

CATEGORY	Page
1- Metal-Organic Framework Cu ₂ (OBA) ₂ (BPY) as efficient catalyst for C–O bond formation via oxidative cross-coupling reaction of benzaldehyde and 1,4-dioxane - Huynh Quoc Thai, Nguyen Thi Ngoc Tran, Ha Thanh My Phuong, Dang Huynh Giao, Doan Hoai Son, Phan Thanh Son Nam	2
2- Well-defined rod coil diblock copolymers based on poly(3-hexylthiophene) and poly(methyl methacrylate) via metal-free atom transfer radical polymerization - Nguyen Huu Tam, Tran Minh Hoan, Truong Thu Thuy, Nguyen Tran Ha	10
3- Study the effects of reaction parameter on degradation of janus green B by using nano zinc oxide loaded on activated carbon - Pham Quang Minh, Nguyen Thi Van, Vu Anh Tuan	16
4- Improved photocatalytic activity of ZnO by modification with CuO - Nguyen Van Kim, Nguyen Thi Viet Nga, Tran Thi Thanh Cam, Pham Thi Trinh, Nguyen Thi Lan, Nguyen Van Nghia, Tran Thi Thu Phuong, Vo Vien	23
5- Study on preparation of TiO ₂ Sol using TiCl ₄ as a Precursor for catalytic applications - Pham Minh Tu, Do Manh Hung, Au Thi Hang, Nguyen Bich Ngoc, Vu Thi Thu Ha	30
6- Synthesis of TiO ₂ -V ₂ O ₅ composites for photocatalytic degradation of methylene blue under visible light irradiation - Le Thi Thanh Thuy, Nguyen Anh Thoang, Le Si	36
7- Synthesis and photocatalytic activity of magnetic Fe ₃ O ₄ -ZnO composite - Tran Thi Phuong Hong, Nguyen Thi Hong Nhung, Nguyen Van Kim, Nguyen Thi Viet Nga, Vo Vien	43
8- Synthesis of Fe-MIL-101 material and evaluation of photocatytic activity under visible light - Huynh Thi Minh Thanh, Tran Ngoc Tuyen, Dinh Quang Khieu	49
9- Study on phenol adsorption onto Fe-MIL101 in aqueous solution - Tran Ngoc Tuyen, Nguyen Duc Vu Quyen, Ha Thi Thu Hoai, Nguyen Thanh Tan, Huynh Thi Minh Thanh	54
10- Study on the preparation of activated carbon from coffee husk toward the adsorption of dye in aqueous solution - Ta Huu Son, Le Van Khu, Luong Thi Thu Thuy	61
11- Study on building Sylop graph of H ₂ S after activated carbon layer - Bui Van Tai, Hoang Trung Hieu	67
12- Research on column adsorption of Pb ²⁺ by hydroxyapatite granules - Le Thi Duyen, Le Thi Phuong Thao, Do Thi Hai, Vo Thi Hanh, Pham Tien Dung, Pham Thi Nam, Nguyen Thi Thom, Cao Thi Hong, Le Thi Sau, Dinh Thi Mai Thanh	71
13- Synthesis, structural characterization and adsorption capacity of H-δ-MnO ₂ - Dang Thi To Nu, Nguyen Thi My Duyen, Cao Van Hoang, Nguyen Thi Lieu, Nguyen Phi Hung	80
14- Study on catalyst based on CuO modified with Boron applied for selective oxidation of propylene to acrolein - Pham Thi Mai Phuong, Vu Quoc Quan, Le Minh Thang	86
15- Immobilization of glucose oxidase onto core-shell structure materials Fe ₃ O ₄ NP@SiO ₂ and testing it's catalytic activity - Hoang Ngoc Anh Nhan, Nguyen Ba Trung	92
16- Preparation of bio-char from Acacia Sawdust and Sugarcane bagasse for Solid acid Catalyst Fabrication - Le Quang Dien, Nguyen Trung Thanh, Nguyen Thanh Long, Nguyen Thi Nhi, Nguyen Minh Chau, Nguyen Hoang Chung	98
17- Synthesis of alkanolamide nonionic surfactant using used cooking oil - Tran Thi Thanh Ngoc, Nguyen Thanh Nhat, Bui Tan Nghia	105
18- Mathematical model and simulation of a heterogeneous catalytic reactor for reforming process of heavy gasoline - Nguyen Huu Duong, Vu Hong Thai	111
19- Synthesis of adsorbed materials from Bentonite Co Dinh – Thanh Hoa, Application for removal of ammonium in water treatment - Truong Quoc Anh, Mai Van Tien, Bui Thi Thu	116
20- Study on preparation of nano-ZIF-67 in ethanol - Le Van Duong, Dinh Quang Toan, Pham Thu Huong, Le Ngoc Duong, Nguyen Thi Xuan, Ninh Thi Phuong, Ta Ngoc Don	122
21- Hydropolymerization of ethylene - A future manufacture of fuel production - Nguyen Quang Minh, Dao Quoc Tuy	128



