Određivanje koncentracije kationskih tenzida u komercijalnom dezinficijensu za rane

Marjanović, Nera

Undergraduate thesis / Završni rad

2015

Degree Grantor / Ustanova koja je dodijelila akademski / stručni stupanj: **Josip Juraj Strossmayer University of Osijek, Department of Chemistry / Sveučilište Josipa Jurja Strossmayera u Osijeku, Odjel za kemiju**

Permanent link / Trajna poveznica: https://urn.nsk.hr/urn:nbn:hr:182:892296

Rights / Prava: In copyright / Zaštićeno autorskim pravom.

Download date / Datum preuzimanja: **2024-03-28**

Repository / Repozitorij:

Repository of the Department of Chemistry, Osijek



Sveučilište Josipa Jurja Strossmayera u Osijeku

Odjel za kemiju

Preddiplomski studij kemije

Nera Marjanović

Određivanje koncentracije kationskih tenzida u komercijalnom dezificijensu za rane

(Determination of cationic surfactants in comercial disinfectant for wounds)

Završni rad

Mentor:

doc. dr. sc. Nikola Sakač

Osijek, 2015.

Sažetak

Tenzidi ili površinski aktivne tvari su skupina molekula koje se najčešće nalaze u sastavu različitih kućanskih sredstava (detergenti, sredstva za pranje i čišćenje) iz svakodnevne uporabe. Njihova glavna odlika je smanjivanje površinske napetosti, a funkcija im je čišćenje ili dezinfekcija. Dijele se na kationske, anionske, amfolitske i neionske tenzide. Kationski tenzidi na hidrofilnom kraju molekule imaju pozitivno nabijeni ion, kation. Primjeri kationskih tenzida su kvaterni amonijevi spojevi, a najpoznatiji je cetilpiridnijev klorid, CPC. Za određivanje tenzida u komercijalnim proizvodima, najviše se koriste potenciometrijske titracije. Direktna potenciometrijska titracija korištena je za određivanje sadržaja kationskog tenzida oktenidin dihidroklorida i amfolitskog tenzida kokoamilopropil betaina (CAPB) u formulaciji komercijalnog proizvoda za dezinfekciju rana, Octenisept®. Pri sniženom pH (4,9) CAPB se ponaša kao kationski tenzid, što omogućuje mjerenje ukupnog udjela tenzida kationskog karaktera u uzorku. Za određivanje je korištena i metoda standardnog dodatka.

Na temelju izvedenog eksperimenta i dobivenih rezultata utvrđena je točna koncentracija kationskog tenzida, OCL – c(OCL)= 1,5474 x 10^{-3} mol/L. (0,096 %) i amfolitskog tenzida, CAPB – c(CAPB)= 1,6387 x 10^{-3} mol/L (0,056 %); a koji se nalazi u uzorku Octenisept®.

Ključne riječi: kationski tenzid, cetilpiridinijev klorid, potenciometrijska titracija, Octenisept®, oktenidin dihidroklorid

Abstract

Tensides or surfactants are group of molecules commmonly found as components of various household cleaners (detergents, other cleaning products) from everyday use. Tensides are best known for their solubility and cleaning properties. They are generally classified as cationic, anionic, ampholytic and nonionic surfactants. Hydrophilic end of cationic surfactant contains a positively-charged ion, or cation. Most common type of cationic surfactants are the quaternary ammonium compounds, best one known is Cetylpyridinium chloride CPC. Potentiometric titrations are used for determination of surfactants in comercial products. Direct potentiometry is a method is used for determination of cationic surfactant Octenidine dihydrochloride and ampholytic surfactant Cocamidopropyl betaine which are components of comercial disinfectant for wounds, Octenisept®. Total share of surfactant with cationic character was measure at reduced pH (4,9) value because that is where CAPB is acting like a cationic surfactant.

Based on performed experiment and given results, it was detemined exact concetration of cationic surfactant, OCL – c(OCL)= 1,5474 x 10^{-3} mol/L. (0,096 %) and ampholytic surfactant, CAPB – c(CAPB)= 1,6387 x 10^{-3} mol/L (0,056 %); which are found in sample of Octenisept®.

Keywords: cationic surfactants, Cetylpyridinium chloride, potentiometric titrations, Octenisept®, Octenidine dihydrochloride

Sadržaj

1. Uvod ... 1
2. Literaturni pregled ... 2
2. 1. Tenzidi općenito ... 2
2.1.1 Kationski tenzidi ... 4
2.1.2. Anionski tenzidi ... 4
2.1.3. Amfolitski tenzidi ... 5
2.1.4. Neionski tenzidi ... 6
2.2. Octenisept® ... 7
2.2.1. Oktenidin dihidroklorid ... 8
2.2.2. Kokoamidopropilen betain ... 8
2.3. Metode za određivanje tenzida ... 9
2.3.1. Direktna potenciometrija ... 10
2.3.2. Ion-selektivne elektrode ... 10
3. Eksperimentalni dio ... 12
3.1. Senzor ... 12
3.2. Reagensi i materijali ... 12
3.3. Pribor i aparatura ... 12
3.4. Izrada membrana ... 13
3.5. Postupak ... 13
4. Rezultati i rasprava ... 15
4.1. Potenciometrijsko određivanje ukupne koncentracije prisutnih tenzidau čistom uzorku sa otopinom anionskog tenzida SDS ... 15
4.2. Potenciomentijsko određivanje koncentracije kationskog tenzida CPC sa anionskim tenzidom SDS ... 17
4.3. Potenciometrijsko određivanje koncentracije prisutnih tenzida učistom uzorku uz standardni dodatak CPC sa SDS kao titrant ... 18
4.4. Potenciometrijsko određivanje koncentracije kationskog tenzida OCL u čistom uzorku sa otopinom anionskog tenzida SDS ... 19
4.5. Određivanje koncentracije amfolitskog tenzida CAPB u realnom uzorku Octenisept® ... 22
5. Zaključak ... 24
6. Popis literature ... 25

