

Tổng hợp và đánh giá đặc trưng của kẽm undecylenat có độ tinh khiết cao

Hoàng Thanh Long*, Nguyễn Trọng Dân

Trung tâm Nhiệt đới Việt-Nga chi nhánh phía Nam.

*Email liên hệ: hoangthanhlong.ndvn@gmail.com.

Nhận bài ngày 13/9/2021; Hoàn thiện ngày 28/10/2021; Chấp nhận đăng ngày 12/12/2021.

DOI: <https://doi.org/10.54939/1859-1043.j.mst.76.2021.112-119>**TÓM TẮT**

Bài báo này giới thiệu phương pháp tổng hợp, phân tích muối kẽm undecylenat thu được dựa trên phản ứng hệ lỏng-lỏng giữa dung dịch kẽm axetat và dung dịch axit undecylenic với nguyên liệu ban đầu là kẽm oxit, axit axetic, axit undecylenic và etanol. Kết quả tổng hợp cho thấy hàm lượng kẽm undecylenat thu được đạt trên 98%, đạt tiêu chuẩn về hàm lượng cho nguyên liệu được phẩm và mỹ phẩm, đồng thời hiệu suất quá trình tổng hợp đạt trên 95%.

Từ khóa: Kẽm undecylenat; Axit undecylenic; Chuẩn độ Complexon; Thuốc chống nấm.

1. ĐẶT VẤN ĐỀ

Kẽm undecylenat (zinc undecylenate, CAS 557-08-4) là muối kẽm của axit undecylenic béo không bão hòa (axit 10-undecenoic), có công thức cấu tạo $[H_2C=CH(CH_2)_8CO_2]_2Zn$, khối lượng phân tử 431,92 g/mol, nhiệt độ nóng chảy khoảng 116-121 °C [1]. Kẽm undecylenat là chất rắn, dạng bột vô định hình, có màu trắng hoặc màu trắng hơi vàng, khó tan trong nước và etanol 96%. Khi gặp axit mạnh bị phân hủy thành axit undecylenic và muối kẽm tương ứng [1, 2]. Kẽm undecylenat đã được chứng minh là một chất chống vón cục, chống nấm và diệt khuẩn hiệu quả và là thành phần hoạt chất chính trong nhiều sản phẩm mỹ phẩm khử mùi hôi cơ thể [3-5].

Hiện nay, chưa có đơn vị nào trong nước công bố về tổng hợp, chế tạo kẽm undecylenat (hàm lượng trên 98%) làm nguyên liệu cho ngành dược phẩm, mỹ phẩm và trên thị trường nước ta kẽm undecylenat chủ yếu được nhập khẩu với giá thành tương đối cao. Các hãng như Sigma-Aldrich, Spectrum Chemical có giá bán dao động từ 200 - 250 USD/kg [6, 7].

Nghiên cứu tổng quan cho thấy, kẽm undecylenat có thể được tổng hợp bằng nhiều phương pháp khác nhau, trong đó phương pháp đơn giản nhất là đun nóng hỗn hợp kẽm oxit và axit undecylenic để tạo phản ứng trong hệ dung môi etanol hoặc trong nước, sản phẩm sau phản ứng được lọc rửa, sấy khô ở khoảng 115 °C, thu được kẽm undecylenat [3]. Mặc dù quá trình tổng hợp theo phương pháp này đơn giản, tuy nhiên, nhược điểm của phương pháp là sự xuất hiện tạp chất kẽm oxit trong kẽm undecylenat thu được. Nguyên nhân là do kẽm oxit có màu trắng, khó tan trong nước và ethanol, sản phẩm kẽm undecylenat cũng có màu trắng, do đó khó kiểm soát sự tan hoàn toàn của kẽm oxit trong quá trình phản ứng. Mặt khác, phản ứng xảy ra ở pha rắn - lỏng sẽ làm giảm hiệu suất phản ứng.

Trong công bố [8] đã chỉ ra ưu điểm và nhược điểm của một số phương pháp tổng hợp khác như: Kẽm undecylenat tổng hợp từ axit undecylenic và kẽm sunfat, tuy nhiên, trong quá trình tổng hợp tạo ra một lượng dư axit sunfuric, đây là nhân tố gây ra ăn mòn không mong muốn đối với thiết bị phản ứng, đồng thời hàm lượng tạp chất lưu huỳnh vượt mức cho phép trong sản phẩm sau khi lọc, rửa và sấy khô. Ngoài ra, kẽm undecylenat được tổng hợp từ phản ứng thay thế giữa kẽm axetat và natri undecylenat ở pha lỏng - lỏng với hiệu suất cao hơn. Nhược điểm của phương pháp này là sản phẩm kẽm undecylenat thu được còn chứa lượng dư quá nhiều muối của natri không thể xử lý hoàn toàn và điều này làm giảm nhiệt độ nóng chảy của sản phẩm thu được. Đồng thời, trong công bố này đã đưa ra phương pháp chế tạo kẽm undecylenat dựa trên phản ứng giữa dung dịch kẽm axetat và dung dịch axit undecylenic trong etanol, tuy nhiên, quá trình tổng hợp còn dư thừa các thao tác công nghệ như cần phải lọc rửa kẽm axetat, dung dịch axit undecylenic trong etanol phải đun nóng dẫn đến tiêu tốn chi phí sản xuất.

