

## PERFLUOROALCHILSULFONAȚI. II.

**Teodor DEHELEAN, Constantin BOLCU\***

*Institutul de Chimie din Timișoara al Academiei Române*

*\*Universitatea de Vest din Timișoara (România)*

This work presents the results of our investigation regarding the surface properties of compounds  $C_8F_{17}SO_3M$ ; M= Mg, Ca, Sr, Ba salts of heptadecafluorooctanesulfonic acid. Of the investigation carried out we concluded that the obtained products had surfactants behavior with special surface properties.

### Introducere

În lucrare sunt prezentate rezultatele cercetărilor privind proprietățile superficial active ale compușilor  $C_8F_{17}SO_3M$ , unde M reprezintă H, Mg, Ca, Sr, Ba. S-a urmărit obținerea unor informații referitoare la influența cationului asupra proprietăților superficiale ale compușilor cercetați. Prin schimbarea cationului se modifică uneori substanțial raportul dintre proprietățile hidrofobe (fluorofile) induse de radicalul perfluorurat și proprietățile hidrofile ale grupei polare.

Asemenea proprietăți (cum sunt solubilitatea în apă sau solvenți polari, concentrația critică micelară, proprietățile reologice etc.) sunt hotărâtoare pentru destinații industriale și alte aplicații practice [1-6].

Proprietățile de agenți de suprafață ale acestor compuși sunt influențate atât de lanțul perfluorurat, cât și de gruparea hidrofilă atașată acestui lanț [6].

### Lucrări experimentale

Proprietățile superficial active ale derivaților acizilor perfluoroalchil-sulfonici cu cationi din grupa a II-a au fost studiate în raport cu laurilsulfatul de sodiu (LSNa).

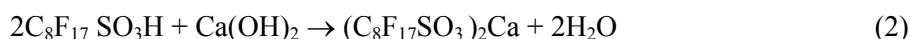
În toate cazurile, pentru obținerea compușilor studiați s-a folosit acid heptadecafluorooctilsulfonic,  $C_8F_{17}SO_3H$ , M = 500,13, purum, soluție 40% în apă.

La obținerea compușilor cercetați s-au aplicat reacțiile (1)...(4).

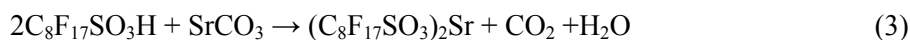


Reacția are loc la rece. S-a folosit exces de MgO, la pH = 6,5.

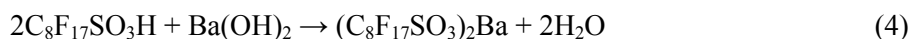
Amestecarea s-a realizat 1 oră și apoi s-a lăsat 2 zile în repaus.



S-a folosit var hidratat. Reacția este exotermă. S-a adus la pH = 7, s-a filtrat și s-a adus la sec la 30-50°C.



Reacția are loc la cald, cu o durată de aproximativ 45 minute. Se filtrează supernatantul și se aduce la sec. Produsul de reacție spumează intens.



Reacția nu are loc la rece. Reacția are loc la pH = 6,5 și la o temperatură de 40-50°C. Procesul durează cca 2 ore. Se lasă la uscat la o temperatură de 30-50°C.

Produsul de reacție are proprietăți spumogene deosebite.

Pentru determinarea proprietăților fizico-chimice s-au aplicat metode experimentale corespunzătoare fluorotensidelor. Tensiunile superficiale ale soluțiilor apoase s-au determinat prin metoda inelului de platină, metodă agreată de ISO, cu aparatul Krüss [1-4].

Pentru determinarea concentrației critice micelare s-au preparat soluții de 1% care apoi s-au diluat progresiv, măsurându-se de fiecare dată tensiunea superficială. Toate determinările s-au făcut la 20°C, imediat după prepararea soluțiilor.

Din datele obținute s-a determinat concentrația critică micelară și tensiunea superficială corespunzătoare cu programul TESCIS [4]. Pentru comparație s-au efectuat determinări pentru laurilsulfatul de sodiu (LSNa).

Proprietățile spumogene s-au determinat cu metoda Ross-Miles [1].

Variația tensiunii superficiale cu concentrația este redată în Tabelul 1.

