike senzora mjerene su i za anionski i za kationski tenzid pri dvije koncentracije: $4 \cdot 10^{-3}$ i $4 \cdot 10^{-4}$ M. Mjerenje je izvršeno tako da se tenzid postupno dodaje u 20 mL destilirane vode. Postupak je ponovljen 5-6 puta za svaku koncentraciju.

3.Rezultati i rasprava

3.1.Odzivne karakteristike senzora

3.1.1.Odziv na kationski tenzid



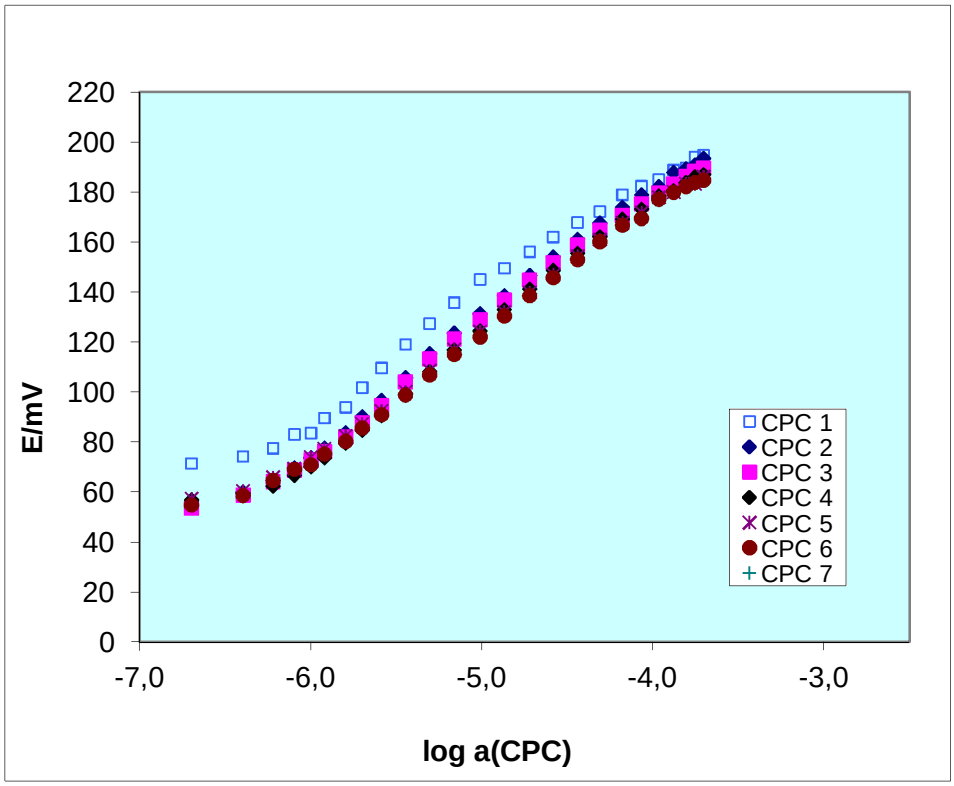
Slika 7. Odziv senzora na $4 \cdot 10^{-3}$ M otopinu CPC-a

Elektromotorna sila senzora uronjenog u otopinu kationskog tenzida dana je Nernstovom jednadžbom:

$E = E^0 + S \log a_{cs+}$

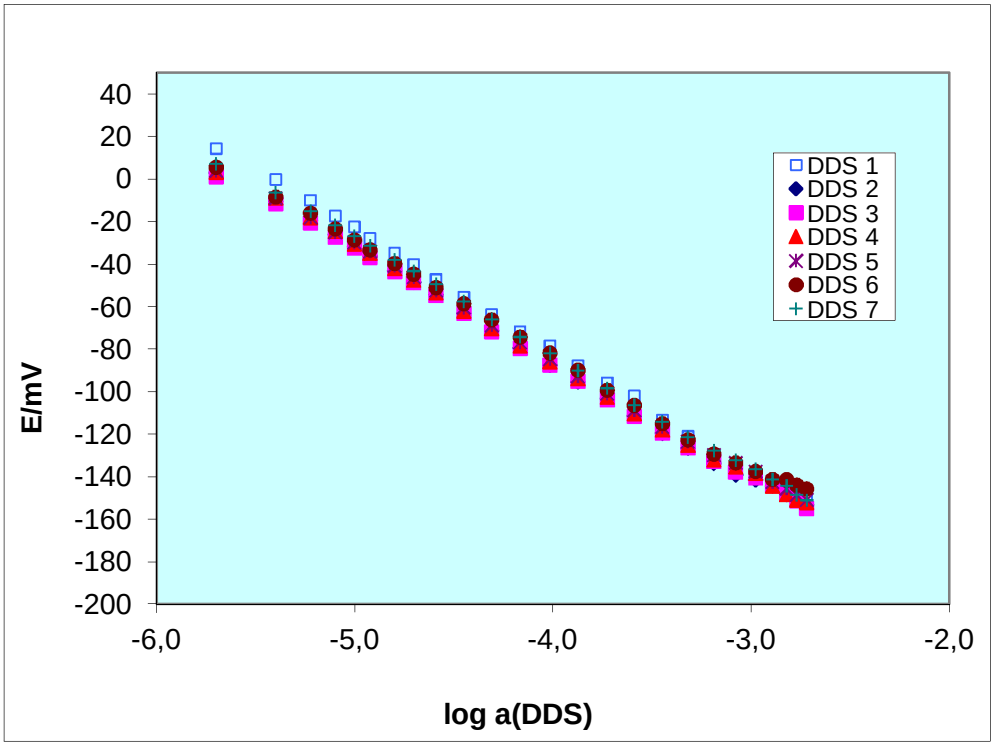
gdje je E^0 standardni elektrodni potencijal, S nagib krivulje, a aktivitet površinski aktivnog kationa.

