УДК 66.063.61: 544.773.33

### МИКРОЭМУЛЬСИОННОЕ ДИСПЕРГИРОВАНИЕ СЕРНОЙ КИСЛОТЫ В УГЛЕВОДОРОДНЫХ СРЕДАХ

Б.В. Покидько<sup>1,\*</sup>, доцент, В.А. Лукин<sup>2</sup>, аспирант, В.В. Булавцев<sup>2</sup>, доцент

<sup>1</sup>кафедра Коллоидной химии им. С.С. Воюцкого,
<sup>2</sup>кафедра Процессов и аппаратов химической технологии им. Н.И. Гельперина
МИТХТ им. М. В. Ломоносова, Москва, 119571 Россия
\*Автор для переписки, e-mail: 9269846802@mail.ru

бсуждаются результаты экспериментов по получению обратных эмульсий концентрированной серной кислоты в среде предельных углеводородов, проанализировано влияние состава композиции на устойчивость полученных микроэмульсий, стабилизированных с помощью хлорида диалкил-диметиламмония, с использованием в качестве соэмульгаторов алифатических спиртов. Было исследовано фазовое состояние системы, подобраны оптимальные соотношения компонентов и проведена оценка объемного и численного распределения частиц в обратных системах методом динамического светорассеяния. Показано, что образование однородной обратной системы происходит постепенно через стадию формирования микрогетерогенных систем с последующим образованием однородной биконтинуальной системы. При высоких относительных содержаниях кислоты также формируются гетерогенные системы, состоящие из однородной жидкой фазы и осадка, обогащенного серой и кислородом.

**Ключевые слова:** обратная микроэмульсия, серная кислота, размер частиц, метод динамического светорассеяния.

### Введение

Процессы органического синтеза с использованием серной кислоты серьезно осложнены тем, что серная кислота является агрессивным реакционноспособным веществом. В случае ее прямого введения в реакционную массу при проведении реакций алкилирования, сульфирования и пр. возникают нежелательные процессы, связанные с увеличением температуры в зонах введения кислоты и, как следствие, образование побочных соединений, обладающих повышенной плотностью. Это приводит не только к уменьшению селективности процесса, но и к загрязнению реактора и его движущихся элементов, что значительно усложняет организацию непрерывного процесса [1, 2].

Решением вопроса является, по нашему мнению, создание преконцентратов серной кислоты, в которых субмикронные частицы кислоты диспергированы и равномерно распределены в неполярной среде и таким образом совместимы с основной органической фазой, в которой требуется вести реакцию. Помимо этого, создание обратных микроэмульсий позволит резко ускорить кинетику целевой реакции и теплообмен со сплошной фазой за счет колоссального увеличения удельной поверхности по сравнению с обычной гетерогенной системой. Простой расчет показывает, что при переходе от гетерогенной системы с линейным размером частиц, равным 0.1 мм, к обратной микроэмульсионной системе с размером частиц 10-100 нм удельная поверхность возрастает на несколько порядков (от  $\sim 10$  см<sup>2</sup>/г до 10-100 м<sup>2</sup>/г). Следует отметить, что в реальных системах при сульфировании органических соединений серной кислотой размер капель последней в реакционной массе достигает нескольких миллиметров. Очевидно, что в условиях такого однородного и высокодисперсного распределения в реакционной массе протекание целевых реакций может многократно ускоряться, что позволит достичь высокого экономического эффекта и повысить качество выпускаемой продукции за счет более высокой конверсии реагентов и достижения оптимальных температурных параметров процесса.