Bài báo đưa ra phương pháp tổng hợp, đánh giá các đặc trưng của kẽm undecylenat được tổng hợp từ phòng thí nghiệm với độ tinh khiết cao, dựa trên phản ứng từ pha lỏng-lỏng là với nguyên liệu đầu vào là kẽm oxit, axit axetic, axit undecylenic và etanol. Sản phẩm sau tổng hợp có thể được sử dụng làm nguồn nguyên liệu cho các ngành như mỹ phẩm, dược phẩm trong nước. Phương pháp này cho thấy một số ưu điểm so với các phương pháp kể trên, đó là sử dụng pha lỏng – lỏng để tổng hợp kẽm undecylenat sẽ cho hiệu suất phản ứng cao hơn, các tạp chất chủ yếu là kẽm axetat, axit axetic và axit undecylenic dễ dàng bị loại bỏ bằng etanol trong quá trình lọc, rửa, do đó, kẽm undecylenat thu được có độ tinh khiết cao.

2. NỘI DUNG THỰC NGHIỆM

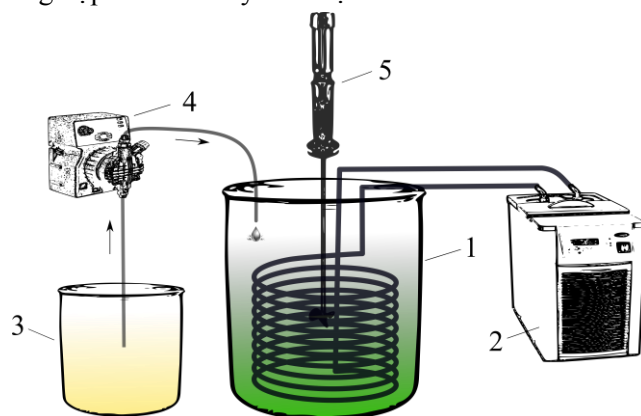
2.1. Nguyên vật liệu và hóa chất

Kẽm oxit (hàm lượng trên 98%, Pháp), axit axetic băng (99,5%, Hàn Quốc), axit undecylenic (hàm lượng trên 98%, Trung Quốc), etanol 96% (Việt Nam), nước cất 1 lần, bể phản ứng 45 L, máy khuấy, bơm định lượng, bể điều nhiệt tuần hoàn, máy nghiền bi và các hóa chất phân tích khác.

2.2. Quy trình tổng hợp kẽm undecylenat

2.2.1. Hệ thống thiết bị tổng hợp kẽm undecylenat

Hệ thống thiết bị tổng hợp kẽm undecylenat dựa trên sơ đồ hình 1.



Hình 1. Sơ đồ thiết bị tổng hợp kẽm undecylenat.

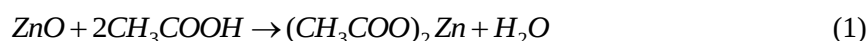
1 – Bể phản ứng; 2 – Bể điều nhiệt tuần hoàn; 3 – Thùng chứa axit undecylenic;
4 – Bơm định lượng; 5 – Máy khuấy.

Nguyên lý làm việc của hệ thống thiết bị tổng hợp kẽm undecylenat như sau: Dung dịch kẽm axetat trong bể phản ứng (1) được gia nhiệt và giữ ở nhiệt độ ổn định bằng bể điều nhiệt tuần hoàn (2), dung dịch axit undecylenic trong thùng chứa (3) được bơm định lượng (4) đưa vào bể phản ứng với tốc độ định trước, máy khuấy (5) có tác dụng khuấy đều axit undecylenic trong dung dịch kẽm axetat để tăng hiệu suất phản ứng tạo ra kẽm undecylenat.

