



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA CHEMICKÁ

FACULTY OF CHEMISTRY

ÚSTAV FYZIKÁLNÍ A SPOTŘEBNÍ CHEMIE

INSTITUTE OF PHYSICAL AND APPLIED CHEMISTRY

INTERAKCE DEXTRANU S TENZIDEM SDS

THE INTERACTIONS OF DEXTRAN WITH SURFACTANT SDS

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

BACHELOR'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Milada Kolenová

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

Ing. Andrea Kargerová, Ph.D.

BRNO 2018

Zadání bakalářské práce

Číslo práce: FCH-BAK1200/2017
Ústav: Ústav fyzikální a spotřební chemie
Studentka: **Milada Kolenová**
Studijní program: Chemie a chemické technologie
Studijní obor: Chemie pro medicínské aplikace
Vedoucí práce: **Ing. Andrea Kargerová, Ph.D.**
Akademický rok: 2017/18

Název bakalářské práce:

Interakce dextransu s tenzidem SDS

Zadání bakalářské práce:

1. Seznámit se s metodou ultrazvuková spektroskopie s vysokým rozlišením a hustoměrem DSA 5000M
2. Měření intreakcí dextransu s tenzidem SDS
3. Vyhodnocení výsledků

Termín odevzdání bakalářské práce: 21.5.2018

Bakalářská práce se odevzdává v děkanem stanoveném počtu exemplářů na sekretariát ústavu. Toto zadání je součástí bakalářské práce.

Milada Kolenová
student(ka)

Ing. Andrea Kargerová, Ph.D.
vedoucí práce

prof. Ing. Miloslav Pekař, CSc.
vedoucí ústavu

V Brně dne 31.1.2018

prof. Ing. Martin Weiter, Ph.D.
děkan

Abstrakt

Pred samotnou charakterizáciou interakcií dextransu s tenzidom SDS boli skúmané vlastnosti roztoku dextransu vo vode a v chloride sodnom. Najprv boli merané denzitometricky, pričom bola skúmaná ich hustota a ultrazvuková rýchlosť v závislosti na koncentrácii a teplote. Ultrazvuková rýchlosť bola ďalej meraná pomocou ultrazvukovej spektroskopie s vysokým rozlíšením. Následne boli skúmané interakcie dextransu s povrchovo aktívnou látkou SDS, kde cieľom bolo zistiť kritickú agregáčnú a micelárnu koncentráciu.

Abstract

Before the itself of characterization interactions of dextran with surfactant SDS, there were investigated properties of dextran solution in water and in sodium chloride. At first it was measured by densitometer, where their density and ultrasonic velocity was investigated, depending on concentration and temperature. The ultrasonic velocity was further measured by high resolution ultrasonic spectroscopy. Subsequently the interactions of dextran with surfactant SDS was examined to determine the critical aggregation and critical micelle concentration.

Klíčová slova

Dextran, dodecylsulfát sodný, kritická micelárna koncentrácia, denzitometria, ultrazvuková spektroskopia s vysokým rozlíšením, hustota, ultrazvuková rýchlosť

Keywords

Dextran, sodium dodecyl sulphate, critical micelle concentration, densitometry, high resolution ultrasonic spectroscopy, density, ultrasonic velocity

Citácie

KOLENOVÁ, M. *Interakce dextranu s tenzidem SDS*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta chemická, 2018.47 s. Vedoucí bakalářské práce Ing. Andrea Kargerová, Ph. D..

Prehlásenie

Prehlasujem, že som túto bakalársku prácu vypracovala samostatne a že všetky použité literárne zdroje som správne a úplne citovala. Bakalárska práca je z hľadiska obsahu majetkom Fakulty chemickej VUT v Brne a môže byť použitá ku komerčným účelom len so súhlasom vedúceho bakalárskej práce a dekana FCH VUT.

.....
Milada Kolenová

Pod'akovanie

Najväčšia vďaka patrí vedúcej mojej bakalárskej práce Ing. Andrei Kargerovej, Ph.D. za trpezlivosť, množstvo vynaloženého času a poskytnutie cenných rád, ktoré mi veľmi pomohli pri vypracovaní tejto bakalárskej práce.

Obsah

1	ÚVOD	6
2	TEORETICKÁ ČASŤ	7
2.1	Dextran	7
2.1.1	História	7
2.1.2	Chemické zloženie	7
2.1.3	Toxicita a využitie	8
2.2	Tenzidy	8
2.2.1	Štruktúra a delenie	8
2.2.2	Kritická micelárna koncentrácia	9
2.3	Dodecylsulfát sodný (SDS)	10
2.4	Polyelektrolyty	11
2.4.1	Interakcie polyelektrolytov s povrchovo aktívnymi látkami	11
2.5	Denzitometria	11
2.5.1	DSA 5000 M	11
2.5.2	Princíp merania	12
2.5.3	Využitie	13
2.6	Ultrazvuková spektroskopia s vysokým rozlíšením	13
2.6.1	Ultrazvuková rýchlosť	13
2.6.2	Ultrazvukové zoslabenie	14
2.6.3	HR-US	14
2.6.4	Princíp merania HR-US	14
2.6.5	Využitie	15
3	EXPERIMENTÁLNA ČASŤ	17
3.1	Použité chemikálie	17
3.2	Príprava zásobných roztokov	17
3.2.1	Príprava zásobného roztoku chloridu sodného	17
3.2.2	Príprava zásobného roztoku dodecylsulfátu sodného vo vode	17
3.2.3	Príprava zásobného roztoku dodecylsulfátu sodného v chloride sodnom	17
3.3	Príprava vzorkov	17
3.3.1	Príprava roztoku dextransu v ultračistej deionizovanej vode	17
3.3.2	Príprava roztoku dextransu v chloride sodnom	17
3.4	Vlastné meranie hustoty a ultrazvukovej rýchlosti denzitometricky	18
3.5	Vlastné meranie ultrazvukovej rýchlosti ultrazvukom s vysokým rozlíšením ..	18
3.5.1	Vlastné meranie interakcií dextransu s tenzidom SDS	19
3.6	Výsledky a diskusie	20
3.6.1	Dextran	20
3.6.2	Interakcie dextransu s SDS	26
4	ZÁVER	33
5	CITÁCIE	35
6	ZOZNAM POUŽITÝCH SYMBOLOV A SKRATIEK	38
7	PRÍLOHY	39

1 ÚVOD

Dextran je homopolysacharid, ktorý vzniká enzymatickým pôsobením na sacharózu ako produkt baktérií. Podľa toho z akej baktérie vznikol sa ďalej odvíja jeho štruktúra a fyzikálne a chemické vlastnosti.

Okrem využitia v potravinárstve a poľnohospodárstve sa do popredia záujmu dostáva i jeho používanie v medicíne. Vďaka jeho biodegradabilite a biokompatibilite sa využíva pri ťažkých popáleninách alebo poraneniach a pri liečbe šoku ako náhrada krvnej plazmy. Na základe jeho vysokej molekulovej hmotnosti neprestupuje cievami a je tak schopný na seba viazať vodu.

Dodecylsulfát sodný je typickým predstaviteľom záporne nabitých povrchovo aktívnych látok. V dôsledku prítomnosti uhl'ovodíkového konca a aniónovej hlavy má amfifilné vlastnosti, na základe ktorých je schopný tvoriť vo vodnom roztoku micely. Vďaka svojim čistiacim schopnostiam sa najčastejšie využíva v domácnostiach ako čistiaci prostriedok.

Cieľom tejto práce je preskúmanie interakcií medzi kladne nabitým polymérom a opačne nabitým tenzidom pomocou ultrazvukovej spektroskopie s vysokým rozlíšením v titračnom režime. Bolo pozorované agregáčné chovanie tenzidu SDS s dextranom hydrochloridom vo vodnom a fyziologickom prostredí.

Ďalej bola popísaná závislosť hustoty a ultrazvukovej rýchlosti dextranu vo vodnom a fyziologickom prostredí na rôznej koncentrácii a teplote denzitometrickým meraním. Závislosť ultrazvukovej rýchlosti na koncentrácii pri 25 °C bola pozorovaná pomocou ultrazvukovej spektroskopie s vysokým rozlíšením v kinetickom režime. Každé meranie prebiehalo opakovane najmenej dvakrát. Kvôli žiadnym podobným doterajším štúdiám na prístroji HR-US, nie je možné porovnať získané výsledky s inou prácou.

2 TEORETICKÁ ČASŤ

2.1 Dextran

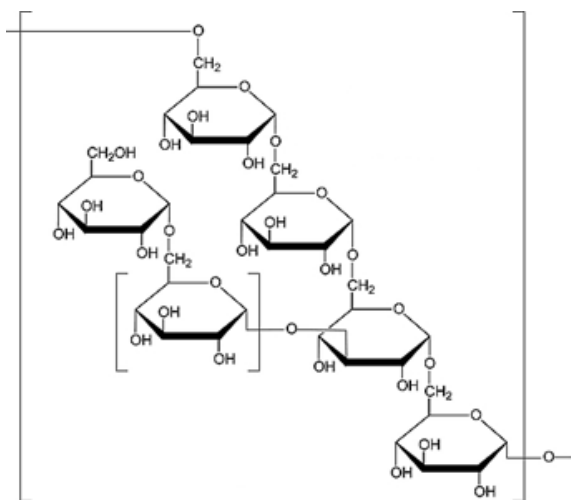
Dextran je biela látka, ktorá sa vyskytuje prevažne v práškovitej forme. Je veľmi dobre rozpustný vo vode, ale i v niektorých organických rozpúšťadlách. Viskozita roztoku závisí od koncentrácie, teploty a molekulovej hmotnosti. Jeho fyzikálne a chemické vlastnosti sa menia v závislosti na spôsobe výroby. Využitie nachádza v potravinárskom, farmaceutickom i kozmetickom priemysle. Najčastejšie však ako náhrada krvnej plazmy. [1]

2.1.1 História

Dextran bol po prvý krát objavený v druhej polovici 19. storočia v cukrovarníckom priemysle. Kde ho považovali za odpad upchávajúci potrubia, ktorými bol vedený roztok obsahujúci sacharózu. V roku 1861 Pasteur zistil, že vzniká pôsobením baktérií. O storočie neskôr sa už používal v medicíne na zlepšenie prietoku krvi v cievach ako náhrada krvnej plazmy. Využitie našiel v období prvej i druhej svetovej vojny a tiež počas vojny v Kórei, kedy ľudia trpeli akútnym nedostatkom krvi. Spočiatku bol dextran považovaný za nežiaduci. Z dôvodu rýchleho vylučovania močom a pre rôzne alergické reakcie, ktoré spôsobovali koloidné prípravky. V roku 1954 však švédski vedci potvrdili bezpečnosť jeho používania o určitej molekulovej hmotnosti ako náhrady krvnej plazmy. Na základe čoho sa začal postupne používať pri liečbe ranených vojakov, pričom boli pozorované priaznivé výsledky. [2]

2.1.2 Chemické zloženie

Dextran je polymér glukózy, produkovaný najčastejšie baktériou *Leuconostoc mesenteroids* alebo inými baktériami, enzymatickým pôsobením na sacharózu. Je to zmes molekúl pospájaná s rôzne dlhými reťazcami a vlastnosťami, podľa toho z akej baktérie bol vyrobený. Tvorený je najmä $\alpha(1\rightarrow6)$ glykosidickou väzbou, ale môže dochádzať k vetveniu na bočných reťazcoch $\alpha(1\rightarrow3)$ glykosidickou väzbou. [2]



Obrázok 1: Chemická štruktúra dextranu [1]

2.1.3 Toxicita a využitie

Z netransformovaných dextranov, podrobených purifikácii, kyslej hydrolyze a následnej frakcionácii rozlišujeme 3 typy. Podľa molekulovej hmotnosti, ktoré majú klinické využitie sa delia na:

- a) Nízka molekulová hmotnosť (do 40 000 Da)
- b) Stredná molekulová hmotnosť (40 000 – 75 000 Da)
- c) Vysoká molekulová hmotnosť (75 000 – 150 000 Da)

Toxické účinky u dextranu s nízkou a strednou molekulovou hmotnosťou neboli potvrdené. Obmedzenie je však vo veľkosti podávanej dávky, aby sa predišlo zvýšenej tendencii krvácania. Dextran s nízkou molekulovou hmotnosťou prechádza semipermeabilnou membránou a je teda z tela veľmi rýchlo vylúčený. Preto sa častejšie používa dextran so strednou molekulovou hmotnosťou. Dextran s vysokou molekulovou hmotnosťou sa zatiaľ využíva len experimentálne. [2]

2.2 Tenzidy

Tenzidy sú organické povrchovo aktívne látky, ktoré sú schopné sa hromadiť na fázovom rozhraní už pri veľmi nízkej koncentrácii. Na základe toho znižujú medzifázovú energiu sústavy. Spojením viacerých tenzidov vzniká detergent, vyznačujúci sa detergentnými vlastnosťami. Pod pojmom detergentia rozumieme schopnosť prevádzať nečistotu z pevného povrchu do objemovej fázy roztoku. [3]

2.2.1 Štruktúra a delenie

Povrchovo aktívne látky majú charakteristickú štruktúru pozostávajúcu z polárnej časti, ktorá sa označuje ako hydrofilná alebo lipofóbna. Nepolárna časť sa nazýva hydrofóbna alebo lipofilná a je to vlastne uhlíkovodík s dlhým reťazcom, ktorý môže byť buď lineárny, rozvetvený alebo aromatický. Tým že časť molekuly má afinitu k rozpúšťadlu, čím podporuje jeho rozpustnosť a druhá časť molekuly je sama o sebe nerozpustná. Takéto molekuly sú preto označované ako amfipatické alebo amfifilné. Výsledkom toho je schopnosť povrchovo aktívnej látky sa rozpustiť vo vode, adsorbovať sa na rozhraní alebo sa začleniť do inej povrchovo aktívnej látky ako súčasť micely. Patria medzi najrozmanitejšie produkty chemického priemyslu. Využitie nachádzajú najčastejšie v domácnostiach v podobe čistiacich prostriedkov. [4, 5]

2.2.1.1 Anionické tenzidy

Sú najčastejšie používané, vďaka ich nízkym nákladom na výrobu. Ich najvýznamnejším a najstarším predstaviteľom je mydlo, alkalická soľ vyšších mastných kyselín. Disociáciou vzniká objemný organický anión, ktorý sa zodpovedá za povrchovú aktivitu. Kation je zvyčajne nejaký alkalický kov alebo amónny kation. [6, 7]

2.2.1.2 Kationické tenzidy

Ako katión sa najčastejšie používa kvartérny dusíkový atóm, preto do tejto skupiny tenzidov patria najmä kvartérne amóniové soli. Oproti anionickým tenzidom majú horšiu biologickú rozložiteľnosť. Nemôžu sa kombinovať s anionickými tenzidmi, pretože dochádza k ich vzájomnému zrážaniu za vzniku nerozpustného aglomerátu. Využitie nachádzajú v podobe avivážových prostriedkov, vďaka ich schopnosti zaistiť antistatickú úpravu po praní. [3]

2.2.1.3 Amfoterné tenzidy

Obsahujú bazickú i kyslú funkčnú skupinu, preto na základe pH prostredia môžu byť nabité buď kladne alebo záporne. Vďaka čomu sa môžu kombinovať jak s kationickými, tak s anionickými tenzidmi. Typickým predstaviteľom sú aminokyseliny a bielkoviny. [3, 4]

2.2.1.4 Neionické tenzidy

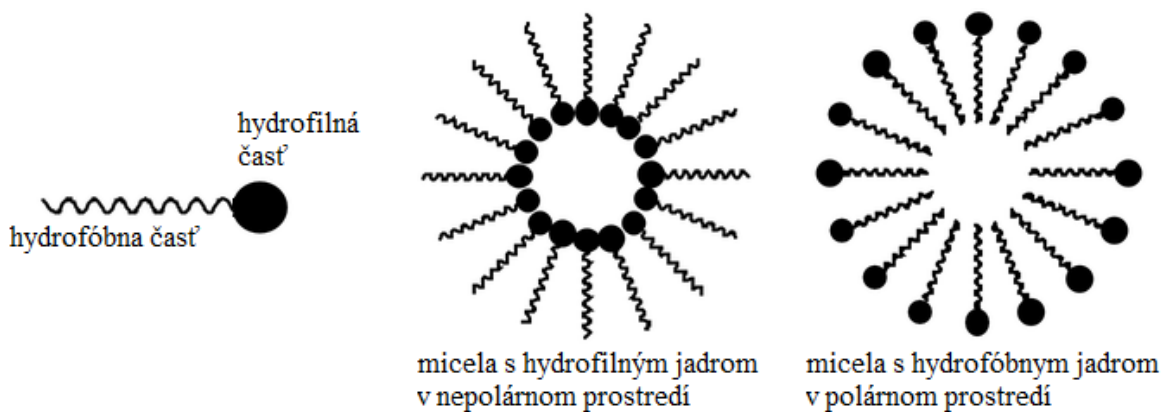
Nazývajú sa tiež oxyethylenáty. Ich charakteristickou vlastnosťou je, že nie sú schopné elektrolytickej disociácie. Najčastejšie pozostávajú z dlhého uhl'ovodíkového reťazca obohateného o polárne, neionické skupiny na jeho konci.

