

การสังเคราะห์และสมบัติทางกายภาพของสารลดแรงตึงผิวประเภทดี-กลูโคนามีด



นายศาสตรัช เปี่ยมคง

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชา ปิโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2548

ISBN 974-17-4106-5

ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

SYNTHESIS AND PHYSICAL PROPERTIES OF SURFACTANTS BASED ON D-GLUCONAMIDES

Mr. Satatouch Piamkong

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements
for the Degree of Master of Science Program in Petrochemistry and Polymer Science

Faculty of Science
Chulalongkorn University

Academic Year 2005

ISBN 974-17-4106-5

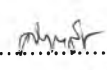
481579

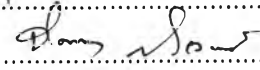
ศาสตราจารย์ เปี่ยมคง : การสังเคราะห์และสมบัติทางกายภาพของสารลดแรงตึงผิวประเภทดี-กลูโคนามีด (SYNTHESIS AND PHYSICAL PROPERTIES OF SURFACTANTS BASED ON D-GLUCONAMIDES) อ. ที่ปรึกษา รศ. ดร. จินตนา สายวรรณ, อ. ที่ปรึกษาร่วม : ผศ. ดร. วรินทร์ ชวศิริ, 63 หน้า ISBN 974-17-4106-5


งานวิจัยนี้เกี่ยวข้องกับการสังเคราะห์และศึกษาสมบัติของสารลดแรงตึงผิวประเภทดี-กลูโคนามีด 6 ชนิด (1ซี 2ซี 3ซี 4ซี 5ซี และ 6ซี) จากดี-กลูโคโนแลกโทน ส่วนที่ไม่ละลายน้ำประเภทอัลคิลและแอโรมาติกได้จากการสังเคราะห์ที่เกิดขึ้นเพียงขั้นตอนเดียว เมื่อนำสารที่สังเคราะห์ได้ไปศึกษาสมบัติเปรียบเทียบกับสารลดแรงตึงผิวทางการค้าคือ โนนิลฟีนอลเอทอกซิลเลตที่มีหมู่เอทิลีนออกไซด์ 4 และ 40 สารที่สังเคราะห์ลดแรงตึงผิวของน้ำเมื่อเปรียบเทียบกับน้ำบริสุทธิ์ และมีความสามารถในการละลายค่อนข้างสูง เป็นไปตามแนวโน้มของค่าเฮลเพอ (8 ถึง 14.2) เมื่อนำไปศึกษาสมบัติการเปียก พบว่าสารที่สังเคราะห์ได้มีสมบัติทำให้ผิวน้ำบนอนโพลาร์เปียกได้ดีแต่จะทำให้ผิวน้ำที่เป็นโพลาร์เปียกได้ เมื่อเพิ่มจำนวนคาร์บอนในส่วนที่ไม่ละลายน้ำ มีผลทำให้ค่ามุมสัมผัสมากขึ้น และยังพบว่าความสามารถในการเกิดฟองและเสถียรภาพของฟองมีค่าต่ำโดยมีแนวโน้มลดลงเมื่อเพิ่มส่วนไม่ชอบน้ำที่ขนาดใหญ่

สาขาวิชา ปิโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์

ปีการศึกษา 2548

ลายมือชื่อนิสิต..... 

ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา..... 

ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม..... 

4573423423 : MAJOR PROGRAM OF PETROCHEMISTRY AND POLYMER SCIENCE

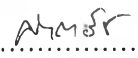
KEY WORD: SURFACTANTS / SURFACE PROPERTIES / WETTING / FOAMING / SOLUBILITY


SATATOUCH PIAMKONG : SYNTHESIS AND PHYSICAL PROPERTIES OF SURFACTANTS BASED ON D- GLUCONAMIDES. THESIS ADVISOR : ASSOC. PROF. CHINTANA SAIWAN, THESIS COADVISOR : ASST. PROF. WARINTHORN CHAVASIRI, 63 pp. ISBN 974-17-4106-5.

