

ĆWICZENIE 7

EMULSJE, MIKROEMULSJE, CIEKŁE KRYSZTAŁY. DIAGRAM FAZOWY.

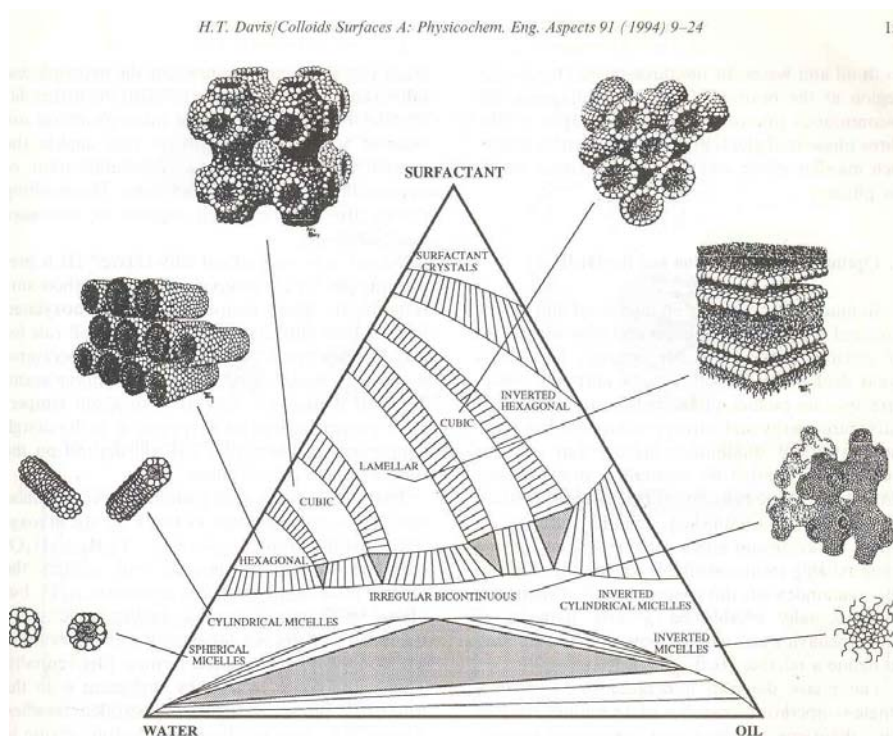
Marta Szymula

Celem ćwiczenia pt. „EMULSJE, MIKROEMULSJE, CIEKŁE KRYSZTAŁY. DIAGRAM FAZOWY” jest zapoznanie się z układami emulsyjnymi.

Praktyczny aspekt ćwiczenia polega na wykonaniu diagramu fazowego układu woda – pentanol - SDS (dodecylowy siarczan sodowy). Część doświadczalna ćwiczenia pozwoli na obserwację i zaznajomienie się z otrzymywaniem i cechami charakterystycznymi emulsji, mikroemulsji, ciekłych kryształów.

Przed przystąpieniem do wykonywania ćwiczenia należy zapoznać się z rozdziałem pt. „Szczególne właściwości emulsji” w podręczniku akademickim „KOLOIDY” Hans Sonntag (str. 197 -202) jak również z opracowaniem „Teoria emulsji” zamieszczonym w dodatku do opisu ćwiczenia, który znajduje się w bibliotece Wydziału Chemii.

W układach trójskładnikowych woda, olej, surfaktanty, ten ostatni może tworzyć wiele form:



Rysunek 1. Diagram fazowy układu surfaktant/ olej/ woda. W środku trójkąta graficznie przedstawione są struktury surfaktantu w różnych fazach.

Rysunek pochodzi z publikacji H.T Devis'a pt.: „Factor Determining Emulsion Type: Hydrophile-lipophile Balance and Beyond”, *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects* 91 (1994) 9-24.

Jak wiadomo emulsje i mikroemulsje różnią się zdecydowanie między sobą, co pozwala stosunkowo łatwo wyznaczać obszary ich występowania.