1. Uvod

Zadatak ovog rada bio je odrediti koncentraciju kationskog tenzida u nekom komercijalnom dezificijensu za rane. Kao proizvod za istraživanje korištena je otopina Octenisept® čije su komponente kationski tenzid, oktenidin dihidroklorid i amfolitski tenzid CAPB, kokoamidopropilen betain koji je strukturno zwitter ion.

Tenzidi su molekule koje smanjuju površinsku napetost, a pronalazimo ih kao sastavni dio raznih sredstava za čišćenje i dezinfekciju, posebice detergenata. Najčešći su anionski tenzidi, a postoje još kationski, amfolitski i neionski.

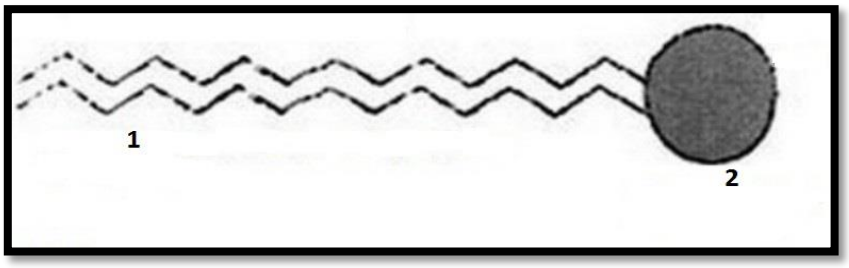
Potenciometrijskim titracijama određuje se koncentracija tenzida u raznim uzorcima. Metoda koja se najčešće koristi naziva se direktna potenciometrija, analize vrši pomoću ion-selektivnih elektroda (ISE) koje su elektrokemijski senzori koji omogućavaju potenciometrijsko određivanje analita. Korištena je baš ova metoda jer je bilo potrebno izmjeriti samo potencijal indikatorske elektrode uronjene u ispitivanu otopinu i otopinu koja sadrži poznatu koncentraciju analita. U svrhu ovog rada izvedeno je nekoliko različitih potenciometrijskih mjerenja koja uključuju određivanje ukupne koncentracije svih tenzida u čistom uzorku, njihovo određivanje u uzorku uz CPC kao standardni dodatak te određivanje koncentracije oktenidin dihidroklorida, kationskog tenzida. Kako je CAPB amfolitski tenzid pronađen u uzorku, nekoliko mjerenja izvedena su pri sniženom pH gdje je on u kationskom obliku. Dobiveni rezultati su obrađeni i prikazani u obliku grafova i tablica.

Rad je podijeljen na tri dijela. U prvom dijelu teorijski je objašnjeno sve o tenzidima, njihovoj uporabi i vrstama, direktna potenciometrijska titracija i ion-selektivne elektrode. Drugi dio rada je eksperimentalni dio u kojem je detaljno opisano izvođenje eksperimenta. Zadnji dio rada prikazuje i objašnjava dobivene rezultatate potenciometrijskog određivanja koncentracije kationskih tenzida u uzorku Octenisept®.

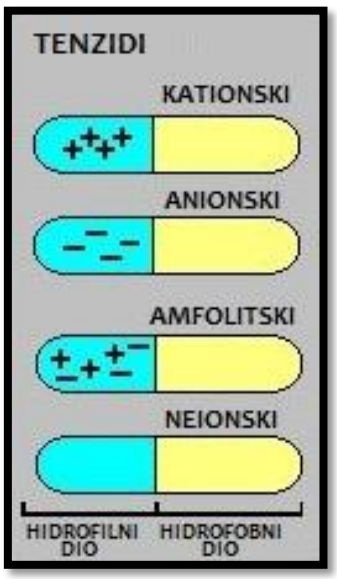
2. Literaturni pregled

2. 1. Tenzidi općenito

Površinski aktivne tvari ili tenzidi su skupina kemijskih spojeva koji smanjuju površinsku napetost. U svojoj strukturi sadržehidrofilni i hidorofobni dio (Slika 1). Hidrofilni polarni dio tenzida je glava (engl., *"head"*), topiva u vodi, a hidrofobni nepolarni dio je rep (engl. *"tail"*) koji je netopiv u vodi. Hidrofilni ostaci mogu biti pozitivno ili negativno nabijeni ili neutralne polarne glave. Pronalazimo ih u velikim količinama u kućanstvu (razni sapuni, deterdženti, šamponi…) i industriji. Dijele se na anionske, kationske, neionske i amfolitske (Slika 2).