This research involved the synthesis and characterization of surfactants derived from D-gluconamide. Six gluconamides (**1C**, **2C**, **3C**, **4C**, **5C** and **6C**) were synthesized from D-gluconolactone and possibly as surfactants. The hydrophobic moiety consisted of alkyl and aromatic components were synthesized in one step and their surface properties were characterized and compared with commercial nonylphenol ethoxylates containing 4 and 40 ethylene oxide units. The surface tension was decreased with increasing concentration of the synthesized surfactants compared with that of purified water. These sugar-based surfactants revealed good solubility with good trend in accordance with the HLB concept (8.0-14.2). The wettability on a hydrophobic parafilm surface gave contact angle values of 71-81 indicating that the sugar based surfactants were found generally to possess poor wetting on nonpolar surface but good wetting on a polar surface. The increasing of contact angle in wetting ability was obtained by increasing the carbons in hydrophobic part of surfactant. The foamability and foam stability was low and decreased with increasing the bulky hydrophobic part.

Field of study Petrochemistry and Polymer Science

Academic year2005.....

Student's signature.....

Advisor's signature

Co-advisor's signature

ACKNOWLEDGEMENTS

First of all, I would like to express my gratitude to my family for their encouragement of my education. Especially, my father, mother and brother, who have always been with me and given an opportunity to study.

Moreover, I would like to gratefully thank to Miss Chutima Saratid, Miss Wanida Munbunjong and Miss Salinthip Prathuangsuksri for their assistance. I would also like to thank Natural Products Research Unit, Faculty of Science, Chulalongkorn University for the support of chemicals and laboratory facilities. Moreover, thanks are extended to Program of Petrochemistry and Polymer Science, Faculty of Science, Chulalongkorn University for partial financial support.

In addition, I would like to acknowledge the chairman and members of the thesis committee, Associate Professor Dr. Supawan Tantayanon, Assistant Professor Dr. Warawut Tangpasuthadol and Associate Professor Dr. Wimonrat Trakarnpruk for their worthy comments and splendid suggestions.

Finally, I would like to express my debt of gratitude to my thesis advisors, Associate Professor Dr. Chintana Saiwan and Assistant Professor Dr. Warinthorn Chavasiri for their invaluable suggestions, assistance, and encouragement throughout this thesis. Without their kindness and understanding, this thesis could not be accomplished.

CONTENTS

	Page
Abstract in Thai	iv
Abstract in English.....	v
Acknowledgement.....	vi
List of Tables.....	ix
List of Figures.....	x
List of Abbreviation.....	xi
List of Schemes.....	xiii

CHAPTER I INTRODUCTION

1.1 Surfactant.....	3
1.1.1 Surfactant properties.....	3
1.1.1.1 Surface tension	3
1.1.1.2 CMC and micellar growth.....	4
1.1.1.3 Solubility and krafft point	7
1.1.1.4 Foaming.....	8
1.1.1.5 Adsorption and wetting.....	9
1.2 Surfactants derived from natural products	11
1.3 Sugar based surfactants	12
1.4 Properties of sugar surfactants.....	15
1.5 Gluconamide (GA).....	16
1.6 Literature reviews.....	17
1.7 Goal of this research.....	22

CHAPTER II EXPERIMENTAL SECTION

2.1 Instruments and equipment.....	23
2.2 Chemicals	23
2.3 Dipping reagent	23
2.4 Synthesis.....	24
2.4.1 General synthesis of <i>N</i> -alkyl/aryl -D-gluconamides	24

	Page
2.4.2 Analytical data of ¹ H NMR and IR of <i>N</i> -alkyl/aryl -D-gluconamides (1-6C).....	25
2.5 Characterization.....	25
2.5.1 Surface tension measurement.....	26
2.5.2 Solubility.....	26
2.5.3 Wetting.....	26
2.5.4 Foaming (ross- miles method : ASTM D 1173 – 63).....	27
 CHAPTER III RESULTS AND DISCUSSIONS	
3.1 Characterization of gluconamide derivatives (1C-6C).....	28
3.2 TLC chromatograms.....	34
3.3 Determination of surface tension.....	34
3.4 Determination of solubility.....	36
3.5 Determination of wetting.....	37
3.6 Determination of foaming.....	40
 CHAPTER IV CONCLUSIONS	
4.1 Conclusion.....	43
4.2 Suggestion for future work.....	45
 REFERENCES	46
 APPENDICES	
APPENDIX A.....	51
APPENDIX B.....	58
VITAE	63