Vietnam Journal of Catalysis and Adsorption

Tạp chí xúc tác và hấp phụ Việt Nam

<http://chemeng.hust.edu.vn/jca/>

Tổng hợp chất hoạt động bề mặt không ion alkanolamide từ dầu ăn đã qua sử dụng

Synthesis of alkanolamide nonionic surfactant using used cooking oil

Trần Thị Thanh Ngọc¹, Nguyễn Thanh Nhật², Bùi Tấn Nghĩa^{3,*}

¹Khoa Địa chất & Khoáng sản, Đại học Tài Nguyên và Môi Trường TP HCM, TP HCM, ²Khoa Công nghệ Hóa học, Đại học Công nghiệp TP HCM, TP HCM, ³Khoa Công nghệ Hóa học, Đại học Công nghiệp Thực phẩm TP HCM, TP HCM

*Email: btngia109@gmail.com

ARTICLE INFO

Received: 09/5/2018

Accepted: 31/5/2018

Keywords:

Surfactant,
Waste Cooking Oil,
Transesterification,
Alkanolamide

ABSTRACT

In this paper, alkanolamide nonionic surfactants were achieved by amidation of the methyl esters with ethanolamine at 140 °C, in 2 h in which methyl esters were synthesized by alkali catalyzed transesterification of the waste cooking oil, using methanol to oil molar ratio of 6:1. Additionally, to enhance surface-active property of the surfactants, C=C couple bonds in long chain alkyl of methyl esters were epoxidized by HCOOH/H₂O₂ before amidation. The obtained surfactants were characterized by Fourier transform infrared (FT-IR) and nuclear magnetic resonance (NMR). Furthermore, properties of the surfactants including surface tension, foamability and emulsifying power were also investigated. The results of this study showed that the waste cooking oil can be a potential source of cheap and suitable raw material for synthesis of surfactants.

Giới thiệu chung

Ngày nay, chất hoạt động bề mặt (CHĐBM) giữ một vị trí quan trọng trong nhiều lĩnh vực khác nhau của đời sống dân dụng và công nghiệp với vai trò như chất tạo nhũ, chất tạo bọt, chất phân tán, chất diệt khuẩn [1]. Tuy nhiên, việc sử dụng các CHĐBM tổng hợp từ dầu mỏ có khả năng phân hủy chậm đã gây ra những quan ngại liên quan đến môi trường. Song song đó là tình trạng cạn kiệt dần của các nguồn nguyên liệu hóa thạch [2]. Trước tình hình đó, các CHĐBM thân thiện với môi trường, dễ phân hủy sinh học đang ngày càng trở nên quan trọng bởi các lợi ích mà chúng mang lại [3].

CHĐBM không ion là hợp chất rất quan trọng trong ngành hóa chất tẩy rửa nhờ tính tương thích sinh học và khả năng dễ phân hủy sinh học của chúng. Các CHĐBM này có thể được tổng hợp từ các nguồn

nguyên liệu tự nhiên và được sử dụng trong nhiều ứng dụng cũng như là lĩnh vực công nghiệp [4, 5]. Riêng đối với các CHĐBM alkanolamide, chúng thường được tổng hợp thông qua phản ứng amide hóa giữa acid béo hoặc dẫn xuất methyl ester với các amine bậc 1 hay bậc 2, điển hình là ethanolamine hay diethanolamine tương ứng. Nhiều nhóm nghiên cứu đã sử dụng dầu thực vật, mỡ động vật như là nguồn nguyên liệu để tổng hợp các CHĐBM có khả năng phân hủy sinh học và ít độc hại cho môi trường này [6].

Dầu ăn đã qua sử dụng là chất thải sinh ra hàng ngày từ nhiều nguồn khác nhau như ngành công nghiệp thực phẩm, các nhà hàng và hộ gia đình. Ước tính chỉ tại Thành phố Hồ Chí Minh đã có hơn chục tấn dầu ăn thải ra mỗi ngày, các nhà hàng trung bình mỗi ngày thải ra 20 – 30 kg dầu ăn. Trong các thập kỷ qua, các nhà khoa học đã nghiên cứu sử dụng dầu ăn thải

như là nguồn nguyên liệu để tổng hợp nhiên liệu sinh học góp phần giảm lượng khí thải của các động cơ diesel [7, 8]. Ngoài ra, dầu ăn thải còn được sử dụng làm nguyên liệu để tổng hợp chất hoạt động bề mặt [9, 10]. Đây được xem là nguồn nguyên liệu không những có trữ lượng tương đối lớn, lại rẻ tiền, đem lại hiệu quả kinh tế cao, mà còn góp phần bảo vệ môi trường và sức khỏe con người.