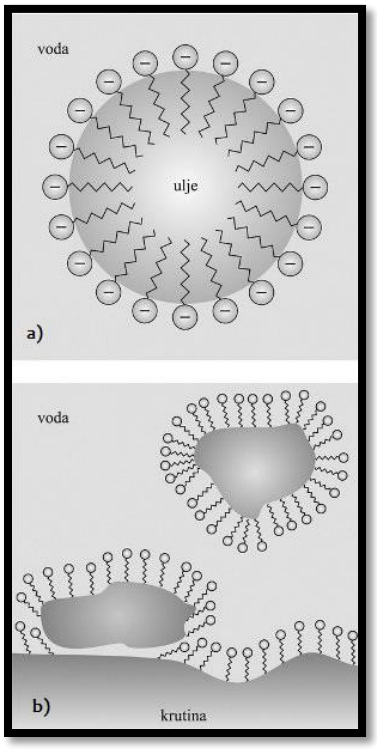


***Slika 1*:** Prikaz molekule tenzida: 1. hidrofobni rep, 2. hidrofilna glava



***Slika 2*:** Razlike u naboju između vrsta tenzida

Tenzidi imaju svojstvo adsorpcije i molekulskog samoudruživanja, stvaranje micela. U vodenoj otopini, oni se nakupljaju na granici faza tako da se hidrofilni dio orijentira prema vodenoj, a hidrofobni prema uljnoj (ili nekoj drugoj ne vodenoj) fazi[7]. Dolazi do udruživanja molekula, što omogućuje hidrofilnom dijelu molekule da bude u vodi a hidrofobnom izvan nje (Slika 3). Micele tokom pranja okružuju nečistoće i sprječavaju njihovo ponovno taloženje.



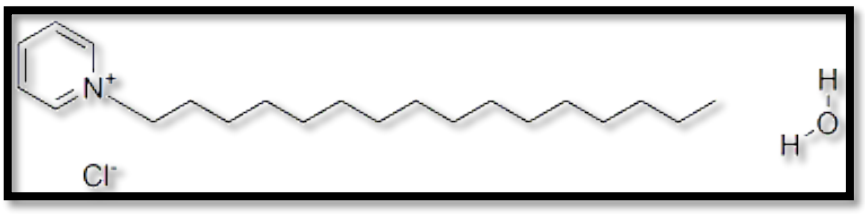
***Slika 3*:** a) Orijentacijatenzida u odnosu na ulje i vodu;

b) Udruživanje tenzida na površini između dvije faze[7].

Tenzidi postoje kao monomeri, ali do određene koncentracije. Iznad te koncentracije prisutne micele su u ravnoteži sa monomerima. Ta koncentracija se naziva kritična koncentracija za stvaranje micela (eng., c*ritical micelle concetracion*, CMC). Neionski tenzidi imaju niži nivo CMC-a nego anionski i kationski tenzidi. Mogućnost stvaranja micela određuje detergentnosti topljivost tenzida. Zato je stvaranje micela njihovo najvažnije svojstvo.

2.1.1 Kationski tenzidi

Samo 5-6% ukupno proizvedenih tenzida predstavljaju kationski tenzidi. Najpoznatiji su kvaterniamonijevi spojevi (eng., *quaternary ammonium compounds*, QAC). Ovakve molekule sadrže barem jedan ugljikovodični lanac povezan sa pozitivno nabijenim dušikovim atomom, dok se druge alkilne skupine, kao metil ili benzil grupe, ponašaju kao supstituenti[1]. Dobro podnose promjene pH, a u anaerobnim uvjetima su biorazgradivi. Često se koriste u industriji, dezinfekcijskim, kozmetičkim i farmaceutskim proizvodima, te u sredstvima za čišćenje. Kako se velike količine kationskih tenzida svakodnevno proizvode i koriste, a također su i zagađivači okoliša, važno je odrediti njihove točne koncentracije. Primjer jednog kationskog tenzida je cetilpiridnijev klorid, CPC (Slika 4).

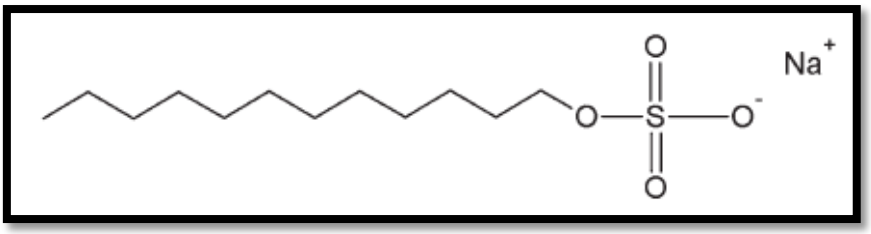


Slika 4: Strukturni prikaz molekule CPC.