2.2.2. Quy trình tổng hợp

Kẽm undecylenat được tổng hợp theo các bước như sau:

Bước 1: Chuẩn bị dung dịch kẽm axetat theo phương trình phản ứng:



Cân chính xác 977 g kẽm oxit vào bể phản ứng dung tích 45 L và thêm 3 L nước cất. Thêm 1410 ml axit axetic 99,5% (lượng axit axetic được lấy dư khoảng 2-5% so với lượng tính lý thuyết) và khuấy nhẹ và đưa nhiệt độ hỗn hợp lên khoảng $(75 \pm 2)^\circ\text{C}$ trong 0,5 giờ. Sau đó tiếp tục thêm 22 L nước cất vào bể phản ứng, khuấy hỗn hợp ở tốc độ 300 vòng/phút và tiếp tục duy trì nhiệt độ trên trong khoảng 1 giờ để chuyển hóa hoàn toàn kẽm oxit thành kẽm axetat.

Bước 2: Chuẩn bị dung dịch axit undecylenic:

Cân 4445 g axit undecylenic và pha loãng bằng 5 L etanol 96% vào thùng chứa. Khấy đều hỗn hợp trong khoảng 0,5 giờ, thu được dung dịch axit undecylenic dùng để điều chế kẽm undecylenat.

Bước 3: Điều chế kẽm undecylenat theo phương trình phản ứng:



Tăng tốc độ khuấy dung dịch kẽm axetat lên 600 vòng/phút và nhỏ giọt từ từ dung dịch axit undecylenic vào dung dịch kẽm axetat với tốc độ khoảng 50 ml/phút. Sau khi hút hết toàn bộ axit undecylenic trong thùng chứa, tiếp tục duy trì hỗn hợp phản ứng trong 2 giờ. Sau đó tắt thiết bị điều nhiệt, dừng khuấy và để yên hỗn hợp trong 12 giờ, thu được kẽm undecylenat màu trắng. Lọc, rửa sản phẩm thu được bằng nước cất, sau đó ngâm toàn bộ sản phẩm trong 15 L etanol 50% trong 5 giờ, lọc lại sản phẩm và sấy khô ở nhiệt độ $85 \pm 2^\circ\text{C}$ trong 3 giờ.

Kẽm undecylenat sau khi sấy khô được nghiền mịn bằng máy nghiền bi với tốc độ 80 vòng/phút trong 3 giờ, thu được kẽm undecylenat dạng bột, màu trắng, tơi, mịn.

2.3. Phân tích các đặc trưng kẽm undecylenat thu được

2.3.1. Phương pháp phân tích định tính

Kẽm undecylenat được định tính bằng hai phương pháp là phương pháp phân tích cổ điển dựa trên các phản ứng hóa học và phương pháp hóa lý hiện đại là sự kết hợp giữa phương pháp phân tích phổ hấp thụ hồng ngoại biến đổi Fourier (FT-IR) và phổ tán xạ Raman.

- Sử dụng phương pháp phân tích cổ điển:

Nguyên tắc phương pháp: Kẽm undecylenat được định tính thông qua định tính axit undecylenic và ion kẽm chứa trong kẽm undecylenat bằng cách chuyển hóa kẽm undecylenat thành axit undecylenic và muối kẽm của axit mạnh hơn. Quá trình định tính được thực hiện như sau [2]:

Bước 1: Cân khoảng 5 g sản phẩm thu được, thêm 20 ml nước cất và 25 ml axit sunfuric 2 N, tách chiết bằng phễu chiết quả lê với hai phần 25 ml ete. Phần dung dịch chứa ete được tiến hành cất bằng máy cô quay chân không trong bình cầu ở 50°C , áp suất khí quyển đến khi không còn mùi của ete bay ra thu được dung dịch để định tính axit undecylenic. Dung dịch thu được khi để ở nhiệt độ dưới 23°C bị kết tinh và khi đưa lên nhiệt độ trên $24,5^\circ\text{C}$ bị tan chảy. Lấy 1 ml dung dịch thu được sau khi cô đuổi ete và thêm từng giọt dung dịch thuốc thử kali permanganat, permanganat sẽ bị mất màu.

Bước 2: Lấy 3 ml dung dịch thu được sau khi cô đuổi ete và 3 ml anilin vào bình cầu một cổ, đun sôi dưới sinh hàn hồi lưu trong 10 phút. Để nguội, thêm 10 ml rượu, 10 ml ete và chuyển qua phễu chiết. Rửa dung dịch ete bốn lần bằng 20 ml nước cất và loại bỏ phần nước. Đun cách thủy cho đến khi không còn mùi ete, sau đó thêm vài mg than hoạt tính, lắc đều và lọc. Làm bay hơi dịch lọc thu được đến khi khô và kết tinh phần còn lại bằng etanol 70%. Nhiệt độ nóng chảy của sản phẩm thu được phải nằm trong khoảng nhiệt độ nóng chảy của anilit từ $66,0^\circ\text{C}$ đến $67,5^\circ\text{C}$.

