

혼합세제에 관한 연구

최광훈 · 권순자
이기창* · 황용현*

慶熙大學校 化學科
*明知大學校 化學工學科

A Study on the Mixture of Detergents

Choe, Koang-Hoon · Kwon, Sun-Ja
Lee, Ki-Chang* · Hwang, Yong-Hyun*

Department of Chemistry, Kyung Hee University, Seoul 131, Korea
**Department of Chemical Engineering, Myong Ji University, Seoul 120, Korea.*

(Received March 31, 1987)

ABSTRACT

Linear alkylbenzene sulfonate (LAS) from the mixture of anionic and nonionic detergents (containing amide type and alkylphenoxy polyethanol type) is identified by Fourier transform infrared spectrometer, separated using physical properties (solubility) and determined by nuclear magnetic resonance spectroscopy

I. 서론

LAS(linear alkylbenzene sulfonate, 음이온성), A-PE(alkylphenoxy polyethanol, 비이온성) 및 ADE(alkyldiethanol amide; laurylmyristyldiethanol amide, coconut diethanol amide, 비이온성) 등은 shampoo 및 주방용, 세탁용 세제의 주요 성분으로 사용되고 있다. 특히 LAS의 이성질체인 branched alkylbenzene sulfonate는 물 속에서 생분해도가 나빠 하천에 거품을 형성하여 부유물들을 동반하는 수질 오염원으로 알려져 있다. 세제에 대한 연구는 AA^{1,2)}, GC³⁻⁷⁾, IR^{8, 9)}, HPLC¹⁰⁻¹⁴⁾, NMR¹⁵⁻¹⁷⁾ 등을 이용하여 많은 사람들에 의해 연구되고 있다.

본 연구에서는 혼합세제들을 FT-IR spectrometer를 사용하여 LAS를 분리, 확인하여 보았으며 NMR과 세제의 물리적인 특성을 이용하여 LAS를 분리한 후 LAS의 함량 및 ABS(Na-alkylbenzene sulfonate)의 함유 여부를 확인하였다.

II. 재료 및 방법

1. 시약 및 기기

LAS는 Tokyo Kasei (Japan)제를, 비이온성세제들은 Pacific Chemical Co.제를 사용하였으며 용매는 1급 시약을 정제하여 사용하였다. 또한 NMR spectrometer는 Varian-EM 360L형을, FT-IR은 Analect-6160형을 각각 사용하였다.

2. 방법

(1) 혼합세제 중 LAS의 확인

혼합세제 5g을 취한 분액여두에 증류수 100 ml를 가한 후 수분간 강하게 진탕하고 상등액을 취하여 rotary evaporator로 진공한 후 IR 스펙트럼을 얻었다. 각각의 IR 스펙트럼을 입력한 후 혼합세제의 IR 스펙트럼으로부터 비이온성세제를 배제하고 LAS의 IR 스펙트럼을 확인하였다.

(2) 혼합세제로부터 LAS의 분리

혼합제 10g(LAS 2% 함유)을 취한 분액여두에 증류수 100 ml 및 CHCl_3 100 ml를 가하고 수분간 강하게 흔들어 준 후 물층을 취하였다. 이때 emulsion이 형성될 경우에는 소량의 알코올을 가하여 층을 분리시켰다. 물층에 d-HCl 10 ml를 가하고 30 분 동안 가열하여 성운에서 냉각한 후 다시 분액여두로 옮기고 CHCl_3 100 ml를 가하고 수분간 강하게 흔들어 주었다. 두 층이 분리된 후, CHCl_3 층을 취하여 수욕상에서 증발 건조시키고, CCl_4 (2% 초산함유)를 가하여 20 ml로 하여 시료로 하였다.

(3) 표준용액의 제조

LAS 4g을 취한 용기에 d-HCl 10 ml 및 증류수 100 ml를 가하여 수욕상에서 30 분간 가열한 후 분액여두로 옮기고 CHCl_3 100 ml를 가하고 수분간 강하게 흔들어 주었다. 두 층으로 분리된 후 CHCl_3 층을 취하여 수욕상에서 증발 건조시키고 CCl_4 (2% 초산함유)를 가하여 40 ml로 하였다. 이 용액 4 ml, 6 ml, 8 ml, 10 ml, 12 ml를 각각 다른 메스 플라스크에 취한 후 CCl_4 (2% 초산함유)를 가하여 20 ml로 한 후 표준용액으로 하였다.