2.1.2. Anionski tenzidi

Anionski tenzidi su najstarija poznata i najčešća vrsta tenzida. Hidrofobni dio molekule je alkilni lanac različitih duljina, alkilfenil eter ili alkilbenzen, a neki karboksil, sulfat, sulfonat ili fosfat može biti hidrofilni dio. Koriste se za uklanjanje mrlja s prirodnih tkanina jer se lako raspršuju pa ih se kao takve koristi u praškastim detergentima. Osim što ih pronalazimo u detergentima, prisutni su i u biotehnologiji te raznim industrijskim procesima koji uključuju kozmetičku industriju[2]. Tvrdoj vodi se dodaju tvari koje kompleksiraju kalcij i magnezij jer su anionski tenzidi osjetljivi na tvrdoću vode. Teško se razgrađuju pa je u nekim razvijenim zemljama njihova upotreba ograničena samo na slučajeve kada njihova pojava neće izazvati zagađenja prirodnih tokova. U farmaceutskoj industriji se koriste kako bi povećali učinkovitost aktivnog sastojka direktnim vezanjem na drogu ili povećanjem adsorpcije ili apsorpcije i dijeljenjem droge između hidrofobnog i hidrofilnog dijela u organima i organizmu. Anionske tenzide također možemo koristiti kod uklanjanja petrokemijskih

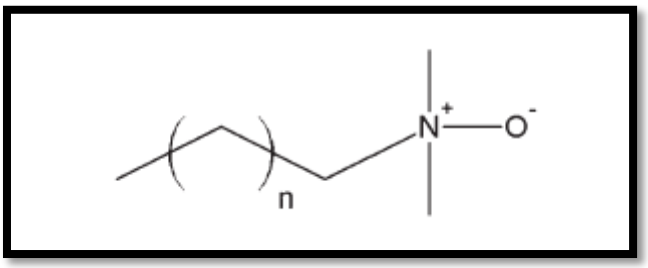
produkata iz zagađenog tla. Poznati anionski tenzid, često korišten, je natrij dodecil sulfata, SDS, M_r=288.38 g mol^{-1}, prikazan na Slici 5.



Slika 5. Strukturni prikaz molekule SDS[2].

2.1.3. Amfolitski tenzidi

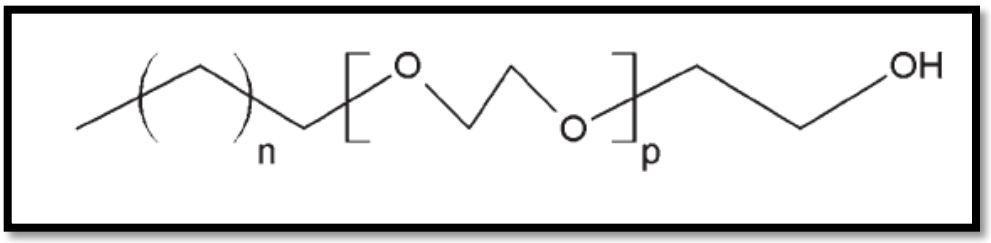
Ponašanje amfolitskih tenzida uvelike ovisi o vrijednosti pH. Povećavanjem ili sniženjem pH vrijednosti takve molekule imaju sposobnost potpuno mijenjati naboj iz kationskog u anionski, ili se ponašaju kao zwitter ioni pri nekom srednjem pH. Amfolitski tenzidi nisu puno istraživani jer se slabo koriste u industriji[2]. Najpoznatiji i najistraživaniji su amin oksidi (AOs), egzotermni, sekundarni produkti tercijarnih amina i vodikovog peroksida. Amin oksidi su se prvotno koristili kao supstituenti za tradicionalne masne alkanolamide kao pojačivači pjene u sredstvima za pranje posuđa. Danas se koriste i u tekstilnoj industriji kao antistatički agensi te u industriji gume kao stabilizatori pjene i katalizatori polimerizacije[2]. Često se koriste zajedno sa drugim tenzidima. Zbog zwitter ionske prirode amfolitskih tenzida, kompatibilni su sa anionskim tenzidima zbog čega može doći do sinergijskog efekta u takvim formulama. Amin oksidi su slabo do srednje toksični, ne ostavljaju tragove i lako se uklanjaju pri konvencionalnom čišćenju kanalizacija.



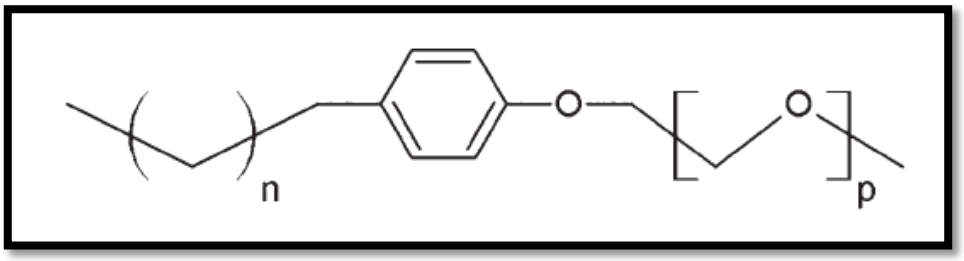
Slika 6. Strukturni prikaz molekule amin oksida[2].

2.1.4. Neionski tenzidi

Površinska aktivnost neionskih tenzida potječe iz njihove specifične strukture u kojoj se hidrofobni i hidrofilni dio molekule nalaze u ravnoteži. Oni se raspadaju na ione u vodenoj otopini, pa topljivost ovim tenzidima pruža njihova polarna glava. Najčešće hidrofobni dio neionskog tenzida je alkil fenol derivat, masna kiselina ili dugolančani linearni alkohol. Hidrofilni dio je uglavnom etilen oksidni lanac različitih dužina[2]. Kako nemaju nikakav naboj, kompatibilni su i sa anionskim i kationskim tenzidima. Neionski tenzidi se široko koriste kao emulgatori, sredstva za vlaženje i stabilizaciju pjene. Uvelike su dio pesticidnih formula te mogu kod mikroorganizama stimulirati ili inhibirati rast. Njihova toksičnost je uočena kod duhana i šećerne repe. Neki od neionskih tenzida su alkil fenol etoksilat, alkohol etoksilat (Slika 7.), etoksilat masnih kiselina (Slika 8.).



