

Příprava vybraných emulzních systémů pomocí homogenizéru Ultra-turrax

Bc. Markéta Vavřínová

Diplomová práce
2013



Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně
Fakulta technologická

Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně
Fakulta technologická
Ústav technologie tuků, tenzidů a kosmetiky
akademický rok: 2012/2013

ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

(PROJEKTU, UMĚLECKÉHO DÍLA, UMĚLECKÉHO VÝKONU)

Jméno a příjmení: **Bc. Markéta Vavřínová**
Osobní číslo: **T11570**
Studijní program: **N2901 Chemie a technologie potravin**
Studijní obor: **Technologie a ekonomika výroby tuků, detergentů
a kosmetiky**
Forma studia: **prezenční**

Téma práce: **Příprava vybraných emulzních systémů pomocí
homogenizéru Ultra-turrax**

Zásady pro vypracování:

1. Provedte literární rešerši na téma emulze, způsoby jejich přípravy a využití. Dále pak zhodnoťte možnosti využití různých typů homogenizačních zařízení pro přípravu emulzí. Získané poznatky kriticky zhodnoťte.
2. V praktické části se věnujte nalezení optimálních podmínek pro emulzní systém o/v, za použití jednoho, popř. dvou různých typů emulgátorů a vysokorychlostního homogenizačního zařízení Ultra-turrax. U takto vyrobených emulzí proveďte jejich základní charakterizaci (velikost částic, stabilita, popř. viskozita).
3. Dosažené výsledky diskutujte.

Rozsah diplomové práce:

Rozsah příloh:

Forma zpracování diplomové práce: **tištěná/elektronická**

Seznam odborné literatury:

MYERS, D.: TADROS, T.: Emulsion Science and Technology. Wiley-WCH, Weinheim, 2009.

McCLEMENTS, D., J.: Food emulsions: principles, practices, and techniques. CRC Press, 2005.

MYERS, D.: Surfactant Science and Technology, Third Edition. John Wiley & Sons, 2006.

BLAŽEJ, A. A KOL.: Tenzidy. Bratislava, 1977.

Vedoucí diplomové práce:

Ing. Pavlína Vltavská, Ph.D.

Ústav technologie tuků, tenzidů a kosmetiky

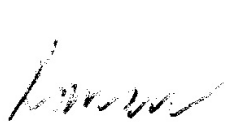
Datum zadání diplomové práce:

11. února 2013

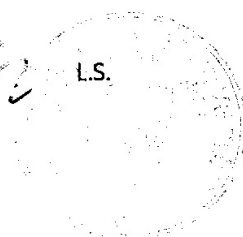
Termín odevzdání diplomové práce:

22. května 2013

Ve Zlíně dne 11. února 2013



doc. Ing. Roman Čermák, Ph.D.
děkan



doc. Ing. Rahula Janiš, CSc.
ředitel ústavu

Příjmení a jméno: Obor:

PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že

- beru na vědomí, že odevzdáním diplomové/bakalářské práce souhlasím se zveřejněním své práce podle zákona č. 111/1998 Sb. o vysokých školách a o změně a doplnění dalších zákonů (zákon o vysokých školách), ve znění pozdějších právních předpisů, bez ohledu na výsledek obhajoby ¹⁾;
- beru na vědomí, že diplomová/bakalářská práce bude uložena v elektronické podobě v univerzitním informačním systému dostupná k nahlédnutí, že jeden výtisk diplomové/bakalářské práce bude uložen na příslušném ústavu Fakulty technologické UTB ve Zlíně a jeden výtisk bude uložen u vedoucího práce;
- byl/a jsem seznámen/a s tím, že na moji diplomovou/bakalářskou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb. o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon) ve znění pozdějších právních předpisů, zejm. § 35 odst. 3 ²⁾;
- beru na vědomí, že podle § 60 ³⁾ odst. 1 autorského zákona má UTB ve Zlíně právo na uzavření licenční smlouvy o užití školního díla v rozsahu § 12 odst. 4 autorského zákona;
- beru na vědomí, že podle § 60 ³⁾ odst. 2 a 3 mohu užít své dílo – diplomovou/bakalářskou práci nebo poskytnout licenci k jejímu využití jen s předchozím písemným souhlasem Univerzity Tomáše Bati ve Zlíně, která je oprávněna v takovém případě ode mne požadovat přiměřený příspěvek na úhradu nákladů, které byly Univerzitou Tomáše Bati ve Zlíně na vytvoření díla vynaloženy (až do jejich skutečné výše);
- beru na vědomí, že pokud bylo k vypracování diplomové/bakalářské práce využito softwaru poskytnutého Univerzitou Tomáše Bati ve Zlíně nebo jinými subjekty pouze ke studijním a výzkumným účelům (tedy pouze k nekomerčnímu využití), nelze výsledky diplomové/bakalářské práce využít ke komerčním účelům;
- beru na vědomí, že pokud je výstupem diplomové/bakalářské práce jakýkoliv softwarový produkt, považují se za součást práce rovněž i zdrojové kódy, popř. soubory, ze kterých se projekt skládá. Neodevzdání této součásti může být důvodem k neobhájení práce.

Ve Zlíně

.....

¹⁾ zákon č. 111/1998 Sb. o vysokých školách a o změně a doplnění dalších zákonů (zákon o vysokých školách), ve znění pozdějších právních předpisů, § 47 Zveřejňování závěrečných prací:

(1) Vysoká škola nevydělečně zveřejňuje disertační, diplomové, bakalářské a rigorózní práce, u kterých proběhla obhajoba, včetně posudků oponentů a výsledku obhajoby prostřednictvím databáze kvalifikačních prací, kterou spravuje. Způsob zveřejnění stanoví vnitřní předpis vysoké školy.

(2) Disertační, diplomové, bakalářské a rigorózní práce odevzdané uchazečem k obhajobě musí být též nejméně pět pracovních dnů před konáním obhajoby zveřejněny k nahlížení veřejnosti v místě určeném vnitřním předpisem vysoké školy nebo není-li tak určeno, v místě pracoviště vysoké školy, kde se má konat obhajoba práce. Každý si může ze zveřejněné práce pořizovat na své náklady výpisy, opisy nebo rozmnoženiny.

(3) Platí, že odevzdáním práce autor souhlasí se zveřejněním své práce podle tohoto zákona, bez ohledu na výsledek obhajoby.

²⁾ zákon č. 121/2000 Sb. o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon) ve znění pozdějších právních předpisů, § 35 odst. 3:

(3) Do práva autorského také nezasahuje škola nebo školské či vzdělávací zařízení, užije-li nikoli za účelem přímého nebo nepřímého hospodářského nebo obchodního prospěchu k výuce nebo k vlastní potřebě dílo vytvořené žákem nebo studentem ke splnění školních nebo studijních povinností vyplývajících z jeho právního vztahu ke škole nebo školskému či vzdělávacího zařízení (školní dílo).

³⁾ zákon č. 121/2000 Sb. o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon) ve znění pozdějších právních předpisů, § 60 Školní dílo:

(1) Škola nebo školské či vzdělávací zařízení mají za obvyklých podmínek právo na uzavření licenční smlouvy o užití školního díla (§ 35 odst. 3). Odpírá-li autor takového díla udělit svolení bez vážného důvodu, mohou se tyto osoby domáhat nahrazení chybějícího projevu jeho vůle u soudu. Ustanovení § 35 odst. 3 zůstává nedotčeno.

(2) Není-li sjednáno jinak, může autor školního díla své dílo užít či poskytnout jinému licenci, není-li to v rozporu s oprávněnými zájmy školy nebo školského či vzdělávacího zařízení.

(3) Škola nebo školské či vzdělávací zařízení jsou oprávněny požadovat, aby jim autor školního díla z výdělku jím dosaženého v souvislosti s užitím díla či poskytnutím licence podle odstavce 2 přiměřeně přispěl na úhradu nákladů, které na vytvoření díla vynaložily, a to podle okolností až do jejich skutečné výše; přitom se přihlédne k výši výdělku dosaženého školou nebo školským či vzdělávacím zařízením z užití školního díla podle odstavce 1.

ABSTRAKT

Tato diplomová práce je zaměřena na přípravu emulzí typu olej ve vodě (O/V) za pomoci vysokorychlostního homogenizačního zařízení Ultra-turrax při 13 400 ot./min. po dobu 20 minut. Pro přípravu emulzí byl zvolen způsob studené emulzifikace, neboli metoda přípravy pomocí systému dvou emulgátorů. Během přípravy byl měněn procentuální obsah systému emulgátorů, HLB hodnota, poměr olejové a vodné fáze a následně i skladovací teploty. U všech připravených emulzí bylo ve stanovených časových intervalech prováděno jak vizuální hodnocení, tak i měření velikosti částic na přístroji Zeta Sizer a hodnocení mikroskopické. Bylo zjištěno, že nejstabilnější byly emulze s 3% obsahem emulgátorů, HLB hodnotou systému 10,5, popř. 11 a poměrem O/V = 3/97, popř. 5/95, které byly skladovány při 25 °C.

Klíčová slova: emulze, Ultra-turrax, HLB hodnota, stabilita, velikost částic

ABSTRACT

This diploma thesis is focused on a preparation of emulsions of oil in water (O/W) for high-speed homogenization using the Ultra-turrax at 13 400 rev./min. for 20 minutes period. Cold emulsification method (2 emulsifiers system method) was selected to prepare emulsions. Percentage content of emulsifiers of HLB value, the ratio of oil and water phase and consequently the storage temperature, were changed during the preparation. All emulsions were prepared at specified time intervals both performed visual evaluation and the measurement of particle size on the device Zeta Sizer and microscopic evaluation. There were found that the stable emulsion contains 3% emulsifier, an HLB value of 10.5, or 11 and the ratio of O / W = 3 / 97 or 5 / 95, that were stored at 25 °C.

Keywords: Emulsion, Ultra-turrax, Stability, Particle size

PODĚKOVÁNÍ

Ráda bych poděkovala vedoucí mé diplomové práce Ing. Pavlíně Vltavské Ph.D. za odborné vedení, cenné rady, ochotu a čas, který mi věnovala při vypracovávání mé diplomové práce.

Dále bych chtěla poděkovat své rodině za trpělivost a podporu při zpracování diplomové práce.

Prohlašuji, že jsem diplomovou práci příprava vybraných emulzních systémů pomocí homogenizéru Ultra-turrax, vypracovala samostatně pod vedením Ing. Pavlíny Vltavské, Ph.D., a uvedla v seznamu literatury všechny použité literární a odborné zdroje.

Prohlašuji, že odevzdaná verze diplomové práce a verze elektronická nahraná do IS/STAG jsou totožné.

OBSAH

ÚVOD	11
I TEORETICKÁ ČÁST	12
1 EMULZE	13
2 KLASIFIKACE EMULZÍ	14
2.1 KLASIFIKACE DLE POLÁRNOSTI DISPERZNÍHO PODÍLU A PROSTŘEDÍ.....	14
2.1.1 Emulze prvního druhu.....	15
2.1.2 Emulze druhého druhu	15
2.2 KLASIFIKACE DLE KONCENTRACE DISPERZNÍHO PODÍLU	15
2.2.1 Zředěné emulze	16
2.2.2 Koncentrované emulze.....	16
2.2.3 Vysoce koncentrované emulze.....	16
2.3 KLASIFIKACE DLE VELIKOSTI ROZPTÝLENÝCH ČÁSTIC	16
2.3.1 Makroemulze.....	16
2.3.2 Mikroemulze	17
2.3.3 Nanoemulze.....	17
2.4 ZVLÁŠTNÍ TYPY EMULZÍ	17
2.4.1 Kritické emulze	17
2.4.2 Složené emulze.....	18
3 EMULGÁTORY	19
4 KLASIFIKACE EMULGÁTORŮ	21
4.1 KLASIFIKACE EMULGÁTORŮ DLE STRUKTURY POLÁRNÍ ČÁSTI MOLEKULY	21
4.2 KLASIFIKACE EMULGÁTORŮ DLE PŮVODU	25
4.3 KLASIFIKACE EMULGÁTORŮ DLE VLASTNOSTÍ HYDROFILNÍ A LIPOFILNÍ ČÁSTI MOLEKULY	25
4.4 KLASIFIKACE EMULGÁTORŮ DLE SCHOPNOSTI TVOŘIT IONTY S EMULGÁTORY.....	25
5 HYDROFILNĚ-LIPOFILNÍ ROVNOVÁHA	26
6 PŘÍPRAVA EMULZÍ	28
6.1 EMULZIFIKACE	28
6.2 HOMOGENIZACE.....	29
6.2.1 Homogenizační zařízení.....	29
6.2.1.1 Koloidní mlýny	30
6.2.1.2 Vysokorychlostní mixér.....	30
6.2.1.3 Ultra-turrax	31
6.2.1.4 Vysokotlaké homogenizátory.....	31
6.2.1.5 Ultrazvukové homogenizátory.....	32
6.2.1.6 Mikrofluidizér	33
6.2.1.7 Membránové homogenizátory	33

6.3	PŘÍPRAVA EMULZÍ POMOCÍ ELEKTROLYTŮ.....	34
6.4	STUDENÁ EMULZIFIKACE.....	34
6.5	PIT METODA.....	34
7	VLASTNOSTI EMULZÍ.....	36
7.1	ZÁKLADNÍ CHARAKTERISTIKY.....	36
8	STABILITA EMULZÍ.....	38
8.1	AGREGÁTNÍ STABILITA.....	38
8.2	TERMODYNAMICKÁ A KINETICKÁ STABILITA.....	38
8.3	CHEMICKÁ A BIOLOGICKÁ STABILITA.....	38
8.4	SEPARACE NA ZÁKLADĚ GRAVITAČNÍCH SIL.....	39
8.5	STABILIZACE EMULZE.....	40
8.5.1	Nejdůležitější činitele rozhodující o stabilizaci emulzí.....	41
9	DEEMULGACE.....	43
9.1	METODY POUŽÍVANÉ PRO ROZRÁŽENÍ EMULZÍ.....	43
10	VYUŽITÍ EMULZÍ.....	45
10.1	POTRAVINÁŘSKÝ PRŮMYSL.....	45
10.2	KOSMETICKÝ PRŮMYSL.....	45
10.3	FARMACEUTICKÝ PRŮMYSL.....	45
10.4	DALŠÍ VYUŽITÍ EMULZÍ.....	45
11	CÍL DIPLOMOVÉ PRÁCE.....	46
II	PRAKTICKÁ ČÁST.....	47
12	EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST.....	48
12.1	POUŽITÉ CHEMIKÁLIE A ZAŘÍZENÍ.....	48
13	SLOŽENÍ EMULZÍ.....	50
13.1	VÝPOČET JEDNOTLIVÝCH SLOŽEK EMULZE.....	50
13.1.1	Výpočet jednotlivých složek emulze.....	50
13.2	PŘÍPRAVA EMULZÍ.....	52
13.3	STABILITA PŘIPRAVENÝCH EMULZÍ.....	57
13.3.1	Vizuální pozorování.....	57
13.3.2	Měření velikosti částic.....	57
13.3.3	Mikroskopování.....	58
14	VÝSLEDKY A DISKUZE.....	59

14.1	VLIV HLB HODNOTY SYSTÉMU NA STABILITU EMULZÍ	59
14.2	VLIV PROCENTNÍHO ZASTOUPENÍ EMULGÁTORŮ NA STABILITU EMULZÍ.....	61
14.3	VLIV POMĚRU O/V NA STABILITU EMULZÍ	63
14.4	VLIV TEPLoty NA STABILITU A VELIKOST ČÁSTIC EMULZÍ	64
14.5	VIZUÁLNÍ POZOROVÁNÍ EMULZÍ	64
14.6	MIKROSKOPICKÉ POZOROVÁNÍ EMULZÍ	71
14.7	MĚŘENÍ VELIKOSTI ČÁSTIC EMULZÍ POMOCÍ PŘÍSTROJE ZETA SIZER	75
14.7.1	Závislost velikosti částic na době homogenizace.....	75
14.7.2	Závislost velikosti částic na čase při různých teplotách skladování.....	77
ZÁVĚR		80
SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY		82
SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK		86
SEZNAM OBRÁZKŮ		87
SEZNAM TABULEK.....		89

ÚVOD

Emulze se řadí mezi nejpoužívanější heterogenní soustavy a také proto mají široké uplatnění, a to nejen v kosmetickém průmyslu, kde hrají nezastupitelnou roli, neboť většina kosmetických prostředků jsou emulzní systémy (pleťové krémy, tělové mléka, či krémy na ruce). Důležitou roli hrají emulze také v potravinářském průmyslu. Ve farmaceutickém průmyslu, zemědělství, či asfaltovém průmyslu si emulze také našly svoji nezastupitelnou roli. Tyto systémy mohou být jak přírodní (např. mléko), tak i synteticky vyrobené (např. krémy).

Emulze je možno připravit za pomoci několika různých postupů, vždy však je nutná přítomnost emulgátoru. Jako nejvhodnější způsob výroby byla vybrána výroba emulzí za pomoci dvou emulgátorů, neboli metoda studené emulzifikace, jejíž základem je přidání dvou různých emulgátorů do připravovaného systému. Výhodou této metody přípravy je absence nutnosti změny teploty v průběhu přípravy, jakož tomu je například u metody fázové inverze (PIT metody). Aby bylo možno emulze využívat, je důležitá především jejich stabilita, na kterou má vliv mnoho různých parametrů.

Proto tedy bylo cílem této diplomové práce nalézt i vhodné výrobní podmínky, tak aby byla podpořena hlavně stabilita emulzí.

I. TEORETICKÁ ČÁST

1 EMULZE

Emulzí se nazývá soustava dvou kapalin, kdy je disperzní i dispergovaná látka látkou kapalnou. Tyto kapaliny, jež se podílejí na vzniku emulzí, musí být navzájem nemísitelné, nebo pouze omezeně mísitelné, přičemž jsou v této soustavě přítomny i látky schopné zabránění koalescence, neboli slévání dispergovaných kapek, které bývají nazývány jako emulgátory [1, s. 172], [2, s. 31], [3, s. 14, 15], [4, s. 352]. Dispergovaná fáze systému kapalina – kapalina je obvykle tvořena částicemi o několik řádů větších, než jsou částice typických koloidních systémů, ale i přesto mají mnoho společných vlastností jako je termodynamická nestálost v důsledku vysokého stupně polydisperzity, či adsorpce látek z roztoku na fázová rozhraní a sedimentace částic [5, s. 306]. Filmy disperzního prostředí mezi kapkami však dosahují koloidních rozměrů [1, s. 172]. Tato disperzní soustava je tvořena nejméně dvěma látkami, z nichž jedna má lipofilní charakter, je tedy s vodou nemísitelná a zkráceně bývá označována jako olej, od čehož je odvozeno i označení O. Zde se nejčastěji vyskytují látky, jako jsou tuky, vosky, či uhlovodíky. Druhá fáze je vždy tvořena látkami hydrofilními, tedy ve vodě rozpustnými, které se nazývají jako voda a označují se V [6, s. 131 - 132]. V praxi se lze setkat jak s přirozenými, tak i uměle připravenými emulzemi, a to v různých odvětvích. Velké uplatnění emulze nacházejí hlavně při výrobě kosmetických prostředků, v potravinářství, farmacii a v průmyslu např. při výrobě plastických hmot. I když mají širokou škálu využití, v některých průmyslových odvětvích jsou také nevídané, neboť znesnadňují dělení kapalných fází a často zvyšují viskozitu, což může být nežádoucí např. při zpracování ropy [1, s. 172].

