

С.У. Крейнгольд

профессор,

А.Н. Кочетов

аспирант,

кафедра Неорганической химии,

МИТХТ им М.В. Ломоносова

К.А. Шестаков*

заведующий Химической

лабораторией Испытательного

Лабораторного Центра

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПОЛИГЕКСАМЕТИЛЕНГУАНИДИНА В ПРИСУТСТВИИ АЛКИЛДИМЕТИЛБЕНЗИЛАММОНИЯ

УДК 543.8:543.432

Предложена методика определения полигексаметиленгуанидина (ПГ) в присутствии алкилдиметилбензиламмония (АБА) в дезинфицирующих средствах, основанная на измерении оптической плотности ионного ассоциата ПГ с эозином К при длине волны 555 нм в растворах, стабилизированных синтанолом, при pH 9,2.

Известна методика фотометрического определения ПГ, основанная на измерении оптической плотности продуктов реакции ПГ с иодом [1]. Однако, такие же окрашенные продукты с иодом образуют и мономерные катионные ПАВ, например, алкилдиметилбензиламмоний (АБА).

Поэтому методика непригодна для определения ПГ в присутствии АБА, который вводится в некоторые дезинфицирующие средства вместе с ПГ.

Предлагаемая методика определения ПГ в присутствии АБА основана на измерении оптической плотности ионного ассоциата ПГ с эозином К при длине волны 555 нм, где поглощение ионного ассоциата эозина с АБА в расчете на единицу массы примерно в 8 раз слабее. Существенно, что в качестве реагента используется не эозин Н, являющийся смесью ди- и тетрабромфлуоресцеина, а эозин К, являющийся индивидуальным соединением.

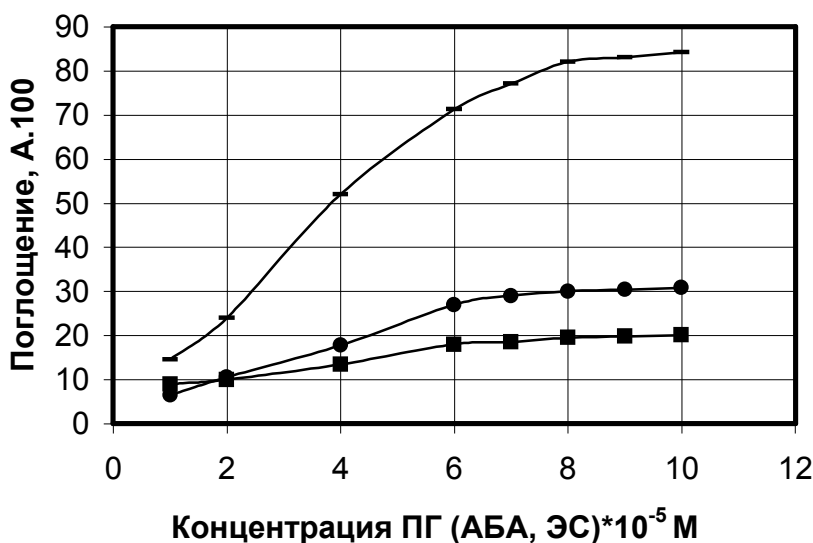


Рисунок 1. Данные фотометрирования (555 нм) серии растворов при pH 9,2 с постоянной концентрацией эозина К ($4 \cdot 10^{-5}$ М) и возрастающей концентрацией АБА (■), ПГ (—) и ЭС (●) относительно $4 \cdot 10^{-5}$ М раствора эозина К. Концентрация синтанола 0,02%.

Чтобы учесть поглощение ионного ассоциата АБА с эозином К, в контрольный раствор вводится АБА в концентрации, которая рассчитывается по результатам титриметрического определения массовой доли АБА в средстве [2].

Определению АБА присутствие ПГ не мешает.