Slika 7. Strukturni prikaz molekule alkohol etoksilata[2].



Slika 8. Strukturni prikaz molekule etoksilata masnih kiselina[2].

2.2. Octenisept®

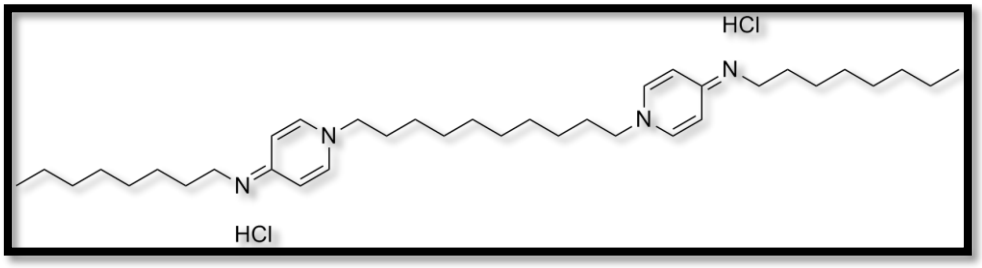
Kao komercijalni uzorak u ovom eksperimentu korištena je antiseptička otopina za kožu i sluznicu, Octenisept® proizvođača Schülke&MayrGmbH; Robert KochStraße 2; 22840 Nordestedt, Njemačka (Slika 9.). Octenisept® se koristi za višekratni, vremenski ograničeni antiseptički tretman sluznice i okolne kože prije dijagnostičkih i kirurških zahvata u anogenitalnom području, prije kateterizacije mokraćnog mjehura, te za usnu šupljinu[10]. Prije upotrebe potrebno je dobro pročitati upute dane uz proizvod radi pravilnog i bezopasnog korištenja. 100 mL vodene otopine sadrži dvije djelatne tvari: oktenidin dihidroklorid 0,1 g, fenoksietanol 2,0 g. Pomoćne tvari u otopini su: 1,00 g kokoamidopropilen betain, 30%-tna otopina 80,30 g N-acilirani aminopropildimetilamonij-acetat, 0,05 g natrij klorid, 0,40 g natrij-D-glukonat, 0,50 g glicerol (85%), natrij hidroksid, 95,99 g pročišćena voda.



Slika 9. Komercijalni izgled Octenisept®, dezificijensa za rane[10].

2.2.1. Oktenidin dihidroklorid

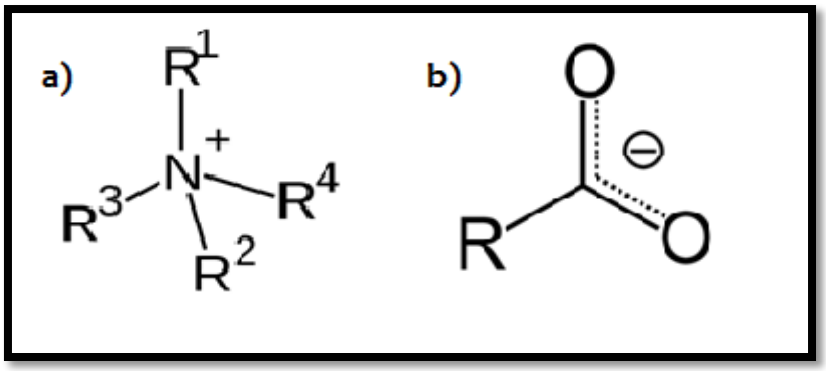
Oktenidin dihidroklorid (OCL), $C_{36}H_{64}Cl_2N_4$, (eng., *Octenidine dihydrochloride*) kationski je tenzid i derivat bis-(dihidropiridinil)-dekana. Koristi se najčešće u koncentracijama od 0,1-2,0%. Samostalno ili u kombinaciji s 2%-tnim fenoksietanolom (Octenisept®) učinkovito je sredstvo za antiseptičko liječenje rana te dezinfekciju kože i sluznice prije dijagnostičkih i kirurških intervencija[6]. Po svom ponašanju sličan je kvaternim amonijevim spojevima, ali ima širi spektar djelovanja. Na slici 10. vidljiva je njegova strukturna formula.



Slika 10. Strukturni prikaz molekule OCL.

2.2.2. Kokoamidopropilen betain

Kokoamidopropilen betain (CAPB), $C_{19}H_{38}N_2O_3$, (eng., *Cocoamidopropyl betaine*) jedan je od najvažnijih amfolitskih tenzida koji se često koristi u kozmetičkim proizvodima, posebno šamponima i sapunima zbog velike sposobnosti stvaranja pjene. Strukturno je CAPB zwitter ion, sastoji se od kvaternog amonijevog kationa (Slika11a)) i karboksilata (Slika11b)). Uzorci koji sadrže ovaj tenzid mogu dati loše ili krive rezultate kod poteciometrijskog određivanja, pa je kod ovog eksperimenta pH snižen na 4,9 kako bi se točno odredila koncentracija tenzida dok se on ponaša kao kationski tenzid.



