

## روشی ساده و نوین برای استخراج مقادیر ناچیز سورفاکتانت سدیم دودسیل سولفات موجود در آمونیم پرکلرات و شناسایی کیفی آن با طیف‌سنجی FT-IR

محمد رضا جلالی فراهانی<sup>۱</sup> و رضا زادمرد<sup>۲\*</sup>

۱- مربی، پژوهشکده علوم و فناوری‌های نوین، پژوهشگاه شیمی و مهندسی شیمی ایران، تهران، ایران  
۲- دانشیار شیمی آلی، پژوهشکده علوم و فناوری‌های نوین، پژوهشگاه شیمی و مهندسی شیمی ایران، تهران، ایران

دریافت: شهریور ۱۳۹۴، پذیرش: مهر ۱۳۹۴

**چکیده:** جداسازی و استخراج سورفاکتانت‌های موجود در مخلوط‌های حاوی مواد معدنی محلول در آب، به دلیل حلالیت بسیار زیاد سورفاکتانت‌ها در حلال آب به‌طور معمول با دشواری همراه است. در این پژوهش مقادیر بسیار ناچیز سورفاکتانت سدیم دودسیل سولفات از محلول آبی آمونیم پرکلرات به روش ایجاد کف، استخراج و سپس با طیف‌سنجی FT-IR شناسایی کیفی شده است. نتیجه‌ها نشان داد که در طول فرایند استخراج، سدیم دودسیل سولفات موجود در مخلوط آبی آمونیم پرکلرات تحت واکنش تعویض کاتیون قرار گرفته و به آمونیم دودسیل سولفات تبدیل شده است.

**واژه‌های کلیدی:** سورفاکتانت، سدیم دودسیل سولفات، آمونیم پرکلرات، استخراج

### مقدمه

فروسرخ تجزیه شود. بسیاری از روش‌های شناسایی دستگاهی برای تجزیه و شناسایی کیفی سورفاکتانت‌ها قابل استفاده نیستند. برای مثال، این ترکیبات به دلیل قطبی بودن بسیار بالا از ستون گاز کروماتوگرافی خارج نمی‌شوند. روش طیف‌سنجی هسته‌ای H-NMR و C-NMR نیز به دلیل تعدد کربن‌ها و هیدروژن‌های همسان این ترکیبات، روش مناسبی برای شناسایی آن‌ها نیست. از روش طیف‌سنجی جرمی نیز به دلیل تجزیه شدن این ترکیبات قبل از رسیدن به نقطه‌جوش نمی‌توان استفاده کرد. یکی از مناسب‌ترین و شناخته شده‌ترین روش‌ها برای شناسایی سورفاکتانت‌ها روش طیف‌سنجی فرو سرخ (FT-IR) است [۱ و ۲]. اما برای استفاده از این روش لازم است که سورفاکتانت مربوط ابتدا تا حد مطلوبی خالص و سپس نمونه به‌دست آمده با طیف‌سنجی

فروسرخ تجزیه شود. بسیاری از روش‌های شناسایی دستگاهی برای تجزیه و شناسایی کیفی سورفاکتانت‌ها قابل استفاده نیستند. برای مثال، این ترکیبات به دلیل قطبی بودن بسیار بالا از ستون گاز کروماتوگرافی خارج نمی‌شوند. روش طیف‌سنجی هسته‌ای H-NMR و C-NMR نیز به دلیل تعدد کربن‌ها و هیدروژن‌های همسان این ترکیبات، روش مناسبی برای شناسایی آن‌ها نیست. از روش طیف‌سنجی جرمی نیز به دلیل تجزیه شدن این ترکیبات قبل از رسیدن به نقطه‌جوش نمی‌توان استفاده کرد. یکی از مناسب‌ترین و شناخته شده‌ترین روش‌ها برای شناسایی سورفاکتانت‌ها روش طیف‌سنجی فرو سرخ (FT-IR) است [۱ و ۲]. اما برای استفاده از این روش لازم است که سورفاکتانت مربوط ابتدا تا حد مطلوبی خالص و سپس نمونه به‌دست آمده با طیف‌سنجی

مارک HAILEA مدل ACO-5504 استفاده شود.