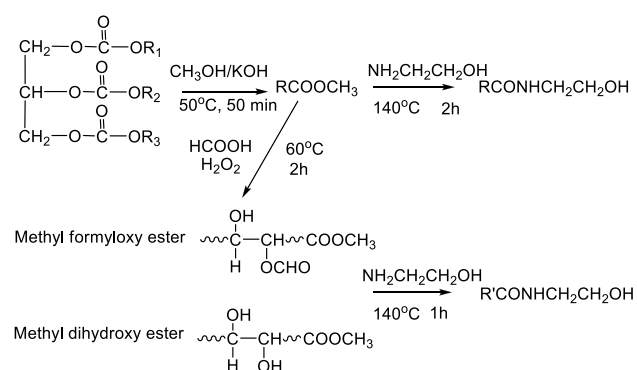
Trong nghiên cứu này, chất hoạt động bề mặt không ion alkanolamide được tổng hợp từ hỗn hợp methyl ester và ethanolamine. Trong đó, hỗn hợp sản phẩm methyl ester thu được khi thực hiện phản ứng alcohol phân dầu ăn phế thải bằng methanol với sự hiện diện của xúc tác KOH.

Thực nghiệm và phương pháp nghiên cứu

2.1. Nguyên liệu

Dầu thải được thu mua từ chợ Phước Bình, Quận 9, TPHCM. Các hóa chất có xuất xứ từ Trung Quốc và được sử dụng trực tiếp không qua bất kỳ quá trình xử lý nào. Hydrogen peroxide (H_2O_2 30%), Sodium chloride (NaCl), Potassium hydroxide (KOH), Methanol tinh khiết (CH_3OH), Formic acid (HCOOH , 88%), Sodium hydrogen carbonate (NaHCO_3), Ethanol amine ($\text{C}_2\text{H}_7\text{NO}$), Ethyl acetate ($\text{CH}_3\text{COOC}_2\text{H}_5$).

2.2. Tổng hợp methyl ester từ dầu ăn thải



Hình 1: Quy trình tổng hợp alkanolamide từ dầu ăn thải

Đầu tiên hỗn hợp methyl ester được tổng hợp bằng phản ứng transester hóa triglyceride có trong dầu ăn thải với methanol, xúc tác KOH. Quy trình được thực hiện như sau: cân chính xác 0,43 g KOH và 10,60 g methanol 90° cho vào bình cầu phản ứng 2 cổ đáy bằng 250 ml, lắp hệ thống ống sinh hàn và khuấy mạnh trong thời gian 20 phút. Tiếp theo cho vào bình

phản ứng 43,00 g dầu ăn thải. Hỗn hợp được khuấy mạnh và giữ ổn định ở nhiệt độ 50°C trong thời gian 50 phút. Sau khi phản ứng kết thúc, đổ hỗn hợp phản ứng vào bình tách. Gạn lấy pha methanol vào chai lưu mẫu. Pha dầu gồm chủ yếu là hỗn hợp methyl ester được rửa bằng nước cất, khuấy nhẹ và đun nóng ở $70 \div 80^\circ\text{C}$ trong khoảng 10 phút. Lặp lại quá trình rửa 5 ÷ 6 lần cho đến khi nước rửa trong và có pH=7 thì đạt yêu cầu. Hỗn hợp methyl ester được làm khan bằng cách bốc hơi nước có sự hỗ trợ của vi sóng cho đến khi lớp methyl ester trong suốt và đồng nhất.

2.3. Tổng hợp alkanolamide-A

Trong một quy trình chuẩn (hình 1): cho vào bình cầu 28,80 g hỗn hợp methyl ester đã điều chế ở trên và 10,27 g ethanolamine với tỷ lệ mol là 1:5. Khuấy hỗn hợp với tốc độ 600 vòng/phút ở 140°C trong thời gian 2 giờ. Kết thúc phản ứng, hỗn hợp được ổn định trong thời gian 15 phút để hình thành dạng wax. Kết tinh dạng wax này trong dung môi ethyl acetate (EtOAc) sẽ thu được tinh thể màu trắng alkanolamide-A [1].

2.4. Dihydroxyl hóa methyl ester

Khả năng hoạt động bề mặt của các chất hoạt động bề mặt phụ thuộc rất nhiều vào chỉ số HLB (Hydrophilic-Lipophilic Balance). Do đó, để tăng độ phân cực của phân tử alkanolamide, các vị trí nối đôi C=C trong gốc alkyl của các methyl ester được dihydroxyl hóa bằng hỗn hợp $\text{HCOOH}/\text{H}_2\text{O}_2$ trước khi thực hiện phản ứng amide hóa. Phản ứng dihydroxyl hóa được thực hiện như sau (hình 1): hỗn hợp methyl ester, H_2O_2 30% và HCOOH 88% với các tỷ lệ mol khác nhau được khuấy mạnh ở tốc độ 600 vòng/phút, nhiệt độ được giữ ổn định tại 60°C trong thời gian 2 giờ. Hỗn hợp sau phản ứng được rót vào phễu tách để gạn bỏ pha nước chứa acid formic dư, sau đó rửa pha dầu với dung dịch NaHCO_3 bão hòa, chiết với EtOAc , rửa nhiều lần với nước cất cho đến khi pha dầu có pH=7. Cô quay đuổi dung môi sẽ thu được hỗn hợp sản phẩm methyl formoxy ester và methyl dihydroxy ester [1].