Tabelul 1

Variația tensiunii superficiale cu concentrația în soluții apoase a compușilor  $(C_8F_{17}SO_3)_2M$ , unde  $M = H, Mg, Ca, Sr$  și  $Ba$  la  $20^\circ C$  comparativ cu laurilsulfatul de Na și  $C_8F_{17}SO_3H$

Produsul	Tensiunea superficială (mN/m), în funcție de concentrație (%)							
	1,00	0,50	0,25	0,125	0,062	0,031	0,016	0,008
$C_8F_{17}SO_3H$	31,0	31,0	25,0	26,0	27,5	30,0	35,0	40,0
$(C_8F_{17}SO_3)_2Mg$	22,1	22,5	22,5	22,5	25,0	27,5	34,0	36,5
$(C_8F_{17}SO_3)_2Ca$	23,0	23,1	23,5	23,5	24,0	25,5	33,0	38,5
$(C_8F_{17}SO_3)_2Sr$	23,0	23,5	23,5	23,5	23,5	24,0	27,5	29,5
$(C_8F_{17}SO_3)_2Ba$	20,5	20,5	20,5	21,0	25,20	28,0	35,80	41,0
Laurilsulfat de Na	38,7	38,8	38,9	43,0	51,6	57,8	64,2	65,4

Variația timpului de udare (în secunde) cu concentrația compușilor studiați în soluție apoasă este prezentată în Tabelul 2.

Tabelul 2

Variația timpului de udare cu concentrația în soluții apoase a compușilor  $(C_8F_{17}SO_3)_2M$ , unde  $M = Mg, Ca, Sr, Ba$

Produsul	Variația timpilor de udare (în secunde), în funcție de concentrație (%)							
	1,00	0,50	0,25	0,125	0,062	0,031	0,016	
$(C_8F_{17}SO_3)_2Mg$	3	5	5	8	10	18	30	
$(C_8F_{17}SO_3)_2Ca$	2	3	5	10	15			
$(C_8F_{17}SO_3)_2Sr$	3	5	9	19	42	70	130	
$(C_8F_{17}SO_3)_2Ba$	3	6	8	12	15			

### Determinarea concentrației critice micelare

Concentrația critică micelară s-a determinat diluând progresiv o soluție apoasă de concentrație 1% și apoi măsurând tensiunea superficială la fiecare concentrație. Concentrația critică micelară s-a determinat din grafic, utilizând programul TESCRIIS [4]. În Figurile 1 și 2 este prezentată forma curbelor pentru variația tensiunii superficiale în funcție de concentrație pentru  $(C_8F_{17}SO_3)_2Mg$ , respectiv  $(C_8F_{17}SO_3)_2Sr$ . Toate curbele au aceeași formă. Valorile rezultate din interpretarea datelor sunt diferite.

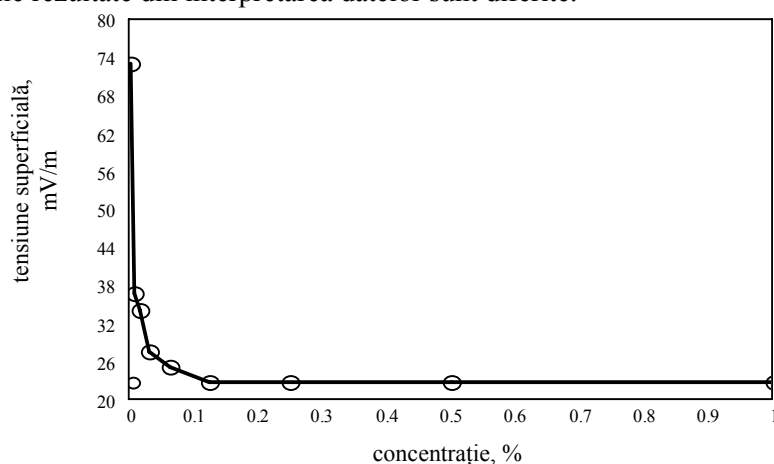
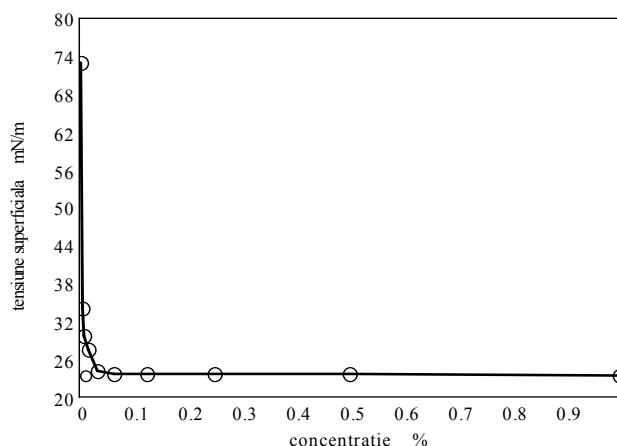