III. 결과 및 고찰

Fig. 1은 세제 혼합물의 IR 스펙트럼으로 비이온 세제의 특징적인 hydroxy기의 피이크가 3392cm^{-1} 부근에서, amide 기의 carbonyl 기는 1618cm^{-1} 부근에서 각각 나타났으며, 음이온세제의 benzene 기는 833cm^{-1} 부근에서 para 위치가 치환된 특성 피이크가 나타난 것으로 추정할 수 있었다.

Fig. 2는 Fig. 1에서 비이온세제의 스펙트럼을 배제한 후의 LAS IR 스펙트럼이다. 이 스펙트럼으로부터 benzene 고리의 C=C 결합 피이크가 1599 와 1494cm^{-1} 부근에서, =C-H 결합 피이크가 3020cm^{-1} 부근에서, 또한 para 치환 특성 피이크가 833cm^{-1} 부근에서 나타났고, alkyl 기의 C-H 결합 피이크를 $2926, 2854\text{cm}^{-1}$ 부근과 $1352, 1466\text{cm}^{-1}$ 부근에서 각각 확인할 수 있었으며, 또한 S=O 및 C-S 결합의 특성 피이크도 1180 과 650cm^{-1} 부근에서 확인할 수 있었다.

LAS(Na salt)는 유기용매에 거의 녹지 않으나 산 촉매하에서 가수분해시키면 물보다 유기용매에 용해도가 좋은 linear alkylbenzene sulfonic acid로 된다.

Fig. 3은 혼합물의 NMR 스펙트럼으로 benzene 기($6.8\sim 8\text{ppm}$), methyl 기(0.9ppm), polymethylene

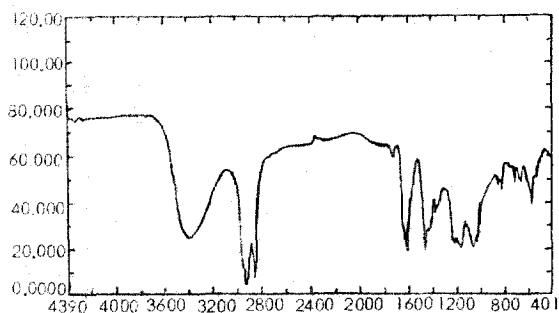


Fig. 1. IR Spectrum of the mixture

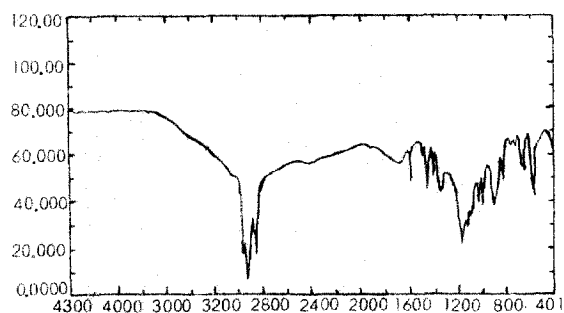


Fig. 2. IR Spectrum of LAS eliminated from mixture

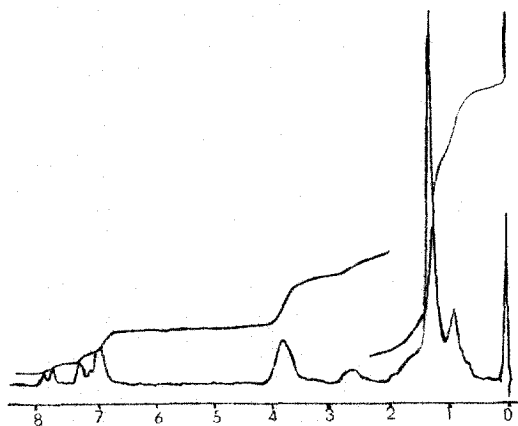


Fig. 3. Proton NMR Spectrum of the mixture in CCl_4

기($1\sim 1.5\text{ppm}$), hydroxy 기(3.8ppm) 등을 확인할 수 있었다.

Fig. 4는 혼합물에서 분리한 LAS의 NMR 스펙트럼으로 benzene 기($7\sim 8\text{ppm}$), methyl 기(0.9ppm) 및 polymethylene 기($1\sim 1.5\text{ppm}$) 등을 확인할 수 있었으며 methyl 기와 benzene 기의 면적비를 비교

Table 1. The relative ratio of area for benzene group to that methoxy group.