Несмотря на то, что идея равномерного распределения серной кислоты в неполярной фазе достаточно проста. в литературе и на практике практически не приводится сведений о подобных работах и их внедрении. Достаточно много и подробно изучены всевозможные прямые эмульсии и микроэмульсии. Работ, посвященных обратным системам, значительно меньше, и все они относятся, в основном, к производству косметики и пищевых продуктов [3, 4]. Стабилизация подобных систем осуществляется, главным образом, за счет стерических и гидродинамических факторов, т.е. за счет создания вязких сред и развитых защитных оболочек, обеспечивающих структурно-механический барьер на поверхности частиц. При этом максимальное количество полярной фазы, стабилизированной в виде обратной эмульсии, обычно весьма невысоко (порядка 7% вес.), и системы неустойчивы во времени [5]. Многочисленные синтетические и природные полимеры и сополимеры, которые используются в качестве стабилизаторов обратных систем, фактически блокируют перенос вещества на межфазной границе и обеспечивают медленную кинетику высвобождения диспергируемого компонента, что в случае реакций с участием серной кислоты не имеет никакого смысла. Таким образом, несмотря на большой поток работ в области дисперсных систем с жидкими дисперсионными средами и дисперсными фазами, практически не удается обнаружить информацию, касающуюся существования обратных микроэмульсий с таким агрессивным реагентом как серная кислота. Получение таких систем может представлять огромный интерес.

### Экспериментальная часть

В качестве катионного ПАВ – стабилизатора обратной эмульсии серной кислоты был использован хлорид диалкилдиметиламмония ДАДМАХ (торговое название марки Текстапав ОАО НИИПАВ (Волгодонск)), строение которого схематически представлено ниже:

Продукт представляет собой смесь гомологов с достаточно узким распределением углеводородных радикалов С<sub>14</sub>-С<sub>18</sub> и средней молекулярной массой 557.5 г/моль, поставляется в виде 77%-го геля в среде изопропилового спирта. Поскольку катионный ПАВ ДАДМАХ обладает большим сродством к углеводородной среде, чем к водной, а в том числе и к кислотной, он предварительно вводился в углеводородную фазу, в качестве которой в лабораторных экспериментах использовались н-гексан («х.ч.», ТУ 2637-033-44493179-99), н-декан («х.ч.», ТУ 2631-154-44493179-13) а также мелицинское вазелиновое масло (ГОСТ 3164-78). Предварительное диспергирование ДАДМАХ в углеводородной среде производили при нагревании. В качестве сорастворителя ДАДМАХ и со-эмульгатора серной кислоты в систему ПАВ - углеводород вводили бутиловый, гексиловый либо этилгексиловый спирт (5-50% от массы ПАВ).

В экспериментах использовалась кислота

серная техническая улучшенная с массовой долей моногидрата до 98% по ГОСТ 2184-77.

В опытах по определению фазового состояния системы гексан - серная кислота -ПАВ/соПАВ в качестве эмульгатора использовался состав 50% ДАДМАХ – 50% гексанол-1. Указанный концентрат помещали в пластиковую емкость (ПЭВД) и разбавляли гексаном до требуемого соотношения ПАВ/гексан, после чего устанавливали области стабильного существования обратных эмульсий. Для этого при каждом используемом соотношении ПАВ/соПАВ гексан в углеводородную фазу по каплям при перемешивании добавляли серную кислоту. После добавления каждой новой порции серной кислоты систему анализировали визуально на предмет фазовой неоднородности. По результатам проведенного эксперимента был получен фрагмент фазовой диаграммы, представленный на рис. 1, и определена область существования устойчивой обратной микроэмульсии.

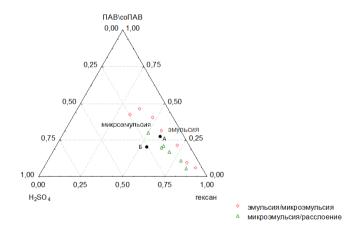


Рис. 1. Фрагмент фазовой диаграммы в системе гексан – серная кислота – ДАДМАХ/гексанол (1:1 вес.).

В последующих экспериментах по получению микроэмульсий была произведена замена гексанола на этилгексиловый спирт (по экономическим соображениям), а также переход к системам с меньшим относительным содержанием спирта. Поскольку было обнаружено, что увеличение содержания алифатического спирта в об-

ратной микроэмульсии приводит к побочной реакции с кислотой, а понижение его содержания, в свою очередь, приводит к понижению устойчивости системы, то используемое соПАВ вводилось в пониженном массовом соотношении.