2 KLASIFIKACE EMULZÍ

Běžné emulze jsou klasifikovány podle:

- polárnosti disperzního podílu a disperzního prostředí;
- koncentrace disperzního podílu v soustavě [7, s. 293].

2.1 Klasifikace dle polárnosti disperzního podílu a prostředí

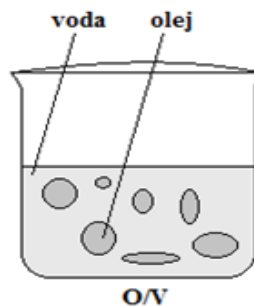
Podle této klasifikace se rozlišují emulze prvního druhu, neboli přímé, kdy se jedná o nepolární nebo slabě polární kapaliny v kapalině polární, které bývají běžně nazývány jako emulze oleje ve vodě (O/V) a emulze druhého druhu neboli obrácené, kdy se jedná o emulze kapaliny polární v kapalině nepolární, které bývají označovány jako emulze vody v oleji (V/O) [7, s. 293].

Typ emulze se dá určit stanovením vlastností disperzního prostředí dané emulze, kdy se:

- zjišťuje schopnost emulze smáčet hydrofilní povrch – smáčí pouze emulze typu V/O;
- ověřuje možnost zředování emulze polárními či nepolárními rozpouštědly – každou emulzi je možno ředit kapalinou, která se mísí s jejím disperzním prostředím, tedy emulze O/V se bude snadno mísit např. s čistou vodou a emulzi V/O je možno ředit nepolárními kapalinami. Zředování se provádí na podložním sklíčku;
- zkoumá schopnost emulze zbarvit se po zavedení barviva rozpustného v disperzním prostředí – v emulzích O/V se rozpouští např. methylenová modř, či methyloranž a v emulzích V/O např. červeň Sudan III, či fuchsin;
- emulze pozorují v ultrafialovém světle – olejová fáze v emulzích má schopnost fluoreskovat, ve fluorescenčním mikroskopu poskytuje emulze O/V obraz zářících kapek na temném pozadí a u emulze V/O jsou kapky temné na zářícím pozadí;
- stanovuje elektrická vodivost dané emulze – ta je dána vodivostí jejího disperzního prostředí, emulze typu V/O nevykazují pozorovatelnou vodivost na rozdíl od emulzí O/V, které mají vodivost poměrně vysokou. Ke stanovení typu emulze lze použít i jednoduchého elektrického obvodu, v němž je indikátorem procházejícího proudu sériově zařazená neonová doutnavka [7, s. 294], [1, s. 172], [8, s. 238].

2.1.1 Emulze prvního druhu

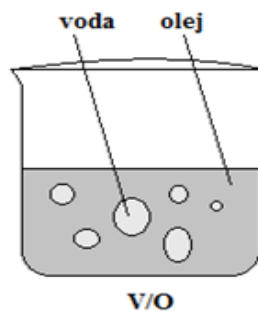
Emulze 1. druhu se označují jako O/V (Obr. 1). Disperzním prostředím je v tomto systému kapalina polárnější, např. voda a dispergovanou, nepolární kapalinou, může být např. olej. Olejová fáze bývá obvykle v tomto typu emulze zastoupena z 10 až 35 % [7, s. 293], [1, s. 172], [9, s. 421], [10, s. 514].



Obr. 1. Emulze typu O/V [6, s. 132]

2.1.2 Emulze druhého druhu

Emulze 2. druhu bývají obvykle označovány jako V/O (Obr. 2). Zde je disperzním prostředím kapalina nepolární (olej) a kapalinou dispergovanou kapalina polární (voda) [7, s. 293], [1, s. 172], [9, s. 421].



Obr. 2. Emulze typu V/O [6, s. 131]

2.2 Klasifikace dle koncentrace disperzního podílu

Dle koncentrace disperzního podílu se rozeznávají emulze:

- zředěné;
- koncentrované;
- vysoce koncentrované (gelovité) [1, s. 172].

2.2.1 Zředěné emulze

Jde o emulze, v nichž dispergovaná fáze tvoří maximálně 2 % z celkového objemu, přičemž průměr kapek je zpravidla 10^{-7} m, díky čemuž se dá říct, že mají rozměry blízké velikostem koloidních částic [1, s. 172].

2.2.2 Koncentrované emulze

Koncentrované emulze v monodisperzních systémech mohou dosáhnout koncentrace disperzního podílu až 74 obj. %, což odpovídá nejtěsnějšímu geometrickému uspořádání kulovitých částic, a v systémech polydisperzních, kde malé kapičky mohou vyplnit prostory mezi kapkami velkými, mohou být i koncentrovanější [1, s. 172].

2.2.3 Vysoce koncentrované emulze

Na rozdíl od obou předešlých případů, u emulzí gelovitých jsou kapky dispergovaného podílu uloženy tak těsně, až dochází k jejich vzájemným deformacím. Nabývají tak tvar mnohostěnnů, jež jsou od sebe odděleny tenkými filmy, tedy vrstvičkami disperzního prostředí a emulgátoru [1, s. 172].

2.3 Klasifikace dle velikosti rozptýlených částic

Emulze se dělí dle velikosti rozptýlených částic na:

- makroemulze;
- mikroemulze;
- nanoemulze [11, s. 317], [5, s. 11].

2.3.1 Makroemulze

Velikost částic je větší než 100 nm, přičemž nejčastěji 100 - 1000 nm. Jde o zakalené, mléčně zbarvené disperze vzájemně nemísitelných kapalin, jež jsou termodynamicky nestabilní, a pokud jsou stabilizovány, mají tendenci se rozkládat. K jejich výrobě je zapotřebí energie, neboť nejsou schopny spontánního vzniku. Bývá využívána jak energie mechanická, kde se řadí např. míchání, tak i energie chemická, kde se řadí např. zastoupení daných fází v emulzi. Makroemulze jsou vysoce viskózní systémy, které mohou být stabilní i několik let, avšak nakonec vždy dojde k jejich rozdělení na olejovou a vodnou fázi

[12, s. 97]. Jde o potravinářsky významné emulze. Příkladem makroemulzí je mléko, pleťové krémy, či majonézy [13, s. 133], [11, s. 317].

2.3.2 Mikroemulze

Velikost částic se pohybuje od 10 do 100 nm a jde o izotropní, čiré emulze s nízkou viskozitou [13, s. 133], [11, s. 317], [14, s. 41]. Tyto emulze jsou kineticky stabilní avšak termodynamicky nestabilní systémy, které se od ostatních typů emulzí mimo své fyzikální vlastnosti liší i jejich schopností tvořit se spontánně [15, s. 61].

2.3.3 Nanoemulze

Jde o emulze skládající se z kapek, jejichž velikost se v mnohých literárních zdrojích liší, nejčastěji však bývá uváděna v rozmezí 20 – 200 nm, nebo 50 - 500 nm [16, s. 127]. Tyto kapky jsou díky silnému Brownovu pohybu, který je způsoben jejich nano velikostí, odolné vůči gravitaci, a tedy odolné vůči krémování a sedimentaci, díky čemuž vydrží i několik let. Ačkoli krémování, kromě velikosti částic, závisí i na poměru hustot obou fází, kdy více viskózní nanoemulze jsou vůči krémování méně odolnější, než ty méně viskózní, i když mají stejně velké kapky [17, s. 462 - 464]. Nanoemulze jsou ve většině případů průhledné, termodynamicky stabilní systémy, jež bývají též nazývány jako miniemulze [18, s. 3], [19, s. 41].

2.4 Zvláštní typy emulzí

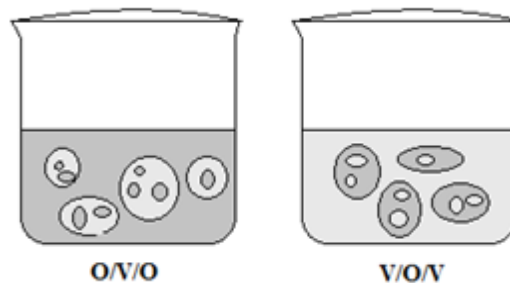
Kromě emulzí dělených dle velikosti rozptýlených částic se lze setkat i s emulzemi kritickými a složenými, které se řadí do tzv. zvláštních typů emulzí [1, s. 172, 173].

2.4.1 Kritické emulze

Zvláštním druhem emulzí jsou tzv. kritické emulze, které mohou existovat pouze ve velmi úzkém teplotním intervalu a vyznačují se nestálostí disperzního podílu, kdy kapky těchto emulzí se v soustavě neustále tvoří a zároveň zanikají. Obvykle jsou tvořeny ze dvou omezeně mísitelných kapalin při teplotě, která je blízká kritické rozpouštěcí teplotě, kdy je na rozhraní velmi malé mezifázové napětí ($10^{-5} \text{ N} \cdot \text{m}^{-1}$) a k dispergování jedné kapaliny kapalinou druhou stačí pouze tepelný pohyb molekul [1, s. 172].

2.4.2 Složené emulze

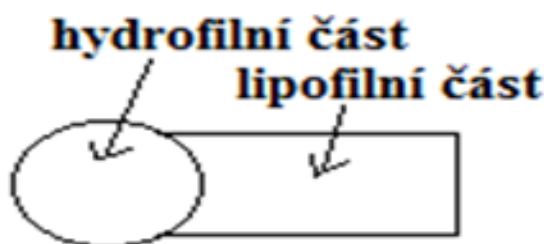
Lze se setkat i s tzv. složenými emulzemi (Obr. 3), kde např. kapky emulze O/V obsahují drobné kapky vody, popř. i složitější systémy. Tyto emulze bývají označovány jako O/V/O či V/O/V. Tyto typy emulzí jsou obvykle připravovány dispergací ve dvou krocích za použití jak hydrofilního, tak i hydrofóbního emulgátoru, popř. mohou vznikat v důsledku nerovnoměrného rozdělení emulgátoru v různých mikroskopických oblastech soustavy při inverzi fází. Stabilita těchto systémů je vzhledem k velké ploše fázového rozhraní ještě menší než u jednoduchých emulzí [1, s. 173], [10, s. 515, 516].



Obr. 3. Složené emulze [6, s. 133]

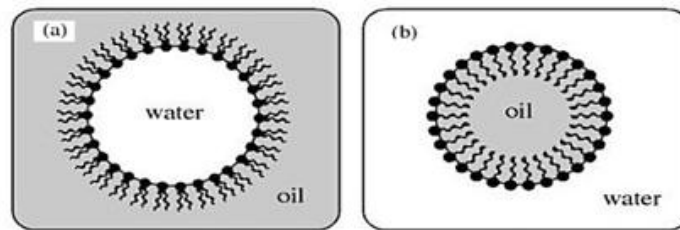
3 EMULGÁTORY

Emulgátory jsou povrchově aktivní látky (PAL), které se shromažďují především na rozhraní fází, kde utvářejí vrstvu, čímž umožňují vznik emulzí. Přítomnost vrstvy emulgátoru se projeví snížením povrchového napětí, které je způsobeno narušením vazeb mezi molekulami přítomných kapalin [6, s. 134], [20, s. 192], [21, s. 399]. Emulgátory jsou tvořeny dvěma částmi, a to částí hydrofilní, která je dobře rozpustná ve vodě a částí lipofilní, která se zase dobře rozpouští v tucích (Obr. 4). Díky spojení těchto dvou protikladů v jedné molekule mají tyto PAL možnost rozpustnosti jak ve vodné, tak i olejové fázi [6, s. 134].



Obr. 4. Schématické znázornění molekuly PAL [6, s. 134]

Polární část molekuly, kterou tvoří hydrofilní skupina, ve vodném prostředí vytváří tzv. solvatační obal, kde jsou molekuly vody pomocí vodíkových můstků vázány právě okolo polární části dané PAL. Velikost solvatačního obalu je závislá na polaritě a velikosti hydrofilní skupiny a dále potom na teplotě roztoku, kdy s rostoucí teplotou narůstá rychlost pohybu molekul, díky čemuž je těžší molekuly v něm udržet. Obecně platí, že částice emulgátoru by měly být ve styku s oběma kapalnými fázemi, přičemž by měly mít preferenci pro fázi vnější. Ve vodě rozpustné emulgátory pak bývají využívány do emulzí typu O/V (např. palmitát sodný) a emulgátory rozpustné v oleji naopak v emulzích typu V/O (např. cetylalkohol) [6, s. 134], [22, s. 258]. Účinek emulgátorů spočívá ve tvorbě adsorpčního filmu na povrchu kapek disperzní fáze, přičemž se částice emulgátorů orientují tak, že svou hydrofóbní částí míří do nepolární složky a lyofilním zbytkem do fáze polární (Obr. 5) [3, s. 14, 15].



Obr. 5. (a) stabilizace emulze typu O/V, (b) stabilizace emulze typu V/O [3, s. 14, 15]

Vlastnosti specifické pro daný emulgátor, použitý pro výrobu emulze, do značné míry rozhoduje o základních vlastnostech vytvořené emulze a proto je jeho výběr omezen právě tím, aby v daném systému co nejlépe splňoval požadavky na něj uplatňované [8, s. 242].

4 KLASIFIKACE EMULGÁTORŮ

Emulgátory jsou nejčastěji klasifikovány podle:

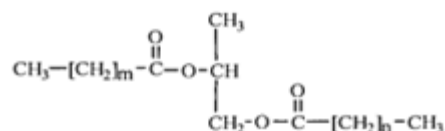
- 1) struktury polární části molekuly;
- 2) původu;
- 3) vlastností hydrofilní a lipofilní části molekuly;
- 4) schopnosti tvořit, či netvořit ionty s emulgátory [20, s. 193].

4.1 Klasifikace emulgátorů dle struktury polární části molekuly

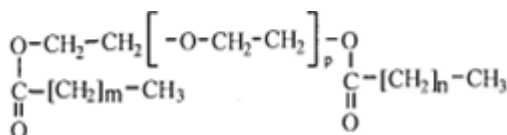
Emulgátory se dle struktury polární části molekuly klasifikují na estery glykolů, estery glycerolu a jejich deriváty, estery sorbitanů, estery sacharózy, estery hydroxykyselin a lecitin a jeho deriváty [20, s. 193 - 196].

- a) Estery glykolů (např. s propan-1,2-diolem)

Jde o estery mastných kyselin s propylenglykolem a polyethylenglykolem (Obr. 6, 7), jež jsou získávány přímou esterifikací, popřípadě enzymovými reakcemi. Jejich použití je omezené na emulze typu O/V [20, s. 193].



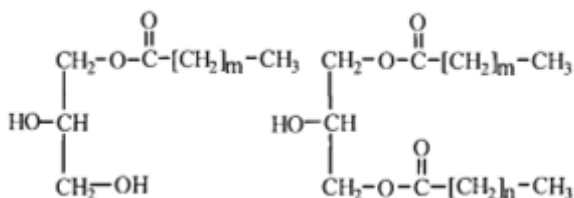
Obr. 6. Diester propylenglykolu [20, s. 193]



Obr. 7. Diester polyethylenglykolu [20, s. 193]

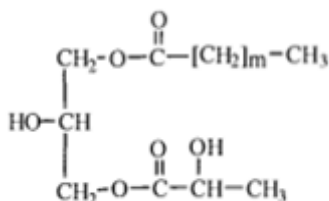
b) Estery glycerolu a jejich deriváty (např. parciální estery glycerolu)

Do této skupiny se zařazují mono a diacylglyceroly (Obr. 8), parciální estery glycerolu, získávané glycerolýzou, nebo přímou esterifikací tuků [20, s. 193], [23, s. 54].



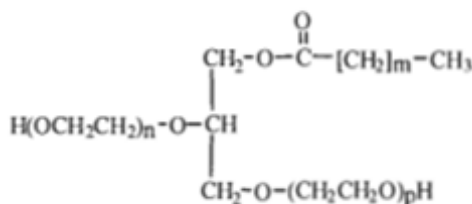
Obr. 8. 1-monoacetyl glycerol a 1,3-diacylglycerol [20, s. 193]

Dalšími zástupci jsou estery monoacylglycerolů a diacylglycerolů, jejichž emulgační schopnost je pro řadu účelů lepší. Vznikají esterifikací monoacylglycerolů organickými kyselinami jako např. kyselinou mléčnou, octovou či citrónovou, popř. jejich směsí (Obr. 9) [20, s. 194].



Obr. 9. 1-acetyl-3-laktát [20, s. 193]

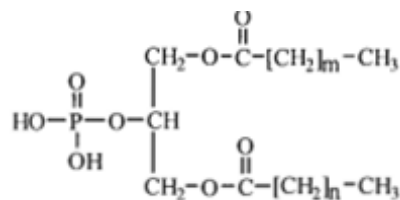
Etery monoacylglycerolů (Obr. 10) a diacylglycerolů vznikají reakcí parciálních esterů glycerolu s ethylenoxidem, či propylenoxidem v alkalickém prostředí. Vzniklé produkty mají různě dlouhé boční řetězce, které jsou někdy i větvené [20, s. 194].



Obr. 10. Polyethylenglykolový ether monoacylglycerolu [20, s. 193]

Mastné kyseliny je možno esterifikovat také za pomoci polyglycerolů, které vznikají v alkalickém prostředí z glycerolu. V kyselém prostředí z glycerolu ve větší míře vznikají různé cyklické produkty [20, s. 194].

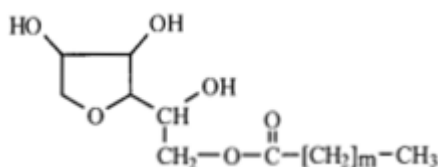
Posledním typem esterifikace mono a diacylglycerolů je esterifikace oxidem fosforečným, kdy např. esterifikací 1,3-diacylglycerolu vznikne 1,3-diacylglycerol-2-fosforečná kyselina (2-fosfatidová kyselina) (Obr. 11) [20, s. 194].



Obr. 11. 2-fosfatidová kyselina [20, s. 195]

c) Estery sorbitanů (estery produktů dehydratace sorbitanu)

Estery sorbitolu (D-glucidolu) a vyšších mastných kyselin jsou významnou skupinou neionogenních emulgátorů, přičemž nejdůležitějšími jsou produkty odvozené od 1, 4-sorbitanu (Obr. 12), 1, 5-sorbitanu a 2, 5-sorbitanu. Jako SPANY jsou označovány směsi mono až triesterů různých opticky aktivních anhydridů, které jsou používány jako lipofilní emulgátory, jejichž vlastnosti jsou obdobné jako mají mono a diacylglyceroly, ale jejich emulgační schopnost je vyšší [20, s. 195].

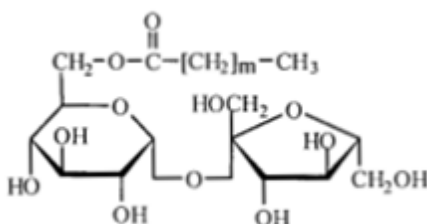


Obr. 12. Tween odvozený od 1, 4-sorbitanu [20, s. 196]

d) Estery sacharózy (parciální estery)

Estery vyšších mastných kyselin se sacharózou (Obr. 13) jsou speciální skupinou emulgátorů, které jsou získávány z methylesterů mastných kyselin za pomoci reesterifikace sacharózou v prostředí dimethylformamidu, popř. dimethylsulfoxidu za katalýzy alkalickými činidly. Nejpoužívanějšími jsou monoestery, jež jsou silně polární, ve vodě rozpustné (stabilizují tedy emulze typu O/V) emulgátory, jejichž hodnota HLB je vyšší než 16.

Dále jsou pak využívány i diestery, které se používají ke stabilizaci opačného typu emulze (V/O) a jejich hodnota HLB je 7 - 13. Připravit lze také triestery a tetraestery [20, s. 196].