Измерения проводят при pH 9,2, где эозин присутствует в виде двухзарядного аниона. Это обеспечивает целочисленное стехиометрическое отношение ПГ (или АБА) и эозина К в составе ионного ассоциата. По данным фотометрирования серии растворов с постоянной концентрацией эозина и возрастающей концентрацией ПГ (или АБА) излом кривой наблюдается при мольном соотношении эозин: ПГ (или АБА) равном

1 : 2 (рис. 1) в соответствии с зарядом АБА и элементарной ячейки ПГ (+1) и зарядом эозина (-2).

Выбор длины волны для фотометрирования ионного ассоциата эозина К с ПГ сделан на основе сравнения спектров поглощения ионных ассоциатов эозина К с ПГ и АБА (рис. 2). Другой полимер на основе гуанидина - поли-(4,9-диоксадодекан-1,12-гуанидин), «Экосепт» (ЭС) - также образует ионные ассоциаты с эозином, но они поглощают менее интенсивно, чем ассоциаты ПГ.

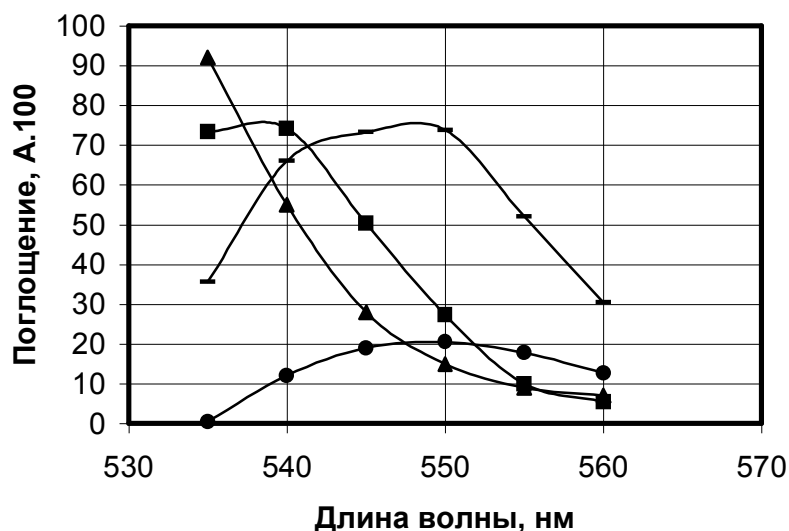


Рис. 2. Спектры поглощения $4 \cdot 10^{-5}$ М раствора эозина К при pH 9,2 (▲) и ионных ассоциатов эозина К с $4 \cdot 10^{-5}$ М АБА (■), ПГ (—) и ЭС (●) относительно $4 \cdot 10^{-5}$ М раствора эозина К. Концентрация синтанола 0,02%.

Ионные ассоциаты эозина с ПГ и АБА мало растворимы, что вызывает неустойчивость растворов во времени. Чтобы предотвратить выпадение ионных ассоциатов в осадок, в раствор вводят синтанол в концентрации, которая превышает 0,01% - критическую концентрацию мицеллообразования.

Различия в спектрах поглощения ионных ассоциатов полимера ПГ и мономерного катионного ПАВ АБА могут быть связаны с особенностями окружения молекул эозина в полимерной матрице. В таком случае возможны различия в спектрах ионных ассоциатов эозина с ПГ разной степени полимеризации. Действительно, спектры поглощения ионных ассоциатов эозина со стандартными образцами ПГ,

характеризующимися значениями $\eta = 0,04-0,07$, различаются.

Установлено, что присутствие двукратного избытка (по отношению к ПГ) вспомогательных веществ: уротропина, мочевины, трилона Б, синтамида-5 и неолола АФ 8–10, которые могут вводиться в состав композиции дезинфицирующих средств наряду с действующим веществом – ПГ, не оказывает существенного влияния на фотометрические свойства продукта его взаимодействия с эозином К. Это обстоятельство дает возможность определять ПГ в присутствии широкого спектра вспомогательных веществ по приведенной ниже методике, учитывая их поглощение при длине волны 555 нм в

растворах, стабилизированных синтанолом, при pH 9,2.

Методика определения ПГ проверена на модельных растворах смеси АБА и ПГМГ, а также на примере анализа средства «Демос», содержащего 1 % АБА и 2,5% ПГ. Также представляется возможным определение другого дезинфектанта ЭС в приведенных ниже условиях при не менее чем десятикратном увеличении навески препарата.

Описание определения. Навеску средства «Демос», равную 1,0 г, взятую с точностью $\pm 0,01$ г, растворяют в мерной колбе вместимостью 100 см^3 , доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. Отбирают 1 см^3 раствора, вносят в мерную колбу вместимостью 25 см^3 , приливают 20 см^3 воды, $0,2 \text{ см}^3$ 2%-ного раствора синтанола, 1 см^3 боратного буферного раствора с pH 9,2 и $1,0 \text{ мл } 1 \cdot 10^{-3} \text{ М}$ раствора эозина К. Доводят объем раствора в колбе водой до метки, перемешивают и фотометрируют при 555 нм на спектрофотометре в кювете с толщиной поглощающего слоя 1 см относительно раствора сравнения, содержащего $0,2 \text{ см}^3$ 2%-ного раствора синтанола, 1 см^3 боратного буферного раствора с pH 9,2, $1,0 \text{ мл } 1 \cdot 10^{-3} \text{ М}$ раствора эозина К и рассчитанный по формуле (1) приведенной в методике [2] объем $0,001 \text{ М}$ раствора АБА ($V_{\text{АБА}}$).

$$V_{\text{АБА}} = \mu_{\text{АБА}} \cdot G \cdot V_{\text{ал}} / (V_{\text{г}} \cdot 356 \cdot 10^{-6}) \quad (1)$$

В выбранных выше условиях анализа препарата «Демос» $V_{\text{АБА}} = 0,36 \text{ мл}$.

Одновременно строят градуировочный график. Для этого в пять мерных колб вместимостью 25 мл вводят соответственно

0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5 мг ПГ (1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 мл раствора ПГ с концентрацией 0,1 мг/мл и с характеристической вязкостью соответствующей используемой в дезсредстве «Демос» ($\eta = 0,07$)).

Последующие манипуляции с растворами аналогичны выше описанным за исключением добавки АБА к раствору сравнения. По градуировочному графику определяют концентрацию ПГ в анализируемой пробе (C , мг/мл). Содержание ПГ рассчитывают по формуле (2):

$$\% \text{ПГ} = C \cdot 10^{-3} \cdot V_{\text{г}} \cdot 100\% / \cdot G \quad (2)$$

где C – концентрация ПГ в анализируемой пробе (мг/мл), найденная по градуировочному графику, $V_{\text{г}}$ – объем раствора, в котором растворена навеска, равный 100 см^3 , $V_{\text{ал}}$ – объем аликвотной части раствора, равный 1 см^3 , G – навеска средства, г, $\mu_{\text{АБА}}$ – массовая доля АБА в средстве «Демос», равная 0,01, 356 – молекулярная масса АБА, г/моль, 10^{-6} количество моль в 1 см^3 $0,001 \text{ М}$ раствора АБА, 10^{-3} коэффициент пересчета из мг в г.

В образце средства «Демос» по результатам трех параллельных определений найдено $(2,2 \pm 0,2)\%$ ПГ. За результат анализа принимают среднее арифметическое значение трех параллельных определений, допускаемое относительное расхождение между которыми не должно превышать 10%. Доверительный интервал суммарной относительной погрешности результата определения не превышает 6%. Результат анализа округляется до первого десятичного знака после запятой.

ЛИТЕРАТУРА:

1. Бузланова М.М., Каранди И.В., Китаева Д.Х. // Заводская лаборатория. Диагностика материалов, № 4. Т. 63. 2003. С. 18.
2. Крейнгольд С.У. Практическое руководство по химическому анализу дезинфекционных препаратов. М. Экспресспринт, 2002. С. 39.