Bước 3: Hòa tan khoảng 0,1 g sản phẩm thu được trong hỗn hợp gồm 10 ml nước cất và 1 ml amoni hydroxit, và thêm vài giọt dung dịch thuốc thử natri sunfua sẽ có kết tủa bông trắng.

- Sử dụng phương pháp phổ hấp thụ hồng ngoại FT-IR và phổ tán xạ Raman:

Ngoài phương pháp định tính dựa trên phản ứng hóa học nêu trên, kẽm undecylenat được định tính thông qua phương pháp phổ hấp thụ hồng ngoại FT-IR và phổ tán xạ Raman dựa trên sự tương đồng giữa hình dạng phổ và vị trí các đỉnh (peak) đặc trưng giữa phổ của sản phẩm thu được và của kẽm undecylenat trong cơ sở dữ liệu phổ như SpectraBase và được cung cấp bởi các hãng sản xuất. Điều kiện ghi phổ như sau:

- Phổ hồng ngoại biến đổi Fourier (FT-IR): Phổ được ghi trên máy quang phổ hồng ngoại FT-IR PerkinElmer MIR/NIR Frontier (PerkinElmer, Mỹ), khoảng đo từ 400 cm^{-1} đến 4000 cm^{-1} với độ phân giải 4 cm^{-1} , bước đo $0,5\text{ cm}^{-1}$. Mẫu thử nghiệm được nghiền với KBr đã sấy khô và nén tới áp suất 800 Mpa trong điều kiện chân không.

- Phổ tán xạ Raman: Phổ được ghi trên kính hiển vi Raman Horiba XploraOne (Horiba, Nhật Bản) với vật kính có độ phóng đại 50x, bước sóng nguồn laser 532 nm, khoảng đo từ 60 cm^{-1} đến 3600 cm^{-1} , bước đo 4 cm^{-1} .

2.3.2. Phương pháp phân tích định lượng

Định lượng kẽm undecylenat dựa trên phương pháp phân chuẩn độ Complexon và phương pháp khối lượng.

- *Phương pháp chuẩn độ Complexon:*

Nguyên tắc của phương pháp: Hàm lượng của kẽm undecylenat được xác định gián tiếp qua hàm lượng Zn^{2+} bằng cách chuyển hóa kẽm undecylenat thành ZnSO_4 trong dung dịch H_2SO_4 , sau đó xác định hàm lượng Zn^{2+} bằng phương pháp chuẩn độ complexon, chỉ thị ETOO.

Quy trình phân tích hàm lượng kẽm undecylenat

Bước 1: Cân 0,2160 g kẽm undecylenat trên cân phân tích với độ chính xác 10^{-4} g và cho vào bình tam giác 250 ml.

Bước 2: Thêm 10 ml etanol 96%, đun sôi, sau đó thêm 5 ml dung dịch H_2SO_4 1,5 M đun và sôi thêm 5 phút.

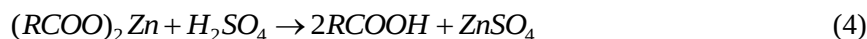
Bước 3: Để nguội hỗn hợp và điều chỉnh pH bằng dung dịch NH_3 6 M đến khoảng 9-10, thêm tiếp 10 ml dung dịch đệm amoni pH 10, thêm vài giọt chỉ thị ETOO và chuẩn độ bằng dung dịch chuẩn EDTA 0,05 M cho đến khi dung dịch chuyển từ màu đỏ nho sang màu xanh nước biển thì dừng lại, ghi thể tích EDTA tiêu tốn, thí nghiệm được lặp lại 3 lần. Hàm lượng của kẽm undecylenat (%) được xác định theo công thức sau:

$$X = \frac{V_{\text{EDTA}} \cdot C_{\text{EDTA}} \cdot M}{1000 \cdot m} \cdot 100 \quad (3)$$

Trong đó: X là hàm lượng của kẽm undecylenat, (%); V_{EDTA} là thể tích EDTA tiêu tốn để chuẩn độ, ml; C_{EDTA} là nồng độ của EDTA, 0,05M; M là khối lượng phân tử của kẽm undecylenat, g/mol; m là khối lượng của kẽm undecylenat, g; 1000 là hệ số chuyển đổi đơn vị thể tích ml sang L.