Budući da je senzor pokazao linearni odziv pri koncentraciji $4 \cdot 10^{-3}$ M (Slika 7), postupak je ponovljen i pri nižoj koncentraciji: $4 \cdot 10^{-4}$ M (Slika 8)



Slika 8. Odziv senzora na $4 \cdot 10^{-4}$ M otopinu CPC-a

3.1.2.Odziv na anionski tenzid



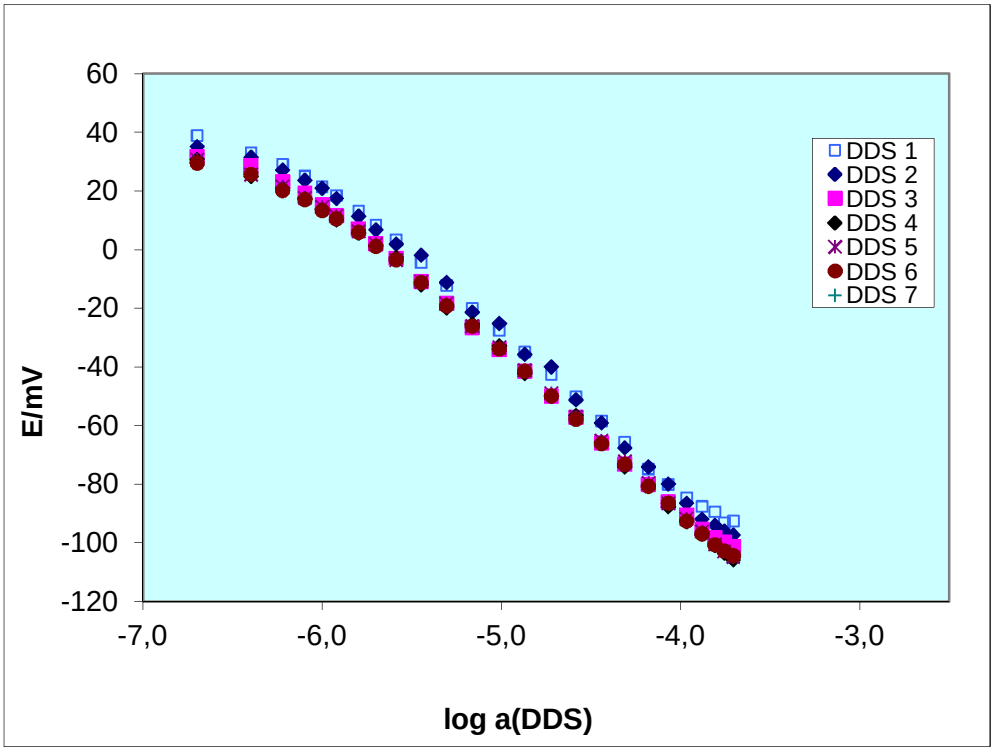
Slika 9. Odziv senzora na $4 \cdot 10^{-3}$ M otopinu DDS-a

Elektromotorna sila senzora uronjenog u otopinu anionskog tenzida dana je Nernstovom jednadžbom:

$E = E^0 - S \log a_{as}$-

gdje je E^0 standardni elektrodni potencijal, S nagib krivulje, a aktivitet površinski aktivnog aniona.

Budući da je senzor pokazao linearni odziv pri koncentraciji $4 \cdot 10^{-3}$ M (Slika 9), postupak je ponovljen i pri nižoj koncentraciji: $4 \cdot 10^{-4}$ M (Slika 10)



Slika 10. Odziv senzora na $4 \cdot 10^{-4}$ M otopinu DDS-a

4.Zaključak

Uspješno je pripremljen ionsko izmjenjivački kompleks iz cetilpiridinijeva klorida i natrijeva dodecilsulfata. Pripremljeni kompleks korišten je kao senzorski materijal pri izradi membrane za ionsko-selektivnu elektrodu.

Korištena ionsko-selektivna elektroda pokazala je Nernstovski odziv na cetilpiridinijev klorid i natrijev dodecilsulfat pri koncentraciji od $4 \cdot 10^{-3}$ M. Mjeren je odziv elektrode na navedene tenzide i pri koncentraciji od $4 \cdot 10^{-4}$ M. Pri nižoj koncentraciji odziv nije bio linearan u cijelom području, ali linearni dio također je pokazao Nernstovski odziv.

5.Literatura

[1] T. F. Tadros, *Applied Surfactants: Principles and Application*, Wiley-VCH, 2005, Workingham (UK)

[2] R. Matešić-Puač, M. Sak-Bosnar, M. Bilić, B. S. Grabarić, Sensors and Actuators B 106 (2005) 221

[3] M. Sak-Bosnar, R. Matešić-Puač, D. Madunić-Čačić, Z. Grabarić, Tenside Surfactants Detergents 43 (2006) 2

[4] D. Madunić-Čačić, M. Sak-Bosnar, M. Samardžić, Z. Grabarić, Sensor Letters, 7 (2009) 1

[5] R. Matešić-Puač, M. Sak-Bosnar, M. Bilić, B. S. Grabarić, Electroanalysis, 16 (2004) 843

[6] D. Madunić-Čačić, M. Sak-Bosnar, O. Galović, N. Sakač, R. Matešić-Puač, Talanta, 76 (2008) 259