Na základe čoho vykazujú rozpustné vlastnosti i v tvrdej vode, pretože netvorí soli. Veľkou výhodou je schopnosť regulácie ich hydrofilnosti pri syntéze, zmenou počtu atómov v hydrofóbnom reťazci a oxyethylenových skupín. [3, 7]

2.2.2 Kritická micelárna koncentrácia

Je koncentrácia pri ktorej dochádza agregáciou molekúl rozpustenej látky k vzniku micely. Udáva najvyššiu možnú koncentráciu, kedy povrchovo aktívne látky vytvárajú ešte pravý roztok. Nad touto hranicou sa začínajú tvoriť disperzné koloidné častice – micely. Vznikom micel dochádza k zmene fyzikálno – chemických vlastností daného roztoku. Kritickú micelárnu koncentráciu (CMC) ovplyvňuje rada faktorov. CMC klesá s rastúcou dĺžkou uhl'ovodíkového reťazca. Vplyv hydrofilnej skupiny na CMC je daný najmä nábojom. Pri rovnakej dĺžke uhl'ovodíkového reťazca je CMC neionických tenzidov nižšia ako ionických tenzidov. [5]

Priemerný počet molekúl povrchovo aktívnej látky v micelle sa nazýva agregáčn é číslo. Nepolárne povrchovo aktívne látky sa spontánne navzájom spájajú v procese micelizácie. V snahe vytvoriť výhodné usporiadanie, ktoré sa podobá svojimi geometrickými vlastnosťami guľičke. V nepolárnom prostredí hydrofóbn é časť molekuly v micelle smeruje dovnútra smerom k stredu agregátu a hydrofilná časť smeruje von. Naopak v polárnom prostredí hydrofilné časti molekuly smerujú dovnútra a hydrofóbn é časti ju ohraničujú z vonka. [7]

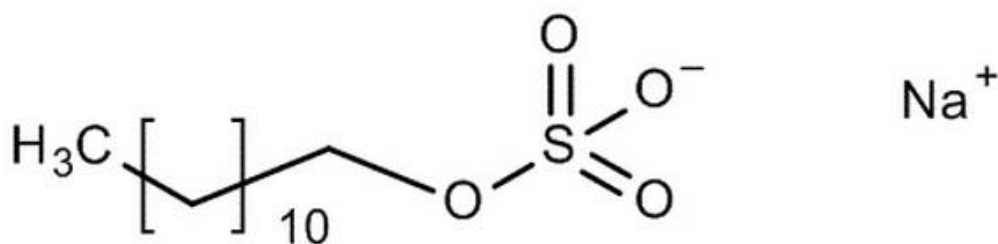


Obrázok 2: Štruktúra a usporiadanie micely

2.3 Dodecylsulfát sodný (SDS)

Dodecylsulfát sodný patrí medzi aniónové povrchovo aktívne organické látky, znižujúce povrchové napätie vodných roztokov. Je to biela až svetložltá kryštalická látka s miernym zápachom. Najčastejšie sa jedná o zmes sodných alkylsulfátov, najmä laurylsulfátu. Využitie nachádza ako emulgátor tukov, zmäkčovadlo, detergent v kozmetike alebo prostriedok na čistenie zubov vo forme zubnej pasty. [8]

Kvôli schopnosti narušenia bunkovej štruktúry a denaturácie sa tiež používa ako denaturačné činidlo pri elektroforetickej separácii proteínov. Po naviazaní na molekulu proteínu, ktorá maskuje svoj prirodzený náboj jej udelí celkový záporný náboj. [9]



Obrázok 3: Chemická štruktúra dodecylsulfátu sodného [10]

2.4 Polyelektrolyty

Polyelektrolyty sú vo vode rozpustné polyméry, nesúce buď pozitívne alebo negatívne nabité ionizovateľné skupiny. Elektrolytickou disociáciou v polárnych rozpúšťadlách vznikajú makroanióny alebo makrokatióny a k nim ekvivalentný počet protiiónov, ktoré nesú opačný náboj. Pomocou kovalentnej väzby môžu byť viazané na makroióny rôzne anióny alebo katióny. Protiióny potom vytvárajú s nabitými skupinami makroiónov iónové páry. Polyelektrolyty, ktoré obsahujú v molekule súčasne aniónové i katiónové skupiny sa nazývajú amfoterné polyelektrolyty. To ako sú nabité závisí na hodnote pH. Pri vysokom pH sú disociované len kyslé skupiny a makromolekula má záporný náboj. Naopak pri nízkom pH majú bazické skupiny kladný náboj. Pri určitom pH sú náboje vyrovnané a navonok pôsobia ako neutrálne molekuly. Táto odpovedajúca hodnota pH sa nazýva izoelektrický bod. [11]

2.4.1 Interakcie polyelektrolytov s povrchovo aktívnymi látkami

Nabité amfifilné molekuly ako sú povrchovo aktívne látky tvoria s opačne nabitými polyelektrolytmi stabilné komplexy. Tieto komplexy sú veľmi zaujímavé pre ich širokú variabilnosť štruktúry a vlastností. Vďaka čomu vyvolali veľkú pozornosť v biomedicíne a farmaceutickom priemysle. [12]

Interakcie polyelektrolytov s opačne nabitými koloidnými časticami sú dôležitou súčasťou biologických systémov v podobe imobilizácie enzýmov v polyelektrolytických komplexoch. Vlastnosti interakcií s povrchovo aktívnymi látkami závisia na chemickom zložení a použitom náboji polyelektrolytov. Čo sa týka interakcií medzi nimi, prevládajú najmä elektrostatické sily. Hydrofóbne sily sú používané menej často. Prítomnosť elektrolytov indikuje agregáciu opačne nabitých tenzidov už pri veľmi nízkych koncentráciách. Postupným zvyšovaním koncentrácie až po dosiahnutie kritickej agregáčnej koncentrácie dochádza k tvorbe micel, ktoré sú viazané na štruktúru polyiónov. [13]

2.5 Denzitometria

Denzitometria je metóda, ktorá spočíva v meraní hustoty vzorku. Patrí medzi nepriame metódy, ktoré sú založené na štúdiu vlastností alebo javov závislé na hustote meraného materiálu. [14]

Termofyzikálne vlastnosti ako sú hustota a rýchlosť zvuku sú veľmi dôležité údaje v oblasti priemyselných procesov a optimalizácie. Prístroj využívaný na súčasné a veľmi presné meranie hustoty a rýchlosti zvuku sa nazýva DSA 5000 M. [15]

2.5.1 DSA 5000 M

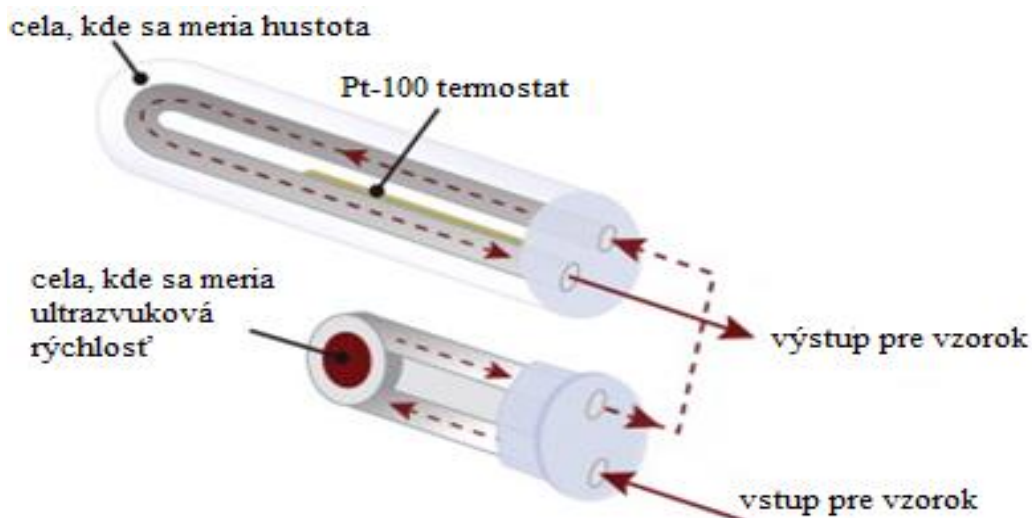
DSA 5000 M je prístroj od spoločnosti Anton Paar, ktorý je schopný súčasne merať dve nezávislé fyzikálne veličiny. Je vybavený oscilačnou U-trubicou na meranie hustoty a celou na súčasné meranie ultrazvukovej rýchlosti. Teplota oboch cieľ je temperovaná pomocou vstavaného peltier termostatu. [15]



Obrázok 4: DSA 5000M [16]

2.5.2 Princíp merania

Princíp merania spočíva v meraní hustoty pomocou Anton Paar oscilačnej trubice z borosilikátového skla, ktorá je elektronicky rozkmitaná na svoju charakteristickú frekvenciu. Vzniknuté vibrácie je možné považovať za jednoduchú harmonickú osciláciu, čo nám umožní vyjadriť hustotu. Jej vysoká tuhosť vedie k väčšej citlivosti prístroja. Zároveň je určená rýchlosť zvuku tak, že vzorok je vložený medzi dva piezoelektrické prevodníky. Kde jeden vysiela zvukové vlny o určitej perióde skrz analyzovaný vzorok a druhý ich prijíma. Rýchlosť je získaná zo vzdialenosti, ktorá vznikne medzi nimi. [16]



Obrázok 5: Schéma vnútorného usporiadania denzitometru DSA 5000M [16]

2.5.3 Využitie

Súčasné meranie hustoty a ultrazvukovej rýchlosti je možné použiť pre stanovenie koncentrácie binárnych zmesí. Vďaka tomu, že hustota v binárnych zmesiach je funkciou ich zloženia. Ďalšie využitie je stanovenie koncentrácie ternárnych zmesí, kyseliny sírovej a olea. Koncentrácia je automaticky odvodená z hodnôt hustoty a ultrazvukovej rýchlosti nameraných pomocou prístroja. [15]

Použitie denzitometrie bolo tiež v prípade merania hustoty a ultrazvukovej rýchlosti roztoku hyaluronanu vo vode pomocou teplotného skenu. Pozorovaný bol lineárny nárast hustoty so zvyšujúcou koncentráciou a pokles so zvyšujúcou teplotou. Toto meranie umožnilo vypočítať stlačiteľnosť a jej závislosť na koncentrácii a teplote. Bolo zistené, že stlačiteľnosť klesá so zvyšujúcou koncentráciou i teplotou. Prídavkom chloridu sodného došlo len k zmene číselných hodnôt hustoty a ultrazvukovej rýchlosti. Charakter závislosti od koncentrácie a teploty sa nemenil. Molekulová hmotnosť skúmanej látky má zanedbateľný účinok. [18]

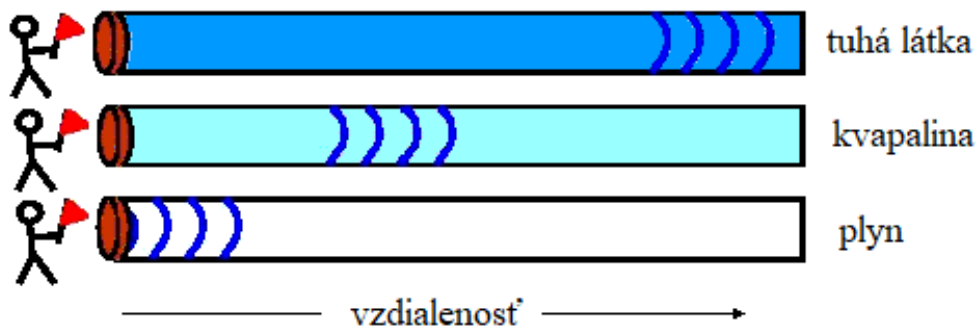
2.6 Ultrazvuková spektroskopia s vysokým rozlíšením

Na rozdiel od väčšiny klasických spektroskopov ako sú UV-VIS, IČ alebo NMR, ktoré sú založené na interakciách elektromagnetického žiarenia s analyzovaným vzorkom. Ultrazvuková spektroskopia s vysokým rozlíšením využíva počas analýzy vzorku vysokofrekvenčné zvukové vlny. Meria dve charakteristiky a to rýchlosť ultrazvuku a jeho zoslabenie. [19]

Vďaka tomu, že zvukové vlny sú syntetizované elektronicky, nemusia byť ďalej spektrálne prečísťované ako v prípade elektromagnetických vln, ktoré pochádzajú zo svetelného zdroja. To umožňuje šírenie akýmkoľvek materiálom a možnosť analyzovať širokú škálu vlnových dĺžok pri viacerých frekvenciách. [20]

2.6.1 Ultrazvuková rýchlosť

Rýchlosť šírenia ultrazvuku je určená pružnosťou a hustotou prostredia, ktorým je šírená. Dôležitejšia je pružnosť, ktorá je veľmi citlivá na usporiadanie molekúl a medzimolekulárne interakcie. Rýchlosť preto charakterizuje vlastnosti meranej látky. Tuhé látky majú najsilnejšie interakcie medzi molekulami, tým pádom majú i vyšší modul pružnosti v porovnaní s kvapalinami a plynmi. Z tohto dôvodu sa zvuk šíri rýchlejšie tuhými látkami ako kvapalinou alebo plynom. [21]



Obrázok 6: Šírenie zvukových vln jednotlivými prostrediami [21]

2.6.2 Ultrazvukové zoslabenie

Priechodom cez skúmaný materiál dochádza k určitej strate energie ultrazvukových vln. Hovoríme preto o meraní zoslabenia. V homogénnom prostredí prebieha oscilácia rovnovážne. Naopak v heterogénnom prostredí dochádza k strate energie kvôli rozptýlenému vlneniu na časticiach, čo spôsobí zníženie zoslabenia a rozptýlenie ultrazvukovej rýchlosti. Na základe čoho následne získame informáciu o veľkosti a distribúcii častíc. [22]

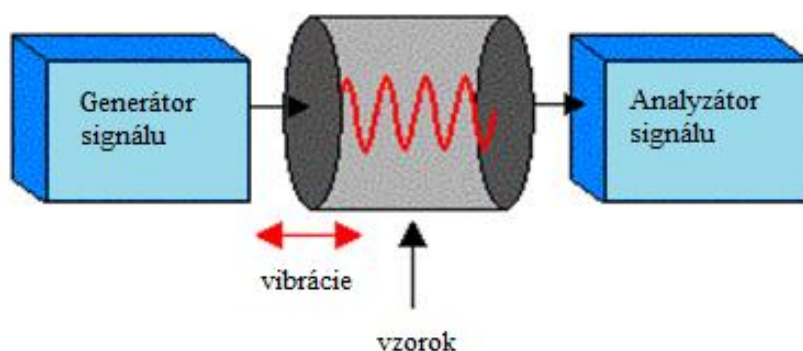
2.6.3 HR-US

Ultrazvukový spektroskop s vysokým rozlíšením (HR-US – z anglického high resolution – ultrasonic spectroscopy) je nedeštruktívna metóda navrhnutá spoločnosťou Ultrasonic Scientific. Bola upravená tak, aby umožnila dosiahnuť ultrazvukové meranie s rekordným rozlíšením. Vďaka čomu sa vyriešil problém obmedzenia v podobe nízkeho rozlíšenia, čo bolo v minulosti najväčším mínusom. Dĺžka dráhy ultrazvukových vln predstavuje veľkosť vzorku. Veľkou výhodou je tiež, že na analýzu postačí malé množstvo vzorku (0,03 až 1 ml). Počas merania využíva ultrazvukové vlny, ktoré sa od akustických vln líšia len vyššou frekvenciou v rozmedzí 2740 – 14815 Hz. Kompresiu a dekompresiu ultrazvukových vln spôsobuje osciláciu molekulárneho usporiadania vo vzorku, ktoré reaguje buď intermolekulárnou príťažlivosťou alebo odpudivosťou. Zoslabenie deformácií ultrazvukových vln je extrémne malé, vďaka čomu ide o nedeštruktívnu analýzu. [23, 24]

2.6.4 Princíp merania HR-US

Meranie je založené na interakciách ultrazvukových vln so vzorkom. Na základe čoho je možné následne analyzovať jeho fyzikálne a chemické vlastnosti. Piezoelektrický prevodník na jednej strane transformuje elektrický signál na ultrazvukové vlny, ktoré prechádzajú vzorkom. Piezoelektrický prevodník na druhej strane následne prevedie prijatú ultrazvukovú vlnu späť na elektrický signál, aby mohlo dôjsť k vyhodnoteniu. Touto cestou dochádza k strate energie (zmenšeniu zoslabenia) a k zmene rýchlosti, čo nám podá informáciu o charakteristických vlastnostiach materiálu. Celé meranie je riadené pomocou počítača, v ktorom sa dajú nastaviť rôzne programy. Je možné merať v kinetickom, titračnom

a teplotnom režime. Výsledky sú po ukončení merania generované graficky v digitálnom programe, kompatibilnom s programom Microsoft Excel. [24, 25]



Obrázok 7: Princíp merania [25]

2.6.5 Využitie

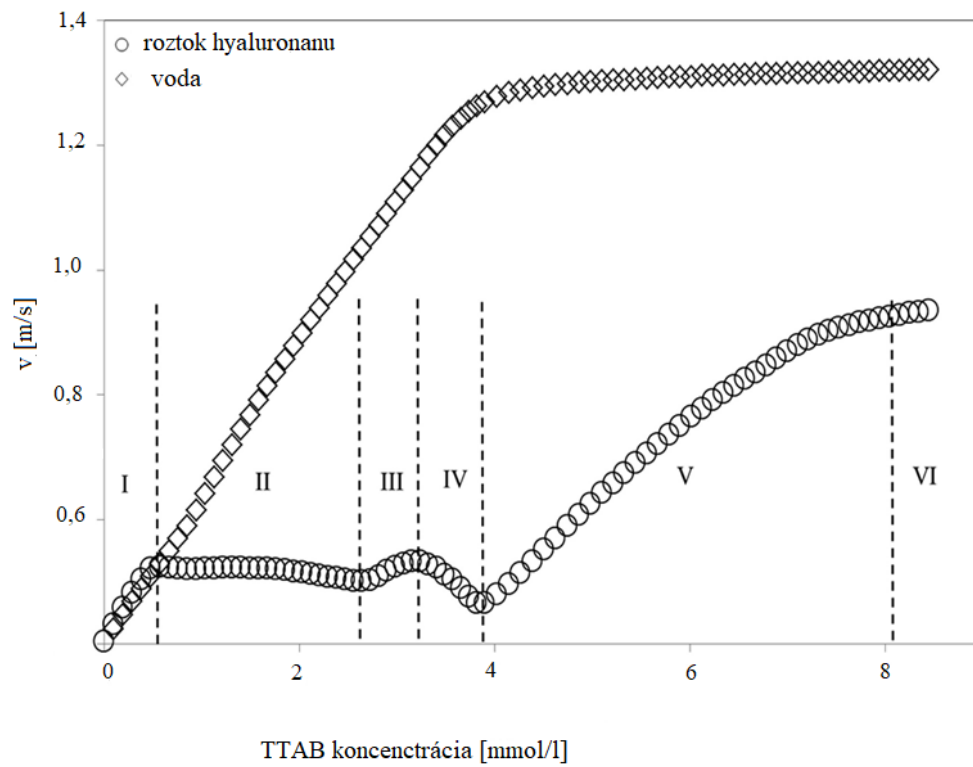
Ultrazvukový spektroskop s vysokým rozlíšením nachádza uplatnenie pri detekcii chemických reakcií, priebehu micelizácie a štruktúrnej analýzy.

V mliekarenstve bol použitý napríklad v štúdiu koagulácie mlieka v kyslom prostredí počas zahrievania. Ultrazvuková rýchlosť a zoslabenie sú riadené zmenami v micelárnej štruktúre kazeínu, pretože kyselina vznikajúca baktériami mliečného kvasenia rozpúšťa fosforečnan vápenatý z kazeínových micel. Postupným zvyšovaním pH, došlo k zvýšeniu ultrazvukovej rýchlosti a zoslabenia. Bol sledovaný rozdiel medzi odstredeným mliekom obohateným o vápnik, ktorý znižoval stabilitu micel a koagulačnú teplotu kazeínu oproti odstredenému mlieku bez obsahu vápnika. Meraním veľkosti častíc pomocou ultrazvukovej spektroskopie s vysokým rozlíšením bola pozorovaná pomalá agregácia pri vyšších hodnotách pH, ako sú hodnoty, pri ktorých dochádza k úplnému želatínovaniu kazeínových micel. Umožňuje tiež stanoviť hydratáciu a stlačiteľnosť častíc v priebehu reakcie. Zvýšením teploty sa značne zvýši pevnosť vytvoreného gélu kyseliny ako výsledok denaturácie proteínov. [26]

Uplatnenie nachádza aj pri gélovaní srvátky. Denaturáciou proteínov a následnou agregáciou vzniká gél. Kvôli tomu, že gély sú nepriehľadné, nie je možné ich analyzovať optickými spektroskopickými metódami. Výhodné je preto použiť ultrazvukovú spektroskopiu s vysokým rozlíšením, ktorou je možné pozorovať vytvorením gélu zvýšenie ultrazvukovej rýchlosti a zoslabenia. Na základe toho, že vytvorený gél je tuhší a tým pádom aj menej pružnejší. Naopak rozpadom gélovej siete bol zaznamenaný pokles ultrazvukovej rýchlosti i zoslabenia. [27]

Vďaka vysokej citlivosti bol využitý i v prípade štúdií interakcií hyaluronanu o molekulovej hmotnosti 10 – 1750 kDa s kladne nabitými povrchovými látkami CTAB a TTAB vo vodnom a fyziologickom prostredí. Cieľom bolo určiť kritickú micelárnu koncentráciu pomocou ultrazvuku s vysokým rozlíšením v titračnom režime pri 25 °C. Meraním relatívnej rýchlosti a zoslabenia bolo zistené, že vytváraním micel v roztoku dochádza k zníženiu rýchlosti šíriacich zvukových vln na základe elasticite ich jadra. Bolo

identifikovaných až šesť rôznych oblastí kde vznikali komplexy hyaluronan – tenzid, čo je možné vidieť na *Obrázku 8.* [28]



Obrázok 8: Titračná krivka systému hyaluronan – tenzid rozdelená do šiestich oblastí [28]8

3 EXPERIMENTÁLNA ČASŤ

3.1 Použité chemikálie

Dextran hydrochlorid: Sigma Aldrich (Česká republika), CAS: 9064-91-9.

Dodecylsulfát sodný: Sigma Aldrich (Česká republika), CAS: 151-21-3, čistota $\geq 99,0\%$.

Chlorid sodný: Lach-ner (Česká republika), CAS: 7647-14-5, čistota 95,5 %.

3.2 Príprava zásobných roztokov

3.2.1 Príprava zásobného roztoku chloridu sodného

Zásobný roztok chloridu sodného o koncentrácii 0,15 M bol pripravený rozpustením navážky 8,766 g pevného chloridu sodného v 1000 cm³ ultračistej deionizovanej vode z prístroja PURELAB. Následne bol roztok ponechaný 24 hodín na magnetickej miešačke pri laboratórnych podmienkach, aby došlo k úplnému rozpusteniu.

3.2.2 Príprava zásobného roztoku dodecylsulfátu sodného vo vode

Zásobný roztok dodecylsulfátu sodného o koncentrácii 400 mM bol pripravený rozpustením navážky 11,5352 g pevného dodecylsulfátu sodného v 100 cm³ ultračistej deionizovanej vode z prístroja PURELAB. Takto pripravený roztok bol ponechaný 24 hodín na magnetickej miešačke pri laboratórnych podmienkach, aby došlo k úplnému rozpusteniu.

3.2.3 Príprava zásobného roztoku dodecylsulfátu sodného v chloride sodnom

Zásobný roztok dodecylsulfátu sodného o koncentrácii 400 mM v chloride sodnom bol pripravený rovnakým spôsobom ako zásobný roztok dodecylsulfátu sodného v ultračistej deionizovanej vode. Takto pripravený roztok bol ďalej nariedený na 200 mM.

3.3 Príprava vzorkov

3.3.1 Príprava roztoku dextranu v ultra čistej deionizovanej vode

Roztok dextranu v ultračistej deionizovanej vode, ktorý bol používaný počas celého merania bol pripravený rozpustením navážky dextranu v ultračistej deionizovanej vode z prístroja PURELAB. Takto bola pripravená koncentračná rada v rozmedzí 0,025 – 20 g/l viz *Tabuľka XI* (v Prílohe), ponechaná pred samotným meraním 24 hodín na magnetickej miešačke kvôli rovnomernému zastúpeniu dextranu v celom roztoku.

3.3.2 Príprava roztoku dextranu v chloride sodnom

Roztok dextranu v chloride sodnom bol pripravený rovnakým spôsobom ako dextran v ultračistej deionizovanej vode. Bola použitá tiež rovnaká koncentračná rada v rozmedzí 0,025 – 20 g/l.

3.4 Vlastné meranie hustoty a ultrazvukovej rýchlosti denzitometricky

Pripravené roztoky dextransu v ultračistej deionizovanej vode a v chloride sodnom boli zmerané pomocou denzitometru DSA 5000 M od firmy Anton Paar. Tento prístroj zaznamenáva hustotu vzorku o rôznej koncentrácii s presnosťou $0,000005 \text{ g/cm}^3$ a súčasne meria jeho ultrazvukovú rýchlosť s presnosťou $0,5 \text{ m/s}$. Vzorky boli merané pomocou teplotného skenu v rozmedzí $20 - 50 \text{ }^\circ\text{C}$ s krokom $5 \text{ }^\circ\text{C}$. Postupným zvyšovaním teploty bolo nameraných 7 hodnôt pre hustotu a ultrazvukovú rýchlosť pre každú koncentráciu. Teplota bola regulovaná pomocou vstavaného peltier termostatu. Prístroj je vybavený referenčným oscilátorom, ktorý je vyrobený z borosilikátového skla a zaisťuje stabilitu celého systému. Dôležitá je tiež korekcia viskozity, pretože môže mať tlmiaci účinok na čas oscilácie. Dôsledkom čoho je chyba v stanovení hustoty. Pred samotným meraním bola najprv vykonaná kontrola na vzduch a vodu. Po odplynení vzorku určeného na analýzu bol pomocou injekčnej striekačky s hrotom Luer nadávkovaný do meranej cely. Bolo potrebné prepláchnuť celu meraným vzorkom asi 1 ml a následne bola nastreknutá ďalšia dávka na meranie približne $2 - 3 \text{ ml}$. Dôraz bol kladený na to, aby v cele nevznikli žiadne bubliny, čo bolo kontrolované vizuálne pomocou U-View kamery. Vlastné meranie prebiehalo približne 45 minút . Počas merania koncentračnej rady dextransu vo vode nebolo potrebné prístroj vymývať. Medzi jednotlivými meraniami bola len vždy znížená teplota prístroja späť na $20 \text{ }^\circ\text{C}$. Meraním ďalšej koncentračnej rady dextransu v chloride sodnom bolo už nevyhnutné prístroj prečistiť vodou a opäť nakalibrovať.

3.5 Vlastné meranie rýchlosti zvuku ultrazvukom s vysokým rozlíšením

Pripravené vzorky boli ďalej zmerané na prístroji HR-US od firmy Ultrasonic Scientific. Meraná bola ultrazvuková rýchlosť roztokov dextransu v ultračistej deionizovanej vode a v chloride sodnom o vybraných koncentráciách $0,1; 0,5; 1; 3; 5; 10; 15; 20 \text{ g/l}$. Pred samotným spustením merania je potrebné zvoliť vhodné frekvencie pre obidve cely. Pretože meranie prebieha v referenčnej i mernej cele zároveň. Dôležité je zabrániť vzniku bublín v oboch celách a to odplynením vzorku po dobu 5 minút pomocou centrifugácie pri 3000 ot/min . Po odplynení je kladený dôraz na opatrné dávkovanie vzorku do mernej cely a ultra čistej deionizovanej vody do referenčnej cely, tak aby v nich nevznikla žiadna bublina. Vzorky boli merané pri šiestich frekvenciách v rozsahu $2740 - 14\,815 \text{ kHz}$. Pričom tieto frekvencie boli charakterizované číslom píku. Číslo píku je stanovené ako rozdiel frekvencií dvoch susedných píkov, ktoré sú podelené frekvenciou meraného píku. Vlastné meranie prebiehalo pri číslach píkov $22,4; 42,5; 65,3; 94,3; 98$ a $120,1$; ktoré odpovedajú frekvenciám: $2800, 5283, 7805, 11700, 12300$ a 14800 Hz . Dôležité je aby čísla píkov referenčného prostredia a analyzovaného vzorku boli rovnaké. Po nastavení jednotlivých píkov tak, že pre každé číslo bola nájdená odpovedajúca frekvencia bolo spustené vlastné meranie. Toto meranie prebiehalo v kinetickom režime za konštantnej teploty $25 \text{ }^\circ\text{C}$, po dobu 30 minút . Výsledky merania boli generované graficky, obsahovali hodnoty ultrazvukovej rýchlosti a zoslabenia. Následne boli vyhodnotené však len hodnoty ultrazvukovej rýchlosti pre vybrané koncentrácie, pretože v prípade zoslabenia nebol pozorovaný žiadny trend.

3.5.1 Vlastné meranie interakcií dextranu s tenzidom SDS

Vybrané vzorky dextranu v ultračistej deionizovanej vode a v chloride sodnom o koncentrácii 1; 5; 10; 20 a 40 g/l boli ďalej zmerané na prístroji HR- US v titračnom režime pri 25 °C. Pričom bola meraná ultrazvuková rýchlosť a zoslabenie dextranu v ultračistej deionizovanej vode a v chloride sodnom, ku ktorému bol pridávaný titračný roztok SDS. Pred samotným meraním bolo potrebné nastaviť okrem frekvencií aj objem a časový interval pridávaného roztoku. Vlastné meranie prebiehalo rovnako ako v predošlom prípade. Boli použité aj rovnaké čísla pík, len im odpovedali vyššie frekvencie. Vďaka titračnému režimu bolo možné sledovať interakcie dextranu o rôznych koncentráciách spolu s tenzidom SDS, ktorý bol do meranej cely prikvapkávaný za súčasného miešania.

3.6 Výsledky a diskusia

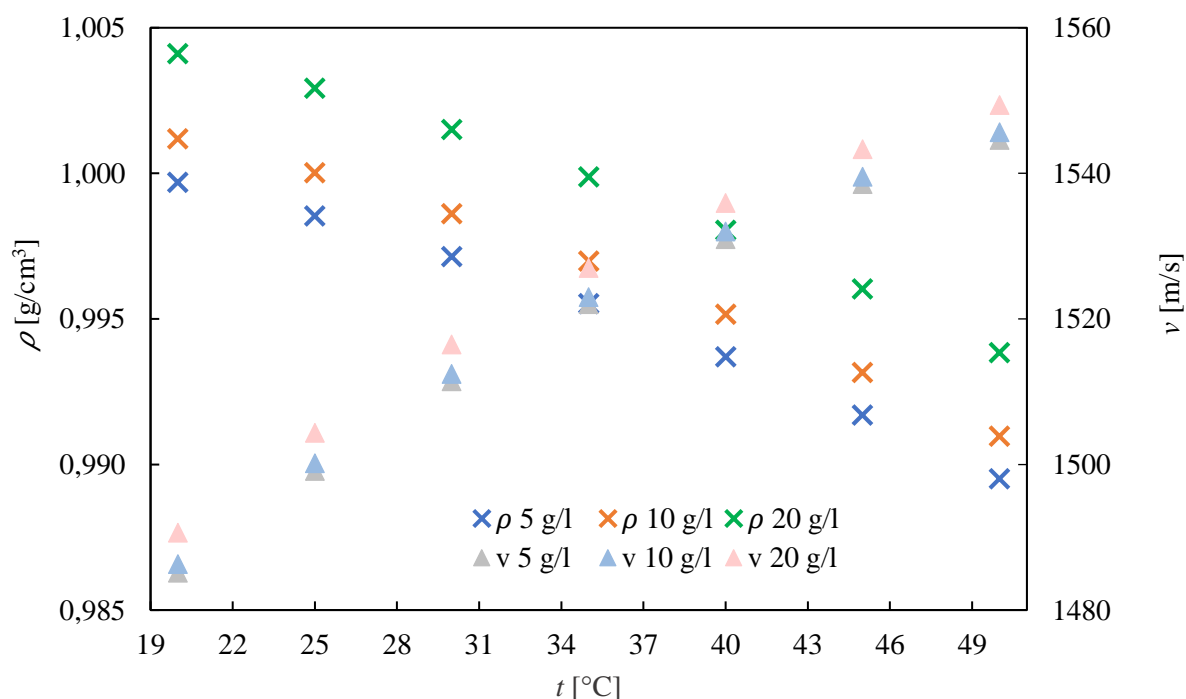
3.6.1 Dextran

3.6.1.1 Meranie hustoty a ultrazvukovej rýchlosti denzitometricky

Pomocou denzitometru DSA 5000 M bola súčasne meraná hustota a ultrazvuková rýchlosť dextranu v ultračistej deionizovanej vode a v chloride sodnom. Po nastreknutí vzorku do meranej cely došlo k elektrickému rozkmitaniu sklenenej U trubice na charakteristickú frekvenciu v závislosti na vlastnostiach analyzovaného vzorku. Vďaka čomu následne vyhodnotil hustotu a ultrazvukovú rýchlosť vzorku. Prístroj bol regulovaný pomocou vstavaného peltier termostatu a presnosť bola daná automatickou korekciou na viskozitu. Meranie prebiehalo pomocou teplotného skenu v rozsahu 20 – 50 °C s krokom 5 °C.

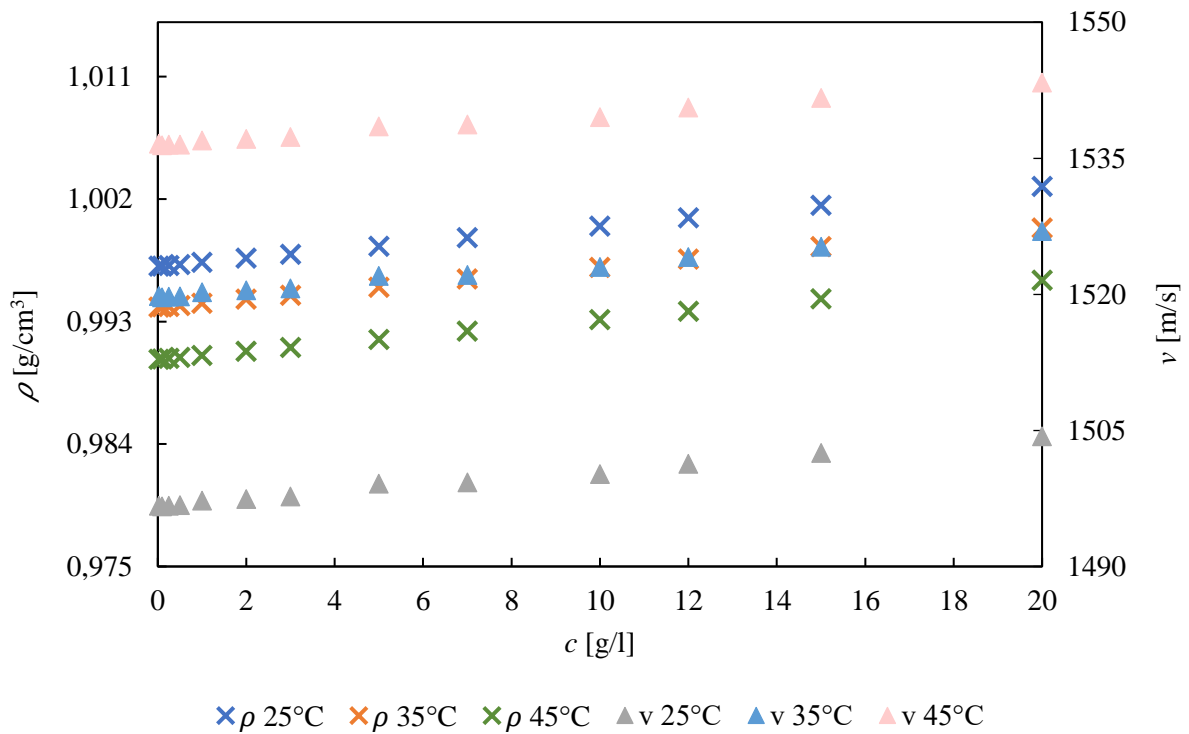
Dextran v ultračistej deionizovanej vode

Namerané hodnoty hustoty a rýchlosti zvuku koncentračnej rady 0,025 – 20 g/l dextranu v ultračistej deionizovanej vode boli vyhodnotené graficky. Priemerné hodnoty hustoty a ultrazvukovej rýchlosti dextranu vo vode pre teplotu 20 °C sú uvedené v *Tabuľke X2* a pre teplotu 50 °C v *Tabuľke X3* (v Prílohe).



Obrázok 9: Závislosť hustoty a ultrazvukovej rýchlosti dextranu (5, 10, 20 g/l) na teplote

Obrázok 9 znázorňuje závislosť hustoty a ultrazvukovej rýchlosti vybraných koncentrácií 5; 10 a 15 g/l dextransu v ultračistej deionizovanej vode pri teplote 20 – 50 °C s krokom 5 °C. Je viditeľné, že hustota so zvyšujúcou teplotou klesá, ale naopak ultrazvuková rýchlosť lineárne rastie. Môže to byť spôsobené tým, že so zvyšujúcou teplotou dochádza k väčšiemu pohybu molekúl vo vzorku. Molekuly sa tým pádom od seba postupne vzdiaľujú, vďaka čomu dochádza k lepšiemu šíreniu zvuku skrz meraný vzorok.

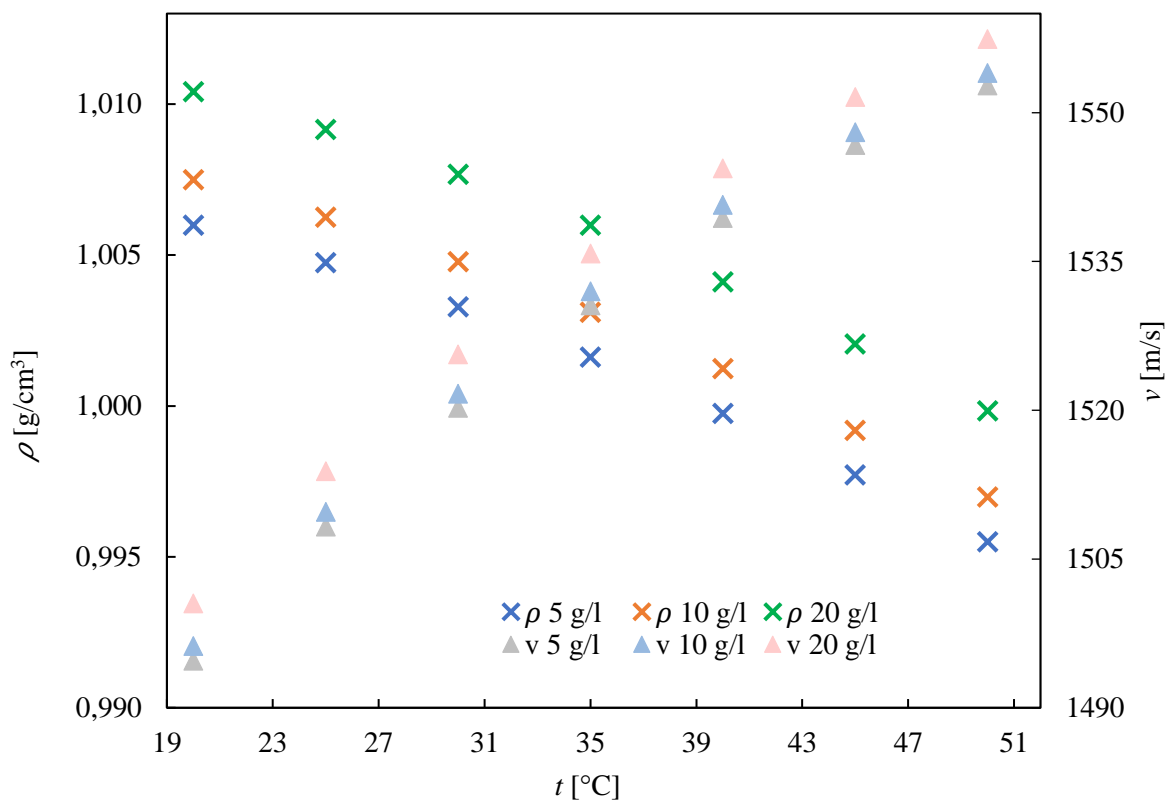


Obrázok 10: Závislosť hustoty a ultrazvukovej rýchlosti dextransu na koncentrácii pri teplote 25, 35 a 45 °C

Obrázok 10 znázorňuje porovnanie hustoty a ultrazvukovej rýchlosti v závislosti na koncentrácii pri vybraných teplotách 25, 35 a 45 °C. Z Obrázku 10 je vidieť, že hustota aj ultrazvuková rýchlosť rastú so zvyšujúcou koncentráciou lineárne. Rozostupy medzi jednotlivými teplotami nie sú však úplne rovnaké, ale s rastúcou teplotou dochádza k ich zväčšeniu. V rozmedzí teplôt 20 – 25 °C je rozdiel najmenší, ale naopak pri teplotách 45 – 50 °C je tento rozdiel pri rovnakej koncentrácii najväčší. Tento jav je výraznejšie viditeľný pri meraní ultrazvukovej rýchlosti ako pri hustote.

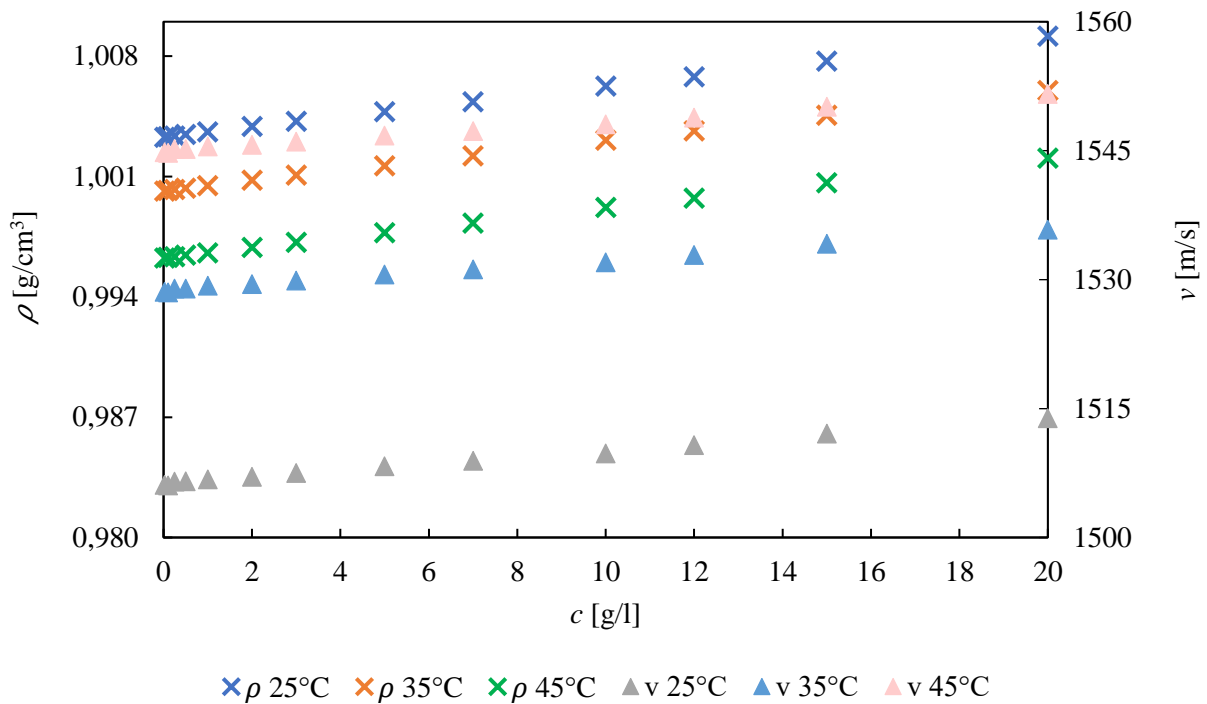
Dextran v chloride sodnom

Meranie dextransu v chloride sodnom prebiehalo za rovnakých podmienok ako v prípade merania dextransu v ultračistej deionizovanej vode. Namerané hodnoty hustoty a ultrazvukovej rýchlosti koncentračnej rady 0,025 – 20 g/l boli tiež vyhodnotené graficky.



Obrázok 11: Závislosť hustoty a ultrazvukovej rýchlosti dextransu (5, 10, 20 g/l) na teplote

Dextran v chloride sodnom vykazuje minimálne zmeny oproti dextransu v ultračistej deionizovanej vode. V Obrázku 11 sú znázornené namerané hodnoty hustoty a ultrazvukovej rýchlosti vybraných koncentrácií 5; 10 a 20 g/l. Meranie prebiehalo pomocou teplotného skenu v rozmedzí 20 – 50 °C s krokom 5 °C. Je viditeľné, že i v prípade prostredia chloridu sodného dochádza k lineárnemu nárastu ultrazvukovej rýchlosti so zvyšujúcou teplotou. Naopak hustota postupným zvyšovaním teploty vykazuje trend opačný.



Obrázok 12: Závislosť hustoty a ultrazvukovej rýchlosti ddextranu na koncentrácii pri teplote 25, 35 a 45 °C

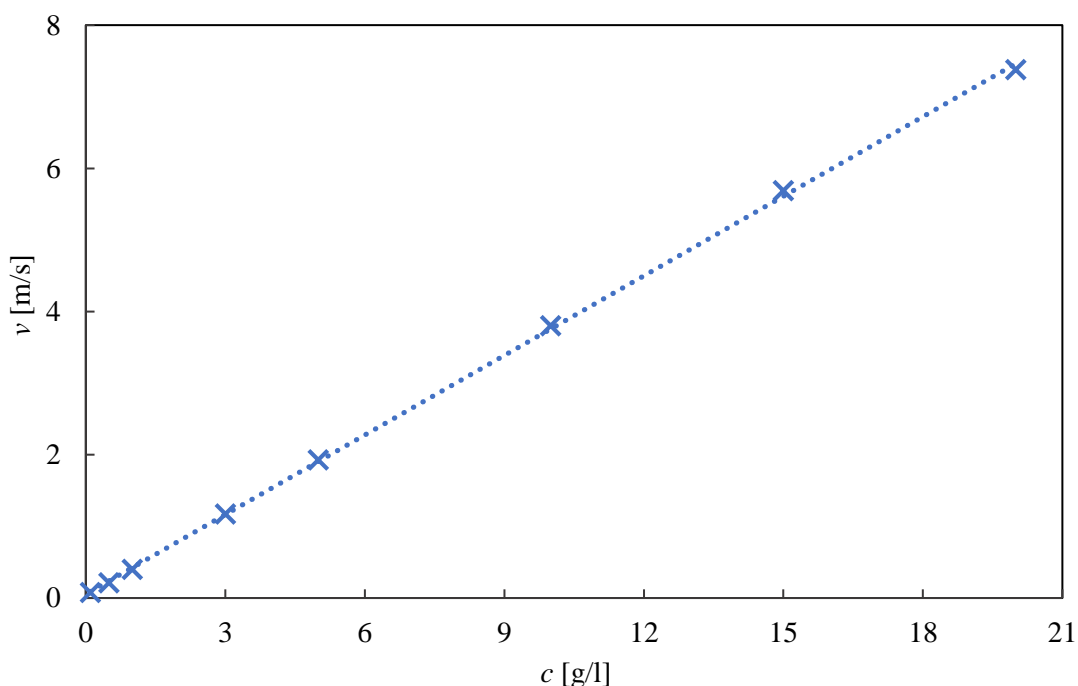
Priebeh závislosti hustoty a ultrazvukovej rýchlosti na koncentrácii pri vybraných teplotách 25, 35 a 45 °C je znázornený v Obrázku 12. Je viditeľné, že tiež dochádza k lineárnemu nárastu hustoty aj ultrazvukovej rýchlosti so zvyšujúcou sa koncentráciou. Kvôli vyššej hustote chloridu sodného oproti ultračistej deionizovanej vode, sú hodnoty hustoty a ultrazvukovej rýchlosti však posunuté do vyšších hodnôt. Rovnako ako v prípade vodného prostredia aj tu sú nepravidelné rozostupy medzi jednotlivými teplotami.

3.6.1.2 Meranie ultrazvukovej rýchlosti ultrazvukom s vysokým rozlíšením

Pomocou ultrazvuku s vysokým rozlíšením bola meraná ultrazvuková rýchlosť a zoslabenie vybraných koncentrácií dextransu v ultračistej deionizovanej vode a v chloride sodnom v kinetickom režime pri konštantnej teplote 25 °C. Meranie spočívalo v prevedení elektrického signálu prechádzajúceho vzorkom pomocou piezoelektrického prevodníka na ultrazvukové vlny. Následne bola prijatá ultrazvuková vlna transformovaná piezoelektrickým prevodníkom na druhej strane späť na elektrický signál, aby mohlo dôjsť k jej vyhodnoteniu.

Dextran v ultračistej deionizovanej vode

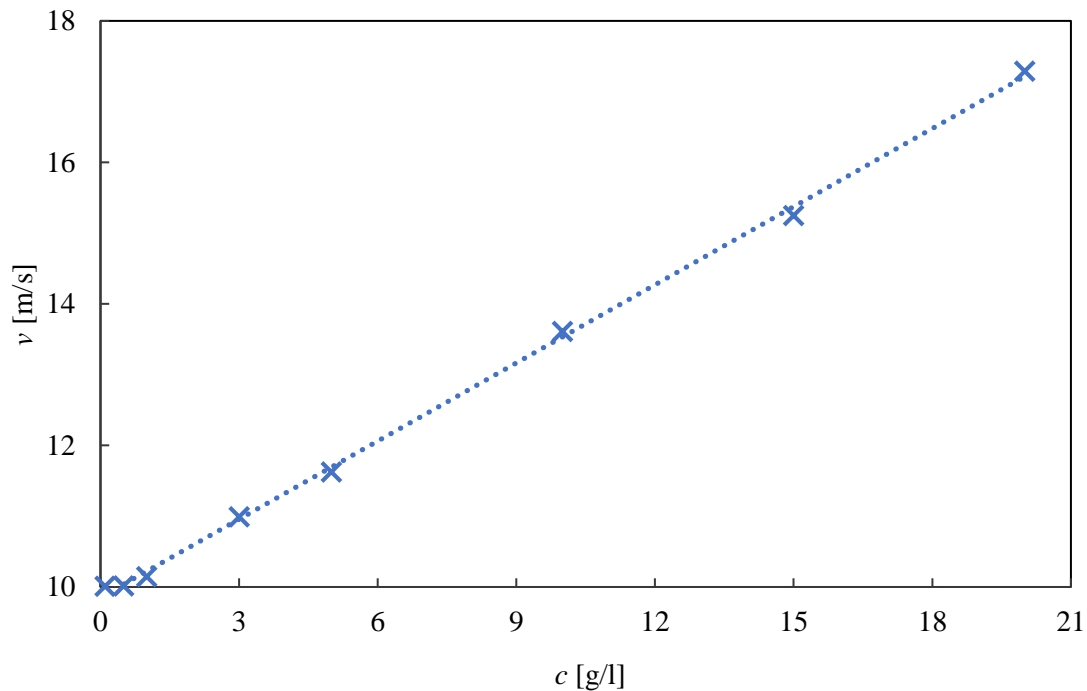
Namerané hodnoty ultrazvukovej rýchlosti dextransu v ultračistej deionizovanej vode o vybraných koncentráciách 0,1; 0,5; 1; 3; 5; 10; 15 a 20 g/l boli vyhodnotené graficky. Tým, že závislosť ultrazvukovej rýchlosti na koncentrácii je pri všetkých šiestich frekvenciách rovnaká, na grafické vyhodnotenie boli vybrané hodnoty len pri frekvencii 12 075 Hz. Táto frekvencia je charakteristická pre číslo píku 98.



Obrázok 13: Závislosť ultrazvukovej rýchlosti na koncentrácii dextransu pri frekvencii 12 075 Hz

Obrázok 13 znázorňuje lineárnu závislosť ultrazvukovej rýchlosti na koncentrácii pri stálej teplote 25 °C. Priemerné hodnoty nameranej ultrazvukovej rýchlosti sú znázornené v *Tabuľke X4* (v Prílohe).

Dextran v chloride sodnom



Obrázok 14: Závislosť ultrazvukovej rýchlosti na koncentrácii dextranu v chloride sodnom pri frekvencii 12 075 Hz

Z Obrázku 14 je vidieť, že dextran v chloride sodnom vykazuje rovnaký lineárny nárast ultrazvukovej rýchlosti v závislosti na zvyšujúcej sa koncentrácii ako v prípade dextranu v ultračistej deionizovanej vode zobrazeného v Obrázku 13. Ultrazvuková rýchlosť je tu však posunutá k vyšším hodnotám vplyvom chloridu sodného, ktorý má vyššiu hustotu $2,160 \text{ g/cm}^3$ ako ultračistá deionizovaná voda, ktorej hustota je len $0,997 \text{ g/cm}^3$. Priemerné hodnoty nameranej ultrazvukovej rýchlosti sú znázornené v Tabuľke X7 (v Prílohe).

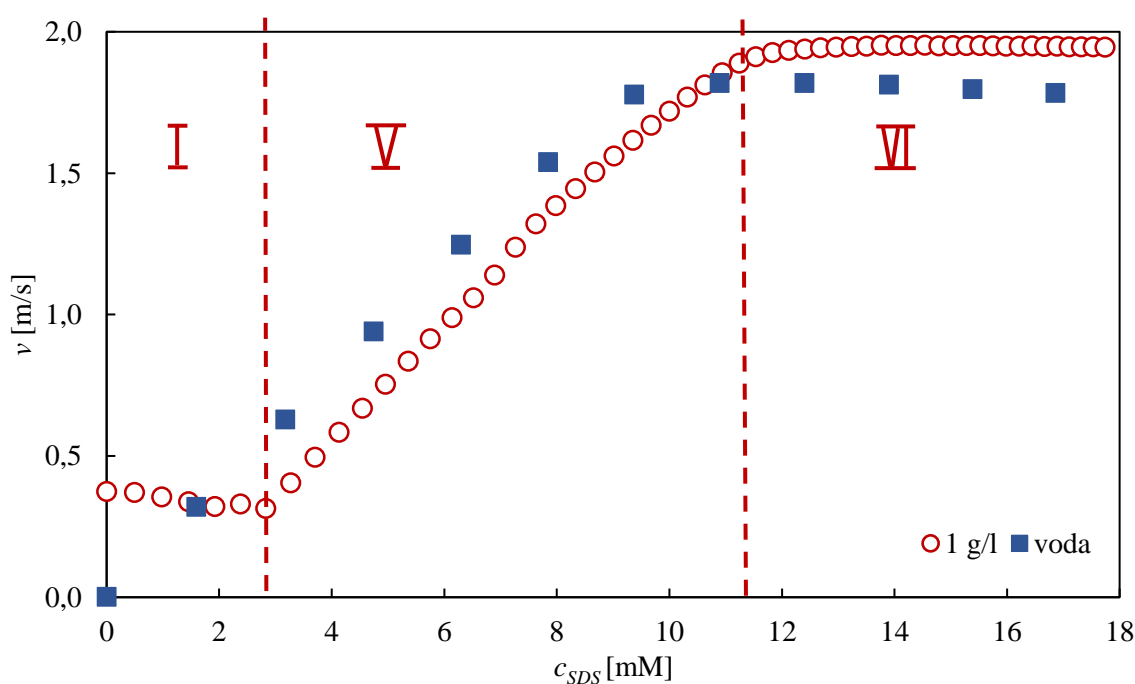
3.6.2 Interakcie dextransu s SDS

3.6.2.1 Meranie interakcií dextransu s SDS pomocou ultrazvuku s vysokým rozlíšením

Vybrané koncentrácie 1; 5; 10; 20 a 40 g/l dextransu v ultračistej deionizovanej vode a v chloride sodnom boli ďalej zmerané pomocou ultrazvuku s vysokým rozlíšením v titračnom režime pri konštantnej teplote 25 °C. Sledované boli interakcie kladne nabitého polyméru so záporne nabitou povrchovo aktívnou látkou. Kvôli opačným nábojom polyelektrolytu a tenzidu dochádza medzi nimi k elektrostatickým interakciám. Zmenu molekulárnej štruktúry je možné detegovať práve pomocou zmeny v relatívnej rýchlosti. Vytvorenie micel spôsobí kvôli elasticite jej jadra pokles relatívnej rýchlosti. Bola preto skúmaná kritická agregáčna a micelárna koncentrácia na základe zmeny relatívnej rýchlosti.

Titračie SDS do ultračistej deionizovanej vody a dextransu vo vode

Namerané hodnoty relatívnej rýchlosti a zoslabenia ultračistej deionizovanej vody a dextransu v ultračistej deionizovanej vode o koncentráciách 1; 5; 10; 20 a 40 g/l boli spracované pomocou softwaru analýza titračie a vyhodnotené graficky. Titračná krivka dextransu s SDS bola rozdelená pre lepšie popísanie do niekoľkých častí. Číslovanie jednotlivých častí je rovnaké ako v článku [28], kde bol popísaný systém hyaluronan-TTAB a hyaluronan-CTAB. Každý tenzid mal titračnú krivku trochu odlišnú, preto i číslovanie v grafoch neobsahuje všetky čísla od I do VI.

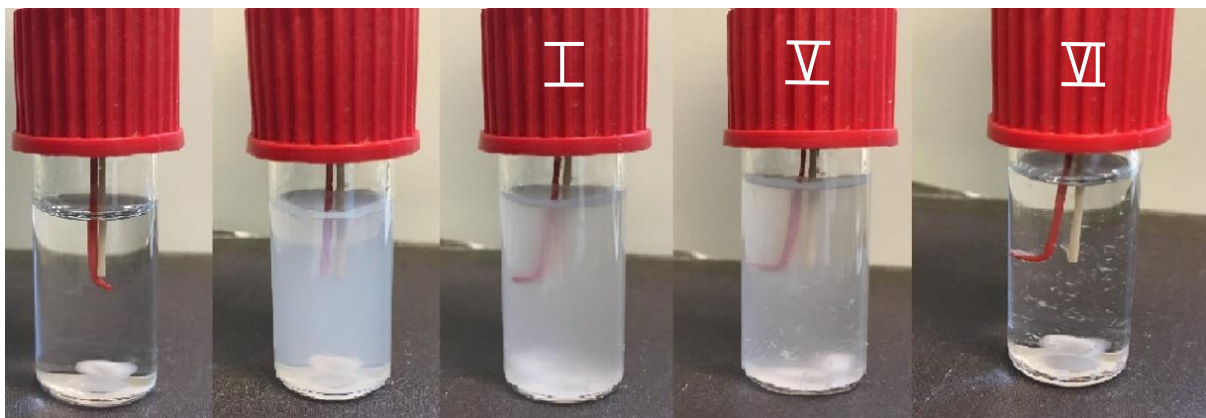


Obrázok 15: Titračná krivka relatívnej rýchlosti na koncentrácii SDS v ultračistej deionizovanej vode a titračná krivka dextransu (1 g/l) v ultračistej deionizovanej vode [28]

Najprv boli zmerané interakcie ultračistej deionizovanej vody z prístroja PURELAB s povrchovo aktívnou látkou SDS. Z Obrázku 15 je viditeľné, že po počiatočnom lineárnom náraste v oblasti I a V sa stáva relatívna rýchlosť v oblasti VI konštantná. To znamená, že postupným zvyšovaním koncentrácie titračného roztoku SDS dochádza postupnou agregáciou molekúl rozpustenej látky k tvorbe voľných micel. Táto hodnota koncentrácie, kedy dôjde k tvorbe voľných micel odpovedá hodnote kritickej micelárnej koncentrácii a bola stanovená na 9,4 mmol/l. A. Khan a S. Shah v článku o stanovení kritickej micelárnej koncentrácie SDS stanovili CMC čistej vody na 9,5 mmol/l. [29] Ďalej A. Cifuentes, Jose L. Bernal a Jose C. Diez – Masa publikovali v článku o určení CMC použitím kapilárnej elektroforézy stanovenie CMC SDS v čistej vode na 8,3 mmol/l. [30]

Následne boli postupne interakcie dextransu (1, 5, 10, 20, 40 g/l) v ultračistej deionizovanej vode spolu s SDS, pričom bol pozorovaný vznik agregátov. Agregáčny proces vznikal postupným pridávaním tenzidu k roztoku dextransu. Po nasýtení roztoku, keď už nebolo možné naviazania žiadnych micel na dextranový reťazec, došlo k tvorbe voľných micel.

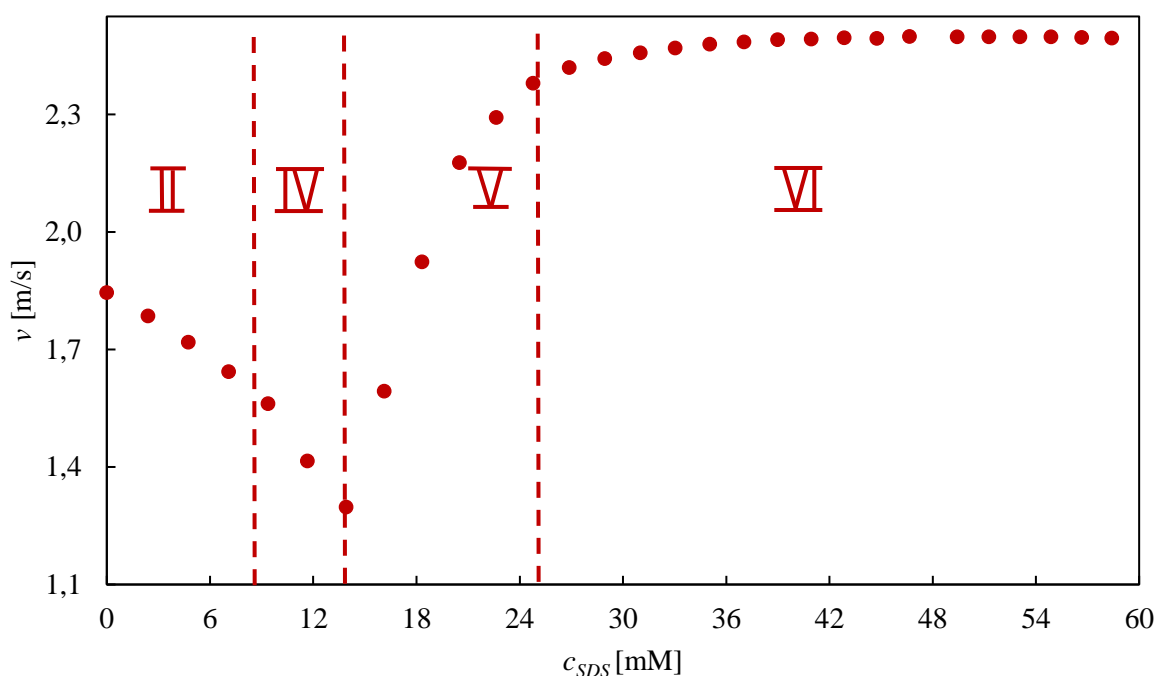
Titračná krivka SDS do dextransu v ultračistej deionizovanej vode o koncentrácii 1 g/l je oproti titračnej krivke SDS do vody trochu odlišná. Relatívna rýchlosť spočiatku v oblasti I mierne klesá, postupne dochádza v oblasti V k jej výraznému nárastu. V oblasti VI je vidieť druhý zlom, kde je relatívna rýchlosť konštantná. Je to spôsobené tým, že v prvom zlome dochádza k prvotnej zmene usporiadania molekúl a vznikajú tenzidové agregáty, ktorých jadro ešte nie je úplne sformované a je prístupné vodnému prostrediu. Tieto agregáty sú podobné micelám, ich rozdiel však spočíva prítomnosti polyméru, preto sa jedná o tzv. dextransom indukované micely. Koncentrácia, pri ktorej sú tvorené tieto agregáty sa nazýva kritická agregáčna koncentrácia.



Obrázok 16: Oktometrické meranie interakcií dextransu v ultračistej deionizovanej vode (1 g/l) s SDS

Vďaka okometrickému meraniu interakcií, ktoré bolo uskutočnené mimo prístroja v skúmavke s horným i dolným miešaním roztoku je z *Obrázku 16* vidieť, že už v tejto oblasti I tvorbou agregátov dochádza k zakaleniu roztoku, ale až v druhom zlome v oblasti V dôjde k úplnému vyčíreniu vzorku, tvorbe voľných micel. Koncentrácia, pri ktorej vznikajú odpovedá kritickej micelárnej koncentrácii. Jej hodnota je o jeden rád vyššia ako v prípade kritickej agregačnej koncentrácie.

Ďalšou zmeranou koncentráciou bol 5 g/l dextran v ultračistej deionizovanej vode spolu s SDS. *Obrázok 17* znázorňuje opäť o niečo odlišný tvar titračnej krivky ako v prípade 1 g/l na *Obrázku 15*. Medzi oblasťou II a IV je viditeľný výraznejší pokles relatívnej rýchlosti ako u 1 g/l. Na základe elektrostatických interakcií medzi kladne nabitým dextranom a opačne nabitým SDS dochádza medzi oblasťou II a IV ku prechodu tenzidu z monomerného do agregovaného stavu. Kritická micelárna koncentrácia je pozorovaná až v oblasti V, kde sa po prudkom lineárnom náraste stáva relatívna rýchlosť konštantnou z dôvodu vytvorenia micel.



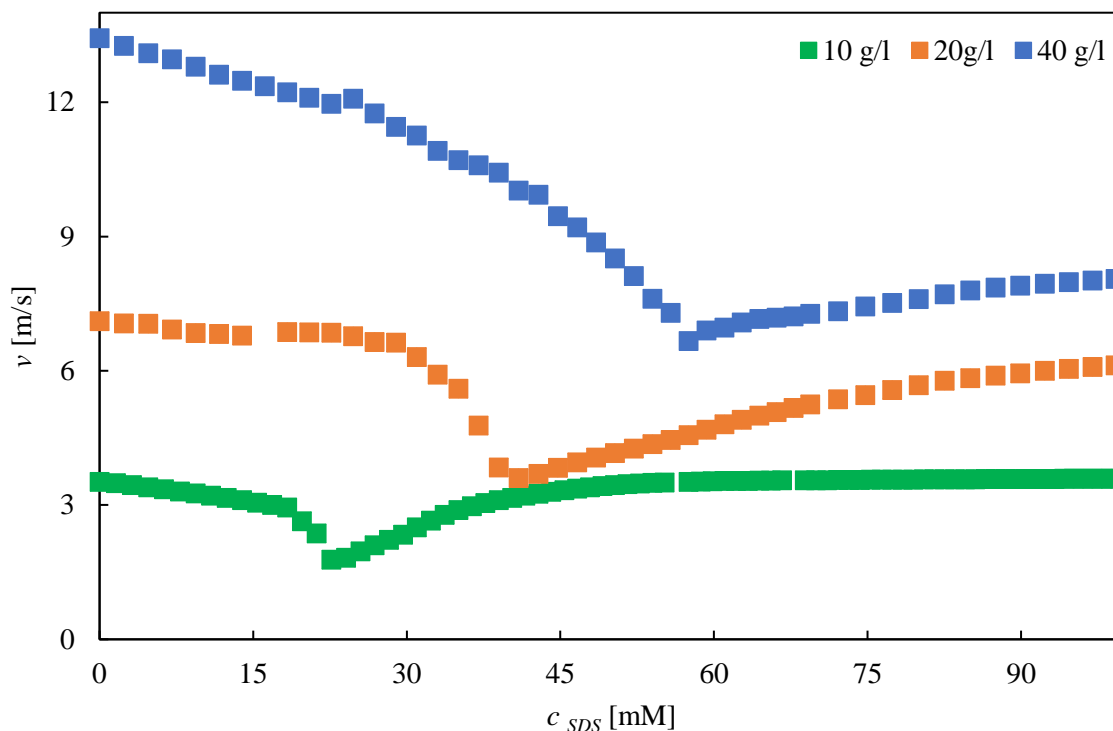
Obrázok 17: Titračná krivka relatívnej rýchlosti na koncentrácii dextranu (5 g/l) v ultračistej deionizovanej vode s SDS [28]

Vďaka rozdeleniu titračnej krivky na jednotlivé oblasti je možné lepšie interpretovať namerané výsledky a určiť krajné hodnoty koncentrácií dextranu 1; 5; 10; 20 a 40 g/l, SDS a ich vzájomný pomer, ktoré sú zhrnuté v *Tabuľke 1*. Hodnota CAC dextranu o koncentrácii 1 g/l je zobrazená v časti I a hodnota CMC v časti V. Ostatné koncentrácie (5, 10, 20 a 40 g/l) nadobúdajú CAC v oblasti IV a CMC v oblasti V. Ich porovnaním je vidieť, že v prípade koncentrácie 1 g/l je CAC oproti CMC o jeden rád posunutá nižšie. Naopak pri vyšších koncentráciách (5, 10, 20 a 40 g/l) nie je tento rozdiel až taký veľký, ale len dvojnásobne vyšší.

Tabuľka 1: Krajné body interakcií dextranu v ultračistej deionizovanej vode s SDS

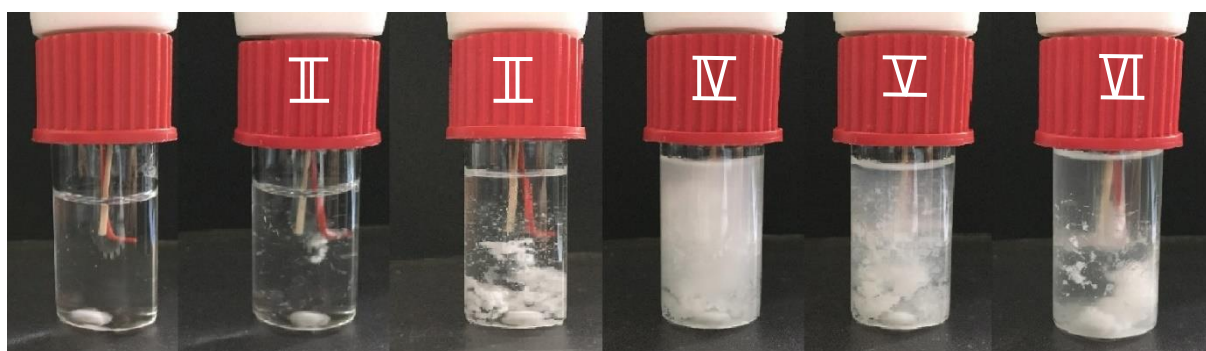
c [g/l]	časť	c [mmol/l] <i>dextran</i>	c [mmol/l] <i>SDS</i>	dextran / SDS
1	I	1,89	2,38	1,26
	V	1,51	10,94	7,82
5	II	9,74	7,07	0,73
	IV	9,57	13,90	1,45
	V	9,14	31,00	3,39
10	II	19,14	13,90	0,73
	IV	18,60	24,77	1,33
	V	17,32	50,35	2,91
20	II	36,99	26,87	0,73
	IV	35,59	40,93	1,15
	V	31,46	82,54	2,62
40	II	70,80	42,86	0,61
	IV	67,89	57,53	0,85
	V	60,07	96,97	1,61

Meraním vyšších koncentrácií (10, 20 a 40 g/l) dextranu v ultračistej deionizovanej vode spolu s SDS dochádzalo k procesu agregácie a následnej micelizácie až po viacnásobnom prídavku titračného roztoku SDS oproti nižším koncentráciám dextranu (1 a 5 g/l). To následne viedlo k posunu ku vyšším hodnotám relatívnej rýchlosti. V *Obrázku 17* sú porovnané koncentrácie 10; 20 a 40 g/l. Je vidieť, že tvar ich titračných kriviek je veľmi podobný a rozdiel spočíva len v odlišných hodnotách, kedy došlo k prechodu do agregovaného stavu a následnej tvorbe micel.



Obrázok 18: Titračná krivka relatívnej rýchlosti dextransu (10, 20 a 30 g/l) v ultračistej deionizovanej vode s SDS

Oktometrické meranie ich interakcií v Obrázku 19 a následne v Obrázku XI a Obrázku X3 (v Prílohe) ukázalo, že ďalším pridaním tenzidu po prekročení CMC je pozorované na reťazci postupné zvyšovanie micel, ktoré sa viažu na reťazec dextransu. Oproti 1 g/l na Obrázku 16 a 5 g/l na Obrázku XI (v Prílohe) je u koncentracie 20 a 40 g/l namiesto len počiatočného zakalenia vidieť už v agregačnom procese vznik drobných micel.

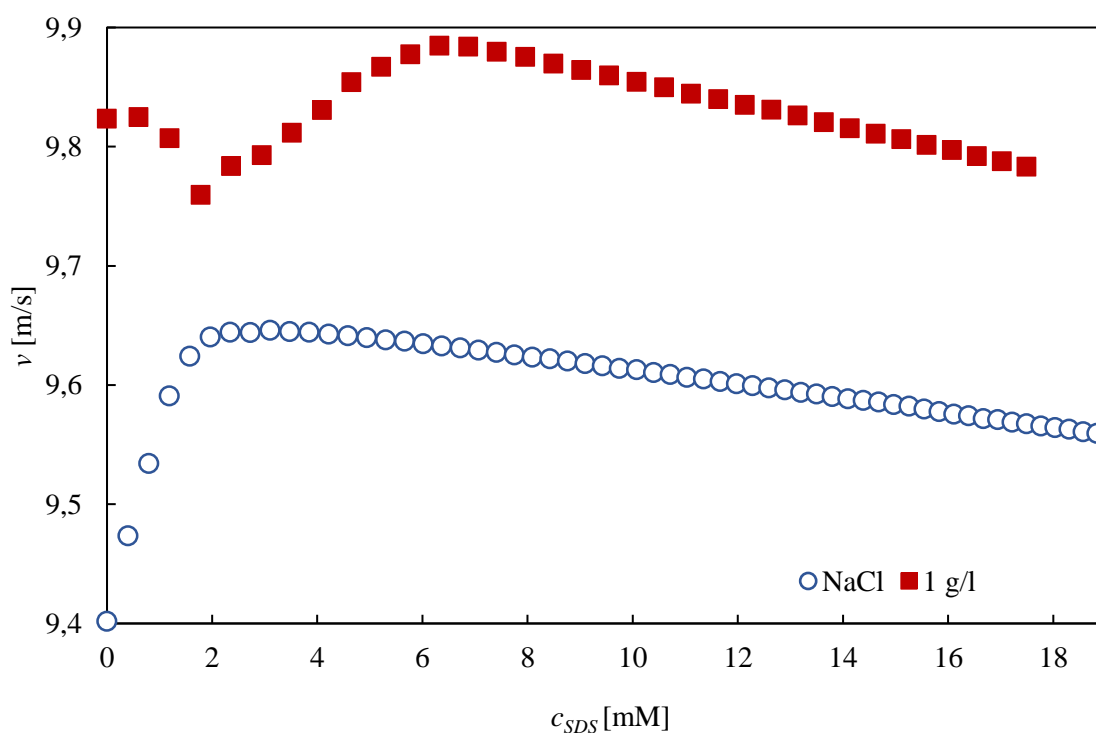


Obrázok 19: Oktometrické meranie interakcií dextransu v ultračistej deionizovanej vode (40 g/l) s SDS

Titračie chloridu sodného 0,15 M s dextranu v chloride sodnom

Meranie interakcií dextranu v chloride sodnom s tenzidom SDS prebiehalo rovnako ako v prípade dextranu v ultračistej deionizovanej vode. Avšak tvar titračných kriviek bol mierne odlišný. Rozdiel spočíval v menej výraznom zlome relatívnej rýchlosti. Vďaka oktometrickému meraniu na *Obrázku X2* a *Obrázku X4* (v Prílohe), ktoré prebiehalo mimo prístroj v skúmavke bol tiež pozorovaný skorší proces agregácie a následnej micelizácie ako tomu bolo v prípade dextranu v ultračistej deionizovanej vode. To znamená, že bol potrebný menší prídavok SDS k vytvoreniu tenzidového agregátu a voľných micel, ale hodnota relatívnej rýchlosti bola posunutá k vyšším hodnotám. Vďaka okometrickému meraniu bolo v roztoku pozorované po prekročení kritickej micelárnej koncentrácií väčšie množstvo naviazaných voľných micel. To môže byť spôsobené začlenením chloridových iónov v procese micelizácie do ich štruktúry.

Ako prvé boli opäť merané interakcie použitého prostredia. V tomto prípade 0,15 M chloridu sodného spolu s tenzidom SDS. Hodnota CMC bola stanovená na 1,6 mmol/l. E. Dutkiewicz a A. Jakubowska v článku o vplyvu rôznych elektrolytov na hodnotu kritickej micelárnej koncentrácie SDS stanovili CMC 0,15 M NaCl na 1,4 mmol/l. [31]

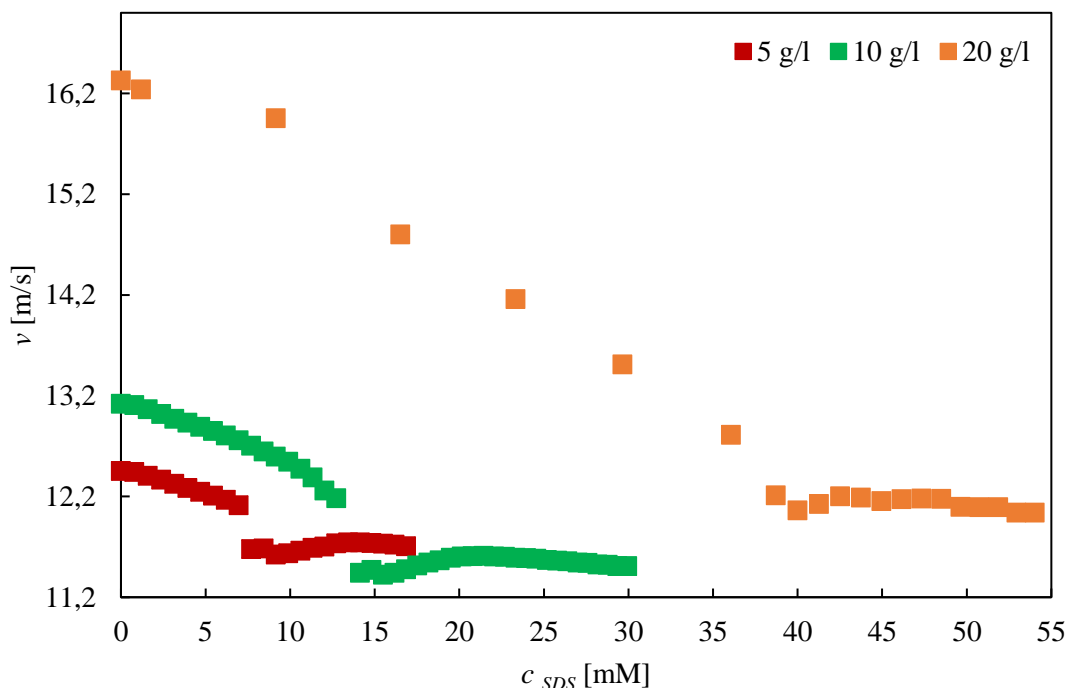


Obrázok 20: Titračná krivka relatívnej rýchlosti na koncentracii SDS v roztoku NaCl a titračná krivka dextranu (1 g/l) v NaCl

Z Obrázku 20 je viditeľný podobný tvar titračnej krivky SDS do roztoku chloridu sodného ako v prípade titračnej krivky SDS do ultračistej deionizovanej vody na *Obrázku 15*. Po počiatocnom lineárnom náraste vytvorením voľných micel po prekročení kritickej

micelárnej koncentrácii sa stala relatívna rýchlosť konštantnou. Rozdiel spočíva len vo vyšších hodnotách relatívnej rýchlosti a taktiež nižšej spotrebe koncentracie SDS, kedy dochádza k vzniku voľných micel. To je pravdepodobne spôsobené prítomnosťou chloridových iónov.

Naopak tvar titračnej krivky SDS do roztoku dextransu v chloride sodnom o koncentrácii 1 g/l sa od titračnej krivky SDS do roztoku dextransu vo vodnom prostredí o koncentrácii 1 g/l podstatne líši. Má naopak podobný tvar ako vyššie koncentrácie dextransu (5, 10 a 20 g/l) v *Obrázku 21*.



Obrázok 21: Titračná krivka relatívnej rýchlosti dextransu (5, 10, 20 g/l) v NaCl s SDS

Obrázok 21 znázorňuje porovnanie vyšších koncentrácií (5; 10 a 20 g/l) dextransu v chloride sodnom s tenzidom SDS. Je vidieť, že všetky tri majú rovnaký tvar titračných kriviek tak ako tomu bolo aj v prípade titračných kriviek dextransu v ultračistej deionizovanej vode na *Obrázku 18*. Rozdiel spočíva len v odlišných hodnotách koncentracie SDS, kedy došlo k procesu tvorby agregovaných tenzidov a k vytvoreniu voľných micel. Ďalej sa líšia v posunutí relatívnej rýchlosti k vyšším hodnotám.

Porovnaním koncentrácií 5, 10 a 20 g/l dextransu vo vodnom a fyziologickom prostredí (0,15 M NaCl) je značné, že prítomnosť soli má výrazný vplyv na hodnotu CMC. Na základe krajných hodnôt v *Tabuľke 1* a *Tabuľke X8* (v Prílohe), je možné si všimnúť výrazne nižšie hodnoty CMC v prítomnosti chloridu sodného oproti vodnému prostrediu. To znamená, že k vytvoreniu micel dôjde po pridaní nižšej koncentracie titračného roztoku SDS. Silné elektrostatické interakcie, ktoré vznikajú kvôli opačným nábojom dextransu a tenzidu SDS sú v oblasti CMC v prítomnosti soli potlačené vplyvom iónovej sily.

4 ZÁVER

Cieľom tejto bakalárskej práce bolo zoznámiť sa s metódami merania hustoty a ultrazvukovej rýchlosti pomocou denzitometrie a ultrazvukovej spektroskopie s vysokým rozlíšením. Po preštudovaní odborných materiálov bola navrhnutá vhodná metodika pre meranie týchto parametrov roztokov dextranu o rôznej koncentrácii vo vodnom a fyziologickom prostredí (0,15 M NaCl).

Ako prvé prebiehalo súčasné meranie hustoty a ultrazvukovej rýchlosti s teplotným skenom v rozmedzí 20 – 50 °C s krokom 5 °C. Zmeraním trinástich koncentračných rád vo vodnom prostredí bol pozorovaný lineárny nárast oboch veličín so zvyšujúcou sa koncentraciou. V závislosti na zvyšujúcej teplote bol sledovaný tiež lineárny nárast ultrazvukovej rýchlosti, ale v prípade hustoty bol trend opačný. Pretože zvýšením teploty sa pohybujú častice rýchlejšie a tým pádom sa od seba i viac vzdávajú, dochádza k poklesu hustoty. Naopak ultrazvuková rýchlosť sa takýmto prostredím šíri jednoduchšie a preto i rýchlejšie.

V prípade dextranu v prostredí 0,15 M chloridu sodného bol vykazovaný rovnaký lineárny nárast hustoty i ultrazvukovej rýchlosti so zvyšujúcou sa koncentraciou. Závislosť na teplote bola tiež rovnaká ako v prípade dextranu vo vodnom prostredí. So zvyšujúcou sa teplotou bol pozorovaný lineárny nárast ultrazvukovej rýchlosti, ale naopak pokles v prípade hustoty. Jediným rozdielom od vodného prostredia je posunutie k vyšším hodnotám hustoty a ultrazvukovej rýchlosti kvôli vyššej hustote chloridu sodného oproti ultračistej deionizovanej vode.

Ako druhé bolo meranie ultrazvukovej rýchlosti ôsmich vybraných koncentrácií dextranu vo vodnom i fyziologickom prostredí (0,15 M NaCl) pomocou ultrazvukovej spektroskopie s vysokým rozlíšením. Toto meranie prebiehalo v kinetickom režime za konštantnej teploty 25 °C. V oboch prípadoch bol pozorovaný lineárny nárast ultrazvukovej rýchlosti. V prípade prostredia 0,15 M chloridu sodného došlo opäť k posunu relatívne rýchlosti k vyšším hodnotám, kvôli jeho vyššej hustote.

Nakoniec boli skúmané interakcie polykatiónov dextranu hydrochloridu spolu s aniónovým tenzidom SDS vo vodnom a fyziologickom prostredí (0,15 M NaCl). Ich štúdium prebiehalo pomocou ultrazvukovej spektroskopie s vysokým rozlíšením v titračnom režime za konštantnej teploty 25 °C. Sledované boli elektrostatické interakcie, ktoré vznikli na základe ich opačných nábojov. Dôsledkom čoho bol agregáčny proces, ktorý bol sprevádzaný vznikom tenzidových agregátov. Ich distribúcia nie je rovnaká ako v prípade voľných micel, ktoré vznikajú až po prekročení CMC, ale vo forme agregátov.

Zmeraním piatich koncentrácií dextranu v ultračistej deionizovanej vode bolo zistené, že relatívna rýchlosť spočiatku postupne klesá až do bodu, ktorý odpovedá hodnote CAC, kedy vznikajú v roztoku zmenou molekulového usporiadania tenzidové agregáty. Za hodnotou CAC dochádza k jej lineárnemu nárastu až do bodu, ktorý odpovedá hodnote CMC, kde sa stáva konštantnou vytvorením voľných micel.

Prítomnosť soli vykazuje podobný priebeh ako vodné prostredie. Rozdiel spočíva vo vyšších hodnotách relatívnej rýchlosti, ale naopak nižšej spotrebe koncentrácie SDS. Hodnota CMC preto v prítomnosti soli nižšia ako v prípade vodného prostredia. Pomocou

okometrického pozorovania je pozorované naviazanie väčšieho množstva micel na reťazec. Čo môže byť spôsobené začlenením chloridových iónov do ich štruktúr.

V bakalárskej práci bolo dosiahnuté všetkých predom stanovených cieľov. Výsledkom je charakterizácia dextranu, meraním hustoty a ultrazvukovej rýchlosti v dvoch rôznych prostrediach pomocou dvoch rôznych metód. Cieľom ďalšej práce by mohlo byť meranie interakcií medzi dextranom a tenzidom SDS pomocou denzitometra DSA 5000 M, kde by bola meraná hustota. Na základe ktorej by sa mohla ďalej vypočítať stlačiteľnosť. Ďalším návrhom by mohlo byť použitie iného polyelektrolyt alebo tenzidu. V ďalšej práci by bolo možné skúsiť meranie aj pri vyšších teplotách ako len pri 25 °C.

5 CITÁCIE

- [1] Dextranase and Dextrans. *SIGMA-ALDRICH* [online].
- [2] ATIK, M. Dextrans, Their Use in Surgery and Medicine: With Emphasis on the Low Molecular Weight Fractions. *The journal of the American Society of Anesthesiologists* [online]. 1966, 425-438. Dostupné z: <http://anesthesiology.pubs.asahq.org/article.aspx?articleid=1965986&resultClick=3>
- [3] ŠMIDRKAL, J.: Tenzidy a detergenty dnes. *Chemické listy*. 1999, 421-427. ISSN 1213-7103.
- [4] ROSEN, Milton J. *Surfactants and interfacial phenomena*. 3rd ed. Hoboken, N.J.: Wiley-Interscience, c2004. ISBN 04-714-7818-0.
- [5] EDWARDS, David A., Richard G. LUTHY a Zhongbao LIU. *Solubilization of polycyclic aromatic hydrocarbons in micellar nonionic surfactant solutions*. 1991, 127-133. DOI: 10.1021/es00013a014. ISSN 0013-936x. Dostupné z: <http://pubs.acs.org/doi/abs/10.1021/es00013a014>
- [6] YU, Yangxin, Jin ZHAO a Andrew E. BAYLY. Development of Surfactants and Builders in Detergent Formulations. *Chinese Journal of Chemical Engineering*. 2008, 517-527. DOI: 10.1016/S1004-9541(08)60115-9. ISSN 10049541. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S1004954108601159>
- [7] BARTOVSKÁ, Lidmila a Marie ŠÍŠKOVÁ. *Fyzikální chemie povrchů a koloidních soustav*. Vyd. 5., přeprac. Praha: Vysoká škola chemicko-technologická, 2005. ISBN 80-708-0579-X.
- [8] Sodium Dodecyl Sulfate. PubChem [online]. Dostupné z: <http://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/3423265#^section=Top>
- [9] SDS. G-Biosciences [online]. Dostupné z: <https://www.gbiosciences.com/Protein-Research/SDS>
- [10] Dodecyl sulfate sodium. Merckmillipore [online]. Dostupné z: https://merckmillipore.com/SK/sk/product/Sodium-dodecyl-sulfate,MDA_CHEM-817034
- [11] POUCHLÝ, Julius. *Fyzikální chemie makromolekulárních a koloidních soustav*. Vyd. 2. Praha: Vysoká škola chemicko-technologická, 2001. ISBN 80-708-0422-X.
- [12] RAMOS, Laurence, Monika SCHÖNHOF, Yuxia LUAN, Helmuth MÖHWALD a Gerald BREZESINSKI. Electrostatic interactions between polyelectrolyte and amphiphiles in two- and three-dimensional systems. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*. 2007, **303**(1-2), 79-88. DOI: 10.1016/j.colsurfa.2007.03.010. ISSN 09277757. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S092777570700218X>
- [13] KÖTZ, J, S KOSMELLA a T BEITZ. Self-assembled polyelectrolyte systems. *Progress in Polymer Science*. 2001, **26**(8), 1199-1232. DOI: 10.1016/S0079-6700(01)00016-8. ISSN 00796700. Dostupné také z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0079670001000168>
- [14] CIBULKA, Ivan, Lubomír HNĚDKOVSKÝ a Vladimír HYNEK. *Základní fyzikálně-chemické veličiny a jejich měření*. Praha, 2006.
- [15] *Návod k použití DSA 5000 M*. Rakúsko, 2011.
- [16] FORTIN, Tara J., Arno LAESECKE, Malte FREUND a Stephanie OUTCALT. Advanced calibration, adjustment, and operation of a density and sound speed analyzer. *The Journal of*

- Chemical Thermodynamics*. 2013, 276-285. DOI: 10.1016/j.jct.2012.09.009. ISSN 00219614. Dostupné tiež z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0021961412003631>
- [17] *Chempoint* [online]. Dostupné z: <http://www.chempoint.cz/vyuziti-hustomeru-nejen-k-mereni-hustoty-1337185879>
- [18] KARGEROVÁ, A. a M. PEKAŘ. *Densitometry and ultrasound velocimetry of hyaluronan solutions in water and in sodium chloride solution*. *Carbohydrate Polymers*. 2014, 453–459. Dostupné z: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0144861714000228?via%3Dihub>
- [19] PEKAŘ, Miloslav, Jiří KUČERÍK a Daniela ŠMEJKALOVÁ. *Nové možnosti ultrazvukové spektroskopie v koloidní chemii*. *CHEMagazín*. 2005, **15**(1), 12-14.
- [20] Introduction - High Resolution Ultrasonic Spectroscopy. *Ultrasonic Scientific: the wave of the future* [online]. 2007. Dostupné z: <http://www.ultrasonic-scientific.com/Technology/Technology%20-%20intro.htm>
- [21] Ultrasonic velocity. *Ultrasonic Scientific: the wave of the future* [online]. 2007. Dostupné z: <http://www.ultrasonic-scientific.com/Technology/Technology%20-%20velocity.htm>
- [22] Ultrasonic attenuation. *Ultrasonic Scientific: the wave of the future* [online]. 2007. Dostupné z: <http://www.ultrasonic-scientific.com/Technology/Technology%20-%20attenuation.htm>
- [23] SMYTH, Cormac, Breda O'DRISCOLL, Jayne LAWRENCE, Sinead HICKEY, Therese O'REAGAN a Vitaly BUCKIN. *High-Resolution Ultrasonic Spectroscopy: Analysis of Microemulsions*. *Spectroscopy*. 2005, **20**(2), 44-49. Dostupné z: http://alfresco.ubm-us.net/alfresco_images/pharma/2014/08/22/532810dc-bafc-4111-919b-7d9594c62ae6/article-146490.pdf
- [24] KUDRYASHOV, Vitaly, Eugeny O'DRISCOLL a Breda VITALY. *High-resolution ultrasonic spectroscopy for material analysis*. *Spectroscopy Perspectives A Supplement to American Laboratory*. 2002. Dostupné z: https://www.researchgate.net/publication/209394761_Spectroscopy_Perspectives-_High-resolution_ultrasonic_spectroscopy_for_material_analysis
- [25] Principles of the Ultrasonic Measurement. *Ultrasonic Scientific: the wave of the future* [online]. 2007. Dostupné z: <http://www.ultrasonic-scientific.com/Technology/Technology%20-%20principles.htm>
- [26] DALGLEISH, D., M. ALEXANDER a M. CORREDIG. *Studies of the acid gelation of milk using ultrasonic spectroscopy and diffusing wave spectroscopy*. *Food Hydrocolloids*. 2004, **18**(5), 747-755. DOI: 10.1016/j.foodhyd.2003.12.001. ISSN 0268005x. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0268005X03002030>
- [27] BUCKIN, Vitaly, Breda O'DRISCOLL a Cormac SMYTH. *Ultrasonic spectroscopy for material analysis. Recent advances*. *Spectroscopy Europe*. 2003, **15**(1), 20-25.
- [28] KARGEROVÁ, Andrea a Miloslav PEKAŘ. *High-Resolution Ultrasonic Spectroscopy Study of Interactions between Hyaluronan and Cationic Surfactants*. *Langmuir*. 2014, **30**(40), 11866-11872. DOI: 10.1021/la501852a. ISSN 0743-7463. Dostupné z: <http://pubs.acs.org/doi/10.1021/la501852a>

[29] KHAN, Asad a Syed SHAH. Determination of critical micelle concentration (Cmc) of sodium dodecyl sulfate (SDS) and the effect of low concentration of pyrene on its Cmc using ORIGIN software. *Journal of the chemical society of Pakistan*. 2008, **2**(30), 186-191. Dostupné z:

https://www.researchgate.net/publication/228067707_Determination_of_critical_micelle_concentration_Cmc_of_sodium_dodecyl_sulfate_SDS_and_the_effect_of_low_concentration_of_pyrene_on_its_Cmc_using_ORIGIN_software

[30] CIFUENTES, Alejandro, Jose L. BERNAL a Jose C. DIEZ-MASA. Determination of Critical Micelle Concentration Values Using Capillary Electrophoresis Instrumentation. *Analytical Chemistry*. 1997, **69**(20), 4271-4274. DOI: 10.1021/ac970696n. ISSN 0003-2700. Dostupné také z: <http://pubs.acs.org/doi/abs/10.1021/ac970696n>

[31] E., Dutkiewicz a Jakubowska A. *Effect of electrolytes on the physicochemical behaviour of sodium dodecyl sulphate micelles*. 2002, **280**(11), 1009-1014. DOI: 10.1007/s00396-002-0723-y. ISSN 0303-402X. Dostupné z: <http://link.springer.com/10.1007/s00396-002-0723-y>

pH	záporný dekadický logaritmus aktivity oxoniových iónov
Da	dalton, jednotka molekulovej hmotnosti
CMC	kritická micelárna koncentrácia
CAC	kritická agregačná koncentrácia
SDS	dodecylsulfát sodný
HR-US	ultrazvuková spektroskopia s vysokým rozlíšením (high resolution – ultrasonic spectroscopy)
UV-VIS	ultrafialovo – viditeľná spektroskopia
IČ	infračervená spektrometria
NMR	spektroskopia nukleárnej magnetickej rezonancie
ot/min	otáčky za minútu, vedľajšia jednotka frekvencie
M	molárny
mM	milimolárny
g/l	gram na liter, jednotka hmotnostnej koncentrácie
g/cm³	gram na centimeter kubický, jednotka hustoty
m/s	meter za sekundu, jednotka rýchlosti
°C	stupeň Celzia, vedľajšia jednotka teploty
kHz	kilo hertz, jednotka frekvencie
c	koncentrácia
V	objem
m	hmotnosť
ρ	hustota
v	ultrazvuková rýchlosť

7 PRÍLOHY

Tabuľka X1: Koncentračná rada dextransu v ultračistej deionizovanej vode a v chloride sodnom 0,15 M

	c [g/l]	V [cm ³]	m [g]
1.	0,025	40	0,001
2.	0,1	40	0,004
3.	0,25	40	0,010
4.	0,5	40	0,020
5.	1	40	0,040
6.	2	30	0,060
7.	3	30	0,090
8.	5	30	0,150
9.	7	30	0,210
10.	10	30	0,300
11.	12	30	0,360
12.	15	30	0,450
13.	20	30	0,600

Tabuľka X2: Namerané hodnoty hustoty a ultrazvukovej rýchlosti dextransu v ultračistej deionizovanej vode pri 20 °C pomocou DSA 5000 M

	c [g/l]	ρ [g/cm ³]	ν [m/s]
1.	0,025	0,998222	1482,70
2.	0,1	0,998235	1482,63
3.	0,25	0,998277	1482,69
4.	0,5	0,998346	1482,81
5.	1	0,998499	1483,29
6.	2	0,998804	1483,46
7.	3	0,999096	1483,80
8.	5	0,999692	1485,14
9.	7	1,000318	1485,39
10.	10	1,001182	1486,33
11.	12	1,001796	1487,51
12.	15	1,002720	1488,75
13.	20	1,004105	1490,63

Tabuľka X3: Namerané hodnoty hustoty a ultrazvukovej rýchlosti dextranu v ultračistej deionizovanej vode pri 50 °C pomocou DSA 5000 M

	c [g/l]	ρ [g/cm³]	v [m/s]
1.	0,025	0,988064	1542,85
2.	0,1	0,988077	1542,68
3.	0,25	0,988122	1542,73
4.	0,5	0,988189	1542,71
5.	1	0,988339	1543,17
6.	2	0,988641	1543,32
7.	3	0,988927	1543,53
8.	5	0,989511	1544,60
9.	7	0,990123	1544,88
10.	10	0,990971	1545,66
11.	12	0,991573	1546,73
12.	15	0,992477	1547,75
13.	20	0,993836	1549,38

Tabuľka X4: Namerané hodnoty ultrazvukovej rýchlosti dextranu v ultračistej deionizovanej vode pri 25 °C pomocou ultrazvuku s vysokým rozlíšením pri frekvencii 12 075 Hz

	c [g/l]	v [m/s]
1.	0,1	0,08
2.	0,5	0,21
3.	1	0,40
4.	3	1,17
5.	5	1,93
6.	10	3,80
7.	15	5,69
8.	20	7,38

Tabuľka X5: Namerané hodnoty hustoty a ultrazvukovej rýchlosti dextranu v NaCl pri 20 °C pomocou DSA 5000 M

	c [g/l]	ρ [g/cm ³]	v [m/s]
1.	0,025	1,004498	1492,51
2.	0,1	1,004536	1492,41
3.	0,25	1,004581	1492,91
4.	0,5	1,004666	1492,94
5.	1	1,004811	1493,12
6.	2	1,005131	1493,51
7.	3	1,005432	1493,94
8.	5	1,005988	1494,75
9.	7	1,006570	1495,41
10.	10	1,007495	1496,23
11.	12	1,008036	1497,31
12.	15	1,008960	1498,67
13.	20	1,010417	1500,54

Tabuľka X6: Namerané hodnoty hustoty a ultrazvukovej rýchlosti dextranu v NaCl pri 50 °C pomocou DSA 5000 M

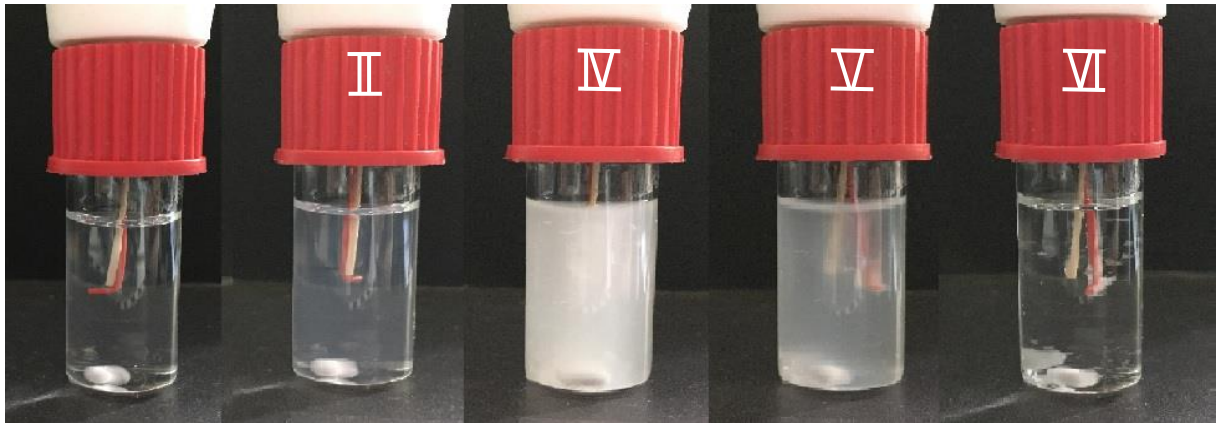
	c [g/l]	ρ [g/cm ³]	v [m/s]
1.	0,025	0,994045	1550,82
2.	0,1	0,994084	1550,77
3.	0,25	0,994129	1551,25
4.	0,5	0,994209	1551,24
5.	1	0,994352	1551,53
6.	2	0,994663	1551,69
7.	3	0,994962	1552,07
8.	5	0,995507	1552,76
9.	7	0,996079	1553,26
10.	10	0,996984	1554,01
11.	12	0,997514	1554,77
12.	15	0,998416	1555,98
13.	20	0,999838	1557,45

Tabuľka X7: Namerané hodnoty ultrazvukovej rýchlosti dextransu v NaCl pri 25 °C pomocou ultrazvuku s vysokým rozlíšením pri frekvencii 12 075 Hz

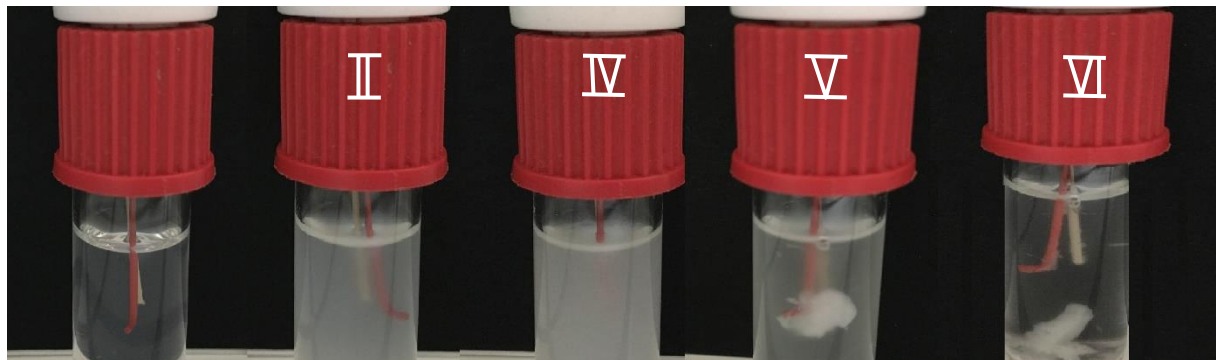
	c [g/l]	v [m/s]
1.	0,1	10,01
2.	0,5	10,016
3.	1	10,14
4.	3	10,99
5.	5	11,62
6.	10	13,61
7.	15	15,25
8.	20	17,29

Tabuľka X8: Krajné body interakcií dextransu v NaCl s SDS

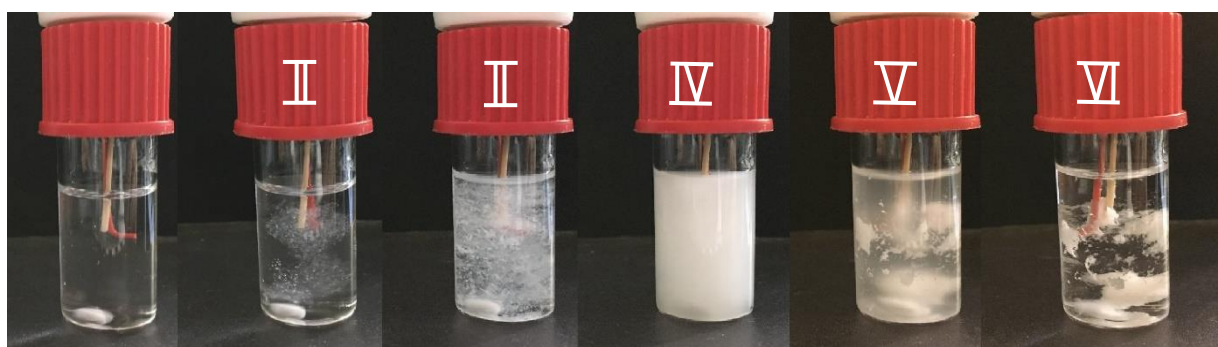
c [g/l]	časť	c dextran [mmol/l]	c SDS [mmol/l]	dextran / SDS
1	II	1,97	0,79	0,40
	IV	1,94	2,34	1,21
	V	1,90	4,21	2,22
5	II	9,64	5,45	0,56
	IV	9,49	8,43	0,89
	V	9,28	12,73	1,37
10	II	18,56	12,73	0,69
	IV	18,15	16,85	0,93
	V	17,76	20,79	1,17
20	II	32,76	34,71	1,06
	IV	31,72	40,00	1,26
	V	30,98	43,75	1,41



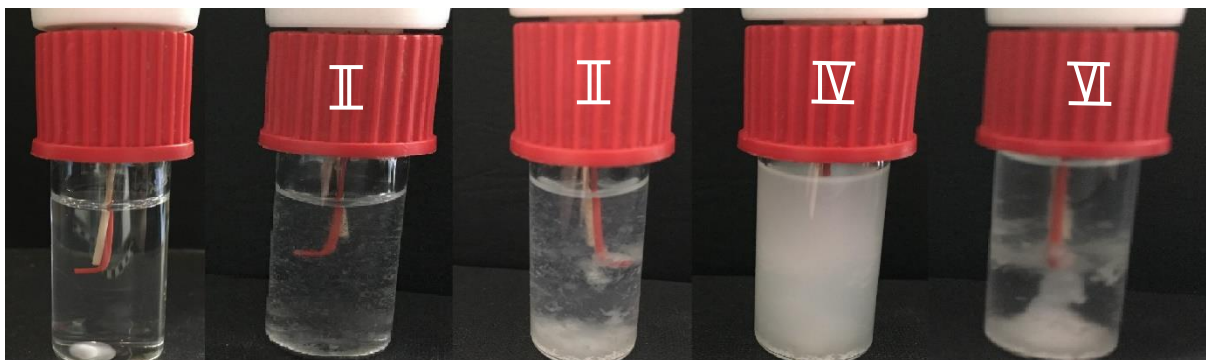
Obrázok X1: Oktometrické meranie interakcií dextranu vo vode (5 g/l) s SDS



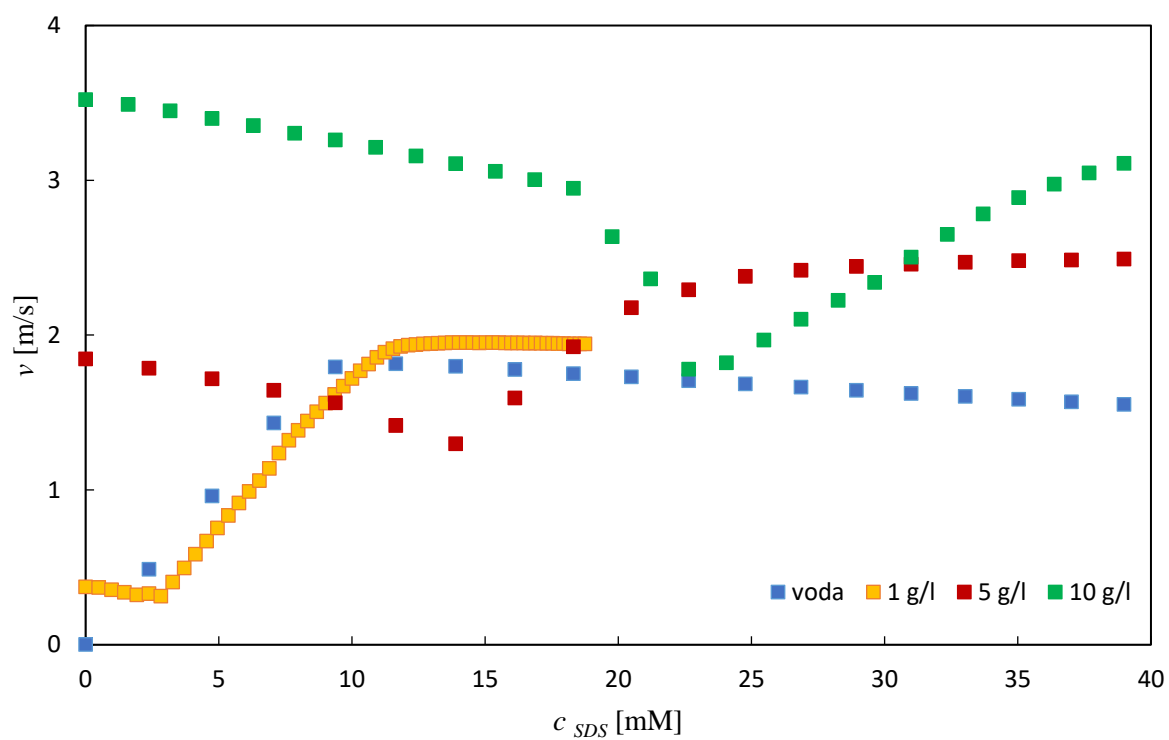
Obrázok X2: Oktometrické meranie interakcií dextranu v NaCl (5 g/l) s SDS



Obrázok X3: Oktometrické meranie interakcií dextranu vo vode (20 g/l) s SDS



Obrázok X4: Oktometrické meranie interakcii dextranu v NaCl (20 g/l) s SDS



Obrázok X5: Titračná krivka relatívnej rýchlosti na koncentrácii SDS v ultračistej deionizovanej vode a titračná krivka dextranu (1, 5, 10 g/l)