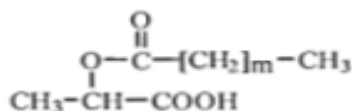


Obr. 13. 6-monoester sacharózy [20, s. 196]

Dále lze esterifikací esterů glycerolu sacharózou získat směs různých esterů sacharózy a glycerolu (tzv. cukroglyceridy), jejichž polarita je přibližně stejná jako u monoacylglycerolů [20, s. 196].

a) Estery hydroxykyselin (např. kyseliny mléčné, vinné)

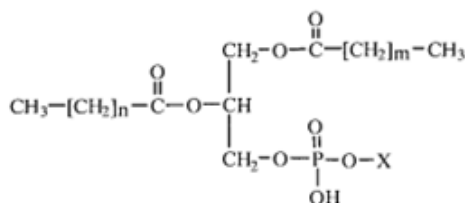
Mastné kyseliny mohou být také přímo esterifikovány hydroxykyselinami, z nichž nejpoužívanější je kyselina mléčná (Obr. 14), pak vznikají estery zvané laktáty a kyselina vinná [20, s. 196].



Obr. 14. Ester monomerní kyseliny mléčné [20, s. 196]

e) Lecithin a jeho deriváty

Jako lecithin (Obr. 15) bývá označován fosfatidylcholin (1,2-diacylglycerol-3-fosfocholin), popř. směs přírodních fosfolipidů, která je používána jako emulgátor. Hlavní surovinou pro získání lecithinu je surový sójový olej, který obsahuje asi 1 – 3 % lecithinu, který je z něj získáván rafinací. Dalšími, méně významnými zdroji této látky, jsou např. vejce, či oleje. Z chemického hlediska je hlavní složkou lecithinu fosfatidylcholin, a dále je pak obsažen fosfatidylethanolamin, fosfatidylserin a fosfatidylinositol. Tmavší, hnědé lecithiny bývají ještě běleny peroxidem vodíku nebo dibenzoylperoxidem, kdy dojde ke vzniku produktů světlejších [20, s. 193].



Obr. 15. Lecithin [20, s. 193]

4.2 Klasifikace emulgátorů dle původu

Emulgátory jsou nejčastěji klasifikovány dle původu na:

- a) přírodní (lecithin, parciální estery glycerolu);
- b) syntetické (ostatní emulgátory) [20, s. 193].

4.3 Klasifikace emulgátorů dle vlastností hydrofilní a lipofilní části molekuly

Podle vlastností hydrofilní a lipofilní části molekuly lze emulgátory klasifikovat na:

- a) hydrofilní;
- b) lipofilní [20, s. 193].

4.4 Klasifikace emulgátorů dle schopnosti tvořit ionty s emulgátory

Dle schopnosti tvořit ionty s emulgátory lze emulgátory klasifikovat na:

- a) ionické (ionogenní) – hydrofilní část molekuly může být aniontem, kationtem, nebo může mít amfoterní charakter [20, s. 193];
- b) neionické (neionogenní) – hydrofilní část molekuly je neionizovaná, jsou široce využívány především v potravinářství díky tomu, že nejsou ovlivněny tvrdostí a pH vody [19, s. 193], [23, s. 53, 54].

5 HYDROFILNĚ-LIPOFILNÍ ROVNOVÁHA

Hydrofilně lipofilní rovnováha (HLB) bývá u jednotlivých povrchově aktivních látek (PAL) charakterizována číslem obvykle od 3 do 18, které udává její účinnost, tedy afinitu k určité fázi emulze. Molekula s vysokou hodnotou HLB obsahuje velký podíl hydrofilních skupin v poměru se skupinami lipofilními a naopak molekula s nízkou hodnotou HLB obsahuje vysoký podíl lipofilních skupin v porovnání se skupinami hydrofilními. Lze tedy říci, že tato hodnota stanovuje také rozpustnost dané molekuly v olejové, či vodné fázi dané emulze. Pokud je HLB nižší, tedy v rozmezí od 3 do 6, obsahuje převážně hydrofilní skupiny a takovéto emulgátory stabilizují tedy emulze typu V/O. Když je ale HLB v rozmezí 10 až 18, je zde obsah převážně hydrofilních skupin a dochází tedy ke stabilizaci emulzí typu O/V. Povrchově aktivní látky se středně vysokým HLB, tedy v rozmezí 7 až 9, nemá preferenci v rozpustnosti v olejové či vodné fázi, ale tyto látky jsou považovány za dobré smáčedlo. Pokud má daná látka HLB nižší než 3, nebo naopak vyšší než 18, jedná se o zvláštní PAL, které mají tendence přednostně se hromadit v olejové či vodné fázi, spíše než na rozhraní těchto dvou fází. Obecně lze říct, že maximální stabilita emulze O/V je dosažena za použití emulgátoru s HLB 10 – 12 a maximální stabilita emulze V/O je dosažena za použití emulgátoru, jehož HLB je v rozmezí 3 – 5. U PAL s ostatními hodnotami HLB hrozí v daných emulzních systémech zvýšené nebezpečí výskytu koalescence [7, s. 297], [24, s. 131, 132], [25, s. 133], [26, s. 654, 655].

Mnoha různým hydrofilním a lipofilním skupinám bylo, jak lze vidět v Tab. 1, přiděleno tzv. skupinové číslo.

Tab. 1. Vybrané skupiny a jejich HLB hodnoty [24, s. 131]

Hydrofilní skupina	HLB hodnota	Lipofilní skupina	HLB hodnota
-SO ₄ ⁻ Na ⁺	38,7	-CH-	0,475
-COO ⁻ H ⁺	21,2	-CH ₂ -	0,475
Terciální amin	9,4	-CH ₃	0,475
Ester sorbitanu	6,8	-CH=	0,475
Ester glycerolu	5,25		
-COOH	2,1		
-OH	1,9		
-O-	1,3		
-(CH ₂ -CH ₂ -O)-	0,33		

Součtem těchto čísel všech lipofilních i hydrofilních skupin a jejich následným dosazení do Rov. 1, lze vypočítat hodnotu HLB dané PAL.

Hydrofilně-lipofilní rovnováha systému je nejčastěji počítáno dle vzorce Daviese a Rideala [27, s. 272]:

$$HLB = 7 + \Sigma \text{ čísla hydrofilních skupin} - \Sigma \text{ čísla lipofilních skupin} \quad (1)$$

Příklady hodnot HLB pro jednotlivé surfaktanty jsou znázorněny v Tab. 2 [24, s. 131, 132].

Tab. 2. HLB čísla vybraných surfaktantů [24, s. 132]

Název surfaktantu	HLB hodnota
Sodium lauryl sulfate	40
Sodium stearyl lactylate	22
Potassium oleate	20
Sucrose monoester	20
Sodium oleate	18
Decaglycerol monooleate	14
Soy lecithin	8
Decaglycerol hexaoleate	7
Glycerol monolaurate	5,2
Sucrose trimester	5

Vzhledem ke zlepšení celkové funkčnosti PAL v komerčních produktech bývá vhodné HLB hodnoty dosaženo za pomoci kombinace dvou či více PAL s různými HLB hodnotami [24, s. 132].

Hlavní nevýhodou koncepce HLB je to, že se při ní nebere v úvahu skutečnost, že vlastnosti molekul PAL jsou významně měněny v závislosti na teplotě a jiných podmínkách. Z tohoto důvodu je možné, že emulgátor, který je schopen stabilizovat emulze O/V dokáže při změně teploty, a to i přesto, že má stále stejnou chemickou strukturu molekuly, stabilizovat emulzi V/O. Dalším omezením je, že HLB hodnota musí být stanovena pro různé oleje, neboť závisí také na typu oleje, jež byl použit [24, s. 133].

6 PŘÍPRAVA EMULZÍ

Emulze bývají nejčastěji připravovány emulzifikací, což je mechanická dispergace disperzního podílu v disperzním prostředí za přítomnosti vhodného emulgátoru. Dispergované kapaliny se intenzivně promíchávají, protřepávají, podrobují se vibracím pomocí míchadel, koloidních mlýnů, ultrazvuku, či emulgátorů, což vede ke vzájemnému pronikání obou nemísitelných kapalin. Pronikající kapaliny vytvářejí lamely, popř. vlákna, jež se brzo rozpadají a vytvářejí kapky. V některých případech je nutno získané polydisperzní emulze ještě dodatečně homogenizovat ve speciálních homogenizátorech, čímž dojde k značnému zvýšení stálosti emulzí. Po emulzifikaci následuje homogenizace, díky níž dochází k zmenšení velikosti přítomných kapek a následně jejich stabilizace pro delší stabilitu systému [1, s. 176], [7, s. 300], [8, s. 239].

Emulze je možno připravovat kromě metody přidavku jednoho emulgátoru i za pomoci několika dalších postupů, a to:

- 1) pomocí elektrolytů;
- 2) studenou emulzifikací;
- 3) PIT metodou [1, s. 176].

6.1 Emulzifikace

Při emulzifikaci je mechanická práce přeměňována v mezifázovou energii na rozhraní olej/voda, která se mnohonásobně zvětší, díky čemuž je vzniklý disperzní systém značně nestálý. Emulgátory mají vedle stabilizačního účinku také schopnost snižovat mezifázovou energii, čímž proces emulzifikace značně usnadňují zejména, poklesne-li mezifázové napětí pod 10 mN/m. Při použití některých emulgátorů s rozvětveným řetězcem dochází ke snižování mezifázové energie dokonce pod 1 mN/m. V takovémto případě stačí k dispergování následně velmi malé turbulence za vzniku spontánní emulzifikace, která hraje významnou úlohu v procesech spojených s trávením a vstřebáváním potravy v organismech. Při spontánní emulzifikaci se vzniklé vysokodisperzní rovnovážné soustavy liší od běžných emulzí jejich termodynamickou stabilitou [1, s. 176], [7, s. 301], [8, s. 239].

Na výsledek emulgování má mimo povahy emulgátoru a druhu mechanického působení vliv i řada dalších podmínek, jako např. teplota, kvalitativní poměr fází apod.. Pokud

jsou ale podmínky stejné, jsou stabilnější méně koncentrované emulze, neboť srážky jejich částic jsou méně pravděpodobné [7, s. 300].

6.2 Homogenizace

Hrubé emulze získané emulgací bývají ještě dodatečně homogenizovány za pomoci homogenizátorů. K tomuto účelu bývají nejčastěji používány homogenizační zařízení, díky kterým jsou dispergovány kapky emulze za pomoci jejich protlačování otvory malých rozměrů za působení vysokých tlaků [7, s. 300].

6.2.1 Homogenizační zařízení

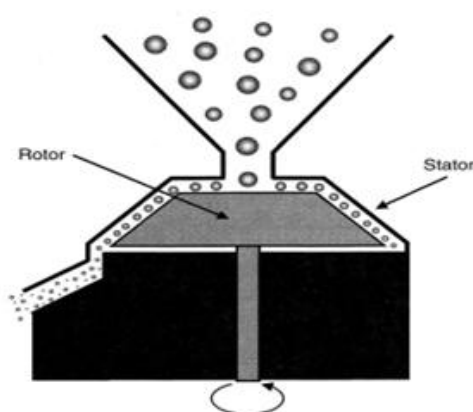
Existuje řada homogenizačních zařízení, z nichž každé má své výhody a nevýhody. Výběr vhodného homogenizačního zařízení závisí na mnoha různých faktorech, jako např. na rozsahu výroby, vlastnostech výchozího materiálu, požadované velikosti kapek dispergované fáze, fyzikálně-chemických vlastnostech konečné emulze a také na provozních podmínkách. V Tab. 3 je patrné srovnání různých typů zařízení používaných na homogenizaci emulzi [28, s. 440], [24, s. 249].

Tab. 3. Srovnání různých typů homogenizačních zařízení [24, s. 238]

Typ homogenizátoru	Relativní energetická účinnost	Minimální velikost kapek [μm]	Viskozita
vysokorychlostní mixér	nízká	2	nízká až střední
koloidní mlýn	střední	1	střední až vysoká
vysokotlaký homogenizér	vysoká	0,1	nízká až střední
ultrazvuková sonda	nízká	0,1	nízká až střední
mikrofluidizér	vysoká	< 0,1	nízká až střední
membránový homogenizér	velmi vysoká	0,3	nízká až střední

6.2.1.1 Koloidní mlýny

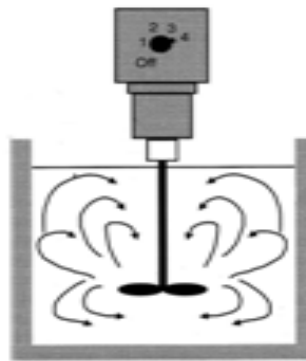
Jde o zařízení určené pro nepřetržitě emulgace, které jsou hojně používány v potravinářství k homogenizaci středně a vysoce viskózních kapalin. Rozeznává se několik druhů koloidních mlýnů s různým výkonem, avšak princip jejich působení je vždy podobný. Koloidní mlýn je tvořen rotorem (rotujícím diskem) a státorem (statickým diskem), který je nastavitelný nastavovacím kroužkem (Obr. 16). Povrch obou částí koloidních mlýnů může být hladký, hrubý, či plochý. Hrubé kapaliny, obvykle ve formě hrubé disperze, jsou přiváděny do mezery, kde dochází k rozbíjení kapek za pomoci působení vysoké rychlosti otáčení rotoru, který vykazuje vysoké smykové napětí. Smykové napětí lze nastavit změnou velikosti mezery a rychlosti otáčení. Velikost kapek lze zmenšit za pomoci snížení průtoku dané emulze. Rozsah průtoku emulzí zařízením lze měnit v rozsahu 4 až 20 000 l/hod. Velikost kapek, která je typická pro koloidní mlýn je 1 až 5 nm [28, s. 440], [29, s. 134], [24, s. 251].



Obr. 16. Schéma koloidního mlýnu [24, s. 251]

6.2.1.2 Vysokorychlostní mixér

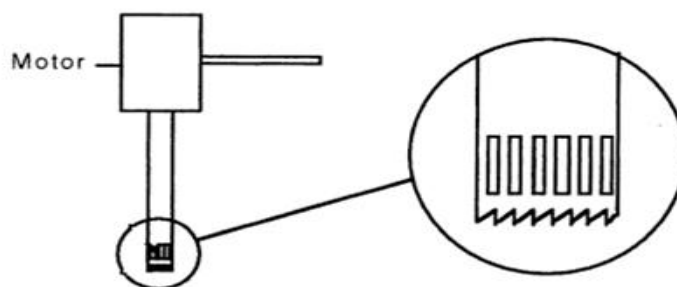
Toto zařízení (Obr. 17) je nejčastěji používaným homogenizačním zařízením, a to především v potravinářském průmyslu. Olejová i vodná fáze jsou po nalití do nádoby míchány míchadlem při vysokých otáčkách (až 3600 ot./min.). Do emulze mohou být přidávány různé přísady, a to jak před začátkem homogenizačního procesu, tak i v jeho průběhu. [28, s. 531], [24, s. 249].



Obr. 17. Vysokorychlostní mixér [24, s. 249]

6.2.1.3 Ultra-turrax

Jde o vysokorychlostní homogenizační zařízení, jejíž hlavní součástí je vertikální trubice, která je zakončena zuby, a na jejíž spodní části se nacházejí otvory (Obr. 18). Druhou částí tohoto zařízení je motor, jímž je trubka poháněná. Rotace uvnitř trubice způsobuje, že vzorek je vytlačen ven skrz otvory ve spodní části trubky. Tímto mechanismem dochází k neustálému rozrušování kapek dané emulze na kapky menší za pomoci smyku mezi rotační a stacionární částí trubky. Tento typ homogenizátoru je velmi účinný a k homogenizaci stačí pouze krátká doba [30, s. 43, 44], [37, s. 71], [32, s. 36, 37].

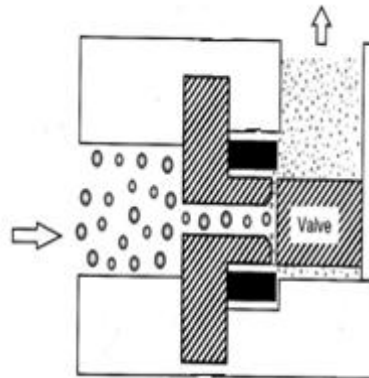


Obr. 18. Ultra-turrax [30, s. 43]

6.2.1.4 Vysokotlaké homogenizátory

Tento typ homogenizátoru je nejčastěji využíván pro výrobu jemných emulzí. Toto zařízení je složeno z čerpadla, které vtahuje hrubé emulze do komory a dále je pak vede přes úzký ventil až k výstupu (Obr. 19). Minimální velikost kapek, jež je možno za pomoci vyso-

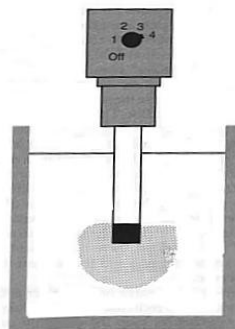
kotlakých homogenizátorů vytvořit, se obvykle pohybuje mezi 0,1 až 1 μm [33, s. 531], [24, s. 253].



Obr. 19. Schéma vysokotlakého homogenizátoru [24, s. 253]

6.2.1.5 Ultrazvukové homogenizátory

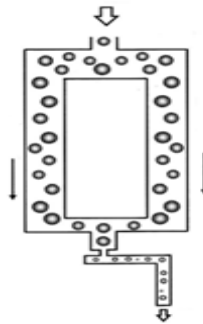
Principem tohoto zařízení (Obr. 20) je využívání vysoké intenzity ultrazvukových vln, jež v použitém materiálu vytvářejí intenzivní smykový a tlakový gradient. Pro vytvoření stabilní emulze je obvykle zapotřebí ponechat emulzi v tomto homogenizačním zařízení po dobu od několika sekund až několik minut. Mezi faktory ovlivňující účinnost homogenizačního procesu se řadí zejména intenzita, délka trvání a frekvence ultrazvukových vln. Emulze bývají tvořeny pomocí ultrazvukových vln s frekvencí 20 až 50 kHz, kdy s rostoucí frekvencí homogenizační účinnost klesá. Ultrazvukové homogenizátory bývají používány hlavně v průmyslu pro přípravu potravinářských emulzí [24, s. 254].



Obr. 20. Ultrazvukový homogenizátor [24, s. 254]

6.2.1.6 Mikrofluidizér

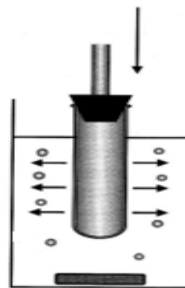
Pomocí mikrofluidizéru (Obr. 21) je možno vytvářet emulze s extrémně malými kapkami, a to buď primární, nebo sekundární homogenizací. Nejmenší objem, který je toto zařízení schopno produkovat v laboratorním měřítku je 10 ml. U průmyslových mikrofluidizérů bývají používány tlaky až 275 mPa, přičemž u laboratorních modelů bývá využíváno podobných tlaků. Velikost kapek, které jsou za pomoci tohoto zařízení získány je menší než $0,1 \mu\text{m}$ [24, s. 255]



Obr. 21. Mikrofluidizer [24,s.255]

6.2.1.7 Membránové homogenizátory

Membránové homogenizátory (Obr. 11) mají pevnou membránu, která obsahuje malé póry, skrz něž prochází používané kapaliny. Velikost vytvořených kapek je závislá na průměru pórů přítomných v membráně, povrchovém napětí mezi olejovou a vodnou fází emulze, transmembránovém tlaku a průtoku kapalin membránou. Pro výrobu emulzí V/O bývají využívány hydrofóbní membrány, zatímco pro výrobu emulzí O/V bývají využívány membrány hydrofilní. Za pomoci těchto zařízení je možno vytvořit emulze obsahující kapky velké přibližně $0,3 \mu\text{m}$ [24, s. 256, 257].