List of Tables

	Page
Table 1.1 Hydrophile lipophile balance (HLB) and their typical properties	8
Table 3.1 Physical properties and % yield of synthesized gluconamides	32
Table 3.2 Spectroscopic data of synthesized gluconamides.....	33
Table 3.3 The surface tensions of surfactants 1C -6C	35
Table 3.4 Solubility limits for several surfactants in water, ethanol and dodecane.....	37
Table 3.5 Wettability of surfactants on parafilm sheet.....	39
Table 3.6 Foaming properties of synthesized and reference surfactants.....	41
Table 4.1 Characteristics and surface properties synthesized of gluconamide.....	44
Table B.1 Surface tension of gluconamide derivatives (1C-6C).....	62

List of Figures

	Page
Figure 1.1 Sourcing diagram for surfactants.....	2
Figure 1.2 An illustration of a spherical micelle (of dodecyl sulfate) emphasizing the liquid-like character with a disordered hydrocarbon core and a rough surface	5
Figure 1.3 Formation of micelle w/o.....	6
Figure 1.4 Formation of reverse micelle o/w.....	7
Figure 1.5 Structures of some representative polyol surfactants.....	13
Figure 1.6 Route of preparation of alkyl glucoside surfactants	13
Figure 1.7 D-gluconamides are generally prepared from D-glucose.....	17
Figure 3.1 TLC chromatograms assay for gluconamide derivatives.....	34
Figure 3.2 Contact angle.....	38
Figure 3.3 Contact angle of surfactant as a function of carbon chain length.....	40
Figure 3.4 Foam stabilization.....	42
Figure A.1 The IR spectrum of 1C	52
Figure A.2 The ¹ H-NMR spectrum of 1C	52
Figure A.3 The IR spectrum of 2C	53
Figure A.4 The ¹ H-NMR spectrum of 2C	53
Figure A.5 The IR spectrum of 3C	54
Figure A.6 The ¹ H-NMR spectrum of 3C	54
Figure A.7 The IR spectrum of 4C	55
Figure A.8 The ¹ H-NMR spectrum of 4C	55
Figure A.9 The IR spectrum of 5C	56
Figure A.10 The ¹ H-NMR spectrum of 5C	56
Figure A.11 The IR spectrum of 6C	57
Figure A.12 The ¹ H-NMR spectrum of 6C	57

List of Abbreviations

mm	millimeter (s)
°C	degree celsius
RT	room temperature
DMSO-d ₆	deuterated dimethylsulfoxide
CDCl ₃	chloroform
g	gram (s)
¹ H- NMR	proton nuclear magnetic resonance
mg	milligram
M	molar
min	minute
mL	milliliter (s)
mmol	milimole (s)
mM	millimolar
m.p.	melting point
M _w	molecular weight
ppm	part per million
sec	second
U	unit
Å	angstrom
α	alpha
β	beta
%	percent
Br s	broad singlet(NMR)
δ	coupling constant (NMR)
d	doublet (NMR)
eq	equivalent (s)
Fig	Figure
Hz	hertz
IR	infrared
R _f	retardation factor
q	quartet (NMR)

quin	quintet (NMR)
sep	septet (NMR)
s	singlet (NMR)
t	triplet (NMR)
θ	angle
γ	interfacial tension
Γ	surface excess concentration
CMC	critical micelle concentration
o / w	oil in water
w / o	water in oil

List of Schemes

	Page
Scheme 1.1 Oxidation of glucose by hypobromite	18
Scheme 1.2 Synthesized and characterized examined surface properties of <i>N</i> -alkyl- <i>N</i> -methylgluconamides and <i>N</i> -alkyl- <i>N</i> - methylactobionamides.....	19
Scheme 1.3 Natural surfactants.....	20
Scheme 1.4 The general synthetic routes for <i>N,N</i> -di- <i>n</i> -alkylaldonamides.....	22
Scheme 3.1 General procedure for the synthesis of <i>N</i> -octadecyl- <i>D</i> -gluconamide (1C).....	28
Scheme 3.2 General procedure for the synthesis of <i>N</i> -phenyl - <i>D</i> - gluconamide (2C)	29
Scheme 3.3 General procedure for the synthesis of <i>N</i> -benzyl - <i>D</i> - gluconamide (3C)	30
Scheme 3.4 General procedure for the synthesis of <i>N</i> -phenethyl - <i>D</i> - gluconamide (4C)	31
Scheme 3.5 General procedure for the synthesis of <i>N,N</i> -diethyl- <i>D</i> -gluconamide (5C).....	31
Scheme 3.6 General procedure for the synthesis of <i>N,N</i> -diphenyl- <i>D</i> -gluconamide (6C).....	32