

## Applikationsbericht 11

### Bestimmung der kritischen Mizell-Bildungskonzentration (CMC) mit dem DataPhysics Tensiometer DCAT

#### Fragestellung

Bestimmung der kritischen Mizell-Bildungskonzentration (CMC) des nichtionischen Tensids Triton™ X-100 in wässriger Lösung mit dem elektronischen Tensiometer DataPhysics DCAT und der Flüssigkeitsdosiereinheit LDU.

Die Literaturdaten der CMC Triton™ X-100 in Wasser schwanken in einem Bereich von 0,24 bis 0,433 mmol/l bei 20°C. Der Grund für diesen Unterschied liegt in der unterschiedlichen Anzahl der Ethoxylierungen in der Seitenkette von Triton™ X-100. Die Anzahl wird deshalb meist mit einem Durchschnittswert von 9,5 angegeben. Der CMC-Wert erhöht sich mit der Anzahl der Ethoxylierungen (s. Li et al.). Damit lässt sich mit der Bestimmung der CMC die mittlere Anzahl der Ethoxylierungen des Triton™ X-100 abschätzen.

M. Li et al.: Small Variations in the Composition and properties of Triton X-100; J. Colloid Interf. Sci. 230 (2000), 135-139

S. Ledakowicz et al.: Critical micelle concentration of nonionic detergents; Tenside Surf. Det. 34 (1997), 190-194

#### Methode

Tenside wie Triton™ X-100 sind Verbindungen mit sowohl hydrophilen als auch hydrophoben Gruppen. In wässrigen Lösungen geht der hydrophile Kopf des Tensids mit dem Wasser bevorzugt in Solvation. Der hydrophobe Teil hat dagegen das Bestreben, sich an der Grenzfläche zur Luft anzuordnen (s. Abb. 1).

Die Tenside haben in wässrigen Lösungen an der Oberfläche eine höhere Konzentration als im restlichen Medium. Dies führt zu einer Reduzierung der wirksamen Oberflächenspannung in Abhängigkeit zur Konzentration des Tensids. Wenn die Flüssigkeitsoberfläche bereits vollständig komplett mit Tensidmolekülen belegt

ist (s. Abb. 1), können keine weiteren Moleküle die Oberfläche besetzen. Eine weitere Erhöhung der Tensidkonzentration bewirkt ab diesem Punkt keine weitere Abnahme der Oberflächenspannung aber die Bildung von Tensidaggregaten (sog. Mizellen) innerhalb des Lösemittels, die kritische Mizell-Bildungskonzentration (CMC) wurde erreicht.

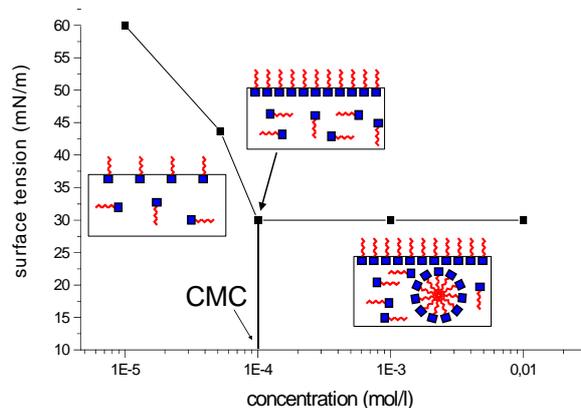


Abb 1: Schematische Abhängigkeit der Oberflächenspannung von der Tensidkonzentration. Die CMC und die Bildung der Mizellen ist dargestellt.

Die Abb. 1 zeigt die prinzipielle Abhängigkeit der messbaren Oberflächenspannung von der Tensidkonzentration, die sog. Adsorptionsisotherme. Die Messungen der Adsorptionsisotherme bzw. des Knickpunktes in dieser Kurve als CMC können mit dem Tensiometer DCAT und der Dosiereinheit LDU sowohl mit der Platin-Platte nach Wilhelmy als auch mit dem Du Noüy-Ring durchgeführt werden. Die Flüssigkeitsdosiereinrichtung erhöht dabei stufenweise die Tensidkonzentration. Der eingebaute elektromagnetische Rührer sorgt für die gleichmäßige Konzentrationsverteilung, zudem kann die Temperatur mit einem angeschlossenen Thermostaten kontrolliert werden.

Mitunter liegen die Tenside als Mischungen vor oder sind mit Ausgangsstoffen verunreinigt. Die Adsorptionsisotherme zeigt dann eher ein Minimum als ein Plateau in der Nähe des CMC-Punktes. Die Oberflächenspannung fällt dabei zunächst sogar unter den eigentlichen Wert bei der CMC des reinen Tensids. Mit erhöhter Konzentration steigt dann die Oberflächenspannung aber wieder an.