- *Phương pháp phân tích khối lượng:*

Nguyên tắc của phương pháp: Hàm lượng kẽm undecylenat được xác định thông qua hàm lượng axit undecylenic bằng cách chuyển hóa kẽm undecylenat thành kẽm sunfat và axit undecylenat trong dung dịch axit sunfuric. Tách, chiết phần phần dung dịch chứa axit undecylenic bằng ete và cất đuổi hết ete thu được axit undecylenic. Phương trình phản ứng:



Quy trình phân tích hàm lượng kẽm undecylenat

Bước 1: Cân khoảng 5 g sản phẩm thu được trên cân có độ chính xác 10^{-4} g, thêm 20 ml nước cất và 25 ml axit sunfuric 2 N, thêm 25 ml ete vào phễu chiết quả lê dung tích 200 ml.

Bước 2: Lắc mạnh hỗn hợp trong 2 phút và để yên hỗn hợp phân lớp trong 30 phút. Tiến hành tách lớp phía dưới phễu chiết, thêm 25 ml ete và tiếp tục lắc mạnh hỗn hợp trong 2 phút và để yên hỗn hợp phân lớp trong 30 phút, sau đó tiến hành chiết lần hai.

Bước 3: Phần hỗn hợp còn lại trong phễu chiết được chuyển hoàn toàn vào cốc dung tích 250 ml đã có 30 g natri sunfat ($\geq 99\%$). Tráng rửa sạch phễu chiết bằng 25 ml ete vào cốc dung tích 250 ml. Khuấy đều, đậy kín cốc và để yên 12 giờ.

Bước 4: Hỗn hợp sau 12 giờ được lọc cẩn thận qua giấy lọc băng xanh vào bình cầu một cổ dung tích 250 ml đã được cân trước (m_0) trên cân có độ chính xác 10^{-4} g. Phần cặn natri sunfat được rửa, lọc hai lần bằng 20 ml ete bằng giấy lọc băng xanh vào bình cầu dung tích 250 ml. Tiến hành cất phần dung dịch thu được bằng máy cô quay chân không trong bình cầu được ở $50\text{ }^{\circ}\text{C}$, áp suất khí quyển đến khi không thấy mùi ete. Cân và ghi khối lượng (m_1) bình cầu một cổ chứa axit undecylenic. Hàm lượng của kẽm undecylenate (%) được xác định theo công thức sau:

$$Y = \frac{(m_1 - m_0) \cdot M_1}{2 \cdot M_2 \cdot m} \cdot 100 \quad (5)$$

Trong đó: Y là hàm lượng kẽm undecylenate, %; m_0 , m_1 là khối lượng ban đầu và sau khi cô đuổi ete của bình cầu một cổ, g; m khối lượng sản phẩm phân tích, g; M_1 là khối lượng phân tử kẽm undecylenat, g/mol; M_2 là khối lượng phân tử axit undecylenic, g/mol; 2 là hệ số, số mol axit undecylenic gấp 2 lần số mol kẽm undecylenat theo phương trình phản ứng (4).

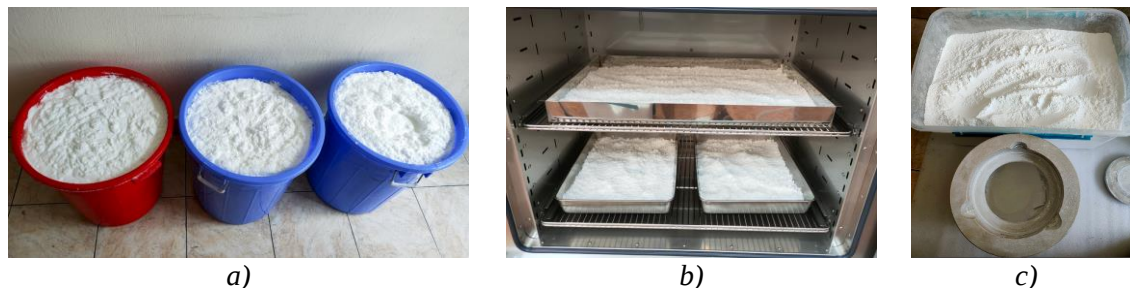
2.3.3. Xác định nhiệt độ nóng chảy

Nhiệt độ nóng chảy của sản phẩm sau khi tổng hợp được kiểm tra trên thiết bị Melting Point M-560 của hãng Buchi.

3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN

3.1. Kết quả tổng hợp kẽm undecylenat

Kết quả thực hiện theo quy trình tổng hợp kẽm undecylenat như trên thu được 4950 g kẽm undecylenat có màu trắng, toí và mịn. Kết quả cho thấy hiệu suất của quá trình tổng hợp đạt trên 95%.



Hình 2. Hình ảnh lọc rửa (a), sấy khô (b) và nghiền mịn kẽm undecylenat (c).

3.2. Phân tích các đặc trưng kẽm undecylenat thu được

3.2.1. Kết quả phân tích định tính

- Phương pháp phân tích cổ điển:

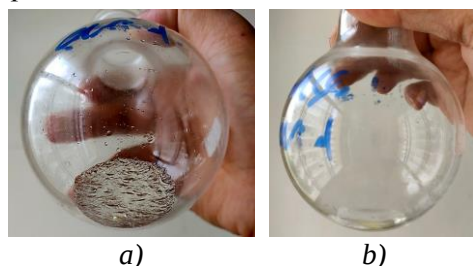
Tiến hành phân tích định tính sản phẩm theo phương pháp cổ điển theo các bước cho thấy:

Bước 1: Phần dung dịch sau khi cô đuổi ete và để ở nhiệt độ dưới $23\text{ }^{\circ}\text{C}$ bị kết tinh (hình 3), khi đưa lên nhiệt độ trên $24,5\text{ }^{\circ}\text{C}$ bị tan chảy ứng với nhiệt độ nóng chảy chảy của axit undecylenic. Dung dịch thu được làm cho permanganat bị mất màu do phản ứng của nối đôi $\text{C}=\text{C}$ trong axit undecylenic với permanganat.

Bước 2: Kết quả kiểm tra nhiệt độ nóng chảy của sản phẩm thu được là $66,8\text{ }^{\circ}\text{C}$, nằm trong khoảng nhiệt độ nóng chảy của anilit từ $66\text{ }^{\circ}\text{C}$ đến $67,5\text{ }^{\circ}\text{C}$. Đây là nhiệt độ nóng chảy của sản phẩm muối được tạo thành khi nhóm cacboxyl ($-\text{COOH}$) của axit undecylenic phản ứng với nhóm amino ($-\text{NH}_2$) của anilin.

Bước 3: Sau khi thêm vài giọt dung dịch thuốc thử natri sunfua vào 0,1 g sản phẩm tổng hợp được trong hỗn hợp gồm 10 ml nước cất và 1 ml amoni hydroxit thấy có kết tủa bông trắng là sản phẩm kẽm sunfua được tạo thành.

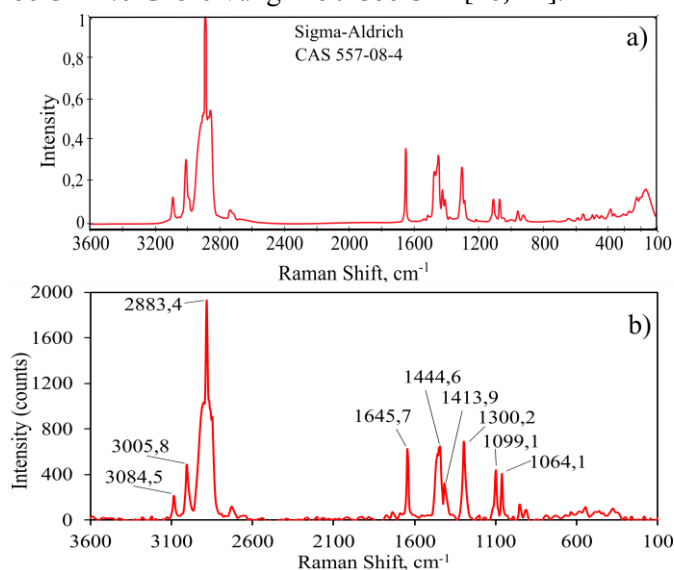
Kết quả phân tích định tính theo các bước ở trên cho thấy các dấu hiệu đặc trưng của kẽm undecylenat đã được tổng hợp.



Hình 3. Dung dịch sau khi cô đuổi ete bị kết tinh ở nhiệt độ dưới 23 °C (a), nóng chảy ở nhiệt độ trên 24,5 °C (b).

- Phương pháp phổ hấp thụ hồng ngoại FT-IR và phổ tán xạ Raman:

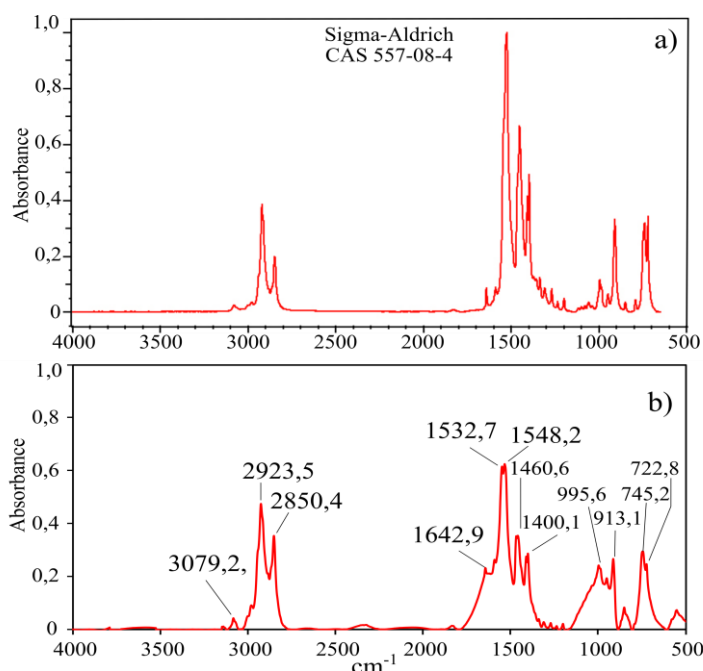
Quan sát hình dạng phổ và vị trí các peak đặc trưng của kẽm undecylenat được cung cấp bởi hãng Sigma-Aldrich (CAS 557-08-4) trên phổ tán xạ Raman [7] (hình 4a), phổ hấp thụ hồng ngoại FT-IR [9] (hình 5a) cho thấy sự tương đồng rất cao về hình dạng phổ và vị trí các peak đặc trưng của sản phẩm thu được (hình 4b, 5b). Từ vị trí các peak trên phổ tán xạ Raman và phổ FT-IR có thể thấy vị trí dao động của các nhóm liên kết như sau (bảng 1): Nhóm (=C-H) trong vùng 3100-3000 cm^{-1} , nhóm (C-H) trong vùng 3000-2800 cm^{-1} , C=C trong vùng 1650-1600 cm^{-1} , CH_2 trong vùng 1470-1400 cm^{-1} và C-O ở vùng 1150-800 cm^{-1} [10, 11].



Hình 4. Phổ tán xạ Raman: a) Kẽm undecylenat của hãng Sigma-Aldrich, b) Sản phẩm thu được.

Bảng 1. Vị trí các peak đặc trưng của kẽm undecylenat trên phổ tán xạ Raman và FT-IR.

Phổ tán xạ Raman		Phổ FT-IR	
Vị trí Peak, cm^{-1}	Đặc trưng dao động của liên kết	Vị trí Peak, cm^{-1}	Đặc trưng dao động của liên kết
3084,5 và 3005,8	=C-H	3079,2	=C-H
2883,4	C-H	2923,5 và 2850,4	C-H
1645,7	C=C	1642,9 và 913,1	C=C
1444,6 và 1413,9	CH_2	1460,6 và 1400,1	CH_2
1099,1 và 1064,1	C-O	995,6	C-O



Hình 5. Phổ hồng ngoại FT-IR: a) Kẽm undecylenat của hãng Sigma-Aldrich, b) Sản phẩm thu được.

3.2.2. Kết quả phân tích định lượng

- Phương pháp chuẩn độ Complexon:

Tiến hành phân tích mẫu thử nghiệm (bảng 2) với 03 lần thử nghiệm theo phương pháp chuẩn độ Complexon cho kết quả hàm lượng kẽm undecylenat trung bình đạt 98,82%. Đồng thời, phương pháp phân tích được kiểm tra độc lập tại Phòng Thí nghiệm Phân tích Trung tâm/Trường Đại học Khoa học Tự nhiên Tp. HCM cho kết quả trung bình đạt 98,01%. Kết quả phân tích cho thấy hàm lượng kẽm undecylenat sau tổng hợp có hàm lượng trên 98%, đạt tiêu chuẩn về hàm lượng cho nguyên liệu được phẩm và mỹ phẩm.

Bảng 2. Kết quả phân tích hàm lượng kẽm undecylenat.

TN	m, g	V _{EDTA} , ml	X, %	Trung bình, %
TN 1	0,2169	9,95	99,07	98,82 ± 0,25
TN 2	0,2238	10,20	98,43	
TN 3	0,2259	10,35	98,95	

- Phương pháp phân tích khối lượng:

Tiến hành phân tích mẫu thử nghiệm với 03 lần thử nghiệm (TN 1-3) phương pháp phân tích khối lượng cho thấy hàm lượng kẽm undecylenat trung bình đạt 98,30% (bảng 3). So với phương pháp chuẩn độ Complexon cho thấy kết quả tương đối ổn định và hàm lượng kẽm undecylenat đạt trên 98%.

Bảng 3. Kết quả phân tích hàm lượng kẽm undecylenat.