LAS(mg)	Relative ratio of area benzene group/methoxy group	
	Standard	Mixture
400	0.401	0.395
600	0.595	0.590
800	0.804	0.795
1000	0.995	0.990
1200	1.206	1.185

하여 순수한 LAS임을 알 수 있었다. 또한 2.2 ppm에서 나타나는 피크는 내부표준물로 사용한 초산의 methoxy 기이며 methoxy 기와 LAS의 benzene 기와의 상대적인 면적비를 비교하여 LAS의 정량이 가능하였다.

Fig. 5는 표준용액에 대한 benzene 기와 methoxy 기와의 상대적인 면적비를 구하여 얻은 검량선이며, 농도에 따른 비와 실험값은 Table 1에 나타내었다.

이상의 결과로부터 혼합세제 중에 함유되어 있는 LAS 및 수질오염원인 ABS의 함량을 확인할 수 있었다.

문 헌

1. P. T. Crisp, and J. M. Eckert, *Anal. Chem. Acta.* 87, 97(1976).
2. Atsuko Adachi, and Tadashi Kobayashi, *Eisei Kagaku* 28, 43(1982).
3. R. L. Huddleston, and R. C. Allred, *Develop. Ind. Microbiol.*, 4, 24(1963).
4. H. L. Low, *J. Amer. Oil Chem. Soc.*, 44, 359 (1967).
5. H. T. Hon-nami, and T. J. Hanya, *Chromatogr.*, 161, 205(1978).
6. E. L. Sones, J. L. Hoyt, and A. J. Sooter, *J. Amer. Oil Chem. Soc.*, 56, 689(1979).
7. *Ibid.*, 701(1979).
8. Clavdex Maehler, M. James Cripps, and Arnold E., Greenberg, *J. Water Poll. Cont. Fed.*, 39, Part 2, R92(1967).
9. C. P. Ogdon, H. L. Webster, and J. Halliday, *Analyst*, 86, 22(1961).
10. K. Nakamura, Y. Morikawa, and I. Matsumots, *J. Amer. Oil Chem. Soc.*, 58, 72(1981).

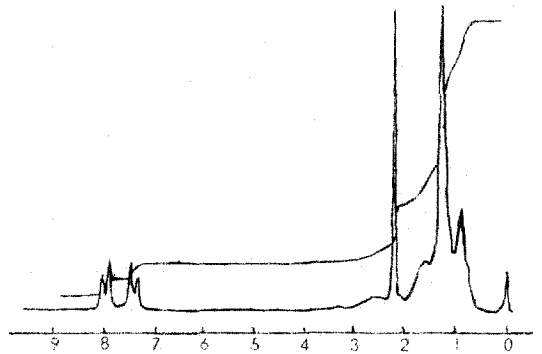


Fig. 4. Proton NMR Spectrum of LAS separated from mixture

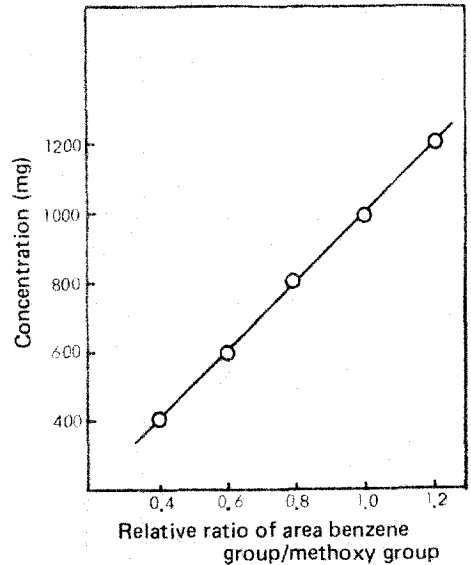


Fig. 5. Calibration curve of standard solution

11. S. Takano, and N. Yagi, *Yukugaku*, 24, 389 (1975).
12. S. Hashimoto, and K. T. Sakural, *Bunseki Kagaku*, 25, 31(1976).
13. P. T. Crisp, and J. M. Eckert, *Anal. Chem. Acta.* 87, 97(1976).
14. *Ibid.*, 53, 1818(1981).
15. K.H. Choe, and S. J. Kwon, *Progress in Chemistry & Chemical Industry*, 20, 326 (1980).
16. K. H. Choe, and S. J. Kwon, *J. Korean Chem. Soc.*, 25, 54(1981)
17. *Ibid.*, 27, 419(1983).