Obr. 22. Membránový homogenizátor [24, s. 257]

6.3 Příprava emulzí pomocí elektrolytů

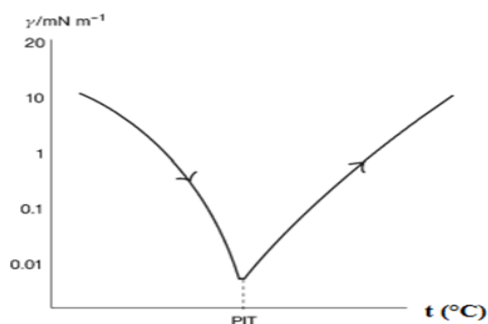
Dalším způsobem přípravy emulzí je smísení alkoholových roztoků s vodou. Některé olejovité látky lze ve vodě emulgovat, když místo obvyklého použití emulgátoru se využijí elektrolyty. Nevýhodou těchto systémů je menší stálost v porovnání se systémy stabilizovanými emulgátory. Se zvyšující se koncentrací elektrolytu v emulzi roste i jejich stálost. K přípravě emulzí tímto způsobem bývají využívány mechanická zařízení jako koloidní mlýny, či míchadla o vysokém počtu otáček. Principem vzniku emulzí je prvotní vytvoření poměrně velkých kapek, které jsou následně vystaveny účinkům napětí, deformujících je na elipsoidy, které se posléze rozpadají na velký počet malých kapek. Vzniklé emulze jsou poměrně hrubé a polydisperzní [8, s. 239].

6.4 Studená emulzifikace

Studená emulzifikace je pojem vyjadřující přípravu emulzí za pomoci dvou různých emulgátorů, z nichž jeden má nižší HLB než je požadováno a druhý má HLB vyšší. Kombinací těchto dvou emulgátorů je dosaženo požadované HLB hodnoty systému. Při přípravě emulzí tímto způsobem se nejprve rozpustí vypočítané množství emulgátoru s nižším HLB v olejové fázi a emulgátor s vyšším HLB ve fázi vodné. Takto připravené fáze s emulgátory jsou následně smíchány a dále již klasicky připravovány [34, s. 107].

6.5 PIT metoda

Teplota inverze fází (Obr. 23), známá též pod označením PIT, je teplota, při níž dochází k inverzi fází, tedy obratu emulze V/O na emulzi typu O/V, či naopak. Jedná se o jednu z nejvíce používaných nízkenergetických metod výroby emulzí, která je založena na změnách rozpustnosti neionogenních PAL s polyoxyethylenovými řetězci [35, s. 8].



Obr. 23. Závislost povrchového napětí na teplotě (PIT) [36, s. 28]

V teplotě fázové inverze je povrchové napětí mezi olejovou a vodnou fází emulze nejnižší, stejně jako velikost přítomných kapek. Vzhledem k nízké hodnotě povrchového napětí je nutno k výrobě emulze vynaložit pouze minimální mechanickou práci, avšak emulze v teplotě fázové inverze je značně nestabilní, tudíž její malé kapky rychle splývají, a proto je nutno emulzi rychle ochladit, čímž dojde ke vzniku stabilní emulze s malými kapkami [37, s. 359], [17, s. 464, 465], [38, s. 291]. Metoda PIT je použitelná pouze pro emulze, jež vykazují inverzi fází při určité teplotě. Teplota fázové inverze je ovlivněna především HLB a koncentrací použitých PAL, polaritou olejové fáze, poměrem obou fází a přítomností přídatných látek. Teplota fázové inverze je měněna délkou hydrofóbního polyoxyethylenového řetězce, čímž se stává molekula hydrofilnější, či hydrofóbnější [37, s. 359].

Jsou známy dva typy fázové inverze, a to fázová inverze přechodná, označována také jako TPI a inverze katastrofická, k jejíž označení bývá využívána zkratka CPI. Fázová inverze přechodná je ovlivňována faktory ovlivňujícími HLB hodnotu daného systému, např. může jít o teplotu, či koncentraci elektrolytů. Katastrofická inverze je na rozdíl od předešlé fázové inverze vyvolána zvýšením objemového podílu disperzní fáze [38, s. 291], [39, s. 10]. Využití PIT metody je převážně pro průmyslové emulze [17, s. 464, 465].

7 VLASTNOSTI EMULZÍ

Vlastnosti emulzí závisí vedle povahy emulgátoru, především také na koncentraci dispergovaných částic. U zředěných emulzí typu O/V částice disperzní fáze vykonávají Brownův pohyb, nesou záporný elektrický náboj a lze je za pomoci elektrolytů koagulovat, přičemž se stoupajícím mocenstvím kationtů stoupá i jejich koagulační schopnost. U koncentrovaných emulzí je charakteristické, že jejich stálost je nutno uměle zvyšovat přidávkem vhodného emulgátoru [8, s. 241].

7.1 Základní charakteristiky

Emulze bývají charakterizovány především svým vzhledem a barvou, dále elektrickou vodivostí, viskozitou, texturou, možností jejich barvení či mísitelností [1, s. 175].

- a) Barva a vzhled - jde většinou o kalné, opaleskující, v případě koncentrovanějších emulzí neprůhledné systémy, jejichž vzhled závisí na koncentraci a velikosti částic disperzního prostředí a dále na indexu lomu obou fází, kdy v případě, že se index lomu obou kapalných složek emulze shoduje, mohou být tyto emulze až transparentní. Většina emulzí typu O/V jsou bílé, popř. světle žluté barvy. [1, s. 175], [8, s. 240], [40, s. 22].
- b) Elektrické vlastnosti – částice emulzí typu O/V nesou záporný náboj, jeví elektroforetickou pohyblivost a lze je koagulovat elektrolyty, kdy jejich koagulační schopnost stoupá s mocenstvím kationtů [1, s. 175], [41, s. 41].
- c) Viskozita – u zředěných emulzí je viskozita často řízena Einsteinovou rovnicí. U koncentrovaných emulzí viskozita již tolik nezávisí pouze na viskozitě disperzního prostředí, ale i na viskozitě emulgátoru a na poměru objemů obou kapalných fází. U těchto systémů je možno pozorovat jejich neneutonské chování [1, s. 175].
- d) Textura – textura dané emulze je dána její vnější fází. Emulze typu O/V je obvykle vodnatá až krémovitá, zatímco emulze typu V/O je spíše olejovitá až mastná. Tento rozdíl mezi oběmi emulzemi se zvyšující se viskozitou stává méně zřetelný [41, s. 41].

- e) Barvení – emulze lze zbarvit, a to za použití barviv rozpustných v kontinuální fázi dané emulze. Pokud je kontinuální fází voda, lze použít např. methylenovou modř, naopak v oleji rozpustné je např. barvivo fuchsin [41, s. 41].
- f) Mísitelnost – emulze je snadno mísitelná s kapalinou, která v ní zaujímá postavení kontinuální fáze. Vodou ředitelná je tedy emulze O/V, kdežto emulze V/O lze ředit olejem [41, s. 41].

8 STABILITA EMULZÍ

Stabilitu emulze lze rozdělit do několika skupin. Řadí se zde stabilita agregátní, dále chemická a biologická a v neposlední řadě také termodynamická a kinetická stabilita [24, s. 270].

8.1 Agregátní stabilita

Jelikož jsou emulze agregátně nestálé soustavy (mají přebytek volné energie na fázové rozhraní), je pro zajištění její dostatečné životnosti nutné danou emulzi vhodným způsobem stabilizovat, přičemž způsob stabilizace závisí na koncentraci emulze. Agregátní nestálost emulzí se projevuje samovolnou tvorbou agregátů kapek a jejich následující koalescencí, v mezním případě až destrukcí emulze a jejího rozdělení na dvě vrstvy, z nichž každá odpovídá jedné kapalině přítomné v emulzi. Na stálost emulze má velký vliv i to, zda je emulze v klidu, či vystavena otřesům, odstředování, změnám teploty, nebo jiným vlivům vedoucím k jejímu zániku, neboli separaci na makroskopické fáze. Agregátní stálost emulze je obvykle charakterizována rychlostí rozdělení emulze na vrstvy, popř. dobou životnosti jednotlivých kapek ve vzájemném kontaktu s fázovým rozhraním a největší vliv na ní má povaha emulgátoru a jeho obsah v soustavě [1, s. 173], [7, s. 295, 296], [42, s. 2].

8.2 Termodynamická a kinetická stabilita

Termodynamická stabilita udává, zda daný proces, tedy rozpad emulze, proběhne či ne. Narozdíl od stability kinetické, která udává rychlost, za jakou k rozpadu dané emulze dojde. V praxi je zvláště důležitá kinetická stabilita, která umožňuje určit dobu, po kterou si daná emulze zachovává žádoucí vlastnosti [24, s. 272].

8.3 Chemická a biologická stabilita

Existuje mnoho chemických a biochemických reakcí, které mohou mít negativní dopad na kvalitu emulzí. Do této skupiny jsou řazeny především oxidace lipidů, hydrolyzy biopolymerů u emulzí, které obsahují příchutě (např. potravinářské emulze) a degradace pigmentů u emulzí barvených. Nejčastější zástupce této kategorie, oxidace lipidů, vede k rozvoji nežádoucích příchutí, což je důležité především u potravinářských emulzí, a dále pak může

dojít až k produkci potenciálně toxických reakčních produktů a v některých případech i k podpoře fyzikální nestability emulzí [24, s. 339].

8.4 Separace na základě gravitačních sil

Kapky přítomné v emulzi mají různou hustotu, což je důležitý parametr pro separaci na základě gravitačních sil, neboť pokud mají kapky dispergované fáze nižší hustotu než kapalina, v níž jsou rozptýleny, dochází ke vzlínání těchto kapek směrem vzhůru. V opačném případě, tedy pokud mají kapky dispergované fáze hustotu vyšší než je hustota disperzní kapaliny, dochází k pohybu kapek směrem dolů. Jevy probíhající v emulzích na základě gravitačních sil jsou znázorněny na Obr. 24. Obecně lze říct, že v emulzích na základě působení gravitačních sil probíhá [24, s. 273]:

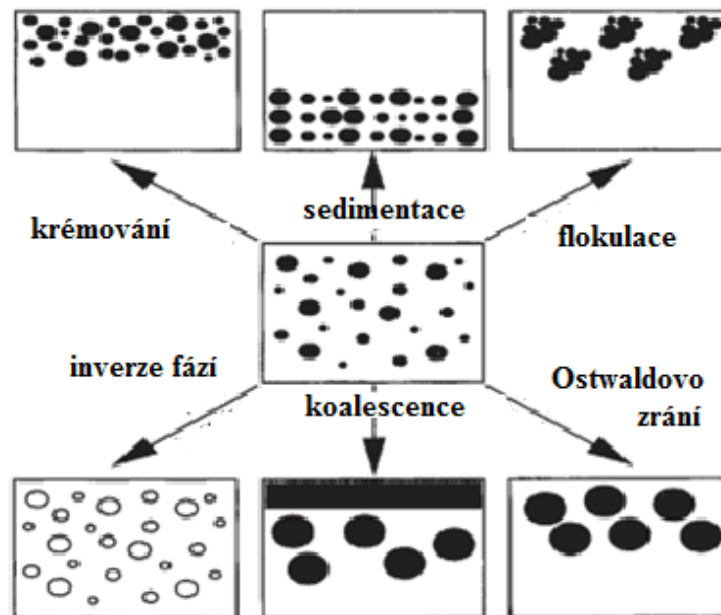
- koalescence – spojování malých kapek v kapky větší a zároveň zmenšení plochy fázového rozhraní. Vznikající kapky pak následně sedimentují, což probíhá především v koncentrovaných emulzích, kde je koalescence hlavním faktorem určujícím dobu životnosti dané emulze [1, s. 173];
- flokulace – ta může být slabá a reverzibilní, ale i silná a nevratná. Principem flokulace je slučování jednotlivých částic rozptýlených v emulzi do větších celků, kdy jednotlivé kapky neztrácí svůj individuální charakter. K této situaci dochází v případě, že energetická bariéra je malá, popř. chybí úplně [43, s. 314], [38, s. 150];
- krémování – jedná se o reverzibilní proces, ve kterém dochází vlivem gravitace, popř. za pomoci použití odstředivky, k pohybu kapek dispergované kapaliny směrem vzhůru.

V horní části systému dojde k vytvoření koncentrované vrstvy dispergované fáze, přičemž velikost kapek zůstává stejná. Ke krémování dochází, pokud je hustota dispergované fáze dané emulze menší, než je hustota fáze disperzní. Za použití opatrného míchání se v emulzi může dosáhnout obnovy původního rovnoměrného rozložení kapek [8, s. 240], [44, s. 13];

- sedimentace – schopnost sedimentovat má disperzní fáze emulze, ale pouze v případě, že se nejedná o vysoce koncentrované, či gelovité emulze, u nichž z důvodu těsného uložení částic sedimentace není možná. Sedimentace závisí na poměru hustot obou přítomných kapalin, přičemž hustota dispergované fáze emulze musí převyšovat

hustotu disperzního prostředí. Při tomto ději dochází k sedimentaci kapek dispergované fáze emulze směrem dolů [1, s. 175], [8, s. 240];

- Ostwaldovo zrání – dochází ke zvětšení průměru přítomných částic, kdy současně dochází ke snižování jejich počtu, což je způsobeno difúzí dispergované fáze skrz fázi kontinuální [44, s. 13], [43, s. 608], [45, s. 111].



Obr. 24. Separace částic na základě gravitačních sil [36, s. 2]

8.5 Stabilizace emulze

Emulze je možno stabilizovat jak za pomoci použití vhodného emulgátoru, tak i za pomoci stabilizace elektrickou dvojrůstvou. Stabilizaci elektrickou dvojrůstvou je možno uplatnit pouze ve zředěných emulzích, kde elektrická dvojrůstva vzniká v důsledku různé rozpustnosti kationtů (více rozpustné ve vodné fázi) a aniontů (více rozpustné v olejové fázi) ve vodné a olejové fázi. Pokud v systému nejsou přítomny elektrolyty, může dojít ke vniku elektrické dvojrůstvy důsledkem adsorpce hydroxoniových nebo hydroxidových iontů z vody na fázovém rozhraní. Odpudivé síly mezi kapkami pak brání následné koalescenci tím více, čím je elektrická dvojrůstva silnější a také čím je náboj kapky větší, přičemž se zvyšující se koncentrací elektrolytu náboj kapky roste, kdežto šířka dvojrůstvy klesá. Elektrická dvojrůstva není schopna sama v dostatečné míře stabilizovat koncentrovanou emulzi, což je dáno tím, že potenciální spád mezi oběma fázemi probíhá na obou stranách

fázového rozhraní, ale jako ζ potenciál se může uplatnit jen jeho část na vnější straně rozhraní. Ke stabilizaci dané emulze je pak proto nutno využít přídavku emulgátoru [1, s. 173], [8, s. 241].

8.5.1 Nejdůležitější činitelé rozhodující o stabilizaci emulzí

Mezi hlavní činitele, kteří rozhodují o stabilizaci emulzí, se řadí především schopnost tvorby emulgátorového filmu kolem jednotlivých kapek, snížení mezifázového napětí, vliv elektrického náboje kapek a také viskozitu disperzního prostředí [8, s. 241].

- 1) Tvorba emulgátorového filmu kolem jednotlivých kapek – v koncentrovanějších emulzích je již nutno životnost emulzí zajistit např. přidáním vhodné další složky (emulgátoru), jehož úkolem je na povrchu kapek vytvořit adsorpční film takových mechanických vlastností, které by při tepelné nebo sedimentační srážce dvou kapek zabránily jejich následné koalescenci. Je tedy nutné, aby docházelo k hromadění použitého emulgátoru na rozhraní dvou fází, kde by měl vytvářet soudržný a elastický film, který by však nejevil adhezi k filmům vytvořeným okolo jiných kapek, čímž stabilizační účinek vytvořeného filmu dále roste. Z tohoto důvodu jsou jako emulgátory vhodné látky schopné gelace, či asociace ve velké micely vázané ve filmu dostatečně silnými mezimolekulárními silami [1, s. 174], [8, s. 241];
- 2) Snížení mezifázového napětí – snížením mezifázového napětí mezi přítomnými kapalinami za použití emulgátorů, jakožto látek hromadících se na rozhraní fází, se docílí zvýšení stálosti vznikající disperzní soustavy [8, s. 242];
- 3) Vliv elektrického náboje kapek – faktor vlivu elektrického náboje kapek již při stabilizaci nehraje tak podstatnou roli. Dá se ale říci, že s rostoucím nábojem kapek vzrůstá i stálost dané emulze [8, s. 242];
- 4) Viskozita disperzního prostředí – stejně jako předchozí faktor i tento se uplatňuje při stabilizaci již v menší míře, kdy se dá říct, že s rostoucí viskozitou disperzního prostředí vzrůstá i stálost emulze [8, s. 242].

Pokud se změní podmínky, za kterých je stabilizován určitý typ emulze tak, aby se vytvořily vhodné předpoklady pro stabilizaci emulze opačného typu, může dojít k obrácení, tzv. inverzi fází, neboli přeměně typu emulze. Příčinou tohoto jevu mohou být změny fyzikální, které vedou k dostatečné změně v poměru rozpustnosti emulgátoru v obou fázích,

popř. chemické, jejichž principem je změna emulgátoru na stabilizátor opačného typu emulze. Prvním impulzem pro vyvolání těchto změn je obvykle změna teploty nebo koncentrace emulgátoru, popř. přidavek elektrolytu. Tento jev je vratný, a to především pokud je způsoben změnami fyzikálního charakteru [1, s. 175, 176], [8, s. 245].

9 DEEMULGACE

Né vždy je vznik emulzí vítaným jevem, a proto je někdy nutno je i rozrážet (deemulgovat), neboli oddělovat jednu fázi od fáze druhé. Pro rozrážení emulzí existuje několik metod, jejichž výběr závisí na konkrétní emulzi, kdy obecně platí, že emulze koncentrované se rozrušují lépe, a proto u méně koncentrovaných emulzí se velmi často před vlastním rozrážením její koncentrace zvyšuje přidavkem disperzního podílu při nezměněné koncentraci použitého emulgátoru za současného promíchávání a protřepávání [1, s. 176], [8, s. 245], [40, s. 29].

9.1 Metody používané pro rozrážení emulzí

Pro rozrážení emulzí je možno použít metody mechanické, chemické, termické, nebo elektrické [1, s. 176].

- a) Mechanické metody – při použití mechanických metod může mít nevhodná volba podmínek za následek spíše stabilizaci emulze, místo jejího rozražení. Mezi metody mechanického rozražení emulzí se zařazuje odstředování, vibrace, šlehání a pro zředěné emulze filtrace materiálem, jež je smáčen pouze disperzním prostředím (např. uhličitán vápenatý pro emulzi O/V) [1, s. 176], [8, s. 245].
- b) Chemické metody – emulze stabilizované za použití emulgátoru lze rozrušit přidavkem emulgátoru podporujícího vznik emulze opačného typu (důležité je přidání přesného množství, aby nedošlo k inverzi fází), přidavkem povrchově aktivní látky, která je schopná vytěsnit emulgátor z fázového rozhraní, ale zároveň nesmí být schopná stabilizace emulze, nebo vysolením použitého emulgátoru, kdy dochází ke snížení jeho rozpustnosti přidavkem velkého množství elektrolytu [1, s. 176], [7, s. 301], [8, s. 245].
- c) Termické metody – nejpoužívanější termickou metodou je rozražení emulzí za pomoci vysoké teploty použité pod tlakem, nebo výjimečně též naopak za pomoci vymrazování. V některých případech může mít za následek rozražení emulze i destilování, což je již ale kombinace metody termické s mechanickou [1, s. 176], [8, s. 245].