Помимо гексана в качестве масляной фазы были использованы более высококипящие угле-

водороды - н-декан и вазелиновое масло. Подобная замена растворителей была произведена по следующим соображениям: во-первых, необходимо было исследовать влияние природы дисперсионной среды, в частности, ее вязкости, поскольку в технологии органического синтеза часто используются такие среды. Во-вторых, было обнаружено, что в системах с гексаном активно проявляется так называемый эффект Марангони; в данном случае он заключается в изменении состава поверхностного слоя вследствие испарения легколетучего компонента гексана, что приводит к нарушению фазового равновесия вблизи поверхности - образованию и слиянию капель серной кислоты и их седиментации в объем. На макроуровне эффект Марангони проявляется в виде заметного массообмена и движения слоев жидкости, что сильно затрудняет обработку результатов динамического светорассеяния при определении размеров частиц (см. ниже).

В опытах по получению микроэмульсий использовался концентрат с конечным содержанием ПАВ 17% вес., при использовании этилгексилового спирта — 9% вес. При получении микроэмульсий учитывались данные по фазовому состоянию системы (рис. 1), эмульсии готовились путем постепенного добавления требуемого объема серной кислоты при постоянном механическом перемешивании на магнитной мешалке и периодическом механическом встряхивании. Помимо механического перемешивания в отдельных опытах были получены устойчивые микроэмульсии с использованием ультразвуковой обработки (ультразвуковой диспергатор УЗДН-1, 22000 кГц, 1 мин).

Полученные эмульсии исследовались методом динамического светорассеяния для получения информации о дисперсионном составе (прибор Delsa<sup>TM</sup> Nano (Beckman Coulter, Inc.)). Для получения точных значений размеров частиц в данном методе используется анализ временной зависимости корелляционной функции светорассеяния, которое изменяется вследствие броуновского движения частиц. Такой анализ позволяет определять коэффициенты диффузии и производить расчет размеров с использованием уравнения Эйнштейна, в числитель которого входит коэффициент трения, пропорциональный по Стоксу размерам частиц и вязкости дисперсионной среды (уравнение 1):

$$D = \frac{k_{\rm B}T}{6\pi\eta r},\tag{1}$$

где  $k_{\rm B}$  — константа Больцмана, T — абсолютная температура, K,  $\eta$  — вязкость, анализируемой дисперсии, r—гидродинамический радиус частиц.

Таким образом, для расчетов требуется определение точных значений ньютоновской вязкости системы. Определение вязкости прово-

дилось на вискозиметре Уббелоде методом капиллярной вискозиметрии относительным методом — путем определения времен истекания дисперсионной среды и исследуемой обратной эмульсии [6]. При расчете было использовано разумное допущение о том, что плотность раствора близка к плотности растворителя. В этом случае ньютоновскую вязкость можно определить, зная отношение времени истечения анализируемой дисперсии и растворителя с известной вязкостью ( $\eta_0$ ) по уравнению (2):

$$\eta = \eta_0 \cdot \frac{\tau}{\tau_0},\tag{2}$$

где  $\tau$  — время истечения раствора,  $\tau_0$  — время истечения растворителя.

Для исследования влияния со-эмульгаторов на величину межфазного натяжения на модельной границе вода — гексан были проведены тензиометрические измерения методом Дю-Нуи с использованием цифрового тензиометра К9 (Германия, компания KRÜSS).

Поскольку в некоторых системах в области неустойчивости было обнаружено появление на стенках полиэтиленовой емкости белого налета – продукта реакции серной кислоты с органическими компонентами, данный осадок был проанализирован методами ИК-спектроскопии (ИК-спектрометр марки Bruker Eq. 55 серии Tensor с преобразователем Фурье) и элементного анализа (автоматический элементный анализатор EA1112 (фирма «Thermo Finigan», Италия) для выяснения природы взаимодействия компонентов в системе.

### Результаты и их обсуждение

Поскольку микроэмульсии относятся к лиофильным коллоидным системам, способным к самопроизвольному образованию, должно соблюдаться полуэмпирическое уравнение Ребиндера-Щукина (3):

$$\sigma_c \le \beta \frac{k_B T}{a^2} \tag{3}$$

где a — линейные размеры частиц (радиус капли),  $\beta = (\ln \frac{n_2}{n_1} + 1) \approx 15 \div 30$  — логарифм отно-

шения числа молей молекул дисперсионной среды к числу молей частиц.

