การเตรียมสารลดแรงตึงผิวจากคาร์ดานอล

นางสาวภาสพรรณ พึ่งจิตต์ตน

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาปิโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ หลักสูตรปิโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์
คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
ปีการศึกษา 2545
ISBN 974-17-1094-1
ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

PREPARATION OF SURFACTANT FROM CARDANOL

Miss Passapan Peungjitton

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

A Thesis Submitted in Partial Fulfilment of the Requirements

for the Degree of Science in Petrochemistry and Polymer Science

Program of Petrochemistry and Polymer Science

Faculty of Science

Chulalongkorn University

Acadamic Year 2002

Thesis Title	PREPARATION OF SURFACTANT FROM CARDANOL
By	Miss Passapan Peungjitton
Department	Petrochemistry and Polymer Science
Thesis Advisor	Associate Professor Sophon Roengsumran, Ph.D.

Accepted by The Faculty of Science, Chulalongkorn University in Partial Fulfilment of the Requirements for the Master's Degree.

.....Dean of Faculty of Science

(Associate Professor Wanchai Phothiphichitr, Ph.D.)

Thesis Committee

.....Chairman

(Professor Pattarapan Prasassarakich, Ph.D.)

.....Thesis Advisor

(Associate Professor Sophon Roengsumran, Ph.D.)

.....Member

(Assistant Professor Warinthorn Chavasiri, Ph.D.)

.....Member

(Assistant Professor Surachai Pornpakakul, Ph.D.)

.....Member

(Polkit Sangvanich, Ph.D.)

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาสพรรณ พึ่งจิตต์ตน : การเตรียมสารลดแรงตึงผิวจากคาร์ดานอล อาจารย์ที่ปรึกษา
วิทยานิพนธ์ : รศ. ดร. โสภณ เริงสำราญ ; 73 หน้า.
ISBN 974-17-1094-1

ได้นำสารคาร์ดานอลจากของเหลวสกัดของเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์ที่ผ่านกระบวนการดีคาร์บอกซีเลชันมาใช้ในการเตรียมสารลดแรงตึงผิวโซเดียมคาร์ดานอลซัลโฟเนต โดยทำปฏิกิริยาซัลโฟเนชันของคาร์ดานอลด้วยกรดซัลฟิวริกเข้มข้นที่อุณหภูมิ 10 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง และที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 3 ชั่วโมง จากนั้นทำปฏิกิริยาให้เป็นกลางด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 1 ชั่วโมง

ได้หาสมบัติการเป็นสารลดแรงตึงผิวของคาร์ดานอลซัลโฟเนตและเปรียบเทียบกับโดเดซิลเบนซีนซัลโฟเนตพบว่าค่าแรงตึงผิวของคาร์ดานอลซัลโฟเนตที่ 20 เปอร์เซ็นต์น้ำหนักต่อปริมาตร มีค่าเป็น 32.3 มิลลินิวตันต่อเมตร และของโดเดซิลเบนซีนซัลโฟเนตที่ 15 เปอร์เซ็นต์น้ำหนักต่อปริมาตร มีค่าเป็น 28 มิลลินิวตันต่อเมตร ส่วนความเข้มข้นวิกฤติของไมเซลล์ของคาร์ดานอลซัลโฟเนตเป็น 0.372 โมลต่อลิตร และค่าเปอร์เซ็นต์ความสามารถในการทำความสะอาดของคาร์ดานอลซัลโฟเนตนั้นมีค่าเป็น 93.7 เปอร์เซ็นต์เมื่อเทียบกับโดเดซิลเบนซีนซัลโฟเนต จากผลการทดลองแสดงว่าสามารถใช้คาร์ดานอลซัลโฟเนตเป็นสารลดแรงตึงผิวได้

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สาขาวิชา ปิโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ ลายมือชื่อนิสิต ภาสพรรณ พึ่งจิตต์ตน
หลักสูตร ปิโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา
ปีการศึกษา 2545

##4372365323: MAJOR PETROCHEMISTRY

KEYWORD: DETERGENT / SULFONATION / CARDANOL / SURFACTANT / CNSL

PASSAPAN PEUNGJITTON: PREPARATION OF SURFACTANT FROM CARDANOL. THESIS ADVISOR: ASSOC. PROF. SOPHON ROENGSUMRAN, Ph.D. 73 pp. ISBN 974-17-1094-1

Cardanol obtained from decarboxylated cashew nut shell liquid was used for preparation of sodium cardanol sulfonate surfactant, by sulfonation of cardanol with fuming sulfuric acid at temperature of 10 ^{o}C for 2 hours and room temperature for 3 hours, and then by neutralization with sodium hydroxide at room temperature for 1 hour.