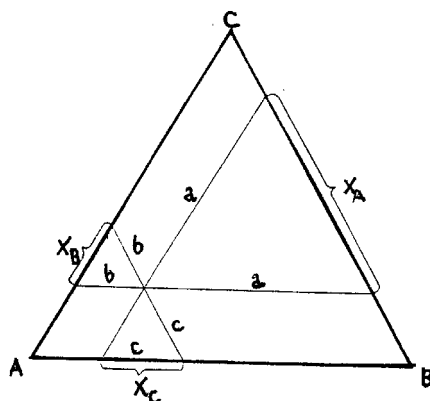
Emulsje są to dyspersje makroskopowych rozmiarów kropli jednej cieczy w drugiej. Wielkość kropli w przybliżeniu wynosi 0,5-100 μm . Wiele preparatów emulsyjnych zawiera również ciekły kryształ, cząstki ciała stałego albo trzy ciecze. Emulsje są mętne. Tworzą się, gdy dwie nie mieszające się ciecze są energicznie wstrząsane. Mogą być typu O/W i W/O.

Mikroemulsje są również dyspersjami jednej cieczy w drugiej, lecz rozmiar kropli wynosi zaledwie 0,15 μm , układ jest przezroczysty, jednofazowy. Mikroemulsje, w przeciwieństwie do emulsji, tworzą się spontanicznie w danych warunkach.

WŁAŚCIWOŚCI	EMULSJE	MIKROEMULSJE
Wygląd	mętne	przezroczyste
wymiar kropli	~0,1-100 μm	0,0015-0,15 μm
Tworzenie	wstrząsanie	spontaniczne
termodynamiczna stabilność	niestabilne	stabilne (za wyjątkiem przypadków niestabilności)
ilość surfaktantu	2-3%	6-8%
czas życia	krople żyją jako jednostka aż do momentu koalescencji	system dynamiczny (1 sek.)

Oprócz miceli i kropli mikroemulsji, surfaktanty mogą tworzyć **ciekłe kryształy** w jednej ze znanych struktur: lamelarnej, heksagonalnej lub kubicznej. Stanowią oddzielną fazę wychodzącą z roztworu. Nazwa „ciekły kryształ” wzięta się stąd, że mają one uporządkowaną strukturę, której konsekwencją są anizotropowe właściwości optyczne. Oznacza to, że próbka lśni, gdy umieścimy ją naprzeciw źródła światła między dwoma skrzyżowanymi polaryzatorami. Wykorzystujemy się tą własność do stwierdzenia obecności ciekłego kryształu. Izotropowe roztwory (mikroemulsje) są ciemne w tych warunkach. Ciekłe kryształy wykazują znacznie większą lepkość niż emulsje i mikroemulsje.

Obszary występowania poszczególnych układów można zaznaczyć na tzw. diagramie fazowym.



Rysunek 2. Trójkąt Gibbsa.

Diagram fazowy (trójkąt Gibbsa) jest to trójkąt równoboczny o długości boku równej 1. Z geometrii wynika, że każdemu punktowi leżącemu w polu trójkąta możemy przyporządkować trzy trójkąty wewnętrzne równoboczne o bokach a, b, c, przy czym

suma $a+b+c = 1$.

Kiedy przyjmiemy, że ułamki wagowe (molowe) X_A , X_B , X_C składników A, B, C są równe $X_A = A$, $X_B = B$, $X_C = C$, wówczas każdy punkt na polu trójkąta stężeń odpowiada innemu składowi mieszaniny trójskładnikowej i że każdy skład mieszaniny możemy przedstawić za pomocą odpowiedniego punktu na polu trójkąta. Punkty leżące w wierzchołkach odpowiadają czystemu składnikom, a boki trójkąta układom dwuskładnikowym. Ten sposób przedstawiania składu mieszanin trójskładnikowych wykazuje też inne cechy charakterystyczne. Można się np. łatwo przekonać, że sieczne wyprowadzone z wierzchołka trójkąta (np. A) są miejscem geometrycznym punktów, dla których stosunek stężeń pozostałych składników jest (A i B) stały. Podobnie odcinek równoległy do jednego z boków trójkąta (np. BC) jest miejscem geometrycznym punktów, dla których stężenie jednego ze składników (tutaj A) jest stałe.

OPIS DOŚWIADCZENIA

Materiały

Do doświadczeń używamy surfaktantu anionowego SDS $C_{12}H_{25}SO_4Na$ i pentanolu (kosurfaktantu) prod. Fluka Chemie AG CH-9470 Buchs, Szwajcaria oraz podwójnie destylowanej wody za pomocą redestylarki typu Heraeus.

Metoda

- Próbkę o różnym składzie zawierającą wodę i surfaktant przygotowuje się energicznie mieszając składniki za pomocą wstrząsarki (prod. ELPAN, Lubawa).
- Obecność mikroemulsji stwierdza się optycznie.
- Obecność ciekłego kryształu stwierdza się przez umieszczenie próbki pomiędzy dwoma skrzyżowanymi polaryzatorami. Układ optyczny do obserwacji ciekłych kryształów został zrobiony w warsztatach Wydziału Matematyczno-Fizycznego UMCS.

Opis wykonania ćwiczenia

1. Na trójkącie Gibbsa narysowano linię wychodzącą z wierzchołka oznaczającego 100% wag. wody, a kończącą się na przeciwległym boku trójkąta. Linia ta odpowiada stałemu stosunkowi wagowemu SDS i pentanolu. Przykładowo poprowadzono linię odpowiadającą stosunkowi wagowemu:

$$\frac{\text{SDS}}{\text{pen tan ol}} = \frac{1}{9}$$

2. W tym celu odważono na wadze laboratoryjnej odpowiednią ilość SDS (0,1001g) i dodano do próbki pentanol (0,90018g) tak, aby masa w

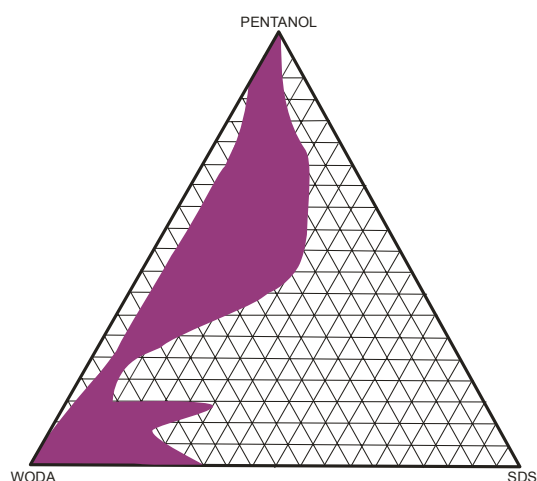
przybliżeniu wynosiła 1 g. W omawianym przypadku masa próbki wynosiła 1,0028g. Zawartość próbki mieszano za pomocą wstrząsarki.

3. Do otrzymanej mieszaniny dodawano kropelkami wodę, po każdym wkropleniu mieszano zawartość próbki, a następnie ważono otrzymaną mieszaninę.
4. Na podstawie pomiaru obliczono procentową zawartość wody ze wzoru:

$$m\% \text{H}_2\text{O} = \frac{m - m_r}{m} 100\%$$

gdzie: m – masa próbki po każdorazowym wkraplaniu wody, m_r – masa mieszaniny przy zawartość wody równej 0%.

5. Następnie, na wykreślonej wcześniej linii na diagramie fazowym zaznaczano punkty odpowiadające danej procentowej zawartości wody. Jednocześnie obserwowano, jaki charakter ma próbka znajdująca się w próbówce: emulsja, mikroemulsja ciekły kryształ.
6. Postępując podobnie jak powyżej opisano dla innych stosunków zawartości pentanolu i SDS, wykreślono obszar występowania mikroemulsji (patrz poniżej na diagram fazowy układu).
7. Diagram fazowy układu SDS, pentanol, woda.
Na diagramie zaznaczono obszar powstawania izotropowej cieczy z trzema rodzajami struktur amfofilowych:
 - mikroemulsja W/O (I),
 - faza lamelarna dwuciągła (II),
 - mikroemulsja O/W (III).



Rysunek 3. Obszar mikroemulsji w układzie woda, pentanol, SDS.