#### روش

در یک بشر ۴۰۰ میلی‌لیتری مقدار ۳۰ گرم از نمونه آمونیم پرکلرات حاوی سدیم دودسیل سولفات را در ۲۰۰ میلی‌لیتر آب مقطر حل کرده و پس از حل شدن کامل نمونه (محلول باید شفاف شود) محلول به‌دست آمده به یک عدد گاز شور شیشه‌ای انتقال داده شد. ورودی این گاز شور به یک پمپ هوای آکواریوم که دبی دمش هوا در آن قابل تنظیم بود (حداکثر ۴۵۰۰ میلی‌لیتر بر دقیقه) متصل شد. با شروع دمیدن هوا به داخل مخلوط و به دلیل وجود سورفاکتانت، سدیم دودسیل سولفات مخلوط به‌دست آمده کف کرده و کف ایجادشده از طریق خروجی گاز شور خارج شد. کف خارج شده از خروجی گاز شور در یک بشر ۴۰۰ میلی‌لیتری جمع‌آوری و این فرایند تا تمام شدن تولید کف در مخلوط ادامه یافت (شکل‌های ۱ و ۲).



شکل ۱ شروع تولید کف از محلول



شکل ۲ پایان تولید کف از محلول

و ذخیره‌سازی است. علت کلوخه شدن آمونیم پرکلرات جذب آب به‌وسیله‌ی ذرات آن است. در برخی از صنایع لازم است برای جلوگیری از کلوخه شدن آمونیم پرکلرات، مقادیرهای بسیار کمی (۰/۱ درصد) از ترکیباتی همانند سورفاکتانت‌ها به آمونیم پرکلرات افزوده شود. سدیم دودسیل سولفات، یکی از پرکاربردترین و مناسب‌ترین سورفاکتانت‌های قابل استفاده برای این منظور است. هدف این پژوهش استخراج مقادیر بسیار ناچیز سورفاکتانت سدیم دودسیل سولفات (در حد ۰/۱ درصد) از ماده معدنی آمونیم پرکلرات و شناسایی این سورفاکتانت است.

بر اساس مطالعات و پژوهش‌های انجام شده، نمی‌توان از روش‌های شناخته شده استخراجی برای جداسازی و استخراج سدیم دودسیل سولفات از آمونیم پرکلرات استفاده کرد، از جمله مشکلات و موانع موجود در این فرایند می‌توان به موارد زیر اشاره کرد.

حلالیت نسبی پرکلرات آمونیم در برخی حلال‌های آلی (مانند اتیل استات)، واکنش پذیری پرکلرات آمونیم با برخی حلال‌های آلی (مانند الکل‌ها)، خاصیت انفجاری مخلوط پرکلرات آمونیم با برخی حلال‌های آلی (مانند استن)، مقدار بسیار کم سدیم دودسیل سولفات موجود در نمونه مورد آزمایش (کمتر از ۰/۱ درصد)، حلالیت بسیار بالای سدیم دودسیل سولفات در آب، عدم امکان افزایش اسیدهای معدنی به مخلوط مورد استخراج (اسیدهای معدنی باعث انفجار پرکلرات آمونیم می‌شود) [۴ و ۵].

با توجه به مشکلات بیان شده، برای جداسازی سدیم دودسیل سولفات از آمونیم پرکلرات از خاصیت تولید کف به‌وسیله سورفاکتانت سدیم دودسیل سولفات به روش شرح داده شده در این مقاله، استفاده شد.

### بخش تجربی

#### مواد و تجهیزات

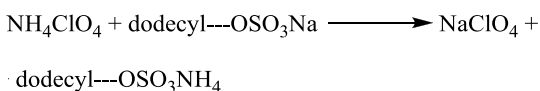
در این پژوهش، از سدیم دودسیل سولفات شرکت مرک، آمونیم پرکلرات شرکت مرک، آب مقطر تقطیر شده و آمونیم پرکلرات صنعتی حاوی ۰/۱ درصد سورفاکتانت سدیم دودسیل سولفات استفاده شود. برای ثبت طیف FT-IR از دستگاه طیفسنج Shimadzu, IR Prestige-21 استفاده شود. برای ایجاد کف از پمپ‌هوای آکواریوم

به وسیله تبخیرکننده چرخان، از ماده به دست آمده طیف FT-IR گرفته شد.

روش آماده سازی نمونه به دست آمده برای تهیه طیف FT-IR به علت کم بودن مقدار ماده به دست آمده با روش های معمول نمی توان آن را برای طیف گیری آماده کرده از این رو، پس از حذف حلال آب، مقدار تقریبی ۰/۲ گرم پتاسیم برمید و ۳۰ میلی لیتر حلال متانول به بالن حاوی ماده به دست آمده افزوده شد سپس حلال این مخلوط با تبخیرکننده چرخان حذف شد. بالن حاوی ماده جامد پودری به دست آمده به مدت حداقل ۳۰ دقیقه در حمام تبخیرکننده چرخان با دمای ۶۰ درجه سانتی گراد تحت خلاء ۲۰۰ میلی بار قرار داده شد تا حلال آن به طور کامل حذف شود. طی این فرایند ماده جدا شده از محلول پرکلرات آمونیم اولیه بر روی سطح ذرات پتاسیم برمید قرار گرفت. از این مخلوط (پتاسیم برمید پوشش داده شده) برای تهیه قرص پتاسیم برمید به منظور تهیه طیف FT-IR استفاده شد.

#### تهیه آمونیم دودسیل سولفات

به لحاظ نظری در محلول آبی پرکلرات آمونیم این احتمال وجود دارد که سدیم دودسیل سولفات بر اساس واکنش زیر تحت فرایند جابجایی کاتیون قرار گرفته و به آمونیم دودسیل سولفات تبدیل شود. به همین دلیل در این آزمایش آمونیم دودسیل سولفات سنتز شد تا طیف FT-IR این ماده با طیف FT-IR ماده استخراج شده مقایسه شود.



#### روش انجام کار

در یک بشر ۴۰۰ میلی لیتری مقدار ۰/۱ گرم سدیم دودسیل سولفات (ساخت شرکت مرک آلمان)، ۳ گرم آمونیم کلرید (ساخت شرکت مرک آلمان) و ۲۰۰ میلی لیتر آب مقطر ریخته و به مدت ۱ ساعت هم زده شد. مخلوط به دست آمده به گاز شور انتقال داده شد

برای انجام این فرایند به نکات زیر بایستی توجه کرد.

۱- در شروع کار، دبی دمیدن هوا بر روی حداقل قرار داده می شود اما با کم شدن میزان کف میزان دبی هوا افزایش داده می شود تا تمام کف تولید شده از گاز شور بیرون داده شود.

۲- طی این فرایند تا زمانی که سورفکتانت سدیم دودسیل سولفات در محلول وجود داشته باشد تولید کف ادامه می یابد و با تمام شدن این ماده در محلول، تولید کف متوقف شده و این بخش از عملیات پایان می یابد.

۳- در صورت پر شدن بشر ۴۰۰ میلی لیتری از کف و لبریز شدن آن می توان از یک سشوار با دمای بالا برای فرونشاندن کف ایجاد شده استفاده کرد.

۴- تمام وسایل استفاده شده در این فرایند باید به دقت شسته شده و پس از شست و شوی کافی با آب مقطر نیز شسته شود چون سختی موجود در آب لوله کشی شهر باعث کم شدن کف تولید شده توسط سدیم دودسیل سولفات می شود.

بدین ترتیب به تقریب تمام سدیم دودسیل سولفات موجود در محلول به شکل کف از محلول جدا شده و به بشر جمع آوری کف انتقال می یابد. لازم به ذکر است که طی این فرایند بخشی از محلول حاوی پرکلرات آمونیم نیز به بشر جمع آوری کف انتقال می یابد در نتیجه، این روش جداسازی باید به دفعات بیشتر تکرار شود تا مقدار پرکلرات آمونیم موجود در مواد جمع آوری شده به حداقل ممکن برسد. مواد جمع آوری شده در بشر، به وسیله آب مقطر به حجم ۲۰۰ میلی لیتر رسانده شده و دوباره به گاز شور (که به وسیله آب مقطر شسته شده بود) انتقال داده شد و فرایند همانند قبل تکرار شد. در این آزمایش، ماده جمع آوری شده در مرحله اول ۵ بار پی در پی به وسیله آب مقطر به حجم ۲۰۰ میلی لیتر رسانده و به گاز شور شیشه ای انتقال داده شد و مراحل پایانی عملیات بر روی آن صورت گرفت.

ماده به دست آمده (پس از ۵ بار شویش با آب مقطر) به یک بالن ۲۵۰ میلی لیتری انتقال داده شده و به وسیله تبخیرکننده چرخان در دمای ۶۰ درجه سانتی گراد و خلاء ۲۰۰ میلی بار حلال آن (آب) حذف شد تا به طور کامل خشک شود. پس از حذف حلال آب

و بر اساس روش بیان شده و تنها با یکبار شویش (به دلیل عدم وجود پرکلرات یکبار شویش کافی است) آمونیم دودسیل سولفات از مخلوط جدا شده و از آن به روش یادشده طیف FT-IR گرفته شد.

### نتیجه‌ها و بحث

طیف FT-IR نمونه استخراج شده از آمونیم پرکلرات (شکل ۳) دارای نوارهای جذبی مشخصی است و تا حد زیادی با طیف FT-IR سدیم دودسیل سولفات خالص ساخت شرکت مرک آلمان (شکل ۴) مطابقت دارد.

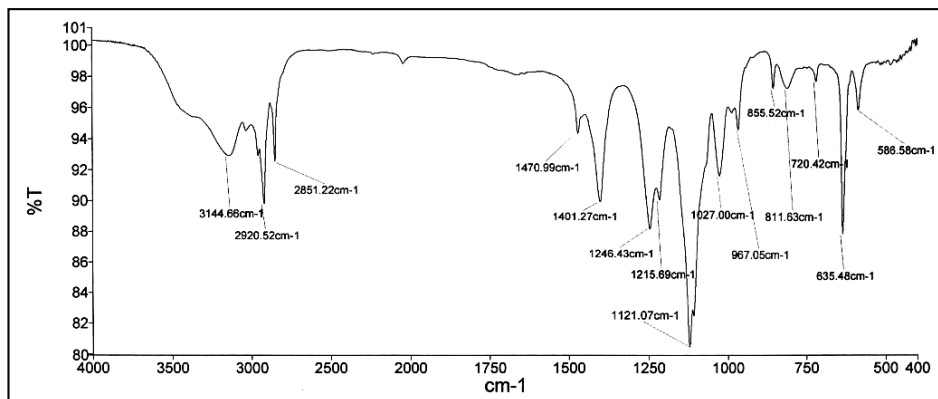
از مقایسه این دو طیف FT-IR مشخص می‌شود که نوارهای جذبی یکسانی در عددهای موجی: ۲۹۲۰، ۲۸۵۱، ۱۴۶۹ و  $\text{cm}^{-1}$  ۶۳۴ در دو طیف وجود دارد. اما سایر نوارهای جذبی از نظر مقدار

عدد موجی متفاوت است.

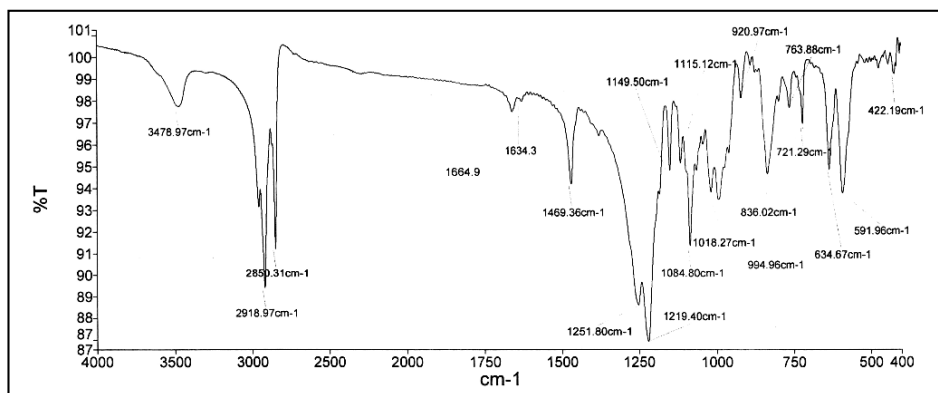
در نتیجه به دلیل عدم تطابق کافی نوارهای جذبی این دو طیف FT-IR نمی‌توان این دو طیف را به یک ماده مشابه نسبت داد.

با مقایسه طیف‌های FT-IR نمونه استخراج شده از آمونیم پرکلرات (شکل ۳) و آمونیم دودسیل سولفات سنتز شده (شکل ۵) و به دلیل تطابق کافی نوارهای جذبی آن‌ها می‌توان این دو طیف FT-IR را به یک ماده مشابه نسبت داد.

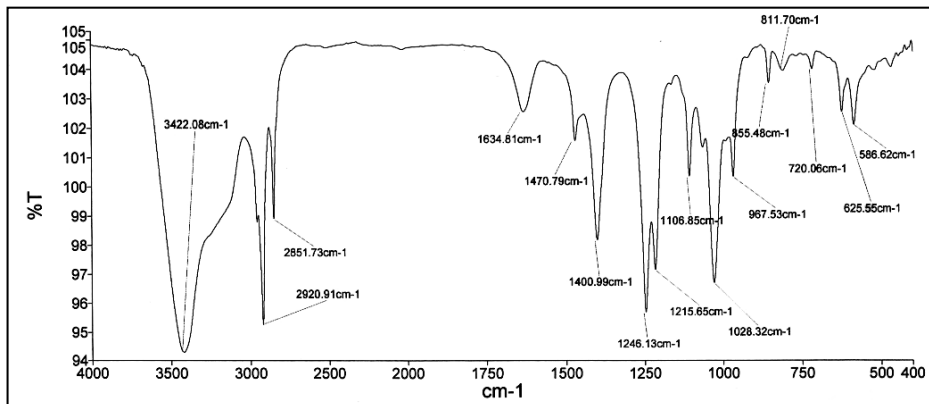
همان‌طور که مشاهده می‌شود نوارهای جذبی یکسانی در اعداد موجی: ۲۹۲۰، ۲۸۵۱، ۱۴۷۰، ۱۴۰۰، ۱۲۴۶، ۱۲۱۵، ۱۰۲۸، ۹۶۷، ۸۵۵، ۸۱۱، ۷۲۰ و  $\text{cm}^{-1}$  ۵۸۶ در هر دو طیف دیده می‌شود. از مقایسه این دو طیف FT-IR مشخص می‌شود که ماده استخراج شده از آمونیم پرکلرات، آمونیم دودسیل سولفات است.



شکل ۳ طیف FT-IR نمونه استخراج شده



شکل ۴ طیف FT-IR سدیم دودسیل سولفات ساخت شرکت مرک آلمان



شکل ۵ طیف FT-IR آمونیم دودسیل سولفات سنتز شده

و استخراج مقادیر بسیار کم سورفاکتانت سدیم دودسیل سولفات از آمونیم پرکلرات به روش ایجاد کف، روشی عملی و کاربردی به منظور اثبات وجود و یا عدم وجود این سورفاکتانت در آمونیم پرکلرات است. سدیم دودسیل سولفات در مخلوط آبی آمونیم پرکلرات تحت واکنش تعویض کاتیون قرار گرفته و به آمونیم دودسیل سولفات تبدیل می‌شود.

لازم به ذکر است که نوارهای جذبی ۱۱۲۱ و ۶۳۵ در طیف FT-IR ماده سنتز شده، مربوط به آمونیم پرکلرات باقی مانده در نمونه جدا شده است.

### نتیجه گیری

بررسی‌های انجام شده در این پژوهش نشان داد که جداسازی

### مراجع

- [1] Guy Broze; Handbook of Detergents, Part A – Properties Marcel Dekker, Inc, USA; 10; 1999
- [2] Thomas M. Schmitt; Analysis Surfactants (Surfactant Science Series Volume 96) Marcel Dekker, Inc, USA; 131; 2001
- [3] Richard J. Lewis, Sr; Hawley's Condensed Chemical Dictionary, 15th ed; 71; 2007
- [4] Pradyot Patnaik; A Comprehensive Guide to the Hazardous Properties of Chemical Substances, John Wiley & Sons, USA, 3th ed; 707; 2007
- [5] Bretherick's; Handbook of Reactive Chemical Hazards, 6th ed, Volume 1; 1385; 1999

## **A simple and innovative method for extraction of trace amounts of sodium dodecyl sulfate in ammonium perchlorate and its qualitative measurement by FT-IR spectroscopy**

M.R. Jalali-Farahani<sup>1</sup> and R. Zadmard<sup>2,\*</sup>

1. Instructor, Institute of Science and New Technologies, Institute of Chemistry and Chemical Engineering, Tehran, Iran
2. Associate Prof. of Organic Chemistry, Institute of Science and New Technologies, Institute of Chemistry and Chemical Engineering, Tehran, Iran

Received: September 2015, Accepted: October 2015

**Abstract:** Separation and extraction of surfactants in water soluble mineral mixtures due to their high solubility is usually difficult. In this study, we have introduced a simple method for extraction of trace amounts of sodium dodecyl sulfate from aqueous solution of ammonium perchlorate by making foam, and then use of FT-IR spectroscopy for its qualitative measurement. In this procedure, sodium dodecyl sulfate is converted to ammonium dodecyl sulfate.

**Keywords:** Surfactant, Sodium dodecyl sulfate, Ammonium perchlorate, Extraction