Surfactant properties of cardanol sulfonate were determined and compared with dodecylbenzene sulfonate. Surface tension values were measured to be 32.3 mN/m for cardanol sulfonate at 20 % w/v and 28 mN/m for dodecylbenzene sulfonate at 15 % w/v. Critical micelle concentrations of 0.435 and 0.372 mol/l for dodecylbenzene sulfonate and cardanol sulfonate, respectively, were found. Using dodecylbenzene sulfonate as reference, the relative detergency of 93.7 % for cardanol sulfonate was obtained. Results suggest that cardanol sulfonate can be used as anionic surfactant.

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

Program....Petrochemistry and polymer science... Student's signature....Passapan Peungjitton....

Field of study..Petrochemistry and polymer science..Advisor's signature....Sophon Roengsumran....

Academic year....2002.....

ACKNOWLEDGEMENTS

The author would like to express sincere thanks to her advisor, Associate Professor Sophon Roengsumran, Ph.D. for his encouraging guidance, supervision and helpful suggestion throughout this research. In addition, she is grateful to Professor Pattarapan Prasartsarakit, Ph.D., Assistant Professor Warinthorn Chavasiri, Ph.D., Assistant Professor Surachai Pornpakakul, Ph.D. and Polkit Sangvanich Ph.D., for serving as chairman and members of the thesis committee, respectively, and for their valuable comments.

The author is also thankful for research financial supports from Chulalongkorn University. Thanks are also extended to Mrs. Chotiros Moonwong (R&D Section manager) and Miss Panomporn Tongchalaem (R&D scientist) from Kao industrial (Thailand) Co., Ltd. and The Department of Microbiology, Chulalongkorn University for the use of equipments.

Gratitude is expressed towards everyone who has contributed suggestions and support throughout this work. Finally, the author wishes to express thankfulness to her family for their support and encouragement throughout her study.

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

CONTENTS

	PAGE
ABSTRACT (in Thai)	iv
ABSTRACT (in English)	v
ACKNOWLEDGEMENTS	vi
CONTENT	vii
LIST of TABLES	x
LIST of FIGURES	xii
LIST of ABBREVIATIONS	xiii
CHAPTER I: INTRODUCTION	1
1.1 Cashew tree	1
1.2 Cashew nut shell liquid(CNSL)	4
1.2.1 Extracting process of cashew nut shell liquid	5
1.2.2 Chemistry and composition of cashew nut shell liquid	5
1.3 Use and application of cashew nut shell liquid	9
Objectives	11
Scope of investigation	11
CHAPTER II: THEORY AND LITERATURE REVIEWS	12
2.1 General structural features	12
2.2 Type of surfactants	13
2.3 Properties of surfactant	14
2.3.1 Surface tension	14
2.3.2 Critical micelle concentration (C.M.C.)	16
2.3.3 Detergency	18
2.3.4 Solubilization	19

CONTENTS (CONTINUED)

PAGE

2.4 Sulfonation of aromatic compounds..... 20

2.5 Literature Reviews..... 24

CHAPTER III: EXPERIMENTAL..... 25

3.1 Chemicals..... 25

3.2 Glasswares and Equipments..... 26

3.3 General experimental detail..... 26

3.4 Experimental procedure..... 27

3.4.1 Preparation of cardanol from CNSL..... 27

3.4.2 Sulfonation..... 28

3.5 Physical testing..... 29

3.5.1 Determination of stability in hard water..... 29

3.5.2 Determination of surface tension..... 30

3.5.3 Determination of critical micelle concentration..... 31

3.5.4 Determination of detergency..... 32

CHAPTER IV: RESULTS AND DISCUSSION..... 33

4.1 Preparation of cardanol from CNSL..... 33

4.2 Sulfonation of cardanol..... 42

4.3 Physical properties of cardanol sulfonate

compared with dodecylbenzene sulfonate..... 45

4.3.1 Determination of stability in hard water..... 45

4.3.2 Determination of surface tension..... 47

4.3.3 Determination of C.M.C..... 49

4.3.4 Determination of % detergency..... 50

CONTENTS (CONTINUED)