## Anwendung

Um die CMC zu ermitteln, wurde handelsübliches Triton™ X-100 (Fa. Fluka) in deionisiertem Wasser gelöst. (1:100 v/v). Das DCAT und die LDU wurden miteinander verbunden und alle Leitungen und Spritzen mit Wasser auf eventuelle Verunreinigungen geprüft.

Die LDU und alle Schlauchverbindungen müssen blasenfrei sein. Nach den Vorbereitungen wurde die LDU mit der Triton™ -Lösung eingestellt.

Ein Becherglas wurde mit 100 ml deionisiertem Wassers gefüllt und eine Magnetspindel als Rührkörper hinzugefügt. Mit einer Pt-Platte wurde die gesamte Anordnung zunächst auf Reinheit geprüft. Die Oberflächenspannung des verwendeten Wassers sollte dabei innerhalb von  $(72,80 \pm 1,0)$  mN/m bei 20 °C liegen. Für die Einzelmessungen wurde die Lösung entsprechend automatisch dosiert, 40 s gerührt und nach weiteren 10 s mit einer Wilhelmy-Platte gemessen.

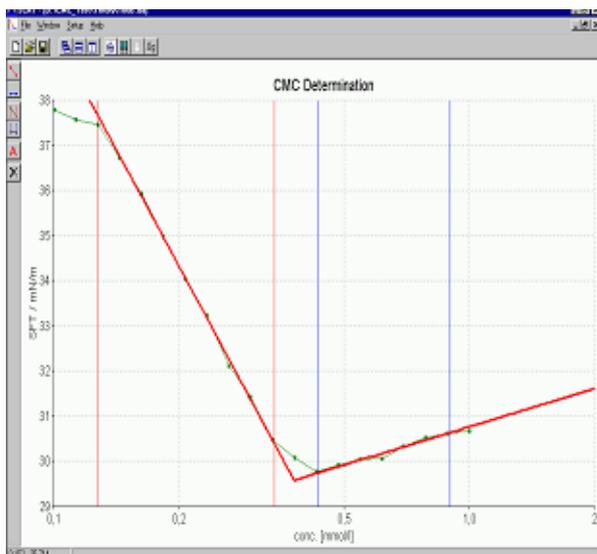


Abb. 2: CMC Bestimmung von Triton X-100. Die 20 Meßpunkte wurden als logarithmische Funktion der Konzentration bestimmt.

Die Parameter der Lösung, Volumina und Meßschritte wurden in die SCAT Software zum Tensiometer eingegeben. Mit dem eingebauten ‚Wizard‘ (Hilfe-Assistenten) wurden die Dosierungsschritte automatisch berechnet.

Insgesamt wurde die CMC Bestimmung in zwei Phasen durchgeführt. Der erste Meßablauf erstreckte sich über einen größeren Konzentrationsbereich ( $1,0E-5$  bis  $2,0E-2$  mol/l) in 20 Meßschritten. Die Meßschritte wurden logarithmisch in eine Tabelle eingetragen. In einer zweiten Messung wurde der Konzentrationsbereich eingengt ( $1,0E-4$  bis  $1,0E-3$  mol/l), um die CMC-Bestimmung zu präzisieren (s. Abb. 3). Auch hier wurden 20 Messpunkte ermittelt.

## Ergebnisse

Als Ergebnis der CMC-Bestimmung von Triton™ X-100 ergab sich  $0,3786$  mmol/l als kritische Mizellbildungskonzentration. Die dabei gemessene Oberflächenspannung bei der CMC betrug  $\gamma_{\text{CMC}} = 30,0$  mN/m.

Die Ergebnisse zeigen aus dem Vergleich mit den Literaturangaben in dem Artikel von Li et al., daß der Grad der Ethoxylierung bei dieser Charge des Triton™ X-100 näher bei 10,0 liegt.

## Zusammenfassung

Das Tensiometer DCAT stellt in Verbindung mit der LDU und der Software SCAT 33 stellt eine einfache Methode zur CMC Bestimmung von Triton™ X-100 dar. Die beschriebene Anwendung führte zu reproduzierbaren Ergebnissen. Zugleich konnte der Grad der Ethoxylierungen der Triton™ X-100 Mischung anhand der Messungen abgeschätzt werden, nachdem die Literaturwerte für die CMC-Bestimmung mit Tensimetern, als Kalibrierung genutzt wurden. Sie ist in diesem Fall sogar eine leicht zu handhabende und kostengünstige Alternative zu aufwändigeren NMR-Bestimmungen.