Fig.1. Reprezentarea grafică a variației tensiunii superficiale cu concentrația compusului  $(C_8F_{17}SO_3)_2Mg$ .

Concentrația critică micelară determinată din grafic pentru  $(C_8F_{17}SO_3)_2Ca$ , este 0,00917%. Acestei concentrații îi corespunde o tensiune superficială de 23,309 mN/m.



**Fig.2.** Reprezentarea grafică a variației tensiunii superficiale cu concentrația compusului  $(C_8F_{17}SO_3)_2Sr$ .

Concentrația critică micelară determinată din grafic cu TESCRIS pentru amestecul de compuși  $(C_8F_{17}SO_3)_2Sr$  este 0,0028%.

Acestei concentrații îi corespunde o tensiune superficială de 23,871 mN/m.

În Tabelul 3 sunt prezentate principalele caracteristici superficiale ale compuşilor  $(C_8F_{17}SO_3)_2M$ , unde  $M = Mg, Ca, Sr, Ba$  la 20°C comparativ cu  $C_8F_{17}SO_3H$  și laurilsulfatul de Na.

**Tabelul 3**

**Principalele caracteristici superficiale ale compuşilor  $(C_8F_{17}SO_3)_2M$ , unde  $M = Mg, Ca, Sr, Ba$**

Produsul	Concentrația critică micelară, în %	Tensiunea superficială la concentrația critică micelară, în mN/m
$C_8F_{17}SO_3H$	0,010	31,00
$(C_8F_{17}SO_3)_2Mg$	0,006	22,50
$(C_8F_{17}SO_3)_2Ca$	0,009	23,31
$(C_8F_{17}SO_3)_2Sr$	0,003	23,87
$(C_8F_{17}SO_3)_2Ba$	0,013	20,50
Laurilsulfat de Na	0,036	38,93

**Concluzii**

Sărurile acidului perfluorooctilsulfonic cu metale din grupa II A sunt tenside active în mediu apos.

Concentrațiile critice micelare sunt în domeniul 0,01...0,02%, iar tensiunile superficiale corespunzătoare au valori în domeniul 22...35 mN/m.

Proprietățile spumogene determinate cu metoda Ross-Miles au evidențiat putere de spumare mare și stabilități mari ale spumelor.

Sărurile acizilor perfluoroalchilsulfonici cu elementele grupei a II-a A au concentrațiile critice micelare și tensiunile superficiale corespunzătoare mai mici decât omologii lor cu elementele grupei I A.

Puterea de udare a compuşilor studiați este deosebită și a fost apreciată prin timpi de udare mici.

**Referințe:**

1. Kissa E. Fluorinated surfactants, Synthesis Properties Application. - New York, Basel-Hong-Kong: Ed. Marcel Dekker Inc., 1994, p.1-17, 22-60.
2. Dehelean T., Vâlceanu R., Hu C-M., Gușatu N., Xiao J-X. // Rev. Roum. Chim. - 2000. - No.45, (4) - P.375-397.
3. Xiao J-X., Luo M-X., Hu C-M., Dehelean T. // China Chemical Research Application. - 2000. - No.12, (3). - P.306-309.
4. Dehelean T., Vâlceanu N., Miloș T., Roșu M., Cărăban A. // Rev. Chim. - 2002. - No53,(9). - P.627-630.
5. Vâlceanu R., Dehelean T. // Brev. RO 117392 B1-2002.
6. Mishra N.C., Muller H-J., Mohwald H., Krastev R. // J. of Fluorine Chemistry. - 2006. - No.127 (1). - P.133-139.

Prezentat la 07.02.2007