Были проведены тензиометрические исследования границ раздела вода – гексан, вода – гексанол, вода – ПАВ – гексанол. Серная кислота не использовалась в этих опытах во избежание коррозии оборудования, таким образом, поведение на границе раздела капля серной кислоты – гексан – ПАВ/со-ПАВ было исследовано с применением дистиллированной водой в качестве полярной фазы. Следует отметить, что согласно эксперименталь-

ным наблюдениям, поведение систем с водной фазой отличается от поведения систем с серной кислотой, причем последние проявляют большую устойчивость, и максимальное количество воды, переходящей в форму эмульсии, было заметно меньшим по сравнению с фазой серной кислоты.

Полученные значения межфазных натяжений ( $\sigma_{\text{м/ф}}$ ) на границах раздела различных жидких фаз составили: в случае вода – гексан 49.1 мДж/м², вода – гексанол 1.8 мДж/м², вода – 20% ПАВ-соПАВ (гексанол) 0.8 мДж/м², и наконец, в случае вода –гексан – 20% ПАВ – 9% соПАВ 0.4 мДж/м². Полученные данные демонстрируют существенное снижение энергии поверхности для границы раздела вода/раствор гексана. Численные значения приближаются к критическим, определяемым уравнением (3), и теоретически могут быть достигнуты при переходе от систем с водой к системам с серной кислотой, а также в случае дополнительного

подвода энергии в ходе образования эмульсий (химическая энергия, ультразвук и пр.).

Для детальных исследований влияния различных факторов на устойчивость и дисперсионный состав полученных микроэмульсий в дальнейших экспериментах были получены системы с различными углеводородными средами (гексан, декан, вазелиновое и индустриальное масла), а также с использованием различных первичных спиртов в качестве со-ПАВ (бутанол, гексанол, этилгексанол) при одинаковом массовом соотношении углеводород/ПАВ-соПАВ и содержании серной кислоты. близком к границе области существования устойчивых микроэмульсий (точка А, рис. 1, таблица), либо при вдвое большем содержании серной кислоты, при котором также в конце концов формируется однородная система, однако фиксируется образование небольших количеств нерастворимого осадка (точка Б. рис. 1. таблица).

Состав обратных систем в выбранных точках (рис. 1: точка A – точка вблизи границы устойчивости, точка B – точка с повышенным содержанием серной кислоты)

Компонент системы	Углеводород	ПАВ	соПАВ	$H_2SO_4$
(точка А), % мас.	67.81	16.95	9.00	6.24
(точка Б), % мас.	67.81	16.95	9.00	12.48

Как видно из представленных данных, для стабилизации заметных количеств серной кислоты требуется присутствие весьма значительного количества поверхностно-активных компонентов. При высоких концентрациях ПАВ может происходить желирование либо наблюдается выпадение осадка (исчезающего при нагревании). Иными словами, содержание ПАВ в исходной углеводородной фазе значительно превышает предел растворимости, и большое количество ДАДМАХ существует как в чисто уг-

леводородных, так и в смешанных спирт-углеводородных средах, в виде крупных ассоциатов с размерами в несколько единиц или несколько десятков микрон (рис. 2, сплошная линия). Кроме того, на основании литературных данных и результатов собственных экспериментов было выяснено, что используемые первичные спирты также нерастворимы в гексане на молекулярном уровне. Например, в среде гексана молекулы гексанола формируют весьма крупные микрокапли (рис. 2, пунктирная линия).

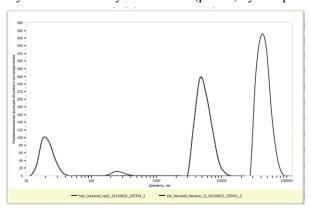


Рис. 2. Кривые объемного распределения частиц по размерам (РЧР): сплошная линия — для системы гексан — ПАВ/соПАВ при соотношении компонентов 9.8: 0.1/0.1. Наиболее вероятный гидродинамический радиус крупных агрегатов 85 мкм; пунктирная линия — смесь гексан/гексанол 50/50, средний размер крупных микрокапель — 5.5 мкм.

Следует отметить, что данные агрегаты могут представлять собой нечто вроде фрагментов геля, и находиться в динамическом равновесии с мицеллярными формами, что подтверждается

данными по численному РЧР (рис. 3). Похожая ситуация наблюдается и в системах ДАДМАХ — этилгексиловый спирт — n-декан (данные не приведены).