- d) Elektrické rozrážení – emulze typu O/V bývají rozráženy stejnosměrným napětím (200 – 600 V), kdy dochází k oddělení dispergovaných kapek od vodné fáze za pomoci elektroforézy. Za pomoci střídavého napětí (> 11000 V) pak dochází k rozrážení emulze typu V/O, kdy změny směru elektrického pole vyvolají prudké srážky kapek, při kterých dochází k rozrušení filmu vytvořeného emulgátorem a následné koalescenci [1, s. 176], [8, s. 245].

10 VYUŽITÍ EMULZÍ

Emulze jsou velice rozšířeny, a to jak v přírodním, tak i syntetickém stavu. Mezi nejčastěji se vyskytující přírodní emulze se řadí zejména mléko, dále pak např. rostlinné šťávy. Mimo v přírodě se vyskytující emulze dochází v různých odvětvích i k výrobě syntetických emulzí, které jsou využívány např. jako maziva, margaríny, nebo i kosmetické krémy [7, s. 293]. V praxi se s emulzemi můžeme setkat v různých průmyslech, a to nejčastěji v potravinářském průmyslu, ve farmacii, kosmetice, ale i např. v průmyslu plastových, či asfaltových hmot nebo v zemědělství. Avšak existují i odvětví, kde jsou emulze nevítaným jevem, kde je tomu např. při zpracování ropy [1, s. 172].

10.1 Potravinářský průmysl

V potravinářství jsou emulze využívány nejčastěji ze všech odvětví. Kromě přírodních emulzí jako je mléko jsou zde často synteticky vyráběny i další emulze. V tomto odvětví se uplatňují jak emulze O/V, tak i V/O. Příkladem často využívané emulze typu V/O je např. máslo. Omáčky a majonézy jsou naopak emulzemi typu O/V [4, s. 352].

10.2 Kosmetický průmysl

V kosmetických prostředcích emulze nalézají také široké uplatnění, a to jak v péči o tělo, pleť, nebo vlasy, tak i v dekorativní kosmetice. Mezi příklady kosmetických emulzí typu O/V se zařazují tělová mléka a příkladem emulze typu V/O jsou např. pleťové krémy [11, s. 89].

10.3 Farmaceutický průmysl

Ve farmacii nejsou emulze tak rozšířené jako v potravinářství, či kosmetických prostředcích, avšak i zde si emulze nachází své uplatnění. Nejčastěji využívanými emulzními systémy ve farmaceutickém průmyslu jsou především masti a krémy [7, s. 293].

10.4 Další využití emulzí

Dále se využívají emulzní systémy jako podlahové čističe, či leštidla, v zemědělství jsou ve formě emulzních systémů vyráběny např. pesticidy. Dále se zde zařazují emulze využívané v asfaltovém průmyslu, nebo v průmyslech jiných [1, s. 172].

11 CÍL DIPLOMOVÉ PRÁCE

Cílem diplomové práce bylo provést literární rešerši na téma emulze, způsoby jejich přípravy a využití. Dále pak zhodnotit možnosti využití různých typů homogenizačních zařízení pro přípravu emulzí a získané poznatky kriticky zhodnotit.

Cílem diplomové práce je dále nalezení optimálních podmínek pro emulzní systém O/V za pomoci použití dvou různých typů emulgátorů a vysokorychlostního homogenizačního zařízení Ultra-turrax. U takto vyrobených emulzí budou dále sledovány jejich základní charakteristiky, jako je velikost částic a stabilita.

II. PRAKTICKÁ ČÁST

12 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

12.1 Použité chemikálie a zařízení

- destilovaná voda
- n-undekan, p.a., Reachim
- Brij 30, Sigma - Aldrich
- Brij 92, Sigma - Aldrich
- Brij 98, Sigma - Aldrich
- imezní cedrový olej, Merci
- ethanol 96%
- běžné laboratorní sklo
- digitální váhy, Kern EW
- kovový stojan
- Ultra-turrax T-25 homogenizér, IKA (Německo)
- plastové pasteurovy pipety
- plastové eppendorfky
- plastové zkumavky (15 ml), Biologix
- mikroskop Olympus CX41 (Japonsko)
- fotoaparát – Olympus (Japonsko)
- počítač s programem Quick PHOTO PRO 2.0
- podložní sklíčka
- krycí sklíčka (22 x 22 mm)
- Zeta Sizer Nano Series – Nano ZS 90, Malvern
- automatická mikropipeta (5 – 10 μ l), Intech, Merci
- automatická mikropipeta (100 – 1000 μ l), Intech

- injekční stříkačka (23 ml), Chirana
- stříkačkový filtr
- chladnička Samsung
- termostat (laboratorní přístroje Praha)

13 SLOŽENÍ EMULZÍ

Všechny emulze byly typu O/V a byly připravovány z olejové fáze, kterou vždy tvořil n-undekan a fáze vodné, která byla zastoupena destilovanou vodou. K těmto fázím byly přidávány příslušné emulgátory (Tab. 4), a to do vodné fáze Brij 98 a do fáze olejové Brij 30, popř. Brij 92, v závislosti na požadované hodnotě HLB systému.

Tab. 4. Přehled použitých emulgátorů

Druh emulgátoru	Hodnota HLB	Rozpustnost
Brij 30	9,7	olejová fáze
Brij 92	4,9	olejová fáze
Brij 98	15,3	vodná fáze

Celkové množství směsi emulgátorů tvořilo vždy 3, či 5 % z emulze, při HLB hodnotách 9,5; 10; 10,5; 11 a 11,5. Vlastní příprava emulzí byla prováděna za pomoci vysokorychlostního homogenizačního zařízení Ultra-turrax.

13.1 Výpočet jednotlivých složek emulze

Pro výpočet potřebného množství jednotlivých emulgátorů v daných emulzích byla použita Rov. 2:

$$HLB = x_1 \cdot HLB_1 + x_2 \cdot HLB_2 \quad (2)$$

kde: x_1 – hmotnostní zlomek olejové fáze;

x_2 – hmotnostní zlomek vodné fáze;

HLB_1 – hodnota HLB emulgátoru rozpustného v olejové fázi;

HLB_2 – hodnota HLB emulgátoru rozpustného ve vodné fázi.

13.1.1 Výpočet jednotlivých složek emulze

Pro výpočet množství jednotlivých složek pro emulzi typu O/V, poměru 3/97 s HLB hodnotou systému 10,5 o celkové hmotnosti 30 g, byl jako olejová fáze použit n-undekan a jako fáze vodná destilovaná voda. Do olejové fáze byl přidán emulgátor Brij 30 s $HLB = 9,7$ a do vodné fáze Brij 98 s $HLB = 15,3$. Požadovaná HLB hodnota systému byla 10,5.

Příklad výpočtu množství emulgátorů v emulzi:

$$\begin{array}{l} \uparrow \quad 100 \text{ hm. \%} \dots\dots\dots 30 \text{ g} \quad \uparrow \\ \quad \quad \underline{3 \text{ hm. \%} \dots\dots\dots x \text{ g}} \quad \quad \uparrow \end{array}$$

$$x = (30 \cdot 3) / 100$$

$$x = 0,9 \text{ g (emulgátorů)}$$

Příklad výpočtu hmotností jednotlivých fází:

$$30 - 0,9 = 29,1 \text{ g}$$

$$\begin{array}{l} \uparrow \quad 100 \% \dots\dots\dots 29,1 \text{ g} \quad \uparrow \\ \quad \quad \underline{1\% \dots\dots\dots x \text{ g}} \quad \quad \uparrow \end{array}$$

$$x = (29,1 \cdot 1) / 100$$

$$x = 0,291 \text{ g}$$

$$\text{Olejová fáze (undekan): } 3 \cdot 0,291 = 0,873 \text{ g}$$

$$\text{Vodná fáze (destilovaná voda): } 97 \cdot 0,291 = 28,227 \text{ g}$$

Příklad výpočtu hmotností jednotlivých emulgátorů:

$$\text{HLB} = x_1 \cdot \text{HLB}_1 + x_2 \cdot \text{HLB}_2$$

$$10,5 = \frac{m_1}{m_s} \cdot 9,7 + \frac{(0,9 - m_1)}{m_s} \cdot 15,3$$

$$10,5 = \frac{m_1}{0,9} \cdot 9,7 + \frac{(0,9 - m_1)}{0,9} \cdot 15,3$$

$$9,45 = 9,7m_1 + 13,77 - 15,3m_1$$

$$5,6m_1 = 4,32$$

$$m_1 = 0,7714 \text{ g (Brij 30)}$$

$$m_2 = (m_s - m_1)$$

$$m_2 = (0,9 - 0,7714)$$

$$m_2 = 0,1286 \text{ g (Brij 98)}$$

kde: m_1 – hmotnost emulgátoru rozpustného v olejové fázi v g (Brij 30);

m_2 – hmotnost emulgátoru rozpustného v olejové fázi v g (Brij 98);

m_s – celková hmotnost emulgátorů v emulzi (g).

13.2 Příprava emulzí

Jednotlivé složky emulzí (Tab. 5 – 14) byly vždy s přesností na 0,001 g postupně naváženy za pomoci laboratorních vah do 150 ml kadinky. Dále byla tato směs převedena do skleněné zkumavky, která byla následně připevněna do kovové úchytky k homogenizačnímu zařízení Ultra-turrax. Samotná homogenizace byla prováděna po dobu 20 minut při rychlosti 13 400 ot./min. a laboratorní teplotě (25 °C). V průběhu vlastní homogenizace byly v 1., 5. a 20. minutě odebírány vzorky plastovými paseurovými pipetami do plastových 1 ml eppendorfových zkumavek. Tyto vzorky pak byly použity k následnému měření velikosti částic na přístroji Zeta Sizer. Takto vyrobené emulze byly rozděleny do tří plastových zkumavek. První zkumavka byla následně umístěna do chladničky, kde byla skladována při 4 °C, druhá zkumavka byla vložena do termostatu, který byl nastaven na 37 °C, a poslední zkumavka byla ponechána při laboratorní teplotě 25 °C.

Tab. 5. Hmotnosti jednotlivých složek emulze s 3 % emulgátorů a HLB = 9,5

Obsah emul- gátorů [%]	Poměr O/V	Hmotnost ole- jové fáze [g]	Hmotnost vodné fáze [g]	Hmotnost Brij 92 [g]	Hmotnost Brij 98 [g]
3	3/97	0,873	28,227	0,5019	0,3981
	5/95	1,455	27,645	0,5019	0,3981
	10/90	2,910	26,190	0,5019	0,3981
	15/85	4,365	24,735	0,5019	0,3981
	20/80	5,820	23,280	0,5019	0,3981
	25/75	7,275	21,825	0,5019	0,3981
	30/70	8,730	20,370	0,5019	0,3981

Tab. 6. Hmotnosti jednotlivých složek emulze s 3 % emulgátorů a HLB = 10

Obsah emulgátorů [%]	Poměr O/V	Hmotnost olejové fáze [g]	Hmotnost vodné fáze [g]	Hmotnost Brij 92 [g]	Hmotnost Brij 98 [g]
3	3/97	0,873	28,227	0,4587	0,4413
	5/95	1,455	27,645	0,4587	0,4413
	10/90	2,910	26,190	0,4587	0,4413
	15/85	4,365	24,735	0,4587	0,4413
	20/80	5,820	23,280	0,4587	0,4413
	25/75	7,275	21,825	0,4587	0,4413
	30/70	8,730	20,370	0,4587	0,4413

Tab. 7. Hmotnosti jednotlivých složek emulze s 3 % emulgátorů a HLB = 10,5

Obsah emulgátorů [%]	Poměr O/V	Hmotnost olejové fáze [g]	Hmotnost vodné fáze [g]	Hmotnost Brij 92 [g]	Hmotnost Brij 98 [g]
3	3/97	0,873	28,227	0,7714	0,1286
	5/95	1,455	27,645	0,7714	0,1286
	10/90	2,910	26,190	0,7714	0,1286
	15/85	4,365	24,735	0,7714	0,1286
	20/80	5,820	23,280	0,7714	0,1286
	25/75	7,275	21,825	0,7714	0,1286
	30/70	8,730	20,370	0,7714	0,1286

Tab. 8. Hmotnosti jednotlivých složek emulze s 3 % emulgátorů a HLB = 11

Obsah emulgátorů [%]	Poměr O/V	Hmotnost olejové fáze [g]	Hmotnost vodné fáze [g]	Hmotnost Brij 92 [g]	Hmotnost Brij 98 [g]
3	3/97	0,873	28,227	0,6911	0,2089
	5/95	1,455	27,645	0,6911	0,2089
	10/90	2,910	26,190	0,6911	0,2089
	15/85	4,365	24,735	0,6911	0,2089
	20/80	5,820	23,280	0,6911	0,2089
	25/75	7,275	21,825	0,6911	0,2089
	30/70	8,730	20,370	0,6911	0,2089

Tab. 9. Hmotnosti jednotlivých složek emulze s 3 % emulgátorů a HLB = 11,5

Obsah emulgátorů [%]	Poměr O/V	Hmotnost olejové fáze [g]	Hmotnost vodné fáze [g]	Hmotnost Brij 92 [g]	Hmotnost Brij 98 [g]
3	3/97	0,873	28,227	0,6107	0,2893
	5/95	1,455	27,645	0,6107	0,2893
	10/90	2,910	26,190	0,6107	0,2893
	15/85	4,365	24,735	0,6107	0,2893
	20/80	5,820	23,280	0,6107	0,2893
	25/75	7,275	21,825	0,6107	0,2893
	30/70	8,730	20,370	0,6107	0,2893

Tab. 10. Hmotnosti jednotlivých složek emulze s 5 % emulgátorů a HLB = 9,5

Obsah emulgátorů [%]	Poměr O/V	Hmotnost olejové fáze [g]	Hmotnost vodné fáze [g]	Hmotnost Brij 92 [g]	Hmotnost Brij 98 [g]
5	3/97	0,855	27,645	0,8365	0,6635
	5/95	1,425	27,075	0,8365	0,6635
	10/90	2,850	25,650	0,8365	0,6635
	15/85	4,275	24,225	0,8365	0,6635
	20/80	5,700	22,800	0,8365	0,6635
	25/75	7,125	21,375	0,8365	0,6635
	30/70	8,550	19,950	0,8365	0,6635

Tab. 11. Hmotnosti jednotlivých složek emulze s 5 % emulgátorů a HLB = 10

Obsah emulgátorů [%]	Poměr O/V	Hmotnost olejové fáze [g]	Hmotnost vodné fáze [g]	Hmotnost Brij 92 [g]	Hmotnost Brij 98 [g]
5	3/97	0,855	27,645	0,7644	0,7356
	5/95	1,425	27,075	0,7644	0,7356
	10/90	2,850	25,650	0,7644	0,7356
	15/85	4,275	24,225	0,7644	0,7356
	20/80	5,700	22,800	0,7644	0,7356
	25/75	7,125	21,375	0,7644	0,7356
	30/70	8,550	19,950	0,7644	0,7356

Tab. 12. Hmotnosti jednotlivých složek emulze s 5 % emulgátorů a HLB = 10,5

Obsah emulgátorů [%]	Poměr O/V	Hmotnost olejové fáze [g]	Hmotnost vodné fáze [g]	Hmotnost Brij 92 [g]	Hmotnost Brij 98 [g]
5	3/97	0,855	27,645	1,2857	0,2143
	5/95	1,425	27,075	1,2857	0,2143
	10/90	2,850	25,650	1,2857	0,2143
	15/85	4,275	24,225	1,2857	0,2143
	20/80	5,700	22,800	1,2857	0,2143
	25/75	7,125	21,375	1,2857	0,2143
	30/70	8,550	19,950	1,2857	0,2143

Tab. 13. Hmotnosti jednotlivých složek emulze s 5 % emulgátorů a HLB = 11

Obsah emulgátorů [%]	Poměr O/V	Hmotnost olejové fáze [g]	Hmotnost vodné fáze [g]	Hmotnost Brij 92 [g]	Hmotnost Brij 98 [g]
5	3/97	0,855	27,645	1,1518	0,3482
	5/95	1,425	27,075	1,1518	0,3482
	10/90	2,850	25,650	1,1518	0,3482
	15/85	4,275	24,225	1,1518	0,3482
	20/80	5,700	22,800	1,1518	0,3482
	25/75	7,125	21,375	1,1518	0,3482
	30/70	8,550	19,950	1,1518	0,3482

Tab. 14. Hmotnosti jednotlivých složek emulze s 5 % emulgátorů a HLB = 11,5

Obsah emulgátorů [%]	Poměr O/V	Hmotnost olejové fáze [g]	Hmotnost vodné fáze [g]	Hmotnost Brij 92 [g]	Hmotnost Brij 98 [g]
5	3/97	0,855	27,645	1,0179	0,4821
	5/95	1,425	27,075	1,0179	0,4821
	10/90	2,850	25,650	1,0179	0,4821
	15/85	4,275	24,225	1,0179	0,4821
	20/80	5,700	22,800	1,0179	0,4821
	25/75	7,125	21,375	1,0179	0,4821
	30/70	8,550	19,950	1,0179	0,4821

13.3 Stabilita připravených emulzí

Stabilita vyrobených emulzí byla sledována jak vizuálně, tak i za pomoci mikroskopu a měření velikosti částic.

13.3.1 Vizuální pozorování

Vizuální pozorování bylo prováděno ihned po přípravě jednotlivých emulzí a dále pak 1., 2., 3., 4. (6.), 7. (8.), 9. (10.), 11. (13.), 14. (15.), 16. (17.), 18. (20) a 21. (22.) den, a následně pak jednou týdně až do 65. dne od přípravy emulzí. Při vizuálním pozorování byla sledována především stabilita dané emulze a její celkový vzhled.

13.3.2 Měření velikosti částic

Pro měření velikosti částic byl využit přístroj Zeta Sizer. Tato metoda měření je založena na rozptylu světla. Měření velikosti částic bylo prováděno jak u vzorků odebraných v 1., 5., a 20. minutě přípravy emulzí, tak i u vzorků uchovávaných při různých teplotních podmínkách.

Ještě před započítím měření velikosti částic jednotlivých emulzí na přístroji Zeta Sizer byly proměřeny různé koncentrace emulze a z výsledků měření tímto přístrojem bylo následně vybráno ředění 1000 μ l filtrované destilované vody na 5 μ l vzorku emulze.

Pro samotné měření byly použity čisté standardní polystyrenové kyvety, do nichž byl napietován 1 ml filtrované destilované vody a 5 μ l dané emulze. Z důvodu uchování teplotní stability daného vzorku byla polystyrenová kyveta zakryta víčkem, a následně byla před vložením do přístroje ještě očištěna za pomoci ubrousku, a to z důvodu odstranění vlhkosti či případných nečistot ulpělých na kyvetě, které by mohly mít za následek chyby v daném měření. Dále byl vzorek emulze pomocí programu automaticky proměřen a výsledná data velikosti částic zaznamenána.

13.3.3 Mikroskopování

K mikroskopickému sledování emulzí byl použit mikroskop OLYMPUS CX41, na něhož byl připojen fotoaparát Olympus a také počítač s programem Quick PHOTO PRO 2.0.