2.5. Tổng hợp Alkanolamide-B

Trong một quy trình chuẩn (hình 1): cân và cho vào bình cầu 8,00 g hỗn hợp sản phẩm dihydroxyl hóa methyl ester và 3,50 g ethanolamine (tỷ lệ mol 1:5). Lắp sinh hàn hoàn lưu, khuấy mạnh ở tốc độ 600 vòng/phút và giữ nhiệt độ ổn định ở 140°C trong thời gian 1 giờ. Hỗn hợp sau phản ứng được ổn định trong

15 phút để tạo wax, kết tinh trong dung môi EtOAc thu được chất rắn alkanolamide-B màu trắng ánh vàng [1]. Cấu trúc hóa học của sản phẩm alkanolamide tổng hợp từ dầu ăn thải được kiểm tra bằng phương pháp phân tích hồng ngoại biến đổi Fourier (FT-IR), sử dụng thiết bị Bruker Tensor 27 và phương pháp cộng hưởng từ hạt nhân (NMR) sử dụng thiết bị Bruker AV 500.

2.6. Khảo sát tính hoạt động bề mặt của các sản phẩm alkanolamide

2.6.1. Khảo sát khả năng hòa tan trong dung môi

Độ hòa tan của các sản phẩm alkanolamide trong các loại dung môi có độ phân cực khác nhau được khảo sát như sau: rót 10,0 ml các dung môi có độ phân cực giảm dần: nước, ethyl acetate, ethanol, chloroform, n-hexane, benzene, ether dầu hỏa... vào các ống nghiệm có đánh số. Sau đó hòa tan 0,5 g chất hoạt động bề mặt alkanolamide vào mỗi dung môi ở các ống nghiệm trên, lắc vừa phải trong vòng 3 phút. Ghi nhận khả năng hòa tan của chất hoạt động bề mặt trong từng dung môi [11].

2.6.2. Khảo sát khả năng tạo nhũ

Khả năng tạo nhũ của dung dịch chất hoạt động bề mặt được xác định bằng các hệ sau: dầu nành/nước, cyclohexane/nước, chất lỏng paraffin/nước ở nhiệt độ phòng. Đầu tiên hòa tan lần lượt khoảng 0,05 g các chất hoạt động bề mặt alkanolamide với 15,0 ml dầu nành, 15,0 ml cyclohexane, 15,0 ml chất lỏng paraffin trong 3 ống nghiệm đã được đánh dấu từ 1 đến 3. Sau đó rót 4,0 ml nước cất đã khử ion vào từng ống nghiệm trên, lắc mạnh trong vòng 30 giây. Sau đó để yên các ống nghiệm. Ghi nhận thời gian hỗn hợp trong các ống nghiệm phân pha. Thí nghiệm được lặp lại 5 lần và thời gian trung bình chính là khả năng nhũ hóa [12].

2.6.3. Khảo sát các yếu tố ảnh hưởng đến độ bền nhũ tương

Tiến hành tạo nhũ tương của các alkanolamide A, B với nước, paraffin và n-butanol theo các tỷ lệ khác nhau. Trước tiên khuấy mạnh tạo hỗn hợp đồng nhất, sau khoảng 20 ngày, so sánh độ bền của các nhũ tương này.

2.6.4. Khảo sát sức căng bề mặt của các dung dịch chất hoạt động bề mặt alkanolamide

Sức căng bề mặt của các dung dịch CHĐBM có nồng độ khác nhau ($0.03 - 0.0003 \pm 0.00002$ M) được xác định bằng phương pháp thể tích giọt [13]. Thiết bị Lauda TVT 2E được dùng để đo sức căng của thể tích giọt lỏng (khoảng sai số $\pm 0,01$ mN/m) ở 20 °C trong bể điều nhiệt. Đo ít nhất ba lần để lấy kết quả trung bình. Giá trị cân bằng sức căng bề mặt được lặp lại trong khoảng 0,1 mN/m [12].