Slika 11. CAPB zwitter ion: a) kvaterniamonijev kation i

b) karboksilatni anion.

2.3. Metode za određivanje tenzida

Uobičajeno kationski i anionski tenzidi određuju se titracijom u dvije faze. Određivanje koncentracije kod takvih titracija temelji se na utrošenom volumenu titransa poznate koncentracije. Neke odlike titracije u dvije faze:

a) stvaranje ionskog para s ionom suprotnog naboja,
b) referentna metoda za određivanje kationskih tenzida
c) temelji se na ekstrakciji ionskog para kationskog tenzida i anionske boje u organskom otapalu
d) anionski tenzid (titrans) prvo reagira s kationskim u vodenom sloju, a zatim istiskuje anionski indikator iz njegove soli s kationskim tenzidom pri čemu boja koja sama nije topiva u organskom sloju odlazi u vodeni sloj. Kad je sav indikator istisnut, organski sloj se obezboji (točka ekvivalencije)[1].

Međutim ova metoda sadrži mnoge nedostatke kao što su: ograničena primjena jako obojenih i mutnih uzoraka, toksičnost otapala koja se koriste, te stvaranje emulzije tijekom titracije što onemogućuje točno određivanje odnosno neprecizno određivanje točke ekvivalencije. Kako bi se ovi problemi zaobišli, razvijena je nova metoda koja koristi ion selektivne elektrode u direktnoj potenciometriji ili kao indikatore u potenciometrijskoj titraciji tenzida. Navedena potenciometrijska titracija uključuje reakcije sa suprotno nabijenim ionima: kationskih i anionskih tenzida (formacija ionskog para).

Ostale metode za određivanje koncentracije kationskih tenzida su:

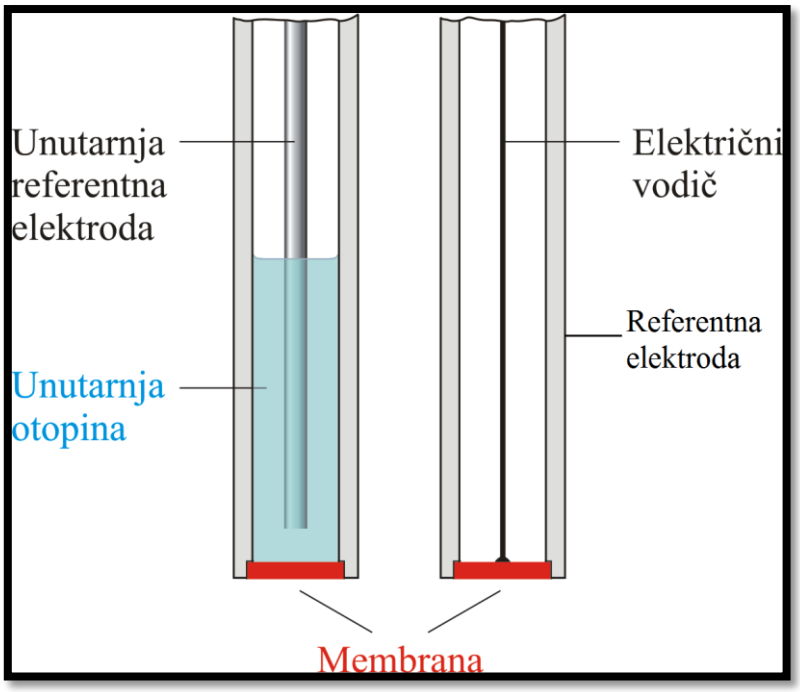
a) spektrofotometrijske metode
b) mikrofluidičke metode
c) kromatografske metode
d) kapilarna elektroforeza

2.3.1. Direktna potenciometrija

Direktna potenciometrija je široko rasprostranjena metoda. Analize se vrše pomoću ion-selektivnih elektroda (ISE). Dobije se podatak o potencijalu indikatorske elektrode i odredi se koncentracija ionske vrste. Metoda je iznimno efektivna i korisna u slučajevima kada brzo treba izmjeriti velike količine uzoraka s puno različitih koncentracija.[9]

2.3.2. Ion-selektivne elektrode

Elektrokemijski senzori koji omogućavaju potenciometrijsko određivanje analita su ionsko-selektivne elektrode prikazane na Slici 12. Pokazuju selektivan odaziv na neki od iona prisutnih u otopini[1]. Mjerenje ionsko-selektivnom elektrodom se izvodi u elektrokemijskoj mjernoj ćeliji. Ta ćelija se sastoji od ionsko-selektivne elektrode i referentne elektode (dva galvanska polučlanka).



Slika 12. Elektrokemijska mjerna ćelija sa glavnim dijelovima - unutrašnja referentna elektroda i elektrolit (unutarnja otopina), referentna elektroda te ionsko-selektivna membrana[8].

Membrana je odgovorna za osjetljivo i selektivno prepoznavanje određene ionske vrste, pa se prema sastavu membrane ISE mogu podijeliti na elektrode sa čvrstom membranom i elektrode s ionsko izmjenjivačkom membranom. Prednost ovakvih elektroda je što u idealnom slučaju ne troše nikakav analit tijekom mjerenja i obično ne zahtijevaju nikakvu posebnu pripremu uzorka, jeftine su i lake za upotrebu, čvrste i postojane, mogu se primjenjivati u širokom opsegu koncentracija.