## 

Рис. 3. Кривая численного РЧР в системе гексан —  $\Pi AB/co\Pi AB$ . Наиболее вероятный радиус — 273 нм. Соотношение компонентов 9.8 : 0.1/0.1.

В процессе изготовления эмульсий происходит интенсивное перераспределение вещества с учетом как термодинамических факторов (адсорбция поверхностно-активных компонентов, частичная взаимная растворимость), так и неравновесных — энергия механического перемещивания и кинетика процесса диспергирования, химические реакции серной кислоты с компонентами смеси (первичными спиртами). Эмульсии, образующиеся в области устойчи-

вости с использованием обычного механического перемешивания, несмотря на отсутствие внешних признаков расслоения в течение первого часа, также демонстрируют присутствие микронных частиц. В качестве примера на рис. 4. приведена кривая объемного РЧР для приготовленной эмульсии серной кислоты в гексане, стабилизированной ДАДМАХ с этилгексиловым спиртом, при содержании серной кислоты 7% вес.

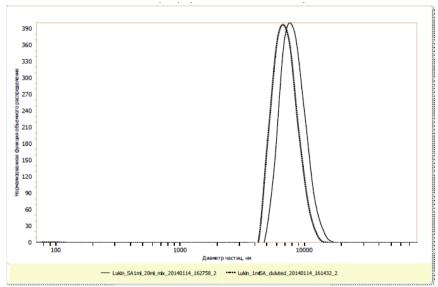


Рис. 4. Кривые объемного РЧР в системе гексан – ДАДМАХ – этилгексиловый спирт с 7% серной кислоты (состав в области устойчивости, близи точки А (рис. 1)): спустя 1 ч после получения (сплошная линия), размер первичных частиц – 95 нм, агрегаты – 8.2 мкм; пунктирная линия – та же эмульсия после 20-ти-кратного разбавления гексаном, первичные частицы – 37 нм, 209 нм, агрегаты – 3.1 мкм.

Как уже отмечалось, несмотря на присутствие в системе крупных агрегатов или капель, фазового расслоения не наблюдается. В любом случае, в присутствии фазы серной кислоты, по всей видимости, происходит снижение размеров агрегатов ДАДМАХ, который (вместе с этилгексиловым спиртом) затрачивается на покрытие поверхности вновь образованных нанометровых капель микроэмульсии. При сильном разбавлении эмульсии в гексане наблюдается заметное снижение размеров первичных капель,

в то же время крупные агрегаты остаются в системе (рис. 4, пунктирная линия). Аналогичная система в декане выглядит сходным образом, однако размеры первичных частиц несколько выше по сравнению с гексаном.

При старении образованных в области устойчивости микроэмульсий наблюдается постепенное окрашивание системы. Этот процесс сопровождается снижением размеров капель эмульсии, исчезновением агрегатов и, наконец, полным исчезновением признаков гетероген-

ности по данным динамического светорассеяния, а также по данным просвечивающей электронной микроскопии образцов, снятых после заморозки при температуре жидкого азота после напыления поверхности золотом (данные не приведены). Интересно, что аналогичная картина наблюдается и для систем, в которых содержание кислоты превышает уровень, соответствующий устойчивым системам, т.е. для микроэмульсий ІІ типа (равновесие микроэмульсии с водной фазой) по Виндзору [8]. После прекращения перемешивания в таких системах, первоначально имеющих признаки расслоения (на дне емкости выслаивается серная кислота), исчезает визуально наблюдаемая

гетерогенность, размеры частиц постепенно уменьшаются, а затем, по данным динамического светорассеяния, частицы исчезают вовсе. Единственным отличием подобных систем от систем, образующихся в области существования устойчивых эмульсий, является появление тонкого белого налета (осадка) на стенках емкости.

В качестве примера на рис. 5. приведены данные для системы *н*-декан — ДАДМАХ — этилгексиловый спирт, содержащей 14% серной кислоты, снятые через 2 ч после приготовления, непосредственно перед моментом исчезновения наночастиц эмульсии.