2.6.5. Khảo sát khả năng tạo bọt của các dung dịch chất hoạt động bề mặt alkanolamide

Thiết bị MBM-RI Ross-Miles (độ chính xác $\pm 0,1$ ml) được sử dụng để đo khả năng tạo bọt của các dung dịch CHĐBM theo phương pháp Ross-Miles. Đầu tiên, chuẩn bị các mẫu dung dịch lỏng chất hoạt động bề mặt với hàm lượng $0,25 \pm 0,01\%$ khối lượng. Sau đó, bơm 500 ml của dung dịch vừa mới chuẩn bị vào một ống đong 1000 ml từ độ cao 450 mm. Thể tích bọt của dung dịch được đo tại thời điểm 5 phút sau khi bơm, phép đo này được lặp lại ba lần và lấy giá trị trung bình để tính toán khả năng tạo bọt và độ bền bọt của chất hoạt động bề mặt. Giá trị thể tích bọt có thể lặp lại sai số trong khoảng 0,6 ml [12].

Kết quả và thảo luận

3.1. Kết quả phân tích thành phần hóa học của dầu ăn thải

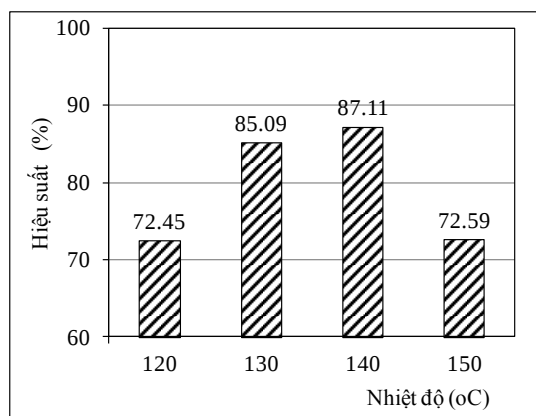
Kết quả phân tích GC – MS thể hiện thành phần acid béo của dầu ăn thải thu gom được ở chợ Phước Bình, Quận 9, TPHCM, chủ yếu là cis-9-octadecenoic acid (54,0%) và acid hexadecadienoic (40,0%). Ngoài ra, hàm lượng nước và acid béo tự do trong dầu ăn không đáng kể.

3.2. Kết quả tổng hợp alkanolamide

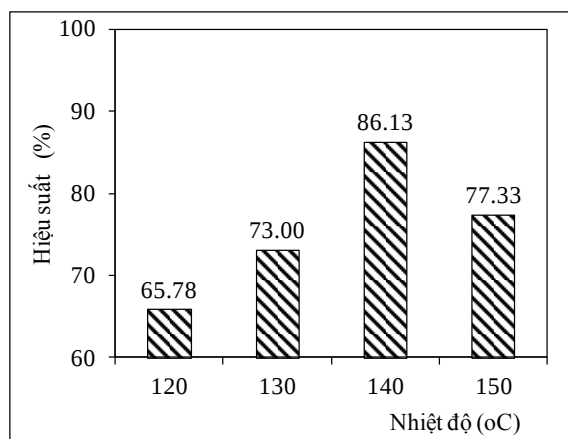
Quy trình chuẩn để tổng hợp các alkanolamide từ dầu ăn thải được trình bày như trong hình 1. Kết quả từ một phản ứng chuẩn điển hình cho thấy, đối với giai đoạn tổng hợp methyl ester, xúc tác đồng thể KOH có hoạt tính cao với phản ứng methanol phân dầu ăn thải. Đối với giai đoạn dihydroxyl hóa, khi tỷ lệ mol methyl ester:H₂O₂:HCOOH là 1:1,5:3, thời gian phản ứng là 2 giờ, nhiệt độ phản ứng là 60 °C và tốc độ khuấy 600 vòng/phút thì sản phẩm thu được là hỗn hợp hydroxyl – formyloxy ester và dihydroxyl ester với hiệu suất hơn 90%. Ảnh hưởng của nhiệt độ và thời gian phản ứng đến hiệu suất đã được khảo sát.

3.3. Kết quả khảo sát ảnh hưởng của nhiệt độ đến hiệu suất phản ứng tổng hợp alkanolamide

Kết quả khảo sát cho thấy khi tăng nhiệt độ từ 120 °C đến 140 °C, hiệu suất của phản ứng tổng hợp alkanolamide-A và alkanolamide-B đều tăng đáng kể. Tuy nhiên khi tăng nhiệt độ phản ứng đến 150 °C, hiệu suất của các phản ứng tổng hợp alkanolamide đều giảm (hình 2, hình 3). Kết quả khảo sát này tương tự như một số công trình nghiên cứu đã công bố trước đây [1, 14]. Do đó nhiệt độ thích hợp nhất được chọn để tổng hợp alkanolamide-A và alkanolamide-B là 140 °C.