PAGE

CHAPTER V: CONCLUSION AND SUGGESTION..... 51

REFERENCES..... 53

APPENDICES..... 55

APPENDIX A..... 56

APPENDIX B..... 69

VITA..... 73

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

LIST OF TABLES

PAGE

Table 1.1 Phenolic composition of natural and technical CNSL..... 7

Table 1.2 Characteristics of cardanol..... 8

Table 1.3 IS specifications for cashew nut shell liquid..... 8

Table 2.1 Suggested sulfonation conditions for linear alkylbenzene..... 23

Table 3.1 Hard water solutions..... 29

Table 4.1 Infrared spectroscopic data of CNSL..... 34

Table 4.2 ^{1}H-NMR spectroscopic data of CNSL..... 35

Table 4.3 ^{13}C-NMR spectroscopic data of CNSL..... 35

Table 4.4 Infrared spectroscopic data of decarboxylated CNSL..... 37

Table 4.5 ^{1}H-NMR spectroscopic data of decarboxylated CNSL..... 38

Table 4.6 ^{13}C-NMR spectroscopic data of decarboxylated CNSL..... 38

Table 4.7 Infrared spectroscopic data of purified cardanol..... 40

Table 4.8 ^{1}H-NMR spectroscopic data of purified cardanol..... 40

Table 4.9 ^{13}C-NMR spectroscopic data of purified cardanol..... 41

Table 4.10 Infrared spectroscopic data of cardanol sulfonate..... 43

Table 4.11 ^{1}H-NMR spectroscopic data of cardanol sulfonate..... 44

Table 4.12 ^{13}C-NMR spectroscopic data of cardanol sulfonate..... 44

Table 4.13 Stability in hard water..... 46

Table B.1 Surface tension of dodecylbenzene sulfonate..... 70

Table B.2 Surface tension of cardanol sulfonate..... 71

Table B.3 Reflectance..... 72

LIST OF FIGURES

PAGE

Figure 1.1 Cashew tree..... 2

Figure 1.2 The mighty cashew..... 2

Figure 1.3 Detail of cashew nut..... 3

Figure 1.4 Cashew fruits and nut..... 6

Figure 1.6 Structure of sodium dodecylbenzene sulfonate..... 10

Figure 1.7 Chemical reactions used in this research..... 10

Figure 2.1 Plot of equivalent conductivity versus (normality of solution)$^{1/2}$ for an aqueous solution of surfactant of type $Na^{+}R^{-}$..... 17

Figure 2.2 Reaction of aromatic sulfonation of benzene..... 20

Figure 2.3 The reaction mechanism of aromatic sulfonation..... 22

Figure 4.1 Surface tension of sodium dodecylbenzene sulfonate..... 48

Figure 4.2 Surface tension of cardanol sulfonate..... 48

Figure 4.3 Surface tension of detergent..... 49

Figure A.1 Infrared spectrum of CNSL..... 57

Figure A.2 ^{1}H-NMR spectrum of CNSL..... 58

Figure A.3 ^{13}C-NMR spectrum of CNSL..... 59

Figure A.4 Infrared spectrum of decarboxylated CNSL..... 60

Figure A.5 ^{1}H-NMR spectrum of decarboxylated CNSL..... 61

Figure A.6 ^{13}C-NMR spectrum of decarboxylated CNSL..... 62

Figure A.7 Infrared spectrum of cardanol..... 63

Figure A.8 ^{1}H-NMR spectrum of cardanol..... 64

Figure A.9 ^{13}C-NMR spectrum of cardanol..... 65

LIST OF FIGURES (CONTINUED)

PAGE

Figure A.10 Infrared spectrum of cardanol sulfonate..... 66

Figure A.11 ^{1}H-NMR spectrum of cardanol sulfonate..... 67

Figure A.12 ^{13}C-NMR spectrum of cardanol sulfonate..... 68

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

LIST OF ABBREVIATION

ASTM	The American Society for Testing and Materials
C.M.C.	Critical Micelle Concentration
CNSL	Cashew nut shell liquid
δ	Chemical shift
cm^{-1}	Unit of wavenumber
^{o}C	Degree Celcius
^{o}F	Degree Fahrenheit
g	Gram
IR	Infrared spectroscopy
IS	International Standard
ml	Millilitre
mN/m	Millinewton per metre
mol/l	Mole per litre
NMR	Nuclear magnetic resonance spectroscopy
ppm	Parts per million
% w/w	Percentage weight by weight
% w/v	Percentage weight by volume

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย