

# **Prozkoumání možných povrchově aktivních vlastností imidazoliových solí s adamantanovým skeletem**

Vendula Valečková

---

Bakalářská práce  
2015



Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně  
Fakulta technologická

---

Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně  
Fakulta technologická  
Ústav technologie tuků, tenzidů a kosmetiky  
akademický rok: 2014/2015

## ZADÁNÍ BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

(PROJEKTU, UMĚLECKÉHO DÍLA, UMĚLECKÉHO VÝKONU)

Jméno a příjmení: Vendula Valečková  
Osobní číslo: T12495  
Studijní program: B2901 Chemie a technologie potravin  
Studijní obor: Technologie výroby tuků, kosmetiky a detergentů  
Forma studia: prezenční

Téma práce: Prozkoumání možných povrchově aktivních vlastností imidazoliových solí s adamantanovým skeletem

Zásady pro vypracování:

### I. Teoretická část

1. Stručný popis imidazoliových solí s adamantanovým skeletem.
2. Základní charakteristika povrchově aktivních látek (PAL).
3. Metody stanovení povrchového napětí.

### II. Praktická část

1. U vybraných sloučenin prostudovat pomocí vhodných metod jejich možné povrchově aktivní vlastnosti.
2. Získané výsledky vyhodnotit a provést jejich interpretaci.

Rozsah bakalářské práce:

Rozsah příloh:

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

Seznam odborné literatury:

[1] Šmidrkal J.; Tenzidy a detergenty dnes, Chem. Listy, 1999, 93, 421-427.

[2] Guo J. W.; Zhong X.; Zhu H.; Feng L. J.; Cui DY. D.; Synthesis of novel quaternary ammonium surfactants containing adamantane, Chinese Chemical Letters, 2012, 23, 653-656.

[3] Vashkevich E. V. et al.; Synthesis of surfactants derived from adamantane, Russ. J. Appl. Chem., 2001, 74, 1892-1898.

Vedoucí bakalářské práce: **Ing. Michal Rouchal, Ph.D.**

Ústav chemie

Datum zadání bakalářské práce: **20. ledna 2015**

Termín odevzdání bakalářské práce: **18. května 2015**

Ve Zlíně dne 20. ledna 2015

doc. Ing. Roman Čermák, Ph.D.  
*děkan*



Ing. Martina Černeková, Ph.D.  
*ředitel ústavu*

Příjmení a jméno: VALEČKOVÁ VEROVKA

Obor: TVTKD

## 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<sup>1)</sup>;
- 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<sup>2)</sup>;
- beru na vědomí, že podle § 60<sup>3)</sup> 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<sup>3)</sup> 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, považuji 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 15.11.15

  
.....

<sup>1)</sup> 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 nevyjádřeně 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.

<sup>2)</sup> 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 vzdělávacímu zařízení (školní dílo).

<sup>3)</sup> 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). Odpirá-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 jim 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**

Bakalářská práce se zabývá studiem surfaktačních vlastností imidazoliových solí s adamantanovým skeletem. Teoretická část je věnována adamantanu, imidazolu, iontovým kapalinám, povrchovému napětí a povrchově aktivním látkám. Cílem praktické části bylo stanovit kritickou micelární koncentraci (CMC) příslušných vzorků pomocí několika dostupných metod. Jako metody stanovení byly vybrány tenziometrie, izotermická titrační mikrokolorimetrie a měření kontaktního úhlu smáčení.

Klíčová slova:

adamantan, povrchové napětí, povrchově aktivní látka, kritická micelární koncentrace

## **ABSTRACT**

The bachelor thesis is focused on study of the surface activity of imidazolium salts bearing adamantane moiety. The theoretical part is devoted to adamantane, imidazole, ionic liquids, surface tension and surfactants, respectively. The target of the experimental part was to determine critical micelle concentration (CMC) of selected samples using a few available methods. In this work, CMC of adamantylated imidazolium salts was studied using tensiometry, isothermal titration microcalorimetry and contact angle measuring, respectively.

Keywords:

adamantane, surface tension, surfactant, critical micelle concentration

Touhle cestou bych ráda poděkovala všem, kteří se podíleli na sestavení této bakalářské práce. Mé poděkování patří především vedoucímu mé bakalářské práce panu Ing. Michalu Rouchalovi, Ph.D. za jeho odborné vedení, rady a věnovaný čas pro konzultace teoretické i praktické části bakalářské práce.

Mé poděkování patří také paní Ing. Zdeňce Pruckové, Ph.D. a Ing. Aleně Hamanové za rady a konzultace k mé praktické části bakalářské práce.

Ráda bych poděkovala i své rodině, která mě ve studiu podporuje.

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

# OBSAH

<b>ÚVOD</b> .....	<b>10</b>
<b>I TEORETICKÁ ČÁST</b> .....	<b>11</b>
<b>1 IMIDAZOLIOVÉ SOLI S ADAMANTANOVÝM SKELETEM</b> .....	<b>12</b>
1.1 ADAMANTAN.....	12
1.1.1 Vlastnosti.....	12
1.1.2 Objevení.....	12
1.1.3 Využití.....	13
1.2 IMIDAZOL.....	13
1.2.1 Chemické a fyzikální vlastnosti.....	14
1.2.2 Využití imidazolu.....	14
1.3 IONTOVÉ KAPALINY.....	15
1.3.1 Vlastnosti.....	15
1.3.2 Historie a příprava.....	16
1.3.3 Využití iontových kapalin.....	17
<b>2 POVRCHOVĚ AKTIVNÍ LÁTKY, POVRCHOVÉ NAPĚTÍ</b> .....	<b>18</b>
2.1 POVRCHOVÉ NAPĚTÍ.....	18
2.1.1 Charakteristika povrchového napětí a volné povrchové energie.....	18
2.1.2 Význam a využití.....	18
2.2 POVRCHOVĚ AKTIVNÍ LÁTKY.....	19
2.2.1 Charakteristika.....	19
2.2.2 Klasifikace a použití.....	20
2.3 POVRCHOVĚ AKTIVNÍ LÁTKY S ADAMANTANOVÝM SKELETEM.....	23
<b>3 STANOVENÍ POVRCHOVÉHO NAPĚTÍ</b> .....	<b>26</b>
3.1 STATICKÉ METODY MĚŘENÍ POVRCHOVÉHO NAPĚTÍ.....	26
3.2 DYNAMICKÉ METODY MĚŘENÍ POVRCHOVÉHO NAPĚTÍ.....	27
<b>II PRAKTICKÁ ČÁST</b> .....	<b>28</b>
<b>4 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST</b> .....	<b>29</b>
4.1 PŘÍSTROJE A VYBAVENÍ.....	29
4.2 STRUKTURA STUDOVANÝCH LÁTEK.....	30
4.3 POPIS POUŽITÝCH METOD.....	30
4.3.1 Stanovení povrchového napětí tenziometricky.....	30
4.3.2 Stanovení kritické micelární koncentrace pomocí izotermické titrační mikrokolorimetrie.....	31
4.3.3 Měření kontaktního úhlu smáčení.....	32
<b>5 VÝSLEDKY A DISKUZE</b> .....	<b>33</b>
5.1 STANOVENÍ KRITICKÉ MICELÁRNÍ KONCENTRACE TENZIOMETRICKOU METODOU.....	33
5.2 STANOVENÍ KRITICKÉ MICELÁRNÍ KONCENTRACE IZOTERMICKOU TITRAČNÍ MIKROKOLORIMETRIÍ.....	35
5.3 MĚŘENÍ KONTAKTNÍHO ÚHLU SMÁČENÍ.....	37
5.4 SHRNUTÍ ZÍSKANÝCH VÝSLEDKŮ.....	39
<b>ZÁVĚR</b> .....	<b>40</b>



<b>SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY.....</b>	<b>41</b>
<b>SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK.....</b>	<b>44</b>
<b>SEZNAM OBRÁZKŮ .....</b>	<b>45</b>
<b>SEZNAM TABULEK.....</b>	<b>46</b>
<b>SEZNAM PŘÍLOH.....</b>	<b>47</b>

## ÚVOD

Mezi povrchově aktivní vlastnosti patří kritická micelární koncentrace (CMC). Kritická micelární koncentrace je vlastností každé povrchově aktivní látky (PAL). Je to koncentrace, po jejímž dosažení začne PAL tvořit micely. Při vytvoření micely ve vodě dochází k tomu, že polární části molekul jsou orientovány do roztoku, zatímco nepolární konce molekul se shlukují uprostřed micely. Micely se hromadí na mezifázovém rozhraní a ovlivňují jeho vlastnosti, čehož se využívá při měření CMC.

Experimentální část bakalářské práce se zabývá stanovením kritické micelární koncentrace dvou vzorků imidazoliových solí s adamantanovým skeletem. Této problematice není v literatuře a odborných publikacích věnovaná velká pozornost a proto je práce zaměřena právě na tyto sloučeniny. Pro stanovení CMC byly vybrány tyto metody: tenziometrie, izotermická titrační mikrokolorimetrie a měření kontaktního úhlu smáčení. Získané výsledky jsou zhodnoceny a představeny na konci této práce.

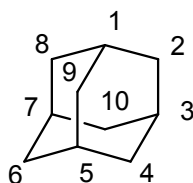
## **I. TEORETICKÁ ČÁST**

# 1 IMIDAZOLIOVÉ SOLI S ADAMANTANOVÝM SKELETEM

## 1.1 ADAMANTAN

### 1.1.1 Vlastnosti

Adamantan ( $C_{10}H_{16}$ , systematicky tricyklo[3.3.1.1<sup>3,7</sup>]dekan), jehož strukturní vzorec je znázorněn na **Obrázku 1**, je bezbarvý krystalický polycyklický uhlovodík s židličkovou konformací a vůní kafru.<sup>1,2</sup> Pozornost vzbuzuje zejména jeho velmi symetrická struktura, která připomíná krystalickou mřížku diamantu. Adamantan je využíván pro své specifické vlastnosti jako je lipofilita, stabilita (tepelná, oxidační), nízká toxicita a nízká povrchová aktivita.<sup>2</sup> Jeho teplota tání ( $> 210\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) je o mnoho vyšší než u jiných uhlovodíků se stejnou molekulovou hmotností. Bod varu adamantanu nebyl přesně určen, protože pomalu sublimuje již při pokojové teplotě. Adamantan je nerozpustný ve vodě, naproti tomu je velmi dobře rozpustný v nepolárních organických rozpouštědlech (např. hexan, benzen).<sup>1</sup> Americký chemik F. C. Whitmore ve své učebnici organické chemie napsal, že adamantan je jednou z nejzajímavějších organických sloučenin izolovaných z přírodních zdrojů.<sup>3</sup>



**Obrázek 1.** Strukturní vzorec adamantanu.

### 1.1.2 Objevení

V roce 1932 vystoupil na XII. sjezdu průmyslové chemie v Praze docent Stanislav Landa a informoval o objevu zajímavého uhlovodíku v hodonínské ropě, který pojmenoval adamantan. Jeho izolace byla publikována v roce 1933 v práci Landy a Macháčka. Z počátku byl adamantan separován z ropných podílů opakovanou frakční destilací ropného podílu destilujícího s vodní parou, později extrakční krystalizací s thiomčovinou. Tyto metody poskytovaly pouze malá množství adamantanu, jehož koncentrace v hodonínské ropě dosahuje pouhých 0,02–0,03 %.<sup>3,4</sup>

V roce 1937 byl Böttgerem připraven první substituovaný adamantan se čtyřmi esterovými a jednou hydroxylovou skupinou, který vycházel z Meerweinerova esteru.<sup>5</sup> O pár let později, roku 1941, byl připraven Prelogem a Seiwertem první nesubstituovaný

adamantan, s výtěžkem pouhých 0,3 %.<sup>3,4</sup> V roce 1957 představil Schleyer přesmyk tetrahydrodicyklopentadienu katalyzovaný Lewisovou kyselinou ( $\text{AlCl}_3$ ,  $\text{BrCl}_3$ ) poskytující adamantan ve výtěžku 15–20 %. Tento syntetický postup je používán dodnes.<sup>6</sup>

### 1.1.3 Využití

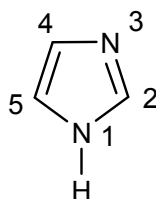
Adamantan je význačným produktem chemického průmyslu a jeho deriváty jsou v dnešní době široce studovány. Z praktického hlediska jsou významné sloučeniny s biologickou aktivitou (antivirová, antimikrobiální, antikarcinogenní, antipsychotropní a další), které mají uplatnění v chemii léčiv, a sloučeniny používané k přípravě polymerů.<sup>7</sup> Jako příklad lze uvést biologicky aktivní 1-aminoadamantan, který je často používán pod triviálním názvem amantadin a byl vyvinut firmou Du Pont de Nemours & Co. v roce 1966. Ve formě hydrochloridu byl schválen americkou FDA (z angl. Food and Drug Administration) a použit jako první perorální preparát účinný proti virům chřipky A-2. Při studiu mechanismu účinků se ukázalo, že preparát neničí virové organismy přímo, ale jen znemožňuje jejich pronikání do buňky. Dalším biologicky aktivním derivátem s adamantanovým skeletem účinným proti virům chřipky A-2 je 1-(1-adamantyl)ethylamin, známý také pod triviálním názvem rimantadin. 3-(1-Adamantyloxy)propionová kyselina se vyznačuje tím, že stimuluje vylučování žluči. Mono- a dihydroxyderiváty adamantanu vykazují inhibiční účinky vůči virům rodu *Herpes simplex*. V současné době je v klinické praxi využívána řada dalších léčiv s adamantanovým skeletem.<sup>5</sup>

V oblasti polymerů nachází rozsáhlé uplatnění 1,3-dimethyladamantan. Dimethyladamantanové akryláty a methakryláty se vyznačují tepelnou a hydrolytickou stabilitou.<sup>5</sup>

Některé adamantanové sloučeniny jako bromantan a kemantan obnovují funkci nervového, hormonálního a imunitního systému. Také zvyšují duševní a fyzické schopnosti a odolnost organismu proti virovým a antibakteriálním infekcím.<sup>7</sup>

## 1.2 IMIDAZOL

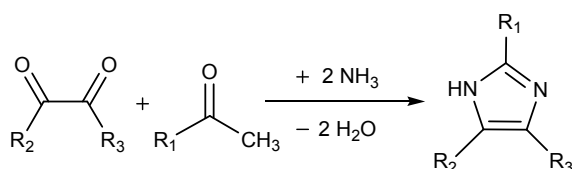
Imidazol ( $\text{C}_3\text{H}_4\text{N}_2$ , systematicky 1,3-diazol) je dusíkatá heterocyklická sloučenina s rovinným pětičlenným kruhovým systémem.<sup>8</sup> Heterocyklické sloučeniny jsou cyklické sloučeniny obsahující v cyklu i jiné atomy než uhlík (např. N, O, S), které se nazývají heteroatomy.<sup>9</sup> Strukturální vzorec imidazolu je, spolu s jeho specifickým číslováním, uveden na **Obrázku 2**.<sup>8</sup>



**Obrázek 2.** Strukturní vzorec imidazolu.

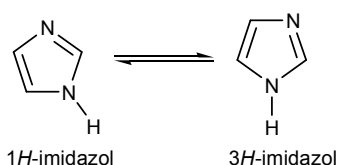
První, kdo syntetizoval imidazol, byl v roce 1858 Heinrich Debus, přitom různé deriváty imidazolu byly objeveny už dříve okolo roku 1840. Debus k syntéze použil glyoxal a formaldehyd za přítomnosti amoniaku (**Schéma 1**). Výtěžek této syntézy je relativně malý, ale i tak je tento postup dodnes využíván.<sup>10</sup>

**Schéma 1**



### 1.2.1 Chemické a fyzikální vlastnosti

Imidazol je bezbarvá vysoce polární kapalina (rozpustná ve vodě a organických polárních rozpouštědlech). Má vysoký bod varu (256 °C), což je způsobeno lineárně propojenými vodíkovými můstky. Byl zařazen mezi aromatické sloučeniny, v důsledku delokalizace  $\pi$ -elektronů v molekule.<sup>8</sup> Existuje ve dvou tautomerních formách (**Obrázek 3**), protože vodíkový atom může být lokalizován na jednom nebo druhém atomu dusíku.<sup>10</sup>



**Obrázek 3.** Tautomerní formy imidazolu.

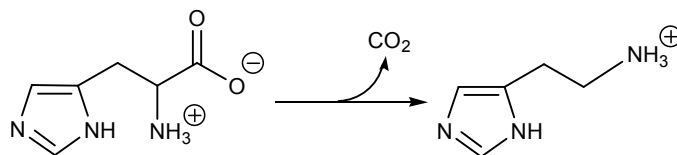
Imidazol vykazuje amfoterní chování, to znamená, že v reakcích může vystupovat buď jako kyselina ( $pK_a = 14,5$ ) nebo jako zásada ( $pK_a = 7,0$ ).<sup>8</sup>

### 1.2.2 Využití imidazolu

Imidazol je součástí mnoha molekul vyskytujících se v biologických systémech. Nejznámější z nich je aminokyselina histidin. Histidin se nachází v proteinech, enzymech,

má nepostradatelnou roli ve struktuře a funkci hemoglobinu a může být dekarboxylován na histamin (**Schéma 2**).<sup>8</sup>

**Schéma 2**



Imidazolový skelet je součástí struktury některých významných látek lidského organismu. Jako příklad lze zmínit nukleové kyseliny, kobalamin (vitamín B<sub>12</sub>), purin, histamin a biotin.<sup>10</sup>

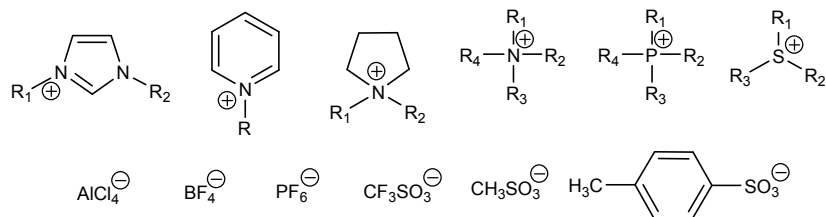
Imidazolový kruh lze nalézt ve struktuře řady léčiv vykazujících fungicidní, antimykotickou, antibakteriální, antiprotozoální či antihypertenzivní aktivitu. Také ho lze nalézt v molekule theofylinu (1,3-dimethylxanthin), který je svojí strukturou i účinky podobný kofeinu. Theofylin se přirozeně nachází v čajových lístcích a kávových zrnech, ale jen ve stopovém množství.<sup>8</sup> Tato látka rozšiřuje průdušky uvolněním jejich hladkého svalstva, proto umožňuje léčit pacienty s astmatem. Theofylin podporuje srdeční činnost, rozšiřuje věnitě tepny, stimuluje činnost centrálního nervového systému a má protizánětlivé účinky.<sup>11</sup>

Imidazoly se ve velké míře využívají jako inhibitory koroze u přechodných kovů jako je například měď. Termostabilní polybenzimidazol (PBI) má ohnivzdorné vlastnosti, díky nimž se používá k výrobě hasičského vybavení, obleků pro astronauty a rukavic odolným proti teple a žáru.<sup>8</sup>

## 1.3 IONTOVÉ KAPALINY

### 1.3.1 Vlastnosti

Iontové kapaliny jsou látky složené z organického kationtu (imidazolium, pyridinium, pyrrolidinium, amonium, fosfonium, sulfonium) a anorganického (tetrachloroaluminát, tetrafluoroborát, hexafluorofosfát) nebo organického aniontu (trifluormethansulfonát, alkylsulfonát, tosylát). Výše zmíněné kationty a anionty jsou uvedeny na **Obrázku 4**. Bod tání iontových kapalin je nižší než 100 °C. Mnoho z nich je kapalných již při 25 °C, tyto iontové kapaliny jsou označovány anglickou zkratkou RTILs (z angl. Room Temperature Ionic Liquids).<sup>12,13</sup>

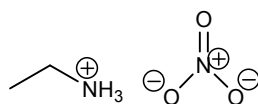


**Obrázek 4.** Kationty a anionty iontových kapalin.

Mezi hlavní výhody iontových kapalin patří nulová tenze par, vysoká termostabilita, nízká toxicita, nehořlavost, velmi široké teplotní rozmezí, v němž jsou kapalné, a solvatační vlastnosti. Iontové kapaliny se využívají jako rozpouštědla díky svým specifickým vlastnostem (netěkavost, schopnost rozpouštět širokou škálu organických, anorganických, organokovových a polymerních sloučenin) a jsou spojovány s tzv. zelenou chemií, tedy procesem, který ekologicky nezatěžuje přírodu.<sup>13,14</sup>

### 1.3.2 Historie a příprava

První iontová kapalina, ethylamonium-nitrát (**Obrázek 5**), byla objevena roku 1914 Waldenem.<sup>15</sup> Během vývoje iontových kapalin byly nejdříve detailně zkoumány elektrochemické, rozpouštěcí a katalytické vlastnosti různých tetrachloroaluminátů. Tyto iontové kapaliny se dnes označují jako iontové kapaliny první generace, ale kvůli jejich nestálosti na vzduchu a citlivosti k vlhkosti se začaly připravovat iontové kapaliny druhé generace. Iontové kapaliny druhé generace jsou založeny na využití nekoordinujících aniontů odolných vůči hydrolýze a oxidaci. Také probíhal výzkum s cílem připravit iontové kapaliny, které by plnily nejen úlohu rozpouštědla, ale i katalyzátoru nebo chelatačního činidla (iontové kapaliny třetí generace). Nejnovějším objevem se staly chirální iontové kapaliny použitelné v asymetrické syntéze nebo jako součást chirální náplně chromatografických kolon.<sup>16</sup>



**Obrázek 5.** Ethylamonium-nitrát.

Při přípravě iontových kapalin lze použít tři různé postupy, jejichž společným krokem je kvarternizace nukleofilního atomu (iont, který poskytuje elektronový pár). Nejčastěji je nukleofilním atomem dusík, ale může to být i fosfor, síra a další. Pokud je aniont, který je obsažen v iontové kapalině zároveň dobře odstupující skupinou při nukleofilních substitucích, tak se vytváří iontová kapalina v jednom kroku. Pro přípravu iontových



kapalin s anorganickým nekoordinovaným aniontem se používá druhá metoda za využití dvoukrokové syntézy. V prvním kroku se provede kvarternizace alkylhalogenidem a ve druhém kroku dochází k záměně halogenidového aniontu. Ve třetí metodě se využívá k nahrazení aniontu iontoměnič, ale tato metoda je v praxi málo využívána.<sup>15,16</sup>

### 1.3.3 Využití iontových kapalin

Celá řada reakcí v přítomnosti iontových kapalin poskytuje požadované produkty v relativně vysokých výtěžcích a probíhá rychleji ve srovnání s běžnými organickými rozpouštědly. Jejich výhodou je možnost recyklace a také snadnější izolace produktu z reakční směsi.<sup>16</sup>

Použití iontových kapalin první generace je výhodné zejména pro elektrofilní aromatické substituce za přítomnosti Lewisovy kyseliny (alkylace, acylace, halogenace, chlorsulfonace). V iontových kapalinách druhé generace velmi snadno probíhají nukleofilní substituce a je možná i nitrace. Jako nitrační činidlo se používá dusičnan amonný nebo isopentylnitrát za přítomnosti kyseliny trifluormethansulfonové. V iontových kapalinách lze realizovat i substituce se slabými elektrofilny, jako jsou diazoniové soli.<sup>16</sup>

Kromě využití iontových kapalin v syntetické chemii slouží tyto sloučeniny k separaci plynných i kapalných směsí, nebo jako elektrolyty v bateriích, lubrikanty a teplosměnná média.<sup>16</sup>

## 2 POVRCHOVĚ AKTIVNÍ LÁTKY, POVRCHOVÉ NAPĚTÍ

### 2.1 Povrchové napětí

#### 2.1.1 Charakteristika povrchového napětí a volné povrchové energie

Interakce, které probíhají na styku dvou nebo více fází, souvisí se změnou povrchové energie. Povrchové napětí a volná povrchová energie jsou výsledkem působení mezimolekulárních sil (van der Waalsovy síly, disperzní Londonovy síly, další typy nekovalentních interakcí) v kapalinách. Příčinou jejich vzniku je jednostranné působení přitažlivých mezimolekulárních sil v povrchové vrstvě. Důsledkem toho se kapalina snaží zaujmout co nejmenší objem i povrch.<sup>17,18</sup>

Povrchové napětí je síla, která působí v povrchu kapaliny kolmo na délkovou jednotku povrchu. Povrchové napětí se značí  $\gamma$ , jeho jednotkou je N/m a vypočítat ho lze ze vztahu:

$$\gamma = \frac{dF}{dl} \quad (1)$$

kde  $dF$  je elementární síla a  $dl$  délka řezu povrchu kapaliny.<sup>17,19</sup>

Povrchové napětí je úzce spjato s povrchovou energií a charakterizuje závislost této energie kapaliny na jejím povrchu. Povrchová energie se rovná práci, kterou je třeba vykonat, aby se povrch soustavy zvětšil o jednotku plochy při konstantním objemu.<sup>19</sup>

#### 2.1.2 Význam a využití

Jevy povrchového napětí lze pozorovat v přírodě okolo nás a nacházejí využití v mnoha oblastech lidské činnosti např. v chemii, biologii, zemědělství nebo průmyslu.

Povrchové napětí se uplatňuje v biologii při kapilárních jevech v rostlinách, umožňuje pohyb drobného hmyzu jako Bruslařka obecná (*Gerris lacustris*) po vodní hladině. Neschopnost vody pronikat peřím vodních ptáků, tvar kapek rosy na listech a květech i „plavání“ drobných předmětů na hladině (hlinková mince) jsou také důsledkem povrchového napětí. Mytí a praní jsou činnosti, které mají společnou podstatu. Jde o umožnění smáčení nečistot, čímž dochází k jejich odstranění. Vysoké povrchové napětí studené vody musí být sníženo (zvýšení teploty, přídavek mýdel, saponátů), aby mohla být využita k výše uvedeným činnostem. Ke správné aplikaci herbicidů a insekticidů je třeba vhodně upravit povrchové napětí postřiků tak, aby ulpěly nebo neulpěly na daném druhu

rostliny. Povrchové napětí se uplatňuje i při flotaci, která spočívá v oddělování hlušiny od těžené látky (železo, zlato).<sup>20</sup>

## 2.2 Povrchově aktivní látky

### 2.2.1 Charakteristika

Povrchově aktivní látka, také tenzid nebo sufraktant, je organická látka, která je schopna se hromadit již při nízkých koncentracích na fázovém rozhraní a tím snižovat mezifázovou energii soustavy.<sup>21</sup>

Všechny PAL se vyznačují charakteristickou chemickou a fyzikální strukturou molekul, která má asymetrický bipolární charakter. Řadí se mezi amfifilní látky, jejichž typickým znakem je existence polární a nepolární části molekuly s přesným prostorovým vymezením. Každá molekula povrchově aktivní látky má svůj hydrofobní řetězec (nepolární) a hydrofilní skupinu (polární).<sup>19</sup>

V polárním rozpouštědle se snaží hydrofobní část zaujmout takové uskupení, které co nejvíce omezuje jeho styk s rozpouštědlem. Hydrofilní část má vysokou afinitu k vodě, napomáhá orientaci molekul povrchově aktivní látky v rozpouštědle, ovlivňuje polaritu povrchově aktivní látky a rozdělení náboje. PAL ovlivňují procesy probíhající v heterogenních soustavách na rozhraní dvou nebo tří fází, také fyzikálně-chemické vlastnosti materiálů a snižují tření.<sup>19</sup>

Jednou z rozhodujících aplikačních charakteristik je hodnota hydrofilně-lipofilní rovnováhy (HLB), která je definována jako rovnovážný poměr mezi hydrofilní a lipofilní částí molekuly PAL. Nejčastěji používaný vztah pro její výpočet je podle Griffina:<sup>18,19</sup>

$$HLB = 7 + \Sigma (\text{hydrofilních skupin}) - \Sigma (\text{hydrofobních skupin}) \quad (2)$$

V případě použití směsi PAL je její výsledná hodnota HLB stanovena podle vztahu:<sup>18</sup>

$$HLB_s = \frac{w_1 \cdot HLB_1 + w_2 \cdot HLB_2}{w_1 + w_2} \quad (3)$$

kde  $w_1$  a  $w_2$  jsou hmotností zlomky příslušných povrchově aktivních látek.

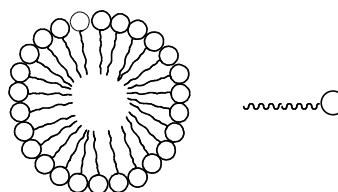
Na základě HLB hodnot lze předpovídat chování PAL v roztocích a jejich následné využití v praxi, jak je naznačeno v **Tabulce 1**.<sup>18</sup>

**Tabulka 1.** Hodnoty HLB aplikačních skupin PAL.<sup>19</sup>

HLB	použití
3–6	emulgátory V/O <sup>a</sup>
7–9	smáčedla
8–18	emulgátory O/V <sup>b</sup>
13–15	detergenty
15–18	solubilizátory

<sup>a</sup> emulze voda v oleji<sup>b</sup> emulze olej ve vodě

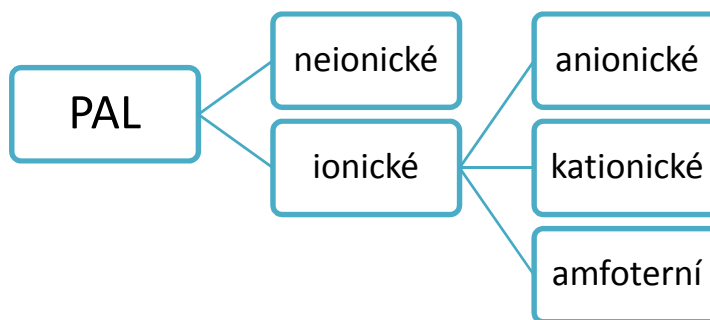
Další užitečnou charakteristikou je kritická micelární koncentrace, která je odrazem specifického chování PAL ve vodných roztocích. Při CMC jsou v roztocích vytvářeny micely, které představují shluky molekul povrchově aktivních látek dispergované v kapalném médiu. Hnací silou pro tvorbu micel je snížení kontaktu mezi uhlovodíkovým řetězcem a vodou, čímž dochází k poklesu volné energie systému. Micela, zobrazená na **Obrázku 6**, vytváří ve vodném roztoku agregáty s hydrofilní částí molekuly orientovanou do vodného prostředí a hydrofobní částí skrytou uvnitř. V nepolárním prostředí se mohou tvořit reverzní micely s obráceným uspořádáním hydrofobních a hydrofilních částí.<sup>22</sup>

**Obrázek 6.** Struktura micely ve vodném prostředí.

### 2.2.2 Klasifikace a použití

Povrchově aktivní látky představují širokou škálu látek, které lze klasifikovat podle řady kritérií. Mezi nejdůležitější kritéria se řadí typ hydrofobní a hydrofilní složky (iontový charakter), HLB hodnota, systematika organických sloučenin a biologická rozložitelnost.<sup>17</sup> Z komerčního hlediska jsou povrchově aktivní látky klasifikovány podle jejich využití. Nicméně toto rozdělení není užitečné, protože většina povrchově aktivních látek má více než jedno užití.<sup>23</sup>

Nejvíce uznávaná a v praxi využívaná je klasifikace podle hydrofilní složky (**Obrázek 7**), založená na schopnosti hydrofilní skupiny disociovat na ionty. Polární skupiny ionických povrchově aktivních látek disociují ve vodném prostředí (anionické, kationické, amfoterní PAL) a u neionických k disociaci nedochází.<sup>17,23</sup>



**Obrázek 7.** Rozdělení PAL podle typu hydrofilní složky.

### Neionické PAL

Neionické PAL patří mezi velmi rozšířenou skupinu. Nemají náboj, ve vodném prostředí nedisociují. Rozpustnost ve vodě je dána přítomností funkčních skupin, které mají velkou afinitu k vodě.<sup>17</sup> Nejběžnější skupinu neionických PAL představují deriváty ethylenoxidu, zbytek je založen na kondenzaci s polyoly jako jsou glycerol, polyglyceroly, glukóza, sacharóza atd.<sup>17</sup>

Neionické tenzidy mohou být klasifikovány podle typů můstků spojujících jejich hydrofobní a hydrofilní část. Podle tohoto kritéria lze rozdělit neionické PAL na sloučeniny s eterickým můstkem, esterovou skupinou, amidovou skupinou, dusíkatým můstkem atd.<sup>17</sup>

Neionické PAL se využívají v kosmetice k výrobě šamponů, pleťových krémů, zubních past, v zemědělství k výrobě krmiv pro hospodářská zvířata a v potravinářství se využívají jako emulgátory. Vyrábějí se z nich také nepěňivé prací prášky a mycí prostředky.<sup>23</sup>

### Ionické PAL

Tyto PAL ve vodném roztoku disociují za vzniku kladně nebo záporně nabitých iontů (kationty, anionty), jejichž náboj závisí na pH prostředí. Tyto částice jsou nositeli povrchové aktivity.<sup>18</sup>

► Anionické PAL

Řadí se mezi nejběžnější a nejrozšířenější povrchově aktivní látky používané v průmyslových aplikacích. Jsou obsaženy téměř v každém typu detergentu.<sup>24</sup> Ve vodném prostředí jsou disociovány na anion, který je nositelem povrchové aktivity a kation ( $K^+$ ,  $Na^+$ ,  $NH_4^+$ ).<sup>17</sup> Hydrofobní část molekuly anionických PAL může být různá, ale nejčastěji se jedná o nasycené alkyly. Jsou klasifikovány podle druhu hydrofilní skupiny na mýdla, sulfáty, sulfonáty a fosfáty.<sup>24</sup> Podle počtu polárních a disociovatelných skupin je lze rozdělit na anionické PAL monofunkční, bifunkční, polyfunkční a olygomerní polyfunkční.<sup>19</sup>

► Kationické PAL

Kationickými PAL se nazývají sloučeniny obsahující ve své molekule jednu nebo více funkčních skupin. Tyto skupiny ve vodě disociují, přičemž vznikají kladně nabitě organické ionty, které jsou nositeli povrchové aktivity.<sup>19</sup> Jejich typickou vlastností je silná adsorpce na všechny negativně nabitě povrchy (celulóza, sklo, bílkoviny). Většinou jsou horšími detergenty než jiné třídy PAL a je pro ně typická přítomnost atomu dusíku v molekule.<sup>17</sup>

Využívají se jako dezinfekční přípravky chirurgických nástrojů, výrobních zařízení v potravinářském průmyslu a kůže v okolí ran. V kosmetice tvoří součást antiseptických krémů, tělových deodorantů, antiperspirantů, ústních vod a zubních past. Zlepšují vzhled vlasů a usnadňují česání, proto jsou důležitou součástí vlasových kondicionérů.<sup>17,24</sup>

► Amfoterní PAL

Jedná se o PAL, které mají v nedisociované části molekuly obsažen jak kation, tak anion. Jejich chování závisí na pH prostředí.<sup>23</sup> V alkalickém se chovají jako anionické PAL, v kyselém jako kationické PAL.<sup>17,24</sup> Díky jejich amfifilnímu charakteru je možná jejich kombinace s kationickými a anionickými PAL.<sup>24</sup>

Do této skupiny patří klasické amfoterní PAL. Náboj jejich bazické i kyselé skupiny závisí na pH prostředí, zatímco PAL zwitterionické povahy mají zachovaný kladný náboj v celé šíři pH a záporný náboj je závislý na pH prostředí.<sup>17</sup> Hlavními amfoterními PAL jsou alkylbetainy, sulfobetainy a alkylaminokarboxylové kyseliny.<sup>19</sup>

Zwitterionické PAL se využívají zejména v kosmetice jako součást šamponů a vlasových kondicionérů.<sup>24</sup>

### 2.3 Povrchově aktivní látky s adamantanovým skeletem

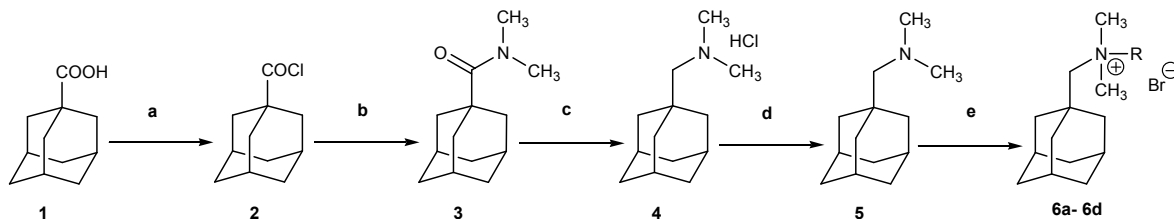
Studium surfaktačních vlastností sloučenin s adamantanovým skeletem představuje relativně novou oblast. Existuje však několik odborných prací zabývajících se touto problematikou, přičemž v této podkapitole budou zmíněny výsledky některých z nich.

Kvarterní amoniové sloučeniny představují důležitou část PAL, především kvůli svým unikátním vlastnostem. Mají široké uplatnění, používají se jako detergenty, dezinfekční prostředky, antistatická činidla a změkčovadla.<sup>25</sup>

Zavedení adamantanového skeletu do molekulové struktury PAL je úzce spjato se záměrem využít specifických vlastností struktury adamantanu, jehož lipofilní charakter může vést ke snížení hodnoty CMC.<sup>2</sup>

Série kvarterních amoniových povrchově aktivních látek obsahujících adamantanový motiv byla připravena několikastupňovou syntézou z komerčně dostupné 1-adamantankarboxylové kyseliny (**Schéma 3**). V prvním kroku syntézy byl připraven chlorid 1-adamantankarboxylové kyseliny (**2**). Produktem druhého kroku syntézy je sloučenina **3** vznikající ve formě světle žluté pevné krystalické látky. *N,N*-Dimethyl-1-aminomethyladamantan hydrochlorid (**4**) byl připraven redukcí sloučeniny **3**, která byla následně převedena na hydrochlorid zavedením suchého plynného chlorovodíku. Sloučenina **4** byla rekrystalována ze směsi methanol/acetone za vzniku bílých krystalů a neutralizována 2M roztokem hydroxidu sodného za vzniku sloučeniny **5**. V posledním kroku syntézy byla provedena kvarternizace sloučeniny **5** s vybranými *n*-bromalkany za vzniku nové série kvarterních amoniových PAL (**6a-6d**).<sup>2</sup>

#### Schéma 3



Podmínky: (a) SOCl<sub>2</sub>, 80 °C, 3 h, 99 % (b) TEA, HN(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>HCl, CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>, 12 h, 79 % (c) LiAlH<sub>4</sub>, THF, 20 h, 2M HCl, 77 % (d) 2M NaOH (e) R-Br, isopropanol, 48 h, 26-46%

Výtěžky: (6a) R-C<sub>8</sub>H<sub>17</sub> (43 %) (6b) R-C<sub>10</sub>H<sub>21</sub> (39 %) (6c) R-C<sub>12</sub>H<sub>25</sub> (35 %) (6d) R-C<sub>16</sub>H<sub>33</sub> (26 %)

Struktura připravených PAL byla potvrzena pomocí běžně používaných metod strukturní analýzy, jako např. nukleární magnetické resonance (<sup>1</sup>H-NMR) nebo infračervené spektroskopie. Jako doplňková metoda byla použita elementární analýza.<sup>2</sup>

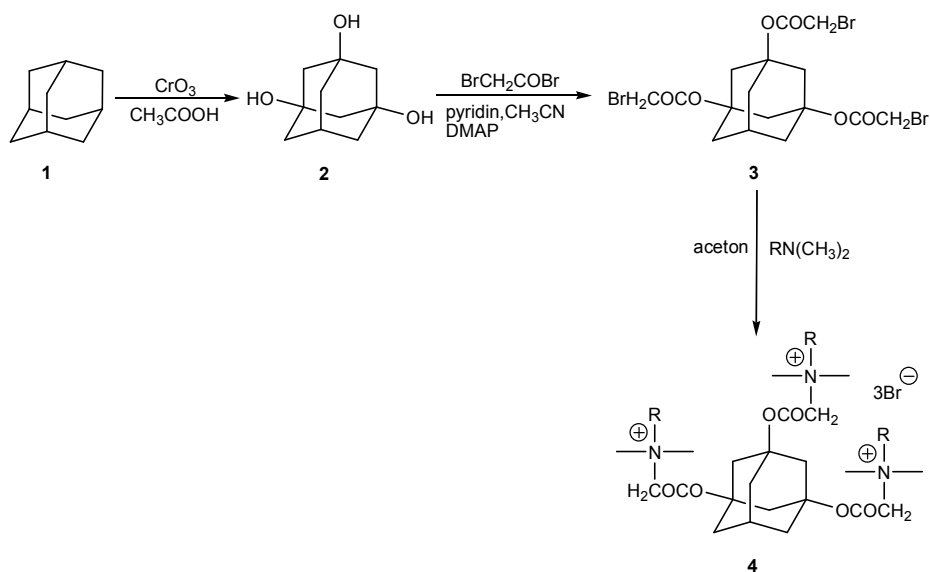
Byly prozkoumány také povrchové vlastnosti připravených látek. Vzhledem k lipofilnímu charakteru adamantanu byly hodnoty kritické micelární koncentrace (CMC) a  $C_{20}$  syntetizovaných kvarterních amoniových PAL nižší v porovnání s tradičními kvarterními amoniovými PAL jako např. dodecyltrimethylamonium-bromid (DTAB). Výsledné hodnoty povrchových vlastností jsou uvedeny v **Tabulce 2**.<sup>2</sup>

**Tabulka 2.** Hodnoty CMC,  $\gamma_{CMC}$ ,  $C_{20}$  syntetizovaných PAL.<sup>2</sup>

PAL	CMC [mol/l]	$\gamma_{CMC}$ [mN/m]	$c_{20}$ [mol/l]
<b>6a</b>	$12 \times 10^{-3}$	43,053	$5,62 \times 10^{-3}$
<b>6b</b>	$8 \times 10^{-3}$	40,953	$2,40 \times 10^{-3}$
<b>6c</b>	$4 \times 10^{-3}$	38,906	$5,01 \times 10^{-4}$
<b>6d</b>	$2 \times 10^{-3}$	37,902	$2,24 \times 10^{-4}$
DTAB	$16 \times 10^{-3}$	38,894	$6,61 \times 10^{-3}$

Další práce popisuje syntézu různých trimetrických kvarterních amoniových PAL s kompenzačním bromidovým iontem (**Schéma 4**), jejichž centrální část molekuly tvoří adamantanový skelet, na něhož jsou navázány různé uhlovodíkové řetězce.<sup>26</sup>

**Schéma 4**





K vytvoření odbouratelných trimetrických kationických PAL, byly tyto sloučeniny navrženy tak, aby obsahovaly esterové skupiny. Jejich syntéza byla provedena v následujících krocích. Zaprvé, centrální část molekuly obsahující adamantanový skelet byla oxidována oxidem chromovým za vzniku 1,3,5-trihydroxyadamantanu (**2**). Následně proběhla esterifikace sloučeniny **2**, čímž došlo k vytvoření 1,3,5-trikis (bromacetoxy)adamantanu (**3**). Tři alkyly (C8, C10, C12) terciárních aminů, byly spojeny s adamantanovým skeletem kvarternizační reakcí, čímž vznikly odpovídající trimetrické kvartérní aminové PAL **4**. Stanovené hodnoty CMC syntetizovaných sloučenin byly opět nižší ve srovnání s odpovídajícími monomerními PAL.<sup>26</sup>

### 3 STANOVENÍ POVRCHOVÉHO NAPĚTÍ

Ke stanovení povrchového napětí kapalin lze použít mnoho typů metod, které lze zpravidla zařadit do dvou hlavních skupin. Těmito skupinami jsou statické a dynamické metody.

#### 3.1 Statické metody měření povrchového napětí

Statické metody měření povrchového napětí mohou být založeny na existenci tlakového rozdílu na zakřivených rozhraních. Mezi tyto metody patří kapilární elevace, metoda Wilhelmyho destičky, popřípadě Du Noüy kroužková metoda.

*Metoda kapilární elevace* je jedna z nejstarších metod. Její princip je založen na ponoření skleněné kapiláry o poloměru  $r$  do kapaliny, jejíž povrchové napětí způsobí zvýšení hladiny kapaliny v kapiláře.

*Metoda Wilhelmyho destičky* patří mezi populární stanovení rovnovážného povrchového napětí. Principiálně je měřena síla, která je zapotřebí pro vytažení tenké destičky dotýkající se měřeného roztoku. Podobně jako v případě metody kapilární elevace je problém se stanovením smáčecího úhlu, proto povrchy měřících zařízení musí být řádně vyčištěny, aby mohlo dojít k úplnému smáčení.

*Du Noüy kroužková metoda* je velmi podobná předchozí metodě. Místo talířku je použit kroužek z platinového drátu, který je ponořen pod hladinu zkoušené kapaliny a je zjišťována síla potřebná k vytažení tohoto kroužku z kapaliny.

Statické metody mohou být založeny také na principu měření tvaru, které zahrnují *metodu přisedlé a visící kapky*. Principem metody je stanovení povrchového napětí z geometrických parametrů kapky, která může viset ze zabroušeného konce trubice nebo ležet na vodorovné podložce. Kapku lze vyfotografovat nebo proměřit v mikroskopu. Ze stanovení délky kapky a jejího průměru je zjištěno povrchové napětí pomocí tabelovaných funkcí.<sup>27</sup>

Existují metody nacházející se na hranici dynamických a statických postupů, mezi které patří stalagmometrická metoda a metoda maximálního přetlaku v bublině.

*Stalagmometrická metoda*, také uváděna jako metoda vážení kapek, je založena na tvorbě a odkapávání kapek z kolmo postavených kapilár o známém vnějším a vnitřním poloměru. Vzniklé kapky jsou zachytávány a následně váženy.<sup>27</sup>

*Metoda maximálního přetlaku v bublině* je založena na měření tlaku. Princip je založen na vzniku bubliny vzduchu v ústí kapiláry ponořené do měřené kapaliny do určité hloubky. Při tvorbě bubliny dochází k nárůstu tlaku potřebného pro vytváření bubliny. V okamžiku odtrhnutí bubliny je tlak maximální.<sup>27</sup>

### 3.2 Dynamické metody měření povrchového napětí

Dynamické metody měření povrchového napětí jsou využívány hlavně pro studium výrazně nerovnovážných stavů povrchových vrstev kapalin a rychlosti ustavování rovnovážné struktury jejich povrchu. Mezi nejznámější dynamické metody lze zařadit metodu oscilujícího proudu, měření rozptylu světla, oscilující kapku a sledování kapilárního vlnění na fázovém rozhraní.

Při *metodě oscilujícího proudu* je z trysky s eliptickým otvorem vypouštěn proud kapaliny ve tvaru eliptického válce do vzduchu nebo druhé kapaliny. Působením povrchových sil, které se snaží dodat paprsku tvar válce, a působením setrvačných sil vznikají příčné oscilace, při nichž se postupně zaměňují delší a kratší osa elipsy. Z délky vlny na povrchu proudu kapaliny, kterou lze stanovit optickými metodami, a objemové rychlosti proudění, je možné určit hodnotu povrchového napětí. Metoda je vhodná pro rutinní laboratorní stanovení dynamických povrchových napětí v případech, kdy je třeba měřit rychlé změny v hodnotách napětí.

Mobilní fázové rozhraní nikdy není dokonale hladké, protože je neustále deformováno vlivem tepelného pohybu. Drsnost tohoto rozhraní lze popsat jako nepřetržitou řadu sinusových vln tvořících difrakční mřížku, na níž dochází k rozptylu světla. Měří se podíl světla rozptýleného rozhraním pod úhlem, který závisí na povrchovém nebo mezifázovém napětí, rozdílu hustot obou fází a jejich relativním indexu lomu. Na tomto principu je stanovováno povrchové napětí metodou *měření rozptylu světla*.

*Metoda oscilující kapky* je založena na využití rezonančních vlastností systému tvořeného kapkou jedné kapaliny, která se účinkem akustických sil vznáší v druhé kapalině nebo kapkou kapaliny vznášející se ve vakuu účinkem elektromagnetického pole. Ze změřené frekvence oscilace kapky, známé velikosti kapky, hustoty a viskozity kapaliny lze stanovit povrchové napětí. Tato metoda poskytuje velkou výhodu spočívající v možnosti provádět měření při vysokých teplotách.<sup>27</sup>

## **II. PRAKTICKÁ ČÁST**

## 4 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

### 4.1 Přístroje a vybavení

Ke stanovení povrchového napětí vzorků byl použit tenziometr KRÜSS K100. Vzorky byly také proměřeny na mikrokolorimetru typu VP-ITC od firmy MicroCal. Digitální mikroskopická kamera AM7013MT Dino-Lite Premier s příslušenstvím byla použita ke stanovení kontaktního úhlu.

Vzorky byly navažovány na laboratorních vahách a mikrováhách, rozpouštěny v ultrazvukové lázni. Byly také využity mikropipety, běžné laboratorní sklo a vybavení.

#### Použité přístroje

##### Tenziometr

Název:	Force Tensiometer
Typ:	K100
Výrobce:	KRÜSS GmbH, Hamburg
Součásti:	temperační lázeň, teplotní čidlo, 2 misky, 1 platinová destička (PL02)

##### Mikrokolorimetr

Název:	MicroCalorimeter
Typ:	VP-ITC
Výrobce:	MicroCal, LLC, USA
Součásti:	odplyňovací přístroj ThermoVac, automatická mikropipeta o objemu 295 µl, referenční a reakční měřicí cela

##### Digitální mikroskopická kamera

Typ:	AM7013MT Dino-Lite Premier
Výrobce:	DINO LITE
Rozlišení:	5 M pixelů (2592 × 1944)
Zvětšení:	20× ~ 50×, 200×
Součásti:	držák kamery, posuvný stolek, zdroj světla, PARAFILM <sup>®</sup> M

## 4.2 Struktura studovaných látek

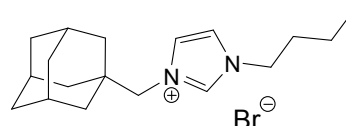
K prozkoumání možných povrchově aktivních vlastností imidazoliových solí s adamantanovým skeletem byly vybrány dva vzorky.

### 1-(1-adamantylmethyl)-3-butyylimidazolium-bromid (1)

Sumární vzorec:  $C_{18}H_{29}N_2Br$

Molární hmotnost: 353,47 g/mol

Vzhled: světle hnědý krystalický prášek

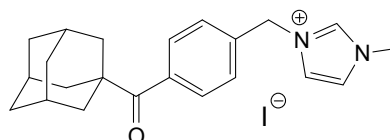


### 1-(4-(1-adamantylkarbonyl)benzyl)-3-methylimidazolium-jodid (2)

Sumární vzorec:  $C_{22}H_{27}N_2I$

Molární hmotnost: 462,37g/mol

Vzhled: světle žlutý krystalický prášek



## 4.3 Popis použitých metod

### 4.3.1 Stanovení povrchového napětí tenziometricky

#### Příprava vzorků

Do vialky bylo na analytických váhách naváženo příslušné množství vzorku ( $m_{\text{vzorku 1}} = 10,0$  mg,  $m_{\text{vzorku 2}} = 12,8$  mg), které bylo rozpuštěno v 5,5 ml destilované vody. Pro úplné rozpuštění byl vzorek po dobu 2 minut podroben sonikaci. Takto připravený vzorek o určité koncentraci ( $c_{\text{vzorku 1}} = 5,146$  mmol/l,  $c_{\text{vzorku 2}} = 5,033$  mmol/l) byl použit k samotné analýze.

#### Měření povrchového napětí

Tenziometrické měření bylo provedeno na tenziometru KRÜSS K100 pomocí metody Wilhelmyho destičky. Do plastové misky bylo napipetováno 5 ml měřeného roztoku. Takto naplněná miska byla umístěna do temperační jednotky tenziometru. Po dobu měření byla teplota udržována na 25 °C. Na háček byla zavěšena platinová destička. Po ustálení hladiny měřeného roztoku a pohybu destičky bylo provedeno samotné měření. Jako první bylo proměřeno povrchové napětí destilované vody, která je zde využita jako referenční látka k ověření správnosti měření přístroje, poté byl již proměřen reálný vzorek. Vzorek

byl v průběhu měření ředěn destilovanou vodou tak, že vždy po stanovení byl odebrán z misky 1 ml roztoku vzorku do mikrozkušavky typu Eppendorf a tento chybějící objem byl nahrazen 1 ml destilované vody. Výjimkou bylo poslední stanovení roztoku vzorku, který byl připraven odebráním 2 ml vzorku a doplněním 2 ml destilované vody. Povrchové napětí destilované vody a příslušná koncentrace roztoku vzorku bylo proměřeno vždy dvakrát. Po měření byla miska umyta vodou, opláchnuta destilovanou vodou a acetonem. Platinová destička byla důkladně opláchnuta destilovanou vodou, acetonem, vyžihána nad plamenem a vložena do ochranného obalu.

### **Stanovení kritické micelární koncentrace**

Z naměřených hodnot byla sestrojena závislost povrchového napětí  $\gamma$  [mN/m] na koncentraci roztoku vzorku  $c$  [mmol/l]. Tato závislost je představována dvěma přímkami s rozdílnými směrnici. První přímka odpovídá koncentracím pod CMC a je pro ni charakteristický prudký pokles povrchového napětí se zvyšující se koncentrací. Při vyšších koncentracích, za vzniku micel, dochází ke změně směrnice a povrchové napětí se mění pozvolna. Průsečík těchto dvou přímek představuje výslednou hodnotu CMC. Pro zjištění hodnoty CMC byla použita metoda průsečíku dvou rovnic regresních přímek, které byly proloženy oběma lineárními úseky závislosti povrchového napětí na koncentraci.

#### **4.3.2 Stanovení kritické micelární koncentrace pomocí izotermické titrační mikrokolorimetrie**

##### **Příprava vzorku**

Do vialky bylo naváženo na mikrováhách 8,138 mg vzorku **1**, který byl rozpuštěn v 1 ml destilované vody. Pro dokonalé rozpuštění byl vzorek podroben sonikaci po dobu 2 minut. Takto připravený vzorek o koncentraci 1,450 mmol/l byl připraven k měření.

##### **Mikrokolorimetrické měření**

Vzorek byl před samotnou analýzou odplyněn na odplyňovacím přístroji s termostatem ThermoVac při nižší teplotě než byl prováděn samotný experiment.

Měření na přístroji VP-ITC bylo provedeno tak, že připravený vzorek byl nasát do automatické mikropipety. Počítačově řízeným pístem bylo postupně v časovém intervalu 210 sekund přidáváno, za stálého míchání, 48 přídavek vzorku. Do reakční cely o konstantní teplotě 25 °C obsahující destilovanou vodu byl přidán první podíl vzorku

o objemu 2  $\mu\text{l}$ . Ostatní přídavky vzorku činily 5  $\mu\text{l}$ . V průběhu experimentu bylo teplo uvolněné při interakci měřeno v závislosti na čase a jednotlivé píky představovaly teplotní změny, které byly vyvolány opakovanými přídavky malého množství vzorku (5  $\mu\text{l}$ ) do reakční cely. Vyhodnocení měření bylo provedeno v programu ORIGIN 7.0.

### Stanovení kritické micelární koncentrace

Z naměřených hodnot byla sestrojena závislost reakčního tepla  $\Delta H$  [kJ/mol] na koncentraci roztoku vzorku  $c$  [mmol/l]. Tato závislost je představována dvěma přímkami s rozdílnými směrnici. Průsečík těchto dvou přímek představuje výslednou hodnotu CMC. Pro zjištění hodnoty CMC byla použita metoda průsečíku dvou rovnic regresních přímek, které byly proloženy oběma lineárními úseky závislosti reakčního tepla na koncentraci.

### 4.3.3 Měření kontaktního úhlu smáčení

K měření kontaktního úhlu smáčení bylo použito dvanáct různých koncentrací vzorku, které byly připraveny během tenziometrického stanovení tak, že při každém ředění byl vždy odebrán 1 ml roztoku do mikrozkušavky typu Eppendorf, který sloužil jako vzorek pro měření kontaktního úhlu smáčení.

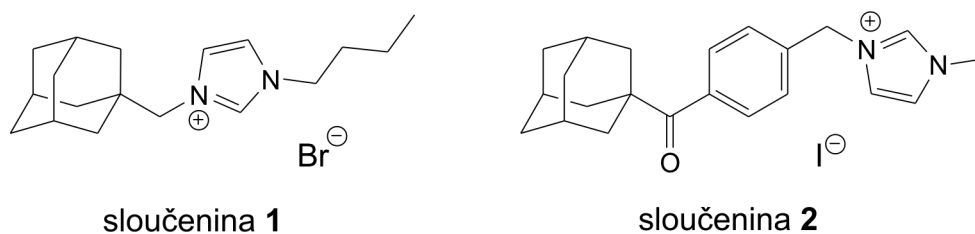
Měření kontaktního úhlu smáčení vzorku probíhalo na základě metody sedící kapky pomocí přenosného laboratorního goniometru s posuvným stolem a digitální mikroskopickou kamerou za normálních laboratorních podmínek. Na posuvný stůl byl upevněn hydrofobní PARAFILM<sup>®</sup>M, na kterém byly mikropipetou tvořeny kapky o objemu 3  $\mu\text{l}$ . Kapky byly následně vyfotografovány pomocí mikroskopické digitální kamery. Fotografování kapek proběhlo bez časové prodlevy, aby nedošlo k odpařování vzorku, změně tvaru a zkreslení kontaktního úhlu. Pro každou koncentraci roztoku bylo vždy vyfotografováno 10 kapek.

Vyhodnocení kontaktního úhlu smáčení bylo provedeno pomocí softwaru FTA32 Video 2.1. Výpočet mezního kontaktního úhlu, což teoreticky odpovídá hodnotě CMC, byl proveden prostřednictvím vynesení závislosti kontaktního úhlu  $\theta$  [°] na koncentraci roztoku vzorku  $c$  [mmol/l].



## 5 VÝSLEDKY A DISKUZE

Cílem této bakalářské práce bylo stanovit kritickou micelární koncentraci dvou předem vybraných sloučenin s adamantanovým skeletem, jejichž společným znakem není pouze přítomnost tohoto polycyklického uhlovodíku v molekule, ale také to, že obsahují heterocyklický kruh. Ze struktury sloučenin **1** a **2** (**Obrázek 8**) je patrné, že se jedná o imidazoliové soli lišící se typem použitého kompenzačního iontu, kterým je, v případě sloučeniny **1** bromid a v případě sloučeniny **2** jodid. Další odlišnosti lze spatřovat v povaze substituentů, jež jsou navázány na imidazolový skelet. U sloučeniny **1** je na jednom atomu dusíku imidazoliového kruhu navázaný butyl a na druhém 1-adamantylmethyl. V případě sloučeniny **2** je na jednom atomu dusíku navázaný methyl a na druhém pak substituent obsahující adamantanový skelet.



**Obrázek 8.** Strukturní vzorce studovaných sloučenin.

Stanovení kritické micelární koncentrace sloučenin **1** a **2** bylo provedeno pomocí několika dostupných metod, a sice tenziometrie, izotermické titrační mikrokolorimetrie a stanovení kontaktního úhlu smáčení. Zatímco tenziometrii a izotermickou titrační mikrokolorimetrii lze považovat za metody, které se používají pro stanovení kritické micelární koncentrace kationických surfaktantů relativně často, pak stanovení kontaktního úhlu smáčení představuje metodu, která se při studiu CMC vyskytuje jen ojediněle a lze jej tedy považovat pouze za orientační metodu.<sup>28–30</sup>

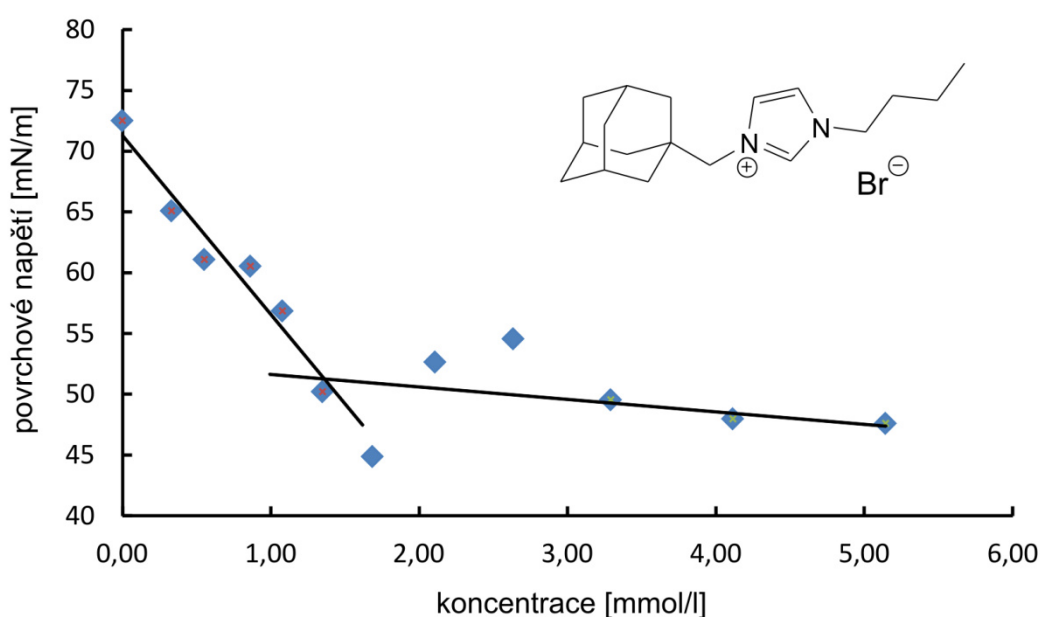
### 5.1 Stanovení kritické micelární koncentrace tenziometrickou metodou

Grafy závislosti povrchového napětí na koncentraci jsou znázorněny na **Obrázku 9** (sloučenina **1**) a **Obrázku 10** (sloučenina **2**). Příslušné hodnoty CMC pro oba studované vzorky jsou uvedeny v **Tabulce 3**, kde jsou rovněž uvedeny hodnoty povrchového napětí odečtené v hodnotě kritické micelární koncentrace ( $\gamma_{\text{CMC}}$ ). Pro sloučeninu **1** byla hodnota CMC stanovena na 1,361 mmol/l, kdy v tomto bodě došlo ke snížení povrchového napětí na hodnotu 51 mN/m. Hodnota CMC pro sloučeninu **2** byla stanovena na 2,645 mmol/l. V tomto bodě došlo ke snížení povrchového napětí na hodnotu 50 mN/m.

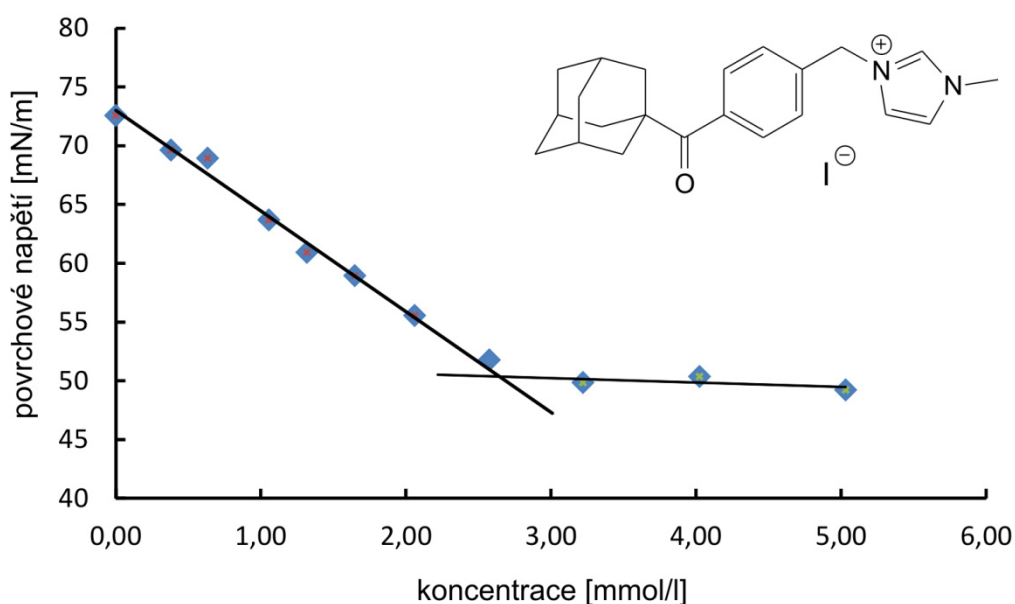
Tenziometrii lze považovat za poskytující relativně dobré a snadno vyhodnotitelné výsledky. Zároveň se jedná, např. ve srovnání s izotermickou titrační mikrokolorimetrií, o metodu méně časově náročnou. Pro ověření přesnosti stanovení lze vyhodnocené hodnoty CMC porovnat s hodnotami těchto látek uvedených v literatuře. Nicméně, hodnoty CMC pro tyto sloučeniny **1** a **2** nejsou, vzhledem k unikátnosti studovaných sloučenin, v literatuře uvedeny a z tohoto důvodu nebylo možné srovnání provést. Na tomto místě se nabízelo provést komparaci s hodnotami CMC uvedenými pro látky strukturně příbuznými se sloučeninami použitými v této práci. Bohužel ani toto řešení se pro potřeby této bakalářské práce nejevilo jako příliš vhodné. Vzhledem k tomu, že každá ze čtyř částí studovaných molekul (adamantanový skelet, imidazolový skelet, alifatický substituent a kompenzační anion) hraje určitou roli ve vztahu k povrchovému napětí finální molekuly, pak při srovnání s literárně dostupnými kationickými surfaktanty by velmi pravděpodobně nebylo možné nalézt vhodné příklady. Jinými slovy, srovnávání by byly dvě (či více) nepříliš příbuzných sloučenin, což by postrádalo hlubší význam.

**Tabulka 3.** Hodnoty CMC a  $\gamma_{\text{CMC}}$  stanovené pro vzorky **1** a **2**.

sloučenina	CMC [mmol/l]	$\gamma_{\text{CMC}}$ [mN/m]
<b>1</b>	1,361	51,3
<b>2</b>	2,645	50,4



**Obrázek 9.** Graf závislosti povrchového napětí na koncentraci (vzorek **1**).



**Obrázek 10.** Graf závislosti povrchového napětí na koncentraci (vzorek 2).

## 5.2 Stanovení kritické micelární koncentrace izotermickou titrační mikrokalorimetrií

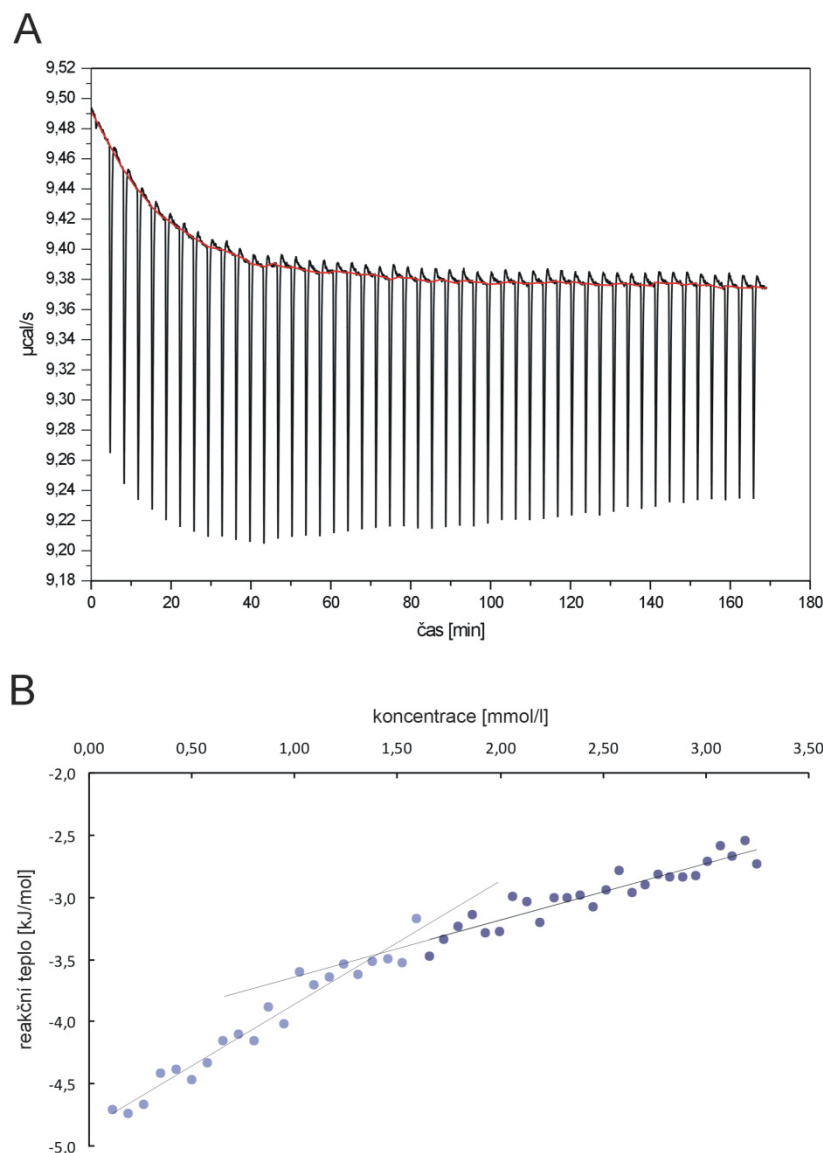
Stanovení kritické micelární koncentrace izotermickou titrační mikrokalorimetrií se v současné době stává relativně oblíbenou metodou. Hlavní důvody lze spatřovat v citlivosti této techniky a v kvalitě poskytnutých výsledků. Naopak za pravděpodobně nejvýznamnější nevýhodu izotermické titrační mikrokalorimetrie lze považovat časovou náročnost. Prvotní záměr stanovit kritickou micelární koncentraci pomocí izotermické titrační mikrokalorimetrie pro obě studované sloučeniny (**1** a **2**) nebylo možné realizovat z důvodu omezené rozpustnosti sloučeniny **2** ve vodě. S rozpustností látky **1** ve vodě nebyly závažnější problémy, přičemž k úplnému rozpuštění potřebného množství sloučeniny **1** v 1 ml destilované vody došlo po krátkodobé sonikaci. Naopak, v případě sloučeniny **2** nebylo stejným postupem dosaženo téměř žádného rozpuštění této látky ve vodě. K rozpuštění nevedlo ani naředění vzniklé suspenze přidáním dalšího množství (1,5 ml) destilované vody. Z počátku byla pozorována suspenze, v níž byly nerozpuštěné pevné podíly sloučeniny **2** rovnoměrně rozptýleny v celém objemu použitého rozpouštědla. Po určité době (cca 5 hodin) sedimentovaly nerozpuštěné částice na dno vialky, jak je názorně ilustrováno na **Obrázku 11**. Lze tedy konstatovat, že izotermická titrační mikrokalorimetrie představuje metodu, jejíž aplikovatelnost je do jisté míry omezena rozpustností studovaných sloučenin, v tomto případě imidazoliových solí, ve vodě.



**Obrázek 11.** Fotografie nedostatečně rozpuštěného vzorku **2** ve vodě.

Samotné stanovení kritické micelární koncentrace sloučeniny **1** technikou izotermické titrační mikrokolorimetrie probíhalo na přístroji MicroCal VP-ITC, který je součástí přístrojového vybavení Ústavu chemie FT UTB ve Zlíně.

Samotné měření bylo prováděno při teplotě 25 °C, kdy koncentrace sloučeniny **1** činila 1,450 mmol/l. Na **Obrázku 12** je uveden výsledek ITC analýzy sloučeniny **1**, přičemž **Obrázek 12A** znázorňuje exotermická tepla uvolněná v průběhu analýzy v závislosti na čase. Graf závislosti reakčního tepla na koncentraci je znázorněn na **Obrázku 12B**. Z tohoto grafu je patrné, že reakce probíhající během analýzy byla exotermická, což dokládají záporné hodnoty reakčních tepel. Hodnota kritické micelární koncentrace sloučeniny **1** byla stanovena na 1,398 mmol/l.



**Obrázek 12.** Výsledek ITC analýzy sloučeniny 1.

Hodnotu kritické micelární koncentrace pro sloučeninu 1 získanou pomocí izotermické titrační mikrokolorimetrie lze porovnat s hodnotou CMC této sloučeniny, stanovenou pomocí tenziometrie. Získané hodnoty se od sebe mírně liší, což může být způsobeno vlivem metody stanovení. Při zaokrouhlení CMC na dvě desetinná místa, byla hodnota CMC získaná pomocí tenzometrické analýzy a izotermické titrační mikrokolorimetrie 1,36 mmol/l a 1,40 mmol/l.

### 5.3 Měření kontaktního úhlu smáčení

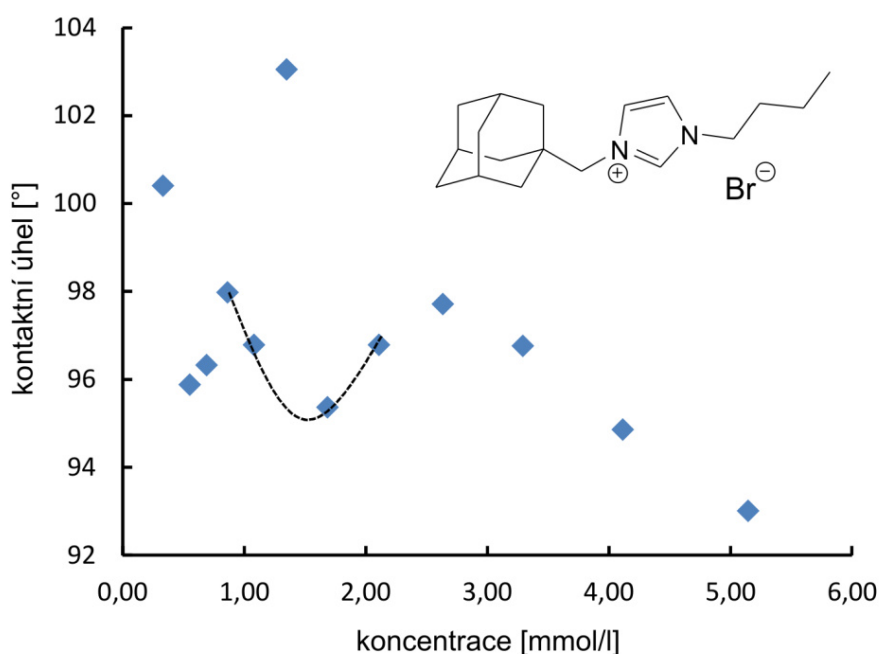
Stanovení kontaktního úhlu smáčení představovalo pouze orientační metodu, a jak se ukázalo v průběhu této studie, nejedná se o techniku vhodnou pro stanovení kritické micelární koncentrace imidazoliových solí s adamantanovým skeletem. V odborných

publikacích se tato metoda pro stanovení CMC vyskytuje jen zřídka i přesto, že změny kontaktního úhlu v okolí CMC mají dobrý teoretický základ. Měření kontaktního úhlu smáčení bylo provedeno pouze u sloučeniny **1**.

Po dosažení hodnoty CMC by mělo dojít ke změně kontaktního úhlu. Při vytváření micel, tedy při kritické micelární koncentraci, se kontaktní úhel snižuje. V oblasti po CMC rostoucí koncentrace povrchově aktivní látky může vést k mírnému zvýšení kontaktního úhlu. S dalším růstem koncentrace povrchově aktivní látky v roztoku může být kontaktní úhel konstantní nebo může mírně klesat. Vyhodnocení hodnoty CMC bylo založeno na zjištění minima polynomické funkce vedené přes naměřené body v těsné blízkosti CMC (**Obrázek 13**). Hodnoty CMC a kontaktního úhlu odečteného při hodnotě CMC ( $\theta_{\text{CMC}}$ ) jsou shrnuty v **Tabulce 4**.

**Tabulka 4.** Hodnota CMC a  $\theta_{\text{CMC}}$  stanovené pro vzorek **1**.

sloučenina	CMC [mmol/l]	$\theta_{\text{CMC}}$ [°]
<b>1</b>	1,590	95,3

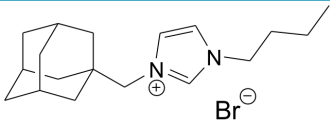
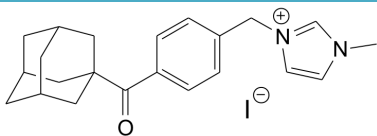


**Obrázek 13.** Graf závislosti kontaktního úhlu na koncentraci (vzorek **1**).

## 5.4 Shrnutí získaných výsledků

V rámci této kapitoly budou přehlednou formou (**Tabulka 5**) shrnuty všechny získané výsledky, jejichž komentář je součástí kapitol 5.1 až 5.3.

**Tabulka 5.** Sumarizace získaných výsledků.

Číslo slouč.	Strukturní vzorec	Metoda		
		TM <sup>a</sup> [mmol/l]	ITC <sup>b</sup> [mmol/l]	KUS <sup>c</sup> [mmol/l]
1		1,36	1,40	1,59
2		2,65	n.s. <sup>d</sup>	n.s. <sup>d</sup>

<sup>a</sup> tenziometrie

<sup>b</sup> izotermická titrační kalorimetrie

<sup>c</sup> kontaktní úhel smáčení

<sup>d</sup> nebylo stanoveno

## ZÁVĚR

Tato bakalářská práce se věnuje stanovení CMC dvou imidazoliových solí s adamantanovým skeletem, přesněji 1-(1-adamantylmethyl)-3-butyylimidazolium-bromidu (**1**) a 1-(4-(1-adamantylkarbonyl)benzyl)-3-methylimidazolium-jodidu (**2**). Jako metody stanovení CMC byly vybrány tenziometrie, izotermická titrační mikrokolorimetrie a měření kontaktního úhlu smáčení. Pomocí tenziometrie byly hodnoty CMC látek **1** a **2** stanoveny na 1,361 mmol/l a 2,645 mmol/l. Izotermickou titrační mikrokolorimetrií byla CMC stanovena pouze pro vzorek **1** a to na hodnotu 1,398 mmol/l. Tyto dvě uvedené metody jsou vhodnými metodami pro stanovení CMC imidazoliových solí s adamantanovým skeletem, ačkoliv izotermická titrační mikrokolorimetrie byla během stanovení omezena rozpustností těchto solí ve vodě. Stanovení kontaktního úhlu představovalo pouze orientační metodu a nejedná se o techniku vhodnou pro stanovení kritické micelární koncentrace vybraných sloučenin.

Studium surfaktačních vlastností sloučenin s adamantanovým skeletem představuje relativně novou a neprobádanou oblast. Tyto látky vykazují zajímavé vlastnosti, a proto by stály za další zkoumání. Vzhledem k unikátnosti studovaných sloučenin nebylo možné provést srovnání získaných hodnot CMC se sloučeninami již popsány v odborné literatuře. Do budoucna se jako vhodné řešení jeví připravit ucelenější sérii strukturně příbuzných imidazoliových solí s adamantanovým skeletem, u nichž by byly posléze studovány jejich surfaktační vlastnosti. Pro stanovení CMC by mohla být i nadále využívána metoda tenziometrická, protože během této studie nebyla ničím omezena a poskytovala věrohodné výsledky. Do budoucna by mohly být také využity i jiné metody stanovení. Jako příklad lze uvést měření vodivosti, UV-VIS spektrofotometrii nebo solubilizaci jódu.



## SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY

- [1] MANSOORI, G, Patricia Lopes Barros de ARAUJO a Elmo Silvano de ARAUJO. *Diamondoid molecules: with applications in biomedicine, materials science, nanotechnology*. 2012, s. 408. ISBN 98-142-9160-9.
- [2] GUO, Jian Wei, Xing ZHONG, Hua ZHU, Li Juan FENG a Ying De CUI. Synthesis of novel quaternary ammonium surfactants containing adamantane. *Chinese Chemical Letters*. 2012, roč. 23, č. 6, s. 653-656. DOI: 10.1016/j.ccllet.2012.04.002.
- [3] TŘÍSKA, Jan. 80 let od objevu adamantanu. *Chemické listy*. Praha: Česká společnost chemická, 2012, roč. 106, s. 991–1014.
- [4] VÍCHA, R., a kol. Kde roste adamantan. *Chemické listy*. 2004, roč. 98, s. 68–74.
- [5] NAVRÁTILOVÁ, Markéta a Karel SPORKA. Syntéza adamantanu na zeolitických katalyzátorech. *Chemické listy*. Praha: Česká společnost chemická, 1998, roč. 92, s. 998–1005.
- [6] GREENBERG, Arthur a Joel F LIEBMAN. *Strained organic molecules*. New York: Academic Press, 1978, svazek 38, s. 406. ISBN 0122995503.
- [7] NYLUND, Kristian a Peder JOHANSSON. *Heterocyclic compounds: synthesis, properties, and applications*. New York: Nova Science Publishers, 2010. 2. kapitola, s. 47–97. ISBN 978-160-8763-689.
- [8] BHATNAGAR, A., P. SHARMA a N. KUMAR. A Review on “Imidazoles”: Their Chemistry and Pharmacological Potentials. *International Journal of PharmTech Research*. 2011, roč. 3, č. 1, s. 268–282.
- [9] KLÁSEK, Antonín. *Organická chemie: bakalářský směr*. Vyd. 1. Zlín: Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně, 2006, s. 112. ISBN 80-731-8483-4.
- [10] VERMA, Amita, Sunil JOSHI a Deepika SINGH. Imidazole: Having Versatile Biological Activities. *Journal of Chemistry*. 2013, s. 12. DOI: 10.1155/2013/329412.
- [11] GANONG, William F. *Přehled lékařské fyziologie*. Vyd. 20. Praha: Galén, 2005, s. 890. ISBN 8072623117.

- [12] CHOWDHURY, Shahana, Ram S. MOHAN a Janet L. SCOTT. Reactivity of ionic liquids. *Tetrahedron*. 2007, roč. 63, č. 11, s. 2363–2389. DOI: 10.1016/j.tet.2006.11.001.
- [13] WELTON, Tom. Ionic liquids in catalysis. *Coordination Chemistry Reviews*. 2004, roč. 248, s. 2459-2477. DOI: 10.1016/j.ccr.2004.04.015.
- [14] ČERNÁ, Ivana, Petr KLUSOŇ, Martin DROBEK, CAJTHAML a Lukáš BARTEK. Iontové kapaliny - úvahy o jejich využití v homogenní asymetrické katalýze. *Chemické listy*. 2007, roč. 101, s. 994–1001.
- [15] KOCÍK, Jaroslav. „Zelená“ rozpouštědla. [online]. [cit. 2015-03-31]. Dostupné z: <http://www.ceskachemie.cz/svet-chemie/popularni-chemie/zajimavosti-ze-sveta-chemie/%E2%80%9Ezelen%C3%A1-rozpoustedla#.VRryIo45IZI>.
- [16] HANUSEK, Jiří. Iontové kapaliny - Nový směr v "zelené" chemii. *Chemické Listy*. 2005, roč. 99, s. 236–294.
- [17] SEDLAŘÍKOVÁ, Jana. *Chemie a technologie tenzidů II* [elektronická skripta]. [cit. 2015-03-13]. Po bezplatné registraci a přihlášení je plný text dostupný z: <http://kosmetika.ft.utb.cz/Services/Downloader.ashx?id=134&disposition=inline>.
- [18] BAREŠ, M., ZAJÍC, J. *Chemie a technologie tensidů a detergentů*. Praha: VŠCHT, 1988. s. 270.
- [19] BLAŽEJ, A., a kol. *Tensidy*. Bratislava: Alfa, 1977. s. 481.
- [20] *Fyzikální základy vědy o materiálu* [online]. [cit. 2015-03-15]. Dostupné z: <http://www.ped.muni.cz/wphy/fyzvla/>
- [21] ŠMIDRKAL, Jan. Tenzidy a detergenty dnes. *Chemické listy*. 1999, roč. 93, s. 421–427.
- [22] FARN, Richard J. *Chemistry and technology of surfactants*. Ames, Iowa: Blackwell Pub., 2006, s. 315. ISBN 9781405126960.
- [23] SALAGER J.-L. *SURFACTANTS, Types and Uses*. Universidad de Los Andes, Facultad de Ingenieria, Escuela de Ingenieria Quimica [online]. 2002, ver. 2 [cit. 2015-04-01]. Dostupný z: <http://www.nanoparticles.org/pdf/Salager-E300A.pdf>.
- [24] TADROS, Tharwat F. *Applied surfactants: principles and applications*. vydání 1. Weinheim: Wiley-VCH, 2005, s. 634. ISBN 3-527-30629-3.

- [25] VASHKEVICH, E. V., N. Ya. YURASHEVICH, N. G. KOZLOV, V. I. POTKIN a T. N. POTKINA. Synthesis of surfactants derived from adamantane. *Russian Journal of Applied Chemistry*. 2001, roč. 74, č. 11, s. 1892–1898.
- [26] ZHU, Hua, Jianwei GUO, Chufen YANG, Sa LIU, Yingde CUI a Xing ZHONG. Synthesis of Adamantane-Based Trimeric Cationic Surfactants. *Synthetic Communications*. 2013, roč. 43, č. 8, s. 1161–1167. DOI: 10.1080/00397911.2011.625134.
- [27] BARTOVSKÁ, L., ŠIŠKOVÁ, M. *Co je co v povrchové a koloidní chemii*. [online]. Praha: Vydavatelství VŠCHT Praha, 2005 [cit. 2015-04-02]. Dostupné z: [http://vydavatelstvi.vscht.cz/knihy/uid\\_es-001/](http://vydavatelstvi.vscht.cz/knihy/uid_es-001/)
- [28] ZHANG, Hui, Lingli DENG, Benjamin ZEEB a Jochen WEISS. Solubilization of octane in cationic surfactant–anionic polymer complexes: Effect of polymer concentration and temperature. *Journal of Colloid and Interface Science*. 2015, roč. 450, s. 332–338. DOI: 10.1016/j.jcis.2015.03.003.
- [29] OLESEN, Niels Erik, René HOLM a Peter WESTH. Determination of the aggregation number for micelles by isothermal titration calorimetry. *Thermochimica Acta*. 2014, roč. 588, s. 28–37. DOI: 10.1016/j.tca.2014.04.028.
- [30] RATHER, Mudasir Ahmad, Ghulam Mohammad RATHER, Sarwar Ahmad PANDIT, Sajad Ahmad BHAT a Mohsin Ahmad BHAT. Determination of cmc of imidazolium based surface active ionic liquids through probe-less UV–vis spectrophotometry. *Talanta*. 2015, roč. 131, s. 55–58. DOI: 10.1016/j.talanta.2014.07.046.

**SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK**

CMC	kritická micelární koncentrace
PAL	povrchově aktivní látka
AlCl <sub>3</sub>	chlorid hlinitý
BrCl <sub>3</sub>	chlorid bromitý
FDA	Food nad Drug Administration
pK <sub>a</sub>	záporný dekadický logaritmus disociační konstanty
PBI	polybenzimidazol
RTIL	Room Temperature Ionic Liquid
$\gamma$	povrchové napětí
HLB	hydrofilně-lipofilní rovnováha
K <sup>+</sup>	draselný kation
Na <sup>+</sup>	sodný kation
NH <sub>4</sub> <sup>+</sup>	amonný kation
<sup>1</sup> H-NMR	
DTAB	nukleární magnetická resonance
c <sub>20</sub>	dodecyltrimethylamonium-bromid
	koncentrace PAL, při které dojde k poklesu povrchového napětí rozpouštědla
$\theta$	o 20 mN/m
c	kontaktní úhel
	koncentrace

**SEZNAM OBRÁZKŮ**

<b>Obrázek 1.</b> Strukturní vzorec adamantanu. ....	12
<b>Obrázek 2.</b> Strukturní vzorec imidazolu. ....	14
<b>Obrázek 3.</b> Tautomerní formy imidazolu. ....	14
<b>Obrázek 4.</b> Kationty a anionty iontových kapalin. ....	16
<b>Obrázek 5.</b> Ethylamonium-nitrát. ....	16
<b>Obrázek 6.</b> Struktura micely ve vodném prostředí. ....	20
<b>Obrázek 7.</b> Rozdělení PAL podle typu hydrofilní složky. ....	21
<b>Obrázek 8.</b> Strukturní vzorce studovaných sloučenin. ....	33
<b>Obrázek 9.</b> Graf závislosti povrchového napětí na koncentraci (vzorek 1). ....	34
<b>Obrázek 10.</b> Graf závislosti povrchového napětí na koncentraci (vzorek 2). ....	35
<b>Obrázek 11.</b> Fotografie nedostatečně rozpuštěného vzorku 2 ve vodě. ....	36
<b>Obrázek 12.</b> Výsledek ITC analýzy sloučeniny 1. ....	37
<b>Obrázek 13.</b> Graf závislosti kontaktního úhlu na koncentraci (vzorek 1). ....	38

**SEZNAM TABULEK**

<b>Tabulka 1.</b> Hodnoty HLB aplikačních skupin PAL. ....	20
<b>Tabulka 2.</b> Hodnoty CMC, $\gamma_{\text{CMC}}$ , $C_{20}$ syntetizovaných PAL.....	24
<b>Tabulka 3.</b> Hodnoty CMC a $\gamma_{\text{CMC}}$ stanovené pro vzorky <b>1</b> a <b>2</b> .....	34
<b>Tabulka 4.</b> Hodnota CMC a $\theta_{\text{CMC}}$ stanovené pro vzorek <b>1</b> .....	38
<b>Tabulka 5.</b> Sumarizace získaných výsledků.....	39

## SEZNAM PŘÍLOH

Příloha 1: Tenziometr

Příloha 2: Izotermický titrační mikrokalorimetr

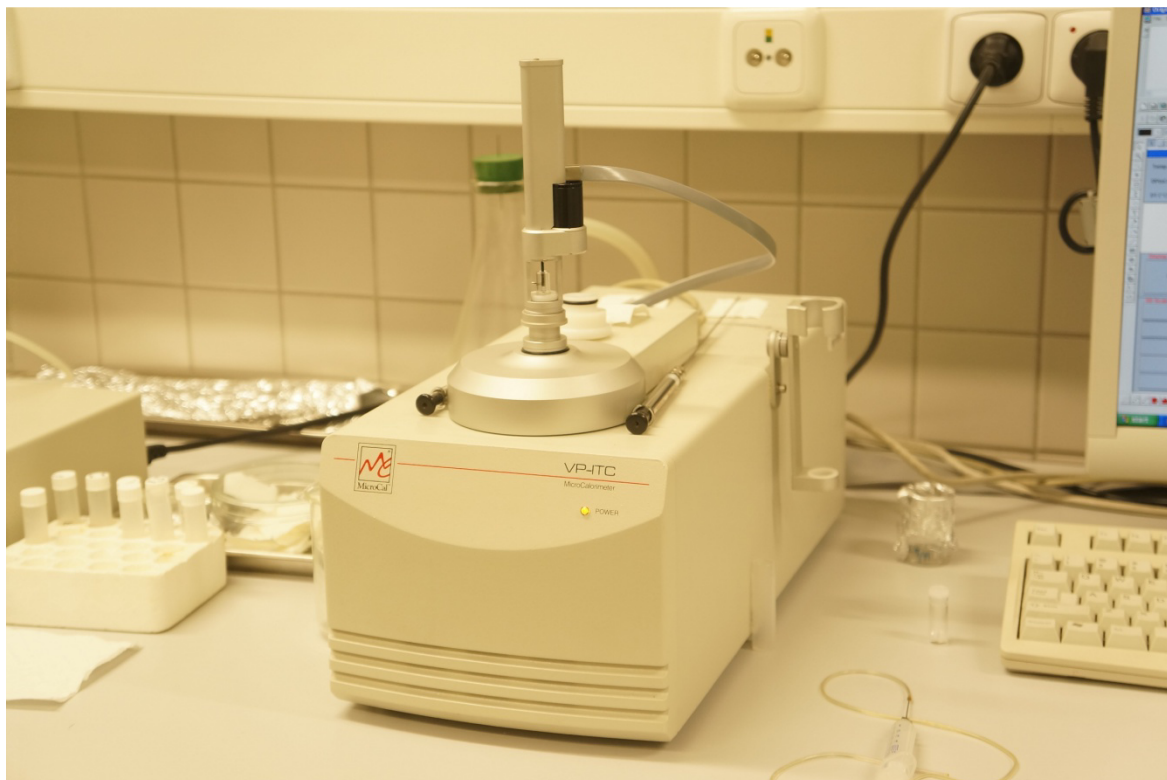
Příloha 3: Goniometr

## PŘÍLOHA 1: TENZIOMETR





## PŘÍLOHA 2: IZOTERMICKÝ TITRAČNÍ MIKROKALORIMETR



## PŘÍLOHA 3: GONIOMETR