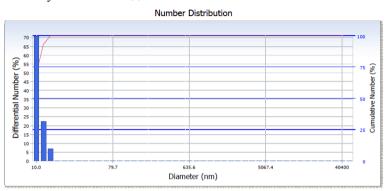


Рис. 5. Кривая численного РЧР для системы *н*-декан – ДАДМАХ – этилгексиловый спирт с 14% вес. серной кислоты (точка Б) спустя 2 ч после получения. Первичные частицы – 11 нм, агрегаты – отсутствуют.

Важным результатом является также опыт с использованием ультразвуковой обработки. В системе, полученной с использованием избытка серной кислоты (14%), после проведения озвучивания (спустя 5 мин после приготовления, т.е. в момент, когда система являлась гетерогенной, и на дне емкости находился тонкий слой «избыточной» серной кислоты), по данным динамического светорассеяния гетерогенность отсутствует. Элементный анализ собранного со стенок реакционной емкости осадка показывает содержание (% мас.): серы – 13.5, углерода – 20.6, водорода – 5.9, азота – 0. Такой результат свидетельствует, во-первых, о весьма высоком содержании кислорода в данном осадке. Простой расчет показывает, что даже в том случае, если бы все атомы серы находились в окружении из четырех атомов кислорода (алкилсульфаты), дополнительный кислород, содержащийся в продуктах окисления органической частиц, составлял бы около 33% вес. Другой важной особенностью является высокое отношение водород/углерод. Указанное несоответствие может найти объяснение, если предположить наличие в осадке значительного количества сольватированной воды, образующейся в ходе химических реакций спиртов с серной кислотой.

Результаты спектроскопических исследований данного осадка представлены на рис. 6.

Анализ спектра указывает на наличие алкилсульфокислот (1276 и 1225 см $^{-1}$  для  $\nu_{ass}$ SO<sub>2</sub>) и гидросульфатных групп (1166, 1068 см  $- v_{\text{sym}} \text{ HSO}_{4}^{-}$ ). Полосы поглощения в области 3500–2400 (2585, 2474, 2352...) см<sup>-1</sup> и 1715 см<sup>-1</sup> сложно объяснить чем-либо, помимо присутствия в системе карбоновых кислот, которые, кроме того, сильно связаны друг с другом, либо с неорганическим гидросульфат-анионом за счет образования водородных связей. Тем не менее, образование карбоновых кислот в данной системе представляется маловероятным. Анализ ИК-спектра также показывает, что в данном образце может содержаться заметное количество воды (поглощение в области 3700-3400 см<sup>-1</sup> и в области 1640 см<sup>-1</sup>).

Если просуммировать все полученные в ходе исследования данные, можно схематически представить себе следующую картину происходящих в данной системе (углеводород — первичный спирт со средней длиной радикала — галогенид гидрофобного четырехзамещенного алкиламмония):

Первоначально в углеводородной среде катионного ПАВ (возможно, в ассоциации со спиртом) присутствует в молекулярно- и мицеллярно раздробленном состоянии лишь частично. В условиях обычного механического перемешивания весь «мономерный» ПАВ, первоначально имеющийся в системе, переходит на

образующуюся межфазную поверхность. Переход «мономера» на поверхность сдвигает равновесие: агрегаты катионного ПАВ постепенно «растворяются», происходит дополнительное и самопроизвольное (!) диспергирование серной кислоты, причем как за счет дробления имеющихся капель, так и за счет вовлечения новых количеств серной кислоты из соседней объем-

ной гетерофазы (если она имеется, т.е. в области «неустойчивости»). Наконец, эмульгирование осуществляется полностью и образуется биконтинуальная псевдожидкокристаллическая [9], или везикулярная система, не диагностируемая как гетерогенная (коллоидная) методом динамического светорассеяния (и электронной микроскопии).

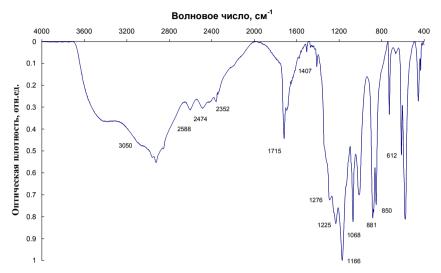


Рис. 6. ИК-спектр осадка, образующегося в области неустойчивости микроэмульсий (точка Б).