Hình 2: Ảnh hưởng của nhiệt độ phản ứng đến hiệu suất tổng hợp alkanolamide-A

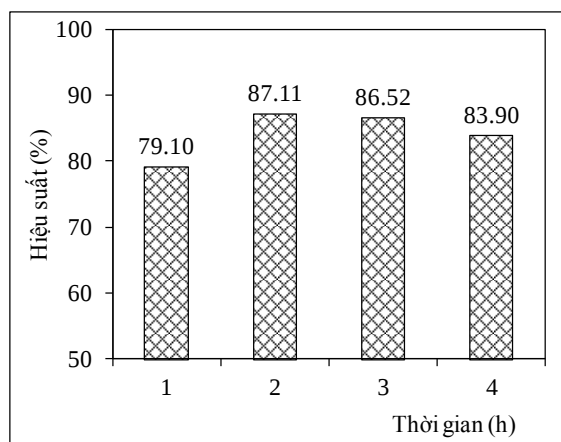


Hình 3: Ảnh hưởng của nhiệt độ phản ứng đến hiệu suất tổng hợp alkanolamide-B

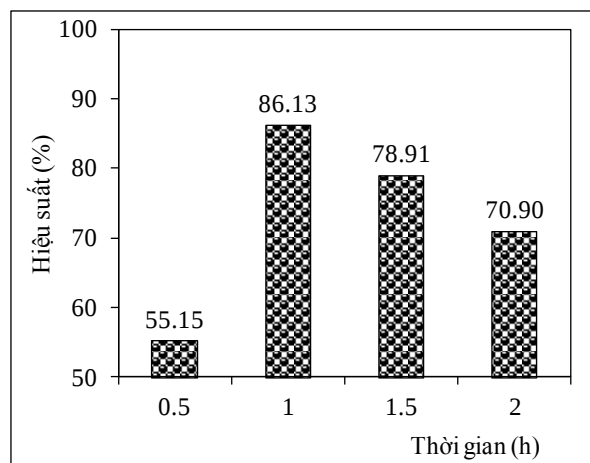
3.4. Kết quả khảo sát ảnh hưởng của thời gian đến hiệu suất phản ứng tổng hợp alkanolamide

Kết quả khảo sát ảnh hưởng của thời gian phản ứng được trình bày ở hình 4 và hình 5, kết quả cho thấy khi tăng thời gian phản ứng, hiệu suất của phản ứng tổng hợp alkanolamide-A và alkanolamide-B tăng. Tuy

nhiên, khi tiếp tục tăng thời gian phản ứng từ 2,0 giờ lên 4,0 giờ đối với phản ứng tổng hợp alkanolamide-A và từ 1,0 giờ lên 2,0 giờ đối với phản ứng tổng hợp alkanolamide-B thì hiệu suất của các phản ứng đều giảm.

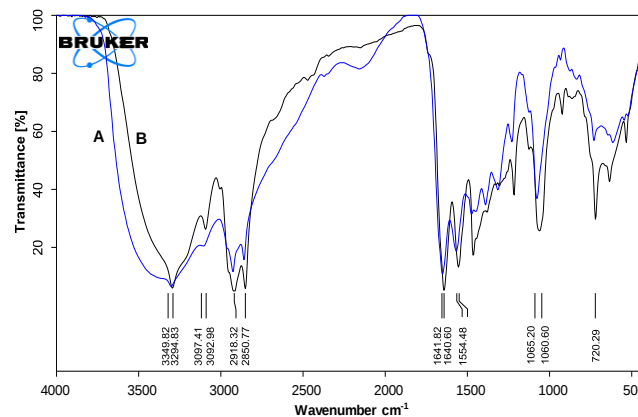


Hình 4: Ảnh hưởng của thời gian phản ứng đến hiệu suất tổng hợp alkanolamide-A



Hình 5: Ảnh hưởng của thời gian phản ứng đến hiệu suất tổng hợp alkanolamide-B

3.5. Kết quả phân tích cấu trúc alkanolamide



Hình 6: Phổ FT-IR của alkanolamide-A, B

Kết quả phân tích FT-IR của hai CHĐBM alkanolamide-A và alkanolamide-B (hình 6 alkanolamide-A(a), alkanolamide-A(b)) đều cho thấy sự hiện diện dao động hóa trị N-H của amide tại các peak 3092.98 và 3097.41 cm^{-1} , dao động hóa trị C=O của amide tại các peak 1641.82 và 1640.60 cm^{-1} , dao động hóa trị C-H của gốc alkyl thể hiện ở các peak từ 2850–2920 cm^{-1} , dao động kéo dài của $-\text{CH}_2-$ thể hiện ở các peak 2919.17 và 2856.31 cm^{-1} , dao động C-N xuất hiện ở vùng 1060.60 và 1065.20 cm^{-1} , nhóm OH dao động ở peak 3349.82 và 3294.83 cm^{-1} [15].