3. Eksperimentalni dio

3.1. Senzor

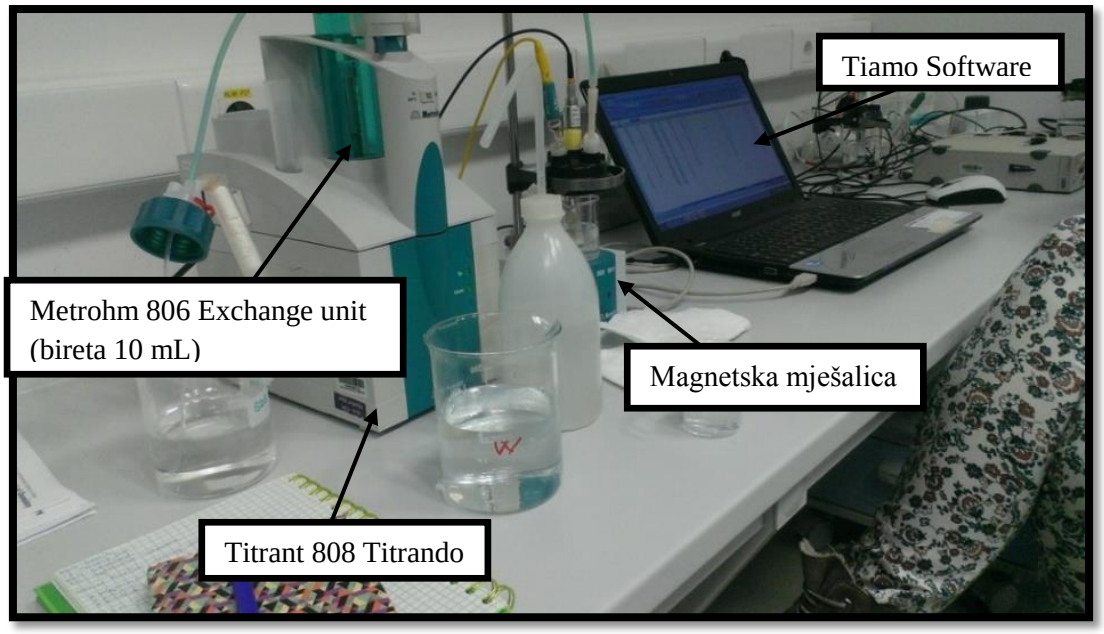
Senzor korišten za određivanje završne točke kod potenciometrijske titracije kationskih tenzida bazirao se na dimetildioctadecilamoniak-tetrafenilborat (DDA-TPB) ionskom paru te bis(2-etilheksil) ftalatu (BEHP) i PVC (2:1) kao plastifkatorima. Kao referentna elektroda korištena je Ag/AgCl (Metrohm, Švicarska) sa unutrašnjim elektrolitom; c(KCl) = 3,0 M.

3.2. Reagensi i materijali

Kao titrant korištena je 3,4286 x 10-4 mol/L otopina SDS, anionski tenzid strukturne formule prikazane na Slici 5. Za određivanje točne koncentracije otopine SDS, korišten je kationski tenzid poznate koncentracije c(CPC)= 3,9143 x 10^{-3} mol/L, CPC (Slika 4). Kao uzorak za određivanje koncentracije kationskog tenzida korišten je Octenisept®, sprej za dezinfekciju, koji sadrži kationski tenzid OCL i amfolitski tenzid CAPB uz dodatak 20 mL destilirane vode. HAc je kiselina korištena za snižavanje pH.

3.3. Pribor i aparatura

Aparat korišten za izvođenje svih titracija bio je Tiamo –software; 808 Titrando; Metrohm 806 Exchange unit; 727 TitrationStand; Metrohm, Switzerland3 (Slika 13.). Titrant 808 Titrando s rezolucijom od 0,1 mV u kombinaciji s Metrohm 806 Exchange unit (bireta od 10 mL izvanredne rezolucije od 20000 koraka po cilindrom volumenu) kontrolirani su pomoću Tiamo software 5. Tokom svakog mjerenja, sve otopine korištene kao analiti miješane su magnetskom miješalicom (727 Ti Stand).



Slika 13. Aparatura korištena za potenciometrijsku titraciju.

3.4. Izrada membrana

Prije samog postupka titracije potrebno je izraditi odgovarajuće membrane čiji sastav vidimo u Tablici 1.

Tablica 1. Sastav membrane izražen u postotcima

Sastav	**%**
BEHP (bis-(2-etilheksil ftalat))	66
PVC	32
DDA-TPB	2

Otopljeno je 0,0036 g ionofora (DDA-TPB) u 2 mL THF. Nakon toga, 0,06 g PVC pomiješano je sa 131,13 μL (dva puta po 65,57 μL) BEHP. Te dvije smijese su pomiješane i stavljene u ultrazvučnu kupelj. Dobro izmiješane smjese ostavljene su u kalupu 48 sati. Nakon stajanja, dobivena želatinozna membrana, izrezana je pomoću kalupa u koncentrične krugove.

3.5. Postupak

Cijeli eksperiment izveden je pri standardnim uvjetima pomoću već navedenog titracijskog aparata i magnetske miješalice.