Разумеется, данная картина не является полной, поскольку в процессе самоэмульгирования осуществляется частичное сульфирование компонентов системы (очевидно, первичных спиртов) и образование осадков (в системах, находящихся в области неустойчивости). Возможно, образующиеся продукты сульфирования, в свою очередь, являются поверхностно активными (сами по себе или в ансамбле с катионным ПАВ) по отношению к границе раздела серная кислота — масло. Величина межфазного натяжения в конечной системе может оказаться ниже критической, определяемой уравнением (3), что согласуется с данными тензиометрических измерений.

#### Выволы

Получены однородные обратные системы, в которых добавленная серная кислота равномерно распределена по объему с образованием вначале эмульсий, а при достижении равновесия — микроэмульсий и биконтинуальных систем, содержащих до 14% мас. серной кислоты. Предложен возможный механизм формирования таких систем и исследовано влияние различных факторов на их структуру. Указанные системы могут быть весьма эффективны при проведении реакций сульфирования за счет развитой границы раздела (вплоть до молекулярной степени раздробленности) фаз масло/ серная кислота.

### ЛИТЕРАТУРА:

- 1. Ивченко А.М., Варфоломеев Б.Г., Туманов В.Ф., Булавцев В.В. Способ получения эмульгатора для жирования кожи : а. с. СССР № 1817774. Б.И. № 19. 23.05.93.
- 2. Миньков В.А., Беденко В.Г., Чистяков Б.Е. Способ получения эмульгатора для жирующих композиций : пат. РФ № 2146294. Заявл. 25.11.1998: опубл. 10.03.2003.
- 3. Singh S., Bhardwaj P., Singh V., Aggarwal S., Mandal U.K. Synthesis of nanocrystalline calcium phosphate in microemulsion effect of nature of surfactants // J. Colloid Interface Sci. 2008. V. 319. P. 322–329.
- 4. Cao Z., Dong L., Li L., Shang Y., Qi D., Lv Q., Shan G., Ziener U., Landfester K. Preparation of mesoporous submicrometer silica capsules via an interfacial sol–gel process in inverse miniemulsion // Langmuir. 2012. V. 28. P. 7023–7032.
- 5. Porras M., Solans C., Gonz'alez C., Mart'inez A., Guinarta A., Guti'erreza J.M. Studies of formation of W/O nano-emulsions // Colloids & Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects. 2004. V. 249. P. 115–118.
- 6. Буканова Е.Ф., Туторский И.А., Дулина О.А. Практикум по коллоидной химии. Электроповерхностные свойства и устойчивость дисперсных систем: учебно-метод. пособие. М.: ИПЦ МИТХТ, 2002.
- 7. Handbook of Microemulsion. Science and Technology. / Ed. by P. Kumar and K.L. NY: Mittel. Marcell Dekker, Inc., 1999. 848 p.

- 8. Microemulsions: background, new concepts, applications, perspectives / Ed. by C. Stubenrauch. Blackwell Publishing Ltd., 2009. 400 p. ISBN: 978-1-405-16782-6.
- 9. Microemulsions: properties and applications / Ed. by M. Fanun CRC Press, 2009. 568 p. ISBN 978-1-4200-8959-2.

# MICROEMULSION DISPERSION OF SULFURIC ACID IN A HYDROCARBON MEDIUM

### B.V. Pokidko, V.A. Lukin, V.V. Bulavtsev

M.V. Lomonosov Moscow State University of Fine Chemical Technologies, Moscow, 119571 Russia

The present paper discusses the results of experiments on the preparation of sulfuric acid inverse emulsions in the media of different liquid alkanes. Attention was put on the influence of system composition on the performance emulsions stabilized by a cationic surfactant – dialkyldimethylammonium chloride and a series of aliphatic alcohols (hexanol, ethylhexyl alcohol etc) used as co-surfactants. The phase diagram was obtained, and the optimal composition was found. Besides, estimation of particle size distribution in the systems was provided by dynamic light scattering technique.

Keywords: inverse emulsions, sulphuric acid, particle size, dynamic light scattering.

<sup>&</sup>lt;sup>®</sup> Corresponding author e-mail: 9269846802@mail.ru