Bên cạnh đó, danh pháp của sản phẩm alkanolamide cũng được chứng minh bằng kết quả phân tích cộng hưởng từ hạt nhân (NMR). Phổ ^1H – NMR (500 MHz, MeOD) có sự hiện diện của các proton: δ (ppm) 5,34 (t, J=20Hz, 1H, $-\text{CH}=\text{CH}-$), 4,84 (s, 1H, $-\text{C}-\text{OH}$) 3,64–3,58 (m, 9H, $-\text{CH}_2-\text{OH}$), 3,31–3,27 (m, 5H, $-\text{CH}_2-\text{NH}-$), 2,82 (t, J=5,5Hz, 2H, $-\text{C}-\text{NH}-$) 2,20 (t, J=7,5Hz, 3H, $-\text{CH}_2-\text{C}=\text{O}$), 1,60 (s, 2H, $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{C}=\text{O}$), 1,29–1,33 (m, 35H, $-\text{CH}_2-$), 0,91–0,88 (m, 5H, $-\text{CH}_3$).

Phổ ^{13}C – NMR (500Hz, MeOD) cũng thể hiện các mũi cộng hưởng: δ (ppm) 176,6 ($-\text{C}=\text{O}$), 164,10 ($-\text{CH}_2-\text{OH}$), 130,84 ($-\text{CH}=\text{}$), 129,06 ($-\text{CH}=\text{}$), 50,33, 48,49, 37,10, 33,95, 30,59, 27,10, 23,65, 22,57, 14,41 ($-\text{CH}_3$).

3.6. Khảo sát tính hoạt động bề mặt của các sản phẩm alkanolamide

3.6.1. Kết quả khảo sát khả năng hòa tan trong các dung môi

Kết quả khảo sát cho thấy alkanolamide-A và alkanolamide-B hòa tan tốt trong dung môi ethanol và ít tan trong các dung môi phân cực mạnh như nước hoặc không phân cực như benzene. Kết quả khảo sát này phù hợp với các công trình đã công bố trước đây [16].

3.6.2. Kết quả khảo sát khả năng tạo nhũ tương

Khả năng tạo nhũ tương của các alkanolamide với các hệ dầu nhớt/nước, cyclohexane/nước, paraffin/nước cũng được khảo sát. Kết quả cho thấy ở cùng nhiệt độ phòng, cùng tỷ lệ mol thì khả năng tạo nhũ của alkanolamide-B tốt hơn khả năng tạo nhũ của alkanolamide-A. Hệ nhũ tương bền nhất là hệ paraffin/nước: nhũ tương bền khoảng 25 phút khi sử dụng alkanolamide-A làm chất nhũ hóa và 40 phút khi sử dụng alkanolamide-B làm chất nhũ hóa. Như vậy, khả năng nhũ hóa của các alkanolamide tổng hợp được trong nghiên cứu này là tương đối cao so với một số sản phẩm tương đương đã được công bố. Cụ

thể, trong nghiên cứu của Zhang và các cộng sự, thời gian tách pha đối với hệ paraffin/nước khi sử dụng CHĐBM mà họ tổng hợp được từ dầu ăn thải chỉ vào khoảng 5 phút [10]. Hơn nữa, bằng cách cố định các thông số bao gồm: nhiệt độ 30 $^{\circ}\text{C}$, thời gian 20 phút, tốc độ khuấy trộn 600 vòng/phút; lần lượt thay đổi tỷ lệ phần trăm khối lượng của chất hoạt động bề mặt alkanolamide, paraffin và nước sẽ thu được công thức nhũ tương bền [17]. Công thức nhũ tương bền tương ứng với các alkanolamide tổng hợp trong nghiên cứu này được trình bày trong bảng 1.

Bảng 1: Công thức nhũ tương bền của các alkanolamide tổng hợp từ dầu ăn thải

Chất hoạt động bề mặt	Công thức tạo hệ nhũ bền (% khối lượng)	Giá trị CMC, g/l
Alkanolamide -A	25% CHĐBM + 32% nước + 38% paraffin + 5% n-butanol	0,0035
Alkanolamide -B	10% CHĐBM + 25% nước + 65% paraffin	0,0040

Nhũ tương tạo thành có màu vàng nhạt, thuộc loại nhũ tương nước/dầu (w/o) và có độ bền hơn 15 ngày. Kết quả khảo sát cho thấy sự tăng thành phần ưa nước (nhóm $-\text{OH}$) và giảm thành phần kỵ nước (nhóm $-\text{CH}=\text{CH}-$) rõ ràng đã góp phần cải thiện khả năng hòa tan trong nước của CHĐBM alkanolamide-B, từ đó nhũ tương tạo thành mịn màng và bền vững hơn rất nhiều so với hệ nhũ tương của alkanolamide-A.