Mikroskopie byla prováděna ve stejných časových intervalech jako vizuální pozorování. Samotnému mikroskopování předcházela příprava vzorků, kdy bylo odebráno malé množství emulze za pomoci pasteuovy pipety na podložní sklíčko a následně překryto sklíčkem krycím, na nějž bylo naneseo potřebné množství imerzního oleje. Takto připravený vzorek byl vložen pod mikroskop a za pomoci imerzního objektivu (zvětění 10 x 100 a clona Ph 3) byl vzorek pozorován. Byla sledována především velikost daných molekul emulzí, které byly měřeny za pomoci programu Quick PHOTO PRO 2.0 a následně zaznamenávány, a dále pak přítomnost či absence Brownova pohybu. Z mikroskopování byly pořizovány fotografické záznamy za pomoci fotoaparátu připojeného na mikroskop.

14 VÝSLEDKY A DISKUZE

Na základě předešlých zkušeností byly všechny emulze vyráběny pomocí systému dvou emulgátorů, neboli metodou tzv. studené emulzifikace, a to za pomoci vysokorychlostního homogenizačního zařízení Ultra-turrax. Jednotlivé emulze typu O/V byly připravovány v celkovém množství 30 g, kdy jako olejová fáze byl použit n-undekan a fází vodnou tvořila destilovaná voda (viz. výše). Hydrofilně-lipofilní hodnoty systému byly zvoleny na hodnotu 9,5; 10, 10,5; 11 a 11,5, a poměry olejové a vodné fáze na 3/97, 5/95, 10/90, 15/85, 20/80, 25/75 a 30/70. Jak již bylo zmíněno výše, systém dvou emulgátorů byl tvořen vždy dvěma emulgátory v zadaných procentech, tj. emulgátory v emulzích tvořily 3, popř. 5 % daného systému. Jako emulgátory byly použity Brij 98, Brij 92, popř. Brij 30 pro získání nižšího HLB systému. Emulze byly připravovány na vysokorychlostním homogenizačním zařízení Ultra-turrax při 13 400 ot./min. po dobu 20 minut, kdy v průběhu homogenizace byly odebírány vzorky emulzí k následnému měření velikosti částic na přístroji Zeta Sizer. Vyrobené emulze byly následně uchovávány při různých teplotních podmínkách a vizuálně, i mikroskopicky sledovány, a také u nich byly měřeny velikosti částic.

14.1 Vliv HLB hodnoty systému na stabilitu emulzí

Stabilita emulzí je závislá na mnoha parametrech, jako jsou např. procentuální zastoupení emulgátorů v dané emulzi, rychlost homogenizace, teplota skladování, ale také HLB hodnota systému. Díky závislosti stability emulze na HLB hodnotě systému byla tato hodnota měněna v rozmezí 9,5 - 11,5. Vyrobené emulze byly skladovány při různých teplotách, a to jak teplotě laboratorní (25 °C), tak i teplotě nižší (4 °C) a vyšší (37 °C). Jako nejvhodnější HLB hodnoty pro výrobu emulzí byly hodnoty HLB 10,5 a 11, kdy emulze byly déle stabilní než emulze se stejným poměrem emulgátorů, které byly připravovány i uchovávány za stejných podmínek, jak uvádí Tab. 15 a 16.

Tab. 15. Porovnání stability emulzí s poměrem O/V = 3/97 a 3 % emulgátorů a různém HLB systému

Obsah emulgátorů [%]	HLB hodnota systému	Poměr O/V	Teplota skladování [°C]	Stabilita emulze [den]
3	9,5	3/97	4	29
		3/97	25	50
		3/97	37	43
	10	3/97	4	36
		3/97	25	43
		3/97	37	43
	10,5	3/97	4	58
		3/97	25	23
		3/97	37	1
	11	3/97	4	22
		3/97	25	64
		3/97	37	64
	11,5	3/97	4	8
		3/97	25	3
		3/97	37	22

Tab. 16. Porovnání stability emulzí s poměrem O/V = 5/95 a 3 % emulgátorů a různém HLB systému

Obsah emulgátorů [%]	HLB hodnota systému	Poměr O/V	Teplota skladování [°C]	Stabilita emulze [den]
3	9,5	5/95	4	15
		5/95	25	1
		5/95	37	50
	10	5/95	4	-
		5/95	25	2
		5/95	37	43
	10,5	5/95	4	58
		5/95	25	65
		5/95	37	1
	11	5/95	4	21
		5/95	25	58
		5/95	37	58
	11,5	5/95	4	3
		5/95	25	3
		5/95	37	36

Pozn. Hodnocení stability emulze: (-) – emulze nebyla stabilní

14.2 Vliv procentního zastoupení emulgátorů na stabilitu emulzí

Dalším parametrem majícím vliv na stabilitu emulzí je procentní zastoupení daných emulgátorů v emulzích. Proto byly připravovány jak emulze s 3% obsahem emulgátorů v systému, tak i s jejich 5% obsahem, a to při jinak stejných podmínkách výroby i následném skladování. Ačkoli bylo očekáváno, že větší množství přítomného emulgátoru v emulzi by mělo mít za následek vznik stabilnějších systémů, ve skutečnosti se tato hypotéza

nepotvrdila. Jak je patrné z Tab. 17, ve většině případů byly emulze stabilnější při 3% obsahu emulgátorů. Emulze s 5% obsahem emulgátorů se podstatně rychleji rozpadaly, než stejné emulze s nižším obsahem emulgátorů, avšak nebylo tomu u 100 % případů (viz. Tab. 18).

Tab. 17. Porovnání stability emulzí s poměrem O/V = 3/97 a 3 %, popř. 5 % emulgátorů a různém HLB systému

HLB hodnota systému	Poměr O/V	Teplota skladování [°C]	Stabilita emulze [den]	
			3 % emulgátorů v systému	5 % emulgátorů v systému
9,5	3/97	4	29	-
	3/97	25	50	-
	3/97	37	43	37
10	3/97	4	36	-
	3/97	25	43	36
	3/97	37	43	-
10,5	3/97	4	58	2
	3/97	25	23	4
	3/97	37	1	0
11	3/97	4	22	0
	3/97	25	64	0
	3/97	37	64	0
11,5	3/97	4	8	0
	3/97	25	3	0
	3/97	37	22	0

Pozn. Hodnocení stability emulze: (-) – emulze nebyla stabilní

Tab. 18. Porovnání stability emulzí s poměrem O/V = 5/95 s 3 %, popř. 5 % emulgátorů a různém HLB systému

HLB hodnota systému	Poměr O/V	Teplota skladování [°C]	Stabilita emulze [den]	
			3 % emulgátorů v systému	5 % emulgátorů v systému
9,5	5/95	4	15	18
	5/95	25	1	37
	5/95	37	50	37
10	5/95	4	-	17
	5/95	25	2	36
	5/95	37	43	36
10,5	5/95	4	58	0
	5/95	25	65	0
	5/95	37	1	0
11	5/95	4	21	30
	5/95	25	58	2
	5/95	37	58	4
11,5	5/95	4	3	3
	5/95	25	3	10
	5/95	37	36	3

Pozn. Hodnocení stability emulze: (-) – emulze nebyla stabilní

14.3 Vliv poměru O/V na stabilitu emulzí

Poměr olejové a vodné fáze emulze je parametr, kterým taktéž dochází k ovlivnění stability připravených emulzí, a proto byly připraveny emulze s poměry O/V = 3/97, 5/95, 10/90, 15/85, 20/80, 25/75 a 30/70, u kterých byla následně sledována stabilita. Z výsledků

bylo zjištěno, že nejstabilnější byly emulze s poměry O/V = 3/97 a 5/95 a nejméně stabilní byly poměry O/V = 20/80, 25/75 a 30/70.

14.4 Vliv teploty na stabilitu a velikost částic emulzí

Teplota je jeden z dalších parametrů, který ovlivňuje stabilitu emulzí nejvíce, a proto byly všechny vyrobené emulze vystaveny různým teplotním zátěžím a byla sledována jejich stabilita. Emulze byly uchovávány při teplotě 25, 4 a 37 °C.

14.5 Vizualní pozorování emulzí

Vizualní pozorování probíhalo vždy tak, že připravené emulze byly pozorovány ihned a pak dále 1., 2., 3., 4. (6.), 7. (8.), 9. (10.), 11. (13.), 14. (15.), 16. (17.), 18. (20) a 21. (22) den po jejich přípravě. Byl sledován především zákal emulzí, počet fází a dále pak přítomnost shluků či krémování, které poukazovaly na rozpad emulze.

Vizualním hodnocením bylo zjištěno, že nejstabilnější byly emulze, které byly skladovány při teplotě 25 °C, tedy laboratorní teplotě, s 3 % emulgátorů, HLB hodnotě systému 10,5, popř. 11 a poměrem olejové a vodné fáze 3/97, popř. 5/95. Nejstabilnější emulze, tedy emulze, které byly stabilní po celou dobu pozorování, jsou zaznamenány v Tab. 19 a 20.

Tab. 19. Přehled nejstabilnějších emulzí s 3 % obsahem emulgátorů a různým HLB systému

Obsah emulgátorů [%]	HLB hodnota systému	Poměr O/V	Teplota skladování [°C]	Stabilita emulze [den]
3	9,5	3/97	25	50
		5/95	37	50
	10	3/97	25	43
		3/97	37	47
		5/95	37	43
	10,5	5/95	25	65
	11	3/97	25	64
		3/97	37	64
		5/95	25	58
		5/95	37	58

Tab. 20. Přehled nejstabilnějších emulzí s 5% obsahem emulgátorů a různým HLB systému

Obsah emulgátorů [%]	HLB hodnota systému	Poměr O/V	Teplota skladování [°C]	Stabilita emulze [den]	
5	9,5	5/95	25	37	
		5/95	37	37	
		10/90	4	37	
		10/90	37	37	
	10	10	3/97	25	36
			5/95	25	36
			5/95	37	36
			11	5/95	4
	9,5	9,5	5/95	25	37
			5/95	37	37

Z Tab. 19 a 20 je patrné, že mezi emulze, které byly celkově určeny jako nejdéle stabilní patřily především emulze s 3% obsahem emulgátorů, HLB = 10,5 a poměru O/V = 5/95 uchovávané při 25 °C, jejichž stabilita byla pozorována i 65. den a emulze s 3% obsahem emulgátorů, HLB = 11 v poměru O/V = 3/97 skladované při teplotách 25 a 37 °C, které byly stabilní i 64. den sledování. Za zmínku stojí také emulze s 3% obsahem emulgátorů, HLB = 11 a poměru O/V = 5/95 skladované při teplotách 25 a 37 °C, které byly stabilní i 58. den po jejich přípravě. Jako nejméně stabilní emulze se ukázaly emulze v poměrech O/V = 20/80, 25/75 a 30/70 a při použití 3 % i 5 % emulgátorů v nezávislosti na HLB hodnotě systému, které se ve většině případů nepodařilo ani připravit, popř. do jednoho týdne po jejich přípravě došlo k rozpadu. Naopak nejstabilnější byly emulze s poměry O/V = 3/97 a 5/95, jejichž stabilita byla různá, od několika dní, po týdny, či dokonce měsíce. U většiny rozpadlých emulzí bylo možno pozorovat krémování, popř. přítomnost shluků. V Tab. 21 je zaznamenáno vizuální pozorování emulzí s 3 % emulgátorů a HLB hodnotou systému 10,5 při poměru O/V = 5/95, kde je nutno vyzdvihnout stabilitu emulze

s poměrem O/V = 5/95 skladované při teplotě 25 °C, která patřila mezi nejdéle stabilní systémy.

Tab. 21. Vizuální pozorování emulze s 3 % emulgátorů, HLB = 10,5 a poměrem O/V = 5/95

Den měření	Počet fází v emulzi			Zákal emulze			Rozpad emulze		
	4 °C	25 °C	37 °C	4 °C	25 °C	37 °C	4 °C	25 °C	37 °C
0	1	1	1	2	2	2	-	-	-
1	1	1	1	0	1	1	-	-	-
2	1	1	1	2	2	2	-	-	-
3	1	1	1	0	1	1	-	-	-
7 (6)	1	1	1	2	2	2	-	-	-
9 (8)	1	1	1	0	1	1	-	-	-
11 (10)	1	1	1	2	2	2	-	-	-
14 (13)	1	1	1	0	1	1	-	-	-
16 (15)	1	1	1	2	2	2	-	-	-
18 (17)	1	1	1	0	1	1	-	-	-
21 (20)	1	1	1	2	2	2	-	-	-
23 (22)	2	1	2	1	1	0	-	-	-
30 (29)	1	1	2	1	1	0	K	-	-
37 (36)	2	1	2	1	1	0	-	-	-
44 (43)	2	1	2	1	1	0	-	-	-
51 (50)	1	1	1	0	0	0	K	-	K
58 (57)	1	1	2	0	1	0	-	-	-
65 (64)	2	1	2	1	1	0	-	-	-

Pozn. Hodnocení zákalu emulze: (0) – čirá emulze, (1) – emulze mírně zakalená, (2) – mléčně zbarvená emulze, (3) – bílá emulze

Hodnocení rozpadu emulze: (K) – krémování, (-) – žádný viditelný rozpad emulze

Naopak v Tab. 22 lze vidět špatná stabilita emulze s 3 % obsahem emulgátorů a HLB hodnotou 10,5 s poměrem O/V = 20/80, kterou stejně jako většina emulzí s poměry O/V = 20/80, 25/75 a 30/70 nebylo možno ani připravit.

Tab. 22. Vizuelní pozorování emulze s 3 % emulgátorů, HLB = 10,5 a poměrem O/V = 20/80

Den měření	Počet fází v emulzi			Zákal emulze			Rozpad emulze		
	4 °C	25 °C	37 °C	4 °C	25 °C	37 °C	4 °C	25 °C	37 °C
0	2	2	2	3	3	3	-	-	-
1	2	2	2	3	3	3	-	-	-
2	2	2	2	2	3	2	-	-	-
3	2	3	2	2	2	3	-	-	-
7 (6)	2	2	2	2	2	3	-	-	-
9 (8)	3	2	2	1	2	3	-	-	-
11 (10)	3	3	2	2	2	2	-	-	-
14 (13)	3	2	2	2	2	2	-	-	-
16 (15)	2	2	3	2	2	2	-	-	-
18 (17)	2	2	2	2	3	2	-	-	-
21 (20)	2	2	2	2	2	2	-	-	-
23 (22)	2	2	2	2	2	2	-	-	-
30 (29)	2	2	2	2	2	2	-	-	-
37 (36)	2	2	2	2	2	2	-	-	-
44 (43)	2	3	2	2	2	2	-	-	-
51 (50)	2	3	2	2	2	2	-	-	-
58 (57)	2	3	2	2	2	1	-	-	-
65 (64)	2	2	2	1	2	1	-	-	-

Pozn. Hodnocení zákalu emulze: (0) – čirá emulze, (1) – emulze mírně zakalená, (2) – mléčně zbarvená emulze, (3) – bílá emulze

Hodnocení rozpadu emulze: (K) – krémování, (-) – žádný viditelný rozpad emulze

V Tab. 23 a 24 jsou zaznamenány výsledky vizuálního pozorování emulzí s HLB hodnotami stejnými jako u předešlých (Tab. 20 a 21), i stejnými poměry O/V, pouze je zde oproti předchozím rozdíl v obsahu emulgátorů, kdy je přítomno v systému místo 3 % emulgátorů 5 %. Z Tab. 23 je patrné, že zvýšením obsahu emulgátorů, při ponechání stejných podmínek i HLB hodnotě systému nedojde ke zvýšení stability emulzí, spíše naopak.

Tab. 23. Vizuální pozorování emulze s 5 % emulgátorů, HLB = 10,5 a poměrem O/V = 5/95

Den měření	Počet fází v emulzi			Zákal emulze			Rozpad emulze		
	4 °C	25 °C	37 °C	4 °C	25 °C	37 °C	4 °C	25 °C	37 °C
0	2	2	2	2	2	2	-	-	-
1	4	3	4	2	2	1	-	-	-
2	2	2	4	2	2	1	-	-	-
3	2	2	2	2	2	1	-	-	-
7 (6)	1	2	2	0	2	1	S	-	-
9 (8)	1	2	2	0	2	0	S	-	-
11 (10)	1	2	2	0	2	0	S	-	-
14 (13)	1	1	1	0	1	0	S	K	K
16 (15)	2	1	1	0	0	0	S	K	K
18 (17)	1	2	2	2	2	0	S	-	-
21 (20)	1	2	2	0	0	0	S	-	-
23 (22)	1	1	2	0	0	0	S	K	-
30 (29)	3	2	2	1	2	0	-	-	-

Pozn. Hodnocení zákalu emulze: (0) – čirá emulze, (1) – emulze mírně zakalená, (2) – mléčně zbarvená emulze, (3) – bílá emulze

Hodnocení rozpadu emulze: (K) – krémování, (-) – žádný viditelný rozpad emulze

Tab. 24. Vizuální pozorování emulze s 5 % emulgátorů, HLB = 10,5 a poměrem O/V = 20/80

Den měření	Počet fází v emulzi			Zákal emulze			Rozpad emulze		
	4 °C	25 °C	37 °C	4 °C	25 °C	37 °C	4 °C	25 °C	37 °C
0	2	2	2	2	2	2	-	-	-
1	2	2	2	3	3	2	-	-	-
2	2	2	3	3	2	3	-	-	-
3	2	1	3	3	2	3	-	-	-
7 (6)	2	2	2	3	2	2	-	-	-
9 (8)	2	2	3	3	2	2	-	-	-
11 (10)	2	2	2	3	2	2	-	-	-
14 (13)	2	2	2	3	2	2	-	-	-
16 (15)	2	2	2	3	2	2	-	-	-
18 (17)	2	2	2	3	2	2	K	-	-
21 (20)	2	4	2	3	2	2	K	-	S
23 (22)	2	3	2	3	2	2	K	-	-
30 (29)	2	2	2	3	2	2	K	-	-

Pozn. Hodnocení zákalu emulze: (0) – čirá emulze, (1) – emulze mírně zakalená, (2) – mléčně zbarvená emulze, (3) – bílá emulze

Hodnocení rozpadu emulze: (K) – krémování, (-) – žádný viditelný rozpad emulze

Na rozdíl od emulzí s 3 % emulgátorů v systému a HLB = 10,5, kdy nebylo možno připravit emulze v poměrech O/V = 20/80, 25/75 a 30/70, u emulzí s 5 % emulgátorů nebyly připraveny emulze v poměrech O/V = 5/95, 15/85, 20/80, 25/75 a 30/70. Emulze s poměry O/V = 3/97 a 10/90 na rozdíl od ostatních emulzí s 5% obsahem emulgátorů a HLB = 10,5 se připravit podařilo. Jejich stabilita však netrvala déle než jeden týden. Mezi nejméně stabilní systémy lze zařadit zejména emulzní systémy s HLB hodnotami 11,5, jelikož u emulzí s 3% obsahem emulgátorů bylo možné připravit pouze emulze s poměry O/V = 3/97, 5/95 a 10/90, kdy jejich stabilita se pohybovala do 10 dnů od přípravy a u emulzí s 5% obsahem

emulgátorů bylo možno připravit pouze emulzi o poměru $O/V = 5/95$ a její stabilita byla nejméně při 25 °C a to 11 dnů.

14.6 Mikroskopické pozorování emulzí

Kromě vizuálního pozorování bylo ve stanovené dny prováděno také pozorování mikroskopické, a to pomocí mikroskopu Olympus, na který byl připojen fotoaparát stejné značky. Díky tomu bylo možno pořídit fotografické záznamy sledovaných emulzí. Za pomoci počítače s programem Quick PHOTO PRO 2.0, jež byl propojen s mikroskopem a fotoaparátem, bylo možno následně změřit přibližnou velikost jednotlivých částic emulzí. U každého zkoumaného vzorku byla změřena pětkrát velikost částic, tyto hodnoty byly zprůměrovány a byla vypočtena i směrodatná odchylka. U vzorků emulzí bylo možno pozorovat jak její jednotlivé fáze, tak i přítomnost Brownova pohybu a rozpady emulzí jako je krémování nebo flokulace.

Na Obr. 25 je příklad stabilní emulze s 3 % emulgátorů, HLB hodnotou 10,5 a poměrem $O/V = 5/95$, která byla skladována při 25 °C.



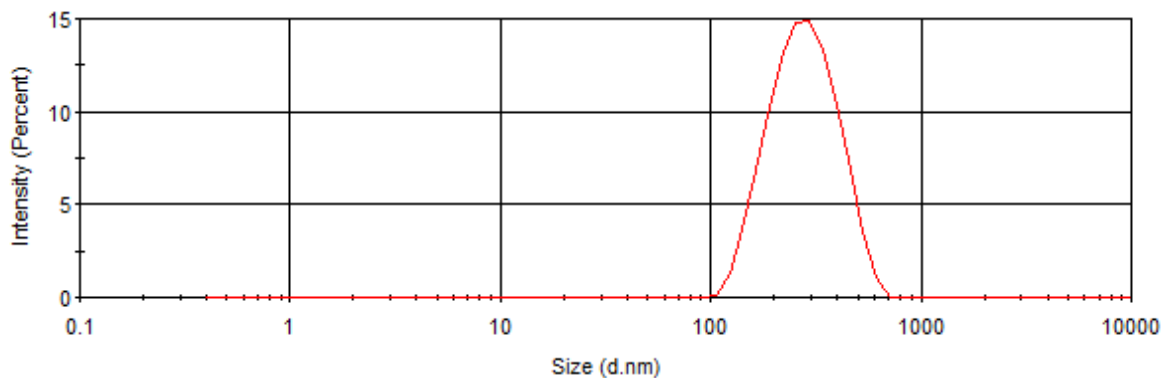
Obr. 25. Emulze s 3 % emulgátorů, HLB = 10,5 a poměrem $O/V = 5/95$, 65. den po přípravě, skladované při teplotě 25 °C

Fotografie dané emulze byla pořízena 65. den po jejím umíchání a byl u ní pozorován slabý Brownův pohyb. Tab. 25 uvádí její hodnoty velikosti částic.

Tab. 25. Velikosti částic emulze s 3 % emulgátorů, HLB = 10,5 a poměrem O/V = 5/95, 65. den po přípravě, skladované při teplotě 25 °C

Číslo měření	Velikost částic [nm]
1	367
2	251
3	203
4	255
5	290
Střední hodnota	273
Směrodatná odchylka	4,4

Na Obr. 26 je znázorněno měření velikosti částic stejné emulze na přístroji Zeta Sizer, které stejně jako fotografický záznam z mikroskopu nám poukazuje na to, že v emulzi byla přítomna pouze jedna populace velikosti částic, což dokazují také výsledky měření zaznamenané v Tab. 26.



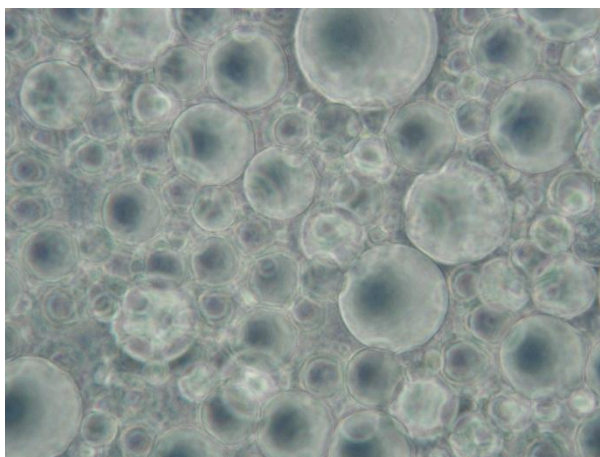
Obr. 26. Velikost částic v emulzi 3 % emulgátorů, HLB = 10,5 a poměrem O/V = 5/95, 65. den po přípravě, skladované při teplotě 25 °C

Tab. 26. Velikost částic v emulzi s 3 % emulgátorů, HLB=10,5 a poměrem O/V = 5/95, 65. den po přípravě, skladované při teplotě 25 °C

Populace	Velikost částic [nm]	Zastoupení populace [%]
1.	291,1	100

Jak již bylo zmíněno výše, mikroskopickým pozorováním bylo možno sledovat i rozpady emulzí (krémování, flokulace).

Krémování je jedním z nejlépe viditelných rozpadů emulzí, a to jak pouhým okem, tak i za pomoci mikroskopického pozorování. Na Obr. 27 je viditelné krémování, které bylo odebráno z horní vrstvy emulze s 5 % emulgátorů, HLB = 9,5, poměru O/V = 10/90, skladované při teplotě 25 °C, 12. den po přípravě.



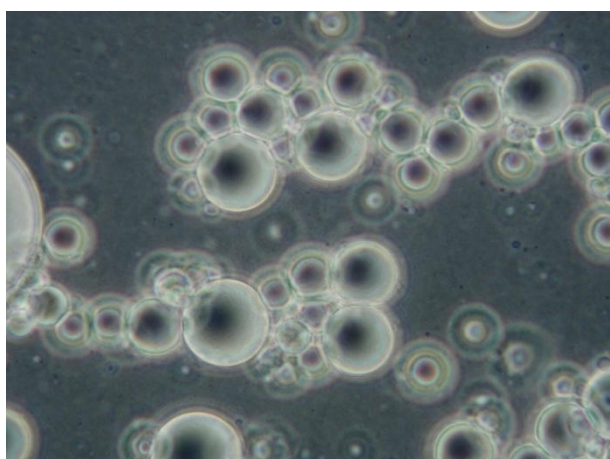
Obr. 27. Horní vrstva emulze s 5 % emulgátorů, HLB = 9,5 a poměrem O/V = 10/90, 12. den po přípravě, skladované při teplotě 25°C

U této emulze byl rovněž pozorován slabý Brownův pohyb. Naměřené velikosti částic jsou zaznamenány v Tab. 27.

Tab. 27. Velikosti částic emulze s 5 % emulgátorů, HLB = 9,5 a poměrem O/V = 10/90, 12. den po přípravě, skladované při teplotě 25°C

Číslo měření	Velikost částic [nm]
1	1356
2	1137
3	1170
4	710
5	1106
Střední hodnota	1096
Směrodatná odchylka	15,5

Dalším jevem, který bylo možno mikroskopicky pozorovat byla flokulace, což je děj, při kterém dochází ke slučování jednotlivých částic dané emulze do větších celků, které bývají nazývány floky, nebo také shluky. Flokulaci není na rozdíl od krémování možno zachytit pouhým okem, ale především za pomoci mikroskopie. Na Obr. 28 lze vidět floky u emulze s poměrem O/V = 20/80, a 5 % emulgátorů, HLB hodnotou 10,5, 11. den po přípravě, skladované při teplotě 25 °C.



Obr. 28. Emulze s 5 % emulgátorů, HLB = 10,5 a poměrem O/V = 20/80, 11. den po přípravě, skladované při teplotě 25 °C

Tab. 28 zase uvádí průměrné velikosti částic výše zmíněné emulze.

Tab. 28. Velikosti částic emulze s 5 % emulgátorů, HLB = 10,5 a poměrem O/V = 20/80, 11. den po přípravě, skladované při teplotě 25 °C

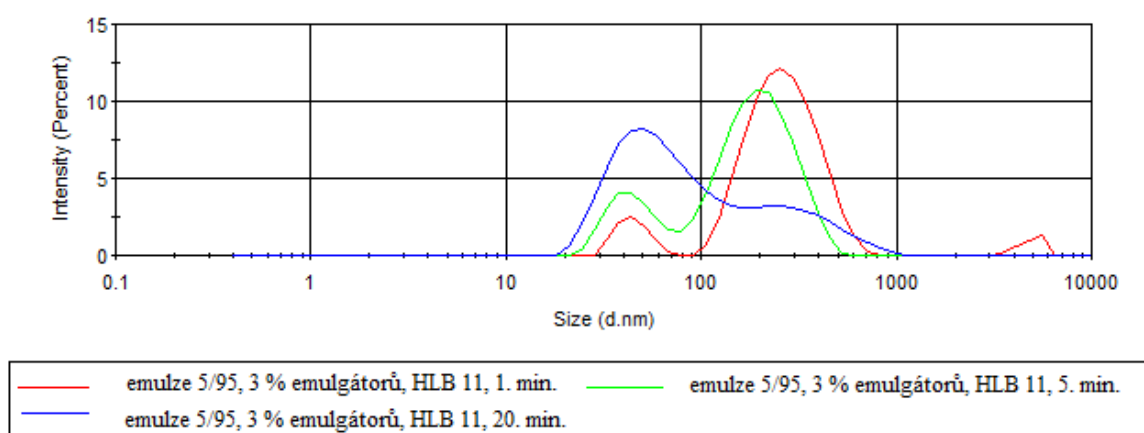
Číslo měření	Velikost částic [nm]
1	988
2	740
3	1640
4	1729
5	1208
Střední hodnota	1261
Směrodatná odchylka	33,9

14.7 Měření velikosti částic emulzí pomocí přístroje Zeta Sizer

Jak již bylo zmíněno výše, bylo ve stanovených dnech prováděno u stabilních emulzí měření částic na přístroji Zeta Sizer, díky kterému bylo možno sledovat, jak se mění velikost částic v závislosti na čase homogenizace i skladování.

14.7.1 Závislost velikosti částic na době homogenizace

Pro měření velikosti částic v závislosti na době homogenizace probíhající za pomoci vysokorychlostního homogenizačního zařízení Ultra-turrax byly v 1., 5. a 20. minutách přípravy emulzí odebírány vzorky k následnému proměření na přístroji Zeta Sizer. Na Obr. 29 lze vidět, jak se měnila velikost částic a množství populací vyskytujících se v emulzi v závislosti na době homogenizace u emulze s 3 % emulgátorů, poměrem O/V = 5/95 a HLB hodnotou 11.



Obr. 29. Měření částic emulze s 3 % emulgátorů, HLB = 11 a poměrem O/V = 5/95 v zadaných časových intervalech homogenizace

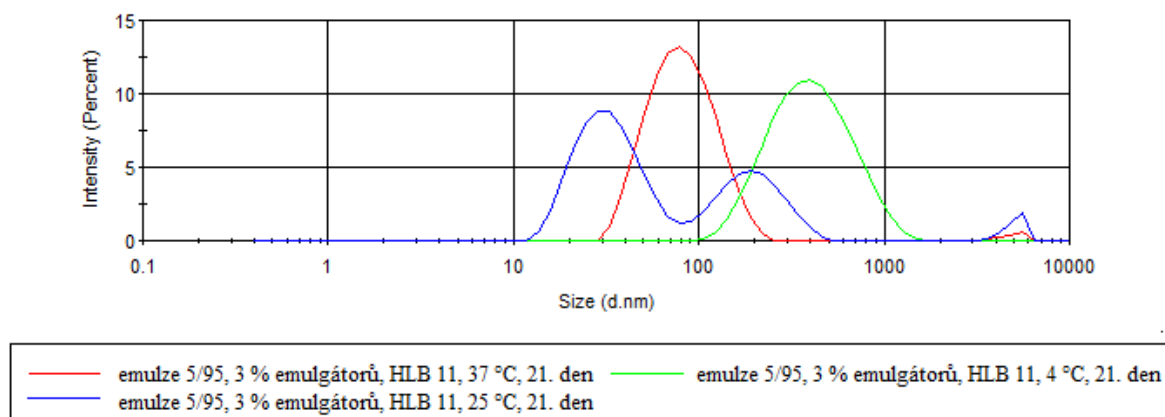
Jak je z Obr. 29 patrné, s rostoucí dobou homogenizace klesá velikost částic dané emulze a rovněž dochází k eliminaci množství přítomných populací, tj. z původních tří populací, které se v emulzi vyskytovaly po 1. minutě homogenizace, došlo ke snížení počtu populací na dvě, přičemž hlavní populace zaujímá po 20 min. homogenizace v emulzi necelých 80 % (viz. Tab. 29).

Tab. 29. Měření velikosti částic emulze s 3 % emulgátorů, HLB=11 a poměrem O/V = 5/95 v zadaných časových intervalech homogenizace

Doba homogenizace [min]								
1			5			20		
Populace č.	Velikost částic [nm]	Zastoupení populace [%]	Populace č.	Velikost částic [nm]	Zastoupení populace [%]	Populace č.	Velikost částic [nm]	Zastoupení populace [%]
1	279,1	88,0	1	209,6	79,1	1	72,5	76,3
2	44,6	8,9	2	46,59	21,9	2	358,4	23,7
3	4929	3,1	3	-	-	3	-	-

14.7.2 Závislost velikosti částic na čase při různých teplotách skladování

Na stabilitu emulzí a rovněž i velikost částic má významný vliv i teplota skladování, a proto byly emulze podrobeny různým teplotním podmínkám a byla sledována jejich stabilita a velikost částic. Na Obr. 30 lze vidět emulzi s 3% obsahem emulgátorů, v poměru $O/V = 5/95$, s HLB hodnotou 11, 21. den po přípravě, skladovanou v různých teplotních režimech.



Obr. 30. Měření částic emulze s 3 % emulgátorů, HLB = 11 a poměrem $O/V = 5/95$ skladovaných při různých teplotách, 21. den po přípravě

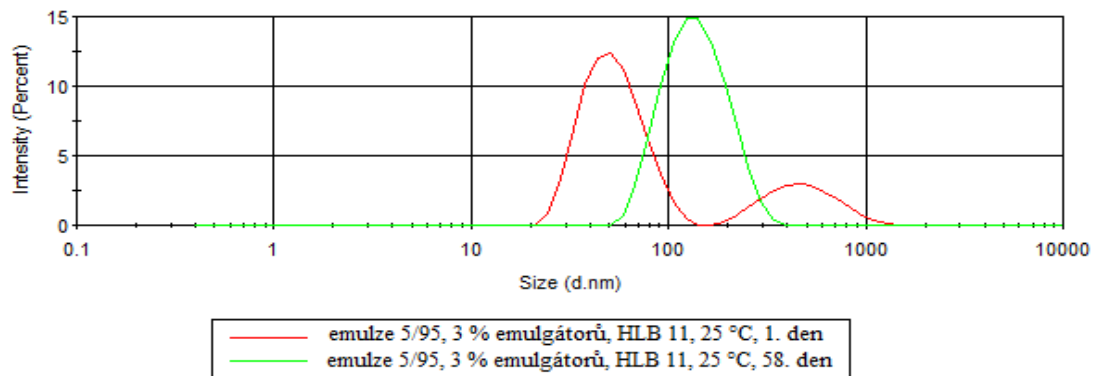
Z Obr. 30 je patrné, že emulze skladovaná při teplotě 37 °C obsahovala dvě populace velikosti částic, kdy hlavní populace zaujímala téměř 99 % a zároveň obsahovala částice největších rozměrů, oproti tomu emulze skladovaná při teplotě 4 °C obsahovala částice menší a pouze jednu populaci. U emulze skladované při 25 °C lze vidět přítomnost tří populací velikosti částic, avšak s nejmenšími částicemi (viz. Tab. 30).

Tab. 30. Měření částic emulze s 3 % emulgátorů, HLB = 11 a poměrem O/V = 5/95 skladovaných při různých teplotách, 21. den po přípravě

Teplota skladování emulze								
4 °C			25 °C			37 °C		
Populace č.	Velikost částic [nm]	Zastoupení populace [%]	Populace č.	Velikost částic [nm]	Zastoupení populace [%]	Populace č.	Velikost částic [nm]	Zastoupení populace [%]
1	445,0	100	1	34,3	61,9	1	86,37	98,7
2	-	-	2	198,4	34,6	2	4898	1,3
3	-	-	3	5081	3,6	3	-	-

Ačkoli emulze uchovávaná při 4 °C jako jediná obsahovala pouze jednu populaci, již 23. den po přípravě došlo k jejímu rozpadu, na rozdíl od emulzí uchovávaných při teplotě 25 a 37 °C, které byly stabilní i 58. den pozorování.

Na Obr. 31 lze vidět, jak se měnila velikost částic emulze s 3 % emulgátorů, HLB hodnotou 11, poměrem O/V = 5/95, skladované při teplotě 25 °C, v závislosti na době skladování, kdy 1. den po přípravě emulze obsahovala dvě populace částic, na rozdíl od 58. dne pozorování, kdy obsahovala již pouze částice jedné populace, které však byly větších rozměrů (viz. Tab. 31).



Obr. 31. Měření velikosti částic emulze s 3 % emulgátorů, HLB = 11 a poměrem $O/V = 5/95$, skladované při teplotě 25 °C, v závislosti na době skladování

Tab. 31. Měření velikosti částic emulze s 3 % emulgátorů, HLB = 11 a poměrem $O/V = 5/95$, skladované při teplotě 25 °C, v závislosti na době skladování

1. den po přípravě			58. den po přípravě		
Populace č.	Velikost částic [nm]	Zastoupení populace [%]	Populace č.	Velikost částic [nm]	Zastoupení populace [%]
1	54,1	77,8	1	144,2	100
2	501,7	22,2	2	-	-

ZÁVĚR

Úkolem této diplomové práce byla příprava emulzí za pomoci vysokorychlostního homogenizačního zařízení Ultra-turrax metodou tzv. studené emulzifikace, neboli metodou přidavku dvou emulgátorů. Tato metoda přípravy emulzí byla zvolena na základě předchozích zkušeností na pracovišti a také díky její nízké náročnosti jak energetické, tak i praktické.

Všechny připravované emulze byly typu O/V, kde olejovou fází zastupoval n-undekan a fází vodnou destilovaná voda. Jako emulgátory byly využity Brij 98, Brij 92 a Brij 30, kdy jejich výběr závisel na požadované HLB hodnotě systému. Soustava dvou emulgátorů v emulzi vždy tvořila 3 a 5 % z její celkové hmotnosti. Hodnoty HLB se pohybovaly v rozmezí od 9,5 až do 11,5. Další proměnnou veličinou byl poměr mezi olejovou a vodnou fází, který byl 3/97, 5/95, 10/90, 15/85, 20/80, 25/75 a 30/70. Samotná příprava byla prováděna po dobu 20 minut za pomoci vysokorychlostního homogenizačního zařízení Ultra-turrax.

Jako první byl sledován vliv HLB hodnoty na stabilitu emulzí, kdy byly tyto hodnoty měněny při jinak konstantních podmínkách. Jako nejvhodnější HLB hodnoty pro výrobu emulzí byly stanoveny HLB hodnoty 10,5 a 11, při nichž byla pozorována nejdelší stabilita emulzí.

Dalším sledovaným parametrem byl vliv procentního zastoupení emulgátorů na stabilitu emulzí, kde byly připravovány emulze s 3 a 5% obsahem emulgátorů v emulzi. I přes očekávání, že větší obsah emulgátorů v emulzi bude mít za následek vznik stabilnějších systémů, 3% obsah emulgátorů v emulzích se projevil jako vhodnější, neboť emulze s tímto obsahem emulgátorů byly stabilnější než emulze s jejich 5% obsahem.

Poměr mezi olejovou a vodnou fází emulze je další z parametrů ovlivňující stabilitu emulzí a proto byla zkoumána i tato závislost. Jako nejstabilnější byly emulze v poměrech O/V = 3/97 a 5/95 a naopak poměry O/V = 20/80, 25/75 a 30/80 byly nejméně stabilní a ve většině případů se je nepodařilo ani připravit.

V další části práce byla sledována stabilita emulzí v závislosti na teplotě skladování. Emulze byly skladovány při 4, 25 a 37 °C a v průběhu byla sledována jejich stabilita. Z výsledků je patrné, že jako nejstabilnější byly emulze skladované při teplotě 25 °C.

Průběžným vizuálním pozorováním bylo zjištěno, že nejstabilnější byla emulze s 3% obsahem emulgátorů, HLB = 10,5, poměru O/V = 5/95, která byla skladována při 25 °C, neboť byla stabilní až do konce pozorování, tj. 65 dnů. Dalšími emulzemi stabilními i 64. den byly emulze s 3% obsahem emulgátorů, HLB = 11, poměrem O/V = 3/97 skladované při teplotách 25 a 37 °C.

Výsledky vizuálního pozorování byly potvrzeny fotografickými záznamy pozorovaných emulzí, pořízenými pomocí fotoaparátu připojeného na mikroskop. Pod mikroskopem byly mimo stabilních emulzí pozorovány i emulze rozpadlé, díky čemuž bylo možno zachytit i krémování a flokulaci.

Posledním sledovaným kritériem bylo měření velikosti částic pomocí přístroje Zeta Sizer, kde bylo možno sledovat změnu velikosti částic po dobu homogenizace. S dobou homogenizace byla velikost částic emulze snižována. Dále zde bylo možno sledovat jak se velikost částic měnila v závislosti na různých skladovacích podmínkách. V emulzích se měnil jak počet populací, tak i velikost jejich částic.

Závěrem je nutné zdůraznit skutečnost, že na stabilitu emulzí má vliv řada faktorů, a to jak těch, které se týkají samotné výroby emulzí, jako je procentní zastoupení emulgátorů v emulzích, tak i HLB hodnota systému, či poměr olejové a vodné fáze, tak i teploty skladování.

SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY

- [1] BARTOVSKÁ, Lidmila a Marie ŠIŠKOVÁ. *Fyzikální chemie povrchů a koloidních soustav*. 5. přeprac. vyd. Praha: Vysoká škola chemicko-technologická, 2005, 244 s. ISBN 80-708-0579-X.
- [2] KLOUDA, Pavel. *Fyzikální chemie: studijní text pro SPŠCH*. 2., upr. a dopl. vyd. Ostrava: Pavel Klouda, 2002, 139 s. ISBN 80-863-6906-4.
- [3] ROSINA, Jozef, Hana KOLÁŘOVÁ a Jiří STANEK. *Biofyzika pro studenty zdravotnických oborů*. Vyd. 1. Praha: Grada, 2006, 230 s. ISBN 80-247-1383-7.
- [4] SHAKHASHIRI, Bassam Z. *Chemical demonstrations*. SHAKHASHIRI, Bassam Z. *Chemical demonstrations*. Vyd. 1. Madison, Wis: Univ. of Wisconsin Press, 1989. ISBN 02-991-1950-5.
- [5] OLDŘICH, Fischer. *Fyzikální chemie: Termodynamika, elektrochemie, kinetika, koloidní soustavy*. Praha: Státní pedagogické nakladatelství, 1984.
- [6] FERŤTEKOVÁ, Vlasta. *Kosmetika v teorii a v praxi*. 4., aktualiz. vyd. Praha: Maxdorf, 2005. ISBN 80-734-5046-1.
- [7] VOJUCKIJ, Sergej S. *Kurs koloidní chemie*. 2. přepracované. Praha: Nakladatelství technické literatury, 1984.
- [8] POUCHLÝ, Julius a Ivan VAVRUCH. *Fyzikální chemie koloidních soustav*. 1. vyd. Praha: Státní nakladatelství technické literatury, 1960.
- [9] BROWN, Amy C. *Understanding food: principles and preparation*. 3rd ed. Belmont, CA: Thomson/Wadsworth, c2008, 654 p. ISBN 04-951-0745-X.
- [10] BAREL, André O, Marc PAYE a Howard I MAIBACH. *Handbook of cosmetic science and technology*. 3rd ed. New York: Informa Healthcare, c2009. ISBN 978-1-4200-6963-1.
- [11] BINKS, Edited by Bernard P. *Colloid and interface science*. S.l.: Phi Learning, 2009. ISBN 978-812-0338-579.
- [12] LEE, Yoon S. *Self-assembly and nanotechnology: a force balance approach*. Hoboken, N.J.: John Wiley, c2008, 344 p. ISBN 04-702-4883-1.

- [13] VELÍŠEK, Jan. *Chemie potravin 2*. 2. upr. vyd. Tábor: OSSIS, 2002, ISBN 80-866-5903-8.
- [14] DICKINSON, Eric, M. MOUZALI a D.C. WATTS. Food emulsions and foams: Stabilization by particles. *Current Opinion in Colloid*. 2010, vol. 15, 1-2, s. 40-49. DOI: 10.1016/j.cocis.2009.11.001.
- [15] EDWARDS, W. P. *The Science of bakery products*. Editor W Edwards. Cambridge: The Royal Society of Chemistry, 2007, xiv, 259 s. ISBN 978-0-85404-486-3.
- [16] TORCHILIN, Vladimir. *Nanoparticulates as drug carriers*. Hackensack, N.J.: Distributed by World Scientific Pub., c2006, 724 p. ISBN 978-186-0946-301.
- [17] VILLIERS, Melgardt M, Pornanong ARAMWIT a Glen S KWON. *Nanotechnology in drug delivery*. New York, NY: AAPS Press, c2009, 662 p., [18] p. of plates. ISBN 03-877-7667-2.
- [18] GRAVES, Sara Marie. *The Formation, Optical Properties, and Structure of Nano-emulsions*. Los Angeles, 2008. Dissertation. University of California.
- [19] SHARIF, Amir A. Mehrdad, Ali M. ASTARAKI. Et al. The effect of NaCl and Na₂SO₄ concentration in aqueous phase on the phase inversion temperature O/W nanoemulsions. *Arabian Journal of Chemistry*. 2012, vol. 5, issue 1, s. 41-44. DOI: 10.1016/j.arabjc.2010.07.021.
- [20] VELÍŠEK, Jan. *Chemie potravin 3*. 2. upr. vyd. Tábor: OSSIS, 2002, 331 s. ISBN 80-866-5903-8.
- [21] BLAŽEJ, Antonín. *Tenzidy*. 1. vyd. Bratislava: Alfa, 1977
- [22] MYERS, Drew. *Surfaces, interfaces, and colloids: principles and applications*. 2nd ed. New York: Wiley-VCH, c1999, 501 p. ISBN 04-713-3060-4.
- [23] QAROONI, Jalal. *Flat bread technology*. New York: Chapman, c1996, 206 p. ISBN 04-120-8111-3.
- [24] MCCLEMENTS, D. *Food emulsions: principles, practices, and techniques*. 2nd ed. Boca Raton: CRC Press, c2005, 609 p. ISBN 08-493-2023-2.
- [25] RHEIN, Linda D. *Surfactants in personal care products and decorative cosmetics*. 3rd ed. / . Boca Raton: CRC Press, c2007, 480 p. ISBN 15-744-4531-6.

- [26] BERG, John C. *An introduction to interfaces: the bridge to nanoscience*. Hackensack, NJ: World Scientific, c2010, 785 p. ISBN 98-142-9307-5.
- [27] MYERS, Drew. *Surfaces, interfaces, and colloids: principles and applications*. 2nd ed. New York: Wiley-VCH, 1999, xx, 501 p. ISBN 04-713-3060-4.
- [28] HASENHUETTL, Gerard L a Richard W HARTEL. *Food emulsifiers and their applications*. 2nd ed. New York: Springer, c2008, 426 p. ISBN 03-877-5284-6.
- [29] COULSON, J. M. a RICHARDSON. *Chemical Engineering*. 5TH ED. United States: Butterworth-Heinemann, 2002. ISBN 07-506-4445-1.
- [30] DENNISON, Clive. *A guide to protein isolation*. 2nd ed. Boston: Kluwer Academic Publishers, c2003, x, 248 p. ISBN 14-020-1224-1.
- [31] VILLAS-BÔAS, Silas G. *Metabolome analysis: an introduction*. Hoboken, N.J.: Wiley-Interscience, c2007, 311 p. ISBN 04-717-4344-5.
- [32] ZATLOUKAL, Tomáš. *Vliv procesních parametrů na přípravu emlží*. Zlín, 2011. Diplomová práce. Univerzita Tomáše Bati, Technologická fakulta. Vedoucí diplomové práce Pavlína Vltavská.
- [33] CHANASATTRU, Wanlop. *Influence of water-soluble poly-ols on globular protein functionalities*. Massachusetts, 2008. Dissertation. University of Massachusetts.
- [34] CHOUDHURY, Asim Kumar Roy. *Textile preparation and dyeing*. Enfield, NH: Science Publishers, c2006, 834 p. ISBN 978-157-8084-043.
- [35] HERRERA, Maria Lidia. *Analytical techniques for studying the physical properties of lipid emulsions*. New York: Springer, 2012, p. cm. ISBN 978-146-1432-555.
- [36] TADROS, Tharwat. *Emulsion science and technology*. Weinheim: Wiley-VCH, 2009, 326 p. ISBN 35-273-2525-5.
- [37] ROSEN, Milton J a Joy T KUNJAPPU. *Surfactants and interfacial phenomena*. 4th ed. Hoboken, N.J.: Wiley, 2012, 600 p. ISBN 978-047-0541-944.
- [38] TADROS, Tharwat F. *Applied surfactants: principles and applications*. 1st ed. Weinheim: Wiley-VCH, 2005, 634 s. ISBN 35-273-0629-3.
- [39] BINKS, Edited by Bernard P. *Modern aspects of emulsion science*. Cambridge, UK: Royal Society of Chemistry, Information Services, 1998. ISBN 978-085-4044-399.

- [40] MCBAIN, J. M. *Colloid science*. Boston: D. C. Heath, 1950.
- [41] SCHRAMM, Laurier Lincoln. *Emulsions, foams, and suspensions: fundamentals and applications*. Weinheim: Wiley-VCH, 2005, 448 p. ISBN 35-273-0743-5.
- [42] SJÖBLOM, Johan. *Emulsions--a fundamental and practical approach*. Boston: Kluwer Academic Publishers, c1992, xi, 302 p. NATO ASI series, no. 363. ISBN 07-923-1618-5.
- [43] *Emulsions: structure, stability and interactions*. Editor D Petsev. Amsterdam: Elsevier, c2004, 767 s. Interface science and technology. ISBN 01-208-8499-2.
- [44] BINKS, Edited by Bernard P. *Modern aspects of emulsion science*. Cambridge, UK: Royal Society of Chemistry, Information Services, 1998. ISBN 978-085-4044-399.
- [45] TAYLOR, P. Ostwald ripening in emulsions. *Advances in colloid and interface science*. 1998, s. 57.

SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK

V	vodná fáze
O	olejová fáze
O/V	emulze typu olej ve vodě
V/O	emulze typu voda v oleji
O/V/O	emulze typu olej/voda/olej
V/O/V	emulze typu voda/olej/voda
PAL	povrchově aktivní látka
HLB	hydrofilně-lipofilní rovnováha
PIT	teplota fázové inverze
TPI	přechodná fázová inverze
CPI	katastrofická fázová inverze

SEZNAM OBRÁZKŮ

<i>Obr. 1. Emulze typu O/V [6, s. 132]</i>	15
<i>Obr. 2. Emulze typu V/O [6, s. 131]</i>	15
<i>Obr. 3. Složené emulze [6, s. 133]</i>	18
<i>Obr. 4. Schématické znázornění molekuly PAL [6, s. 134]</i>	19
<i>Obr. 5. (a) stabilizace emulze typu O/V, (b) stabilizace emulze typu V/O [3, s. 14, 15]</i>	20
<i>Obr. 6. Diester propylenglykolu [20, s. 193]</i>	21
<i>Obr. 7. Diester polyethylenglykolu [20, s. 193]</i>	21
<i>Obr. 8. 1-monoacetyl glycerol a 1,3-diacetyl glycerol [20, s. 193]</i>	22
<i>Obr. 9. 1-acetyl-3-laktát [20, s. 193]</i>	22
<i>Obr. 10. Polyethylenglykolový ether monoacylglycerolu [20, s. 193]</i>	22
<i>Obr. 11. 2-fosfatidová kyselina [20, s. 195]</i>	23
<i>Obr. 12. Tween odvozený od 1, 4-sorbitanu [20, s. 196]</i>	23
<i>Obr. 13. 6-monoester sacharózy [20, s. 196]</i>	24
<i>Obr. 14. Ester monomerní kyseliny mléčné [20, s. 196]</i>	24
<i>Obr. 15. Lecithin [20, s. 193]</i>	25
<i>Obr. 16. Schéma koloidního mlýnu [24, s. 251]</i>	30
<i>Obr. 17. Vysokorychlostní mixér [24, s. 249]</i>	31
<i>Obr. 18. Ultra-turrax [30, s. 43]</i>	31
<i>Obr. 19. Schéma vysokotlakého homogenizátoru [24, s. 253]</i>	32
<i>Obr. 20. Ultrazvukový homogenizátor [24, s. 254]</i>	32
<i>Obr. 21. Mikrofluidizer [24, s. 255]</i>	33
<i>Obr. 22. Membránový homogenizátor [24, s. 257]</i>	33
<i>Obr. 23. Závislost povrchového napětí na teplotě (PIT) [36, s. 28]</i>	34
<i>Obr. 24. Separace částic na základě gravitačních sil [36, s. 2]</i>	40
<i>Obr. 25. Emulze s 3 % emulgátorů, HLB = 10,5 a poměrem O/V = 5/95, 65. den po přípravě, skladované při teplotě 25 °C</i>	71
<i>Obr. 26. Velikost částic v emulzi 3 % emulgátorů, HLB = 10,5 a poměrem O/V = 5/95, 65. den po přípravě, skladované při teplotě 25 °C</i>	72
<i>Obr. 27. Horní vrstva emulze s 5 % emulgátorů, HLB = 9,5 a poměrem O/V = 10/90, 12. den po přípravě, skladované při teplotě 25 °C</i>	73

- Obr. 28. Emulze s 5 % emulgátorů, $HLB = 10,5$ a poměrem $O/V = 20/80$, 11. den po přípravě, skladované při teplotě 25 °C 74
- Obr. 29. Měření částic emulze s 3 % emulgátorů, $HLB = 11$ a poměrem $O/V = 5/95$ v zadaných časových intervalech homogenizace 76
- Obr. 30. Měření částic emulze s 3 % emulgátorů, $HLB = 11$ a poměrem $O/V = 5/95$ skladovaných při různých teplotách, 21. den po přípravě 77
- Obr. 31. Měření velikosti částic emulze s 3 % emulgátorů, $HLB = 11$ a poměrem $O/V = 5/95$, skladované při teplotě 25 °C , v závislosti na době skladování 79

SEZNAM TABULEK

<i>Tab. 1. Vybrané skupiny a jejich HLB hodnoty [24, s. 131]</i>	26
<i>Tab. 2. HLB čísla vybraných surfaktantů [24, s. 132]</i>	27
<i>Tab. 3. Srovnání různých typů homogenizačních zařízení [24, s. 238]</i>	29
<i>Tab. 4. Přehled použitých emulgátorů</i>	50
<i>Tab. 5. Hmotnosti jednotlivých složek emulze s 3 % emulgátorů a HLB = 9,5</i>	52
<i>Tab. 6. Hmotnosti jednotlivých složek emulze s 3 % emulgátorů a HLB = 10</i>	53
<i>Tab. 7. Hmotnosti jednotlivých složek emulze s 3 % emulgátorů a HLB = 10,5</i>	53
<i>Tab. 8. Hmotnosti jednotlivých složek emulze s 3 % emulgátorů a HLB = 11</i>	54
<i>Tab. 9. Hmotnosti jednotlivých složek emulze s 3 % emulgátorů a HLB = 11,5</i>	54
<i>Tab. 10. Hmotnosti jednotlivých složek emulze s 5 % emulgátorů a HLB = 9,5</i>	55
<i>Tab. 11. Hmotnosti jednotlivých složek emulze s 5 % emulgátorů a HLB = 10</i>	55
<i>Tab. 12. Hmotnosti jednotlivých složek emulze s 5 % emulgátorů a HLB = 10,5</i>	56
<i>Tab. 13. Hmotnosti jednotlivých složek emulze s 5 % emulgátorů a HLB = 11</i>	56
<i>Tab. 14. Hmotnosti jednotlivých složek emulze s 5 % emulgátorů a HLB = 11,5</i>	57
<i>Tab. 15. Porovnání stability emulzí s poměrem O/V = 3/97 a 3 % emulgátorů a různém HLB systému</i>	60
<i>Tab. 16. Porovnání stability emulzí s poměrem O/V = 5/95 a 3 % emulgátorů a různém HLB systému</i>	61
<i>Tab. 17. Porovnání stability emulzí s poměrem O/V = 3/97 a 3 %, popř. 5 % emulgátorů a různém HLB systému</i>	62
<i>Tab. 18. Porovnání stability emulzí s poměrem O/V = 5/95 s 3 %, popř. 5 % emulgátorů a různém HLB systému</i>	63
<i>Tab. 19. Přehled nejstabilnějších emulzí s 3 % obsahem emulgátorů a různým HLB systému</i>	65
<i>Tab. 20. Přehled nejstabilnějších emulzí s 5% obsahem emulgátorů a různým HLB systému</i>	66
<i>Tab. 21. Vizuální pozorování emulze s 3 % emulgátorů, HLB = 10,5 a poměrem O/V = 5/95</i>	67
<i>Tab. 22. Vizuální pozorování emulze s 3 % emulgátorů, HLB = 10,5 a poměrem O/V = 20/80</i>	68

<i>Tab. 23. Vizuální pozorování emulze s 5 % emulgátorů, HLB = 10,5 a poměrem O/V = 5/95.....</i>	<i>69</i>
<i>Tab. 24. Vizuální pozorování emulze s 5 % emulgátorů, HLB = 10,5 a poměrem O/V = 20/80.....</i>	<i>70</i>
<i>Tab. 25. Velikosti částic emulze s 3 % emulgátorů, HLB = 10,5 a poměrem O/V = 5/95, 65. den po přípravě, skladované při teplotě 25 °C</i>	<i>72</i>
<i>Tab. 26. Velikost částic v emulzi s 3 % emulgátorů, HLB=10,5 a poměrem O/V = 5/95, 65. den po přípravě, skladované při teplotě 25 °C</i>	<i>73</i>
<i>Tab. 27. Velikosti částic emulze s 5 % emulgátorů, HLB = 9,5 a poměrem O/V = 10/90, 12. den po přípravě, skladované při teplotě 25°C</i>	<i>74</i>
<i>Tab. 28. Velikosti částic emulze s 5 % emulgátorů, HLB = 10,5 a poměrem O/V = 20/80, 11. den po přípravě, skladované při teplotě 25 °C</i>	<i>75</i>
<i>Tab. 29. Měření velikosti částic emulze s 3 % emulgátorů, HLB=11 a poměrem O/V = 5/95 v zadaných časových intervalech homogenizace.....</i>	<i>76</i>
<i>Tab. 30. Měření částic emulze s 3 % emulgátorů, HLB = 11 a poměrem O/V = 5/95 skladovaných při různých teplotách, 21. den po přípravě.....</i>	<i>78</i>
<i>Tab. 31. Měření velikosti částic emulze s 3 % emulgátorů, HLB = 11 a poměrem O/V = 5/95, skladované při teplotě 25 °C, v závislosti na době skladování</i>	<i>79</i>