TT	m, g	m ₀ , g	m ₁ , g	Y, %	Trung bình, %
TN 1	5,0124	105,4286	109,6251	98,12	98,30 ± 0,05
TN 2	4,9850	103,8643	108,0506	98,42	
TN 3	5,0154	102,5248	106,7336	98,35	

3.2.3. Kiểm tra nhiệt độ nóng chảy

Tiến hành kiểm tra đối với 03 mẫu thử nghiệm trên thiết bị đo nhiệt độ nóng chảy Melting

Point M-560. Kết quả nhiệt độ nóng chảy của sản phẩm là 117,9 °C. Kết quả cho thấy nhiệt độ nóng chảy của sản phẩm thu được nằm trong khoảng cho phép của nhiệt độ nóng chảy kẽm undecylenat là 116 °C đến 121 °C.

4. KẾT LUẬN

Đã đưa ra phương pháp tổng hợp kẽm undecylenat với hàm lượng đạt trên 98%, hiệu suất đạt trên 95%. Phương pháp tổng hợp được thực hiện trong phòng thí nghiệm với quy mô chế tạo khoảng 5 kg/mẻ sản phẩm kẽm undecylenat.

Đã đưa ra các phương pháp phân tích định tính sản phẩm thu được sau quá trình tổng hợp dựa trên phương pháp phân tích hóa học và phổ hấp thụ hồng ngoại biến đổi Fourier, phổ tán xạ Raman, kết quả phân tích định tính cho thấy sản phẩm thu được là kẽm undecylenat. Đồng thời đã giới thiệu các phương pháp định lượng đối với kẽm undecylenat thu được dựa trên phương pháp phân tích khối lượng và phương pháp chuẩn độ Complexon. Kết quả phân tích cho thấy các phương pháp đều cho kết quả hàm lượng kẽm undecylenat đạt trên 98%.

Đã tiến hành kiểm tra nhiệt độ nóng chảy của sản phẩm kẽm undecylenat thu được là 117,9 °C.

Lời cảm ơn: Nhóm tác giả cảm ơn sự tài trợ về kinh phí từ nguồn ngân sách nhiệm vụ cấp cơ sở của Trung tâm Nhiệt đới Việt-Nga. Cảm ơn các đồng nghiệp Chi nhánh Phía Nam đã hỗ trợ trong quá trình thực hiện nghiên cứu.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1]. European Pharmacopoeia (Ph. Eur.) 10th Edition., “Zinc undecylenate”, 2019.
- [2]. United States Pharmacopeia (UPS 41), “Zinc Undecylenate”, 2018.
- [3]. Bergfeld W. F., Donald V., and Hill R. A., “The cosmetic ingredient review - Safety Assessment of Zinc Salts as Used in Cosmetics”, Cosmetic Ingredient Review, Washington DC, 2018.
- [4]. Time C., Present D., Size Z., and Pollack P., “Comparative in vitro and in vivo antifungal activity of tolnaftate and various undecylenates”, Journal of Pharmaceutical Sciences, 1980, 69(6):739–741.
- [5]. Nikolov A. and Ganchev D., “Effect of zinc undecylenates on plant pathogenic fungi”, Bulgarian Journal of Agricultural Science, 2010, 16(2):220–226.
- [6]. Sigma-Aldrich, “Zinc undecylenate 98%, CAS 557-08-4”.
- [7]. Chemical-Spectrum, “Zinc Undecylenate, CAS 557-08-4”.
- [8]. Xu Q., Zhengjian H., Chengxian L., and Weibin, “Patent CN102417446A - Production method for zinc undecylenate”, Guangxi Yikang Pharmaceutical Co., Ltd, 2011.
- [9]. Spectrabase, “Zinc undecylenate - Attenuated Total Reflectance Infrared (ATR-IR) Spectrum”, <https://spectrabase.com/spectrum/H6pD36UQozj>.
- [10]. HORIBA Jobin Yvon. “Raman Data and Analysis. Raman Spectroscopy for Analysis and Monitoring”. HORIBA Jobin Yvon Raman application note, 2013.
- [11]. Petrović M., Bonvin D., Hofmann H., and Ebersold M. M., “Fungicidal PMMA-undecylenic acid composites, International Journal of Molecular Sciences”, 2018, 19(1):184.

ABSTRACT

SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION FOR ZINC UNDECYLENATE OF THE HIGH QUALITY

This article presents a method of synthesizing and analyzing zinc undecylenate obtained by the reaction between zinc acetate and undecylenic acid solutions with the raw materials consisted of zinc oxide, acetic acid, undecylenic acid and ethanol. The synthesized results showed that the obtained zinc undecylenate content reached more than 98%, which satisfies the content standards for pharmaceutical and cosmetic raw materials. In addition, the synthesis efficiency reached more than 95%.

Keywords: Zinc undecylenate; Acid undecylenic; Complexometric titration; Antifungal.