3.6.3. Kết quả khảo sát sức căng bề mặt và khả năng tạo bọt của chất hoạt động bề mặt

Bảng 2: Khả năng tạo bọt và sức căng bề mặt của alkanolamide

Stt	Tên chỉ tiêu	Phương pháp thử	Kết quả
1	Sức căng bề mặt (Du Nouy ring), mN/m	ASTM D1331– 95	29,9
2	Thể tích cột bọt, mL	TCVN 5817: 1994	60

Kết quả khảo sát khả năng tạo bọt và sức căng bề mặt của sản phẩm alkanolamide được trình bày trong bảng 2. Thể tích cột bọt này lớn hơn thể tích cột bọt của dung dịch chất hoạt động bề mặt alkanolamide tổng hợp từ 9,10-dihydroxystearic acid chỉ có 40 ml [18].

Kết luận

Chất hoạt động bề mặt alkanolamide loại A và loại B được tổng hợp thành công từ nguồn nguyên liệu dầu ăn thải có giá thành rẻ với hiệu suất khá cao, lên đến gần 90%, bằng các phản ứng hóa học như transester, epoxy và amide hóa. Đồng thời, hiệu suất tổng hợp CHĐBM đạt giá trị cao nhất tại nhiệt độ 140 °C, trong thời gian 2 giờ. Các alkanolamide này đều có khả năng tạo hệ nhũ tương nước/dầu (w/o) bền. Ngoài ra cấu trúc của các sản phẩm alkanolamide cũng đã được kiểm chứng bằng FT-IR và NMR. Các kết quả đạt được cho thấy khả năng ứng dụng cao của alkanolamide vào thực tế với các ứng dụng như làm chất nhũ hóa, chất tăng độ mềm, chất tăng khả năng tạo bọt... trong nhiều lĩnh vực công nghệ khác nhau.

Tài liệu tham khảo

1. H. T. B. Bùi, "Tổng hợp chất hoạt động bề mặt ethanalamide và ethanediamide từ mỡ cá basa," Tạp chí Khoa học, 19a (2011) 47-52.
2. H. T. B. Bùi, "Tổng hợp chất hoạt động bề mặt anion Sodium amidopropoxyacetate từ mỡ cá basa," Tạp chí khoa học, 20b (2011) 267-271.
3. D. K. F. Santos et al., "Biosurfactants: Multifunctional Biomolecules of the 21st Century", Int. J. Mol. Sci., 17(3) (2016) 401.
4. L.D. Do et al., "Environmentally friendly vegetable oil microemulsions using extended surfactants and linkers," J. Surfact. Deterg., 12 (2009) 91-99.
5. N.A. Negm et al., "Synthesis and surface activity of nonionic surfactants derived from gallic acid," Arab. J. Sci. Eng, 41(1) (2016) 67-73.
6. M. Anwar and T.D. Wahyuningsih, "Synthesis and characterization of dialkanolamides from castor oil (Ricinus communis) as nonionic surfactant", IOP Conf. Series: Earth and Environmental Science 101 (2017) 012037.
7. A. N. Phan and T. M. Phan, "Biodiesel production from waste cooking oils," Fuel, 87 (2008) 3490-3497.
8. M. A. Raqeeb and R. Bhargavi, "Biodiesel production from waste cooking oil," J. Chem. Pharm. Res., 7 (2015) 670-681.
9. A. Hameed RS, "Recycling of the waste cooking oils as non-ionic surfactants," Mat Sci Ind J, 15 (2016) 114.
10. Q. Q. Zhang et al., "The rebirth of waste cooking oil to novel bio-based surfactants," Scientific Reports, 5 (2015)
11. S. Baldassari et al., "Green Synthesis, molecular Characterization and Associative Behavior of Some Gemini Sufactants without a Spacer Group," Materials, 6 (2013) 1506-1519.
12. Y. Zhang et al., "Synthesis and Properties of Mono or Double Long-Chain Alkanolamine Surfactants," Journal of Surfactants and Detergents, 16 (2013) 841-848.
13. T. Curstedt et al., "New generation synthetic surfactants," Neonatology, 103 (2013) 327-330.
14. A.R. Lokhande et al., "Kinetic Study on Synthesis of Alkanolamides of Fatty Acids of Mangokernel Oil " International Journal of Engineering Development and Research, 4 (2016) 444-450.
15. T. Đ. Nguyễn, Các phương pháp vật lý ứng dụng trong hóa học vol. 1: Nhà xuất bản Đại học Quốc gia Hà Nội, 2006.
16. L. Meng et al., "Study on Interfacial Tension Between Alkanolamide Surfactants of Different Carbon Structure and Daqing Crude Oil," the 2010 Asia-Pacific Power and Energy Engineering Conference, Chengdu, 2010.
17. Zh. Xu et al., "Synthesis and Surface Active Properties of Novel Nonionic Arl Oleic Diethanolamide Sufactants," Petroleum Science and Technology, 24 (2006) 1363-1370.
18. R. Awang et al., "Alkanolamides from 9,10-dihydroxystearic acid," Journal of Oil Palm Research, 18 (2006) 231-238.