Standardizacija titranta

Prvo je određena točna koncentracija titranta, SDS, pomoću standardne otopine poznate koncentracije, c(CPC)= 3,9143 x 10^{-3} mol/L. U daljnjem eksperimentu otopina CPC se koristila kao standardni dodatak, te su izvedene dvije potenciometrijske titracije otopine kationskog tenzida, CPC, sa anionskim, SDS.

Titracija realnog uzorka

Izvedeno je 5 titracijskihmjerenja čistog uzorka Octenisept®, V= 1,0 mL i destilirane vode, V(H_2O)= 20 mL sa otopinom SDS poznate koncentracije pri pH≈6. Ukupni volumen analita iznosio je V= 21,0 mL. Nakon toga izvedeno je jošdodatnih 5 titracijskih mjerenja čistog uzorka Octenisept®, V(uzorak)= 0,3 mL i destilirane vode, V(H_2O)= 20 mL sa otopinom SDS-a poznate koncentracije pri pH=4,9. Ukupni volumen analita iznosio je V= 20,3 mL.

Metoda standardnog dodatka

Na kraju su izvedene još dvije potenciometrijske titracije gdje se kao analit koristio uzorak Octenisept®uz dodatak određenog volumena CPC kao standardni dodatak i SDS kao titrant. Ukupni volumen analita iznosio je V=20,6 mL.

Nakon obrade i analize dobivenih rezultata, izračunata je koncentracija CAPB u dezinfekcijsko sredstvu Octenisept®.

4. Rezultati i rasprava

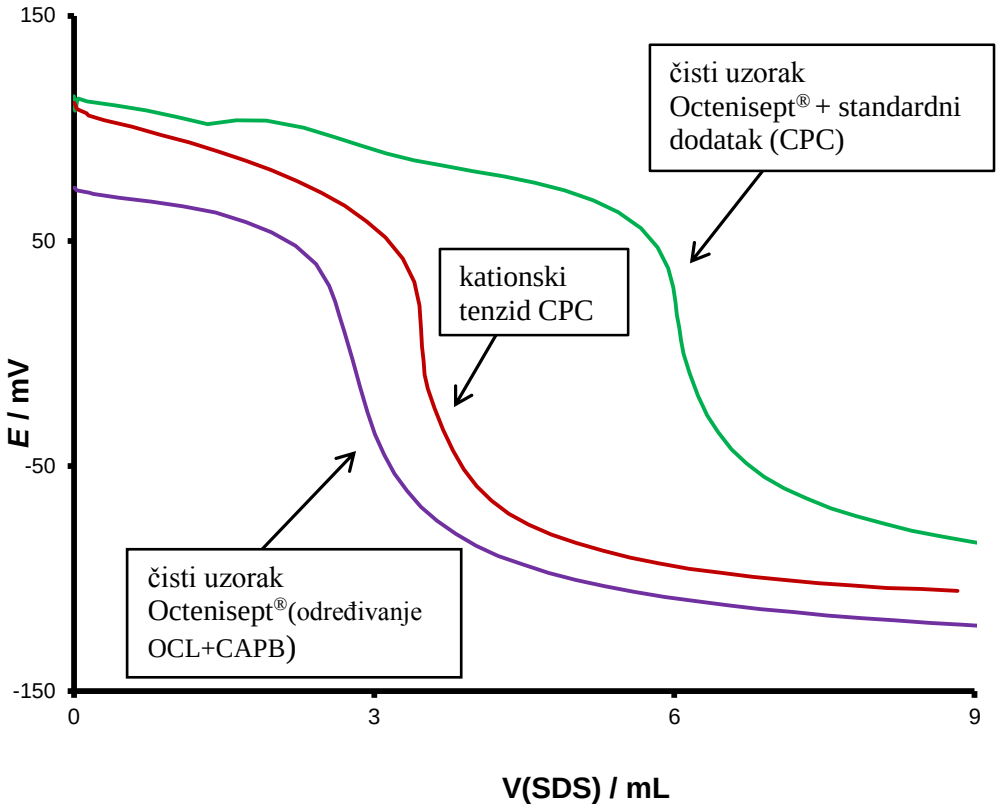
4.1. Potenciometrijsko određivanje ukupne koncentracije prisutnih tenzidau čistom uzorku sa otopinom anionskog tenzida SDS

Realni uzorak korišten za određivanje koncentracije tenzida bila je otopina Octenisept® koja sadrži 0,1 g OCL i 1,00 g CAPB u 100 mL svoje otopine. Izvedeno je pet titracijskih mjerenja čistog uzorka sa SDS (3,4286 x 10^{-4} mol/L) pri pH=4,9 gdje CAPB ima kationski karakter. U Tablici 2. prikazani su rezultati utroška volumena SDS (3,4286 x 10^{-4} mol/L) za svih pet mjerenja. Srednja vrijednost volumena iznosila je (SDS/čisti uzorak)= 2,7876 mL. Dakle, volumen SDS koji je potreban da bi se u reakciji dosegla točka ekvivalencije je 2,7876 mL.

Tablica 2. Prikaz utroška SDS (V/ mL) kod potenciometrijske titracije čistog uzorka sa otopinom SDS (3,4286 x 10^{-4} mol/L) pri pH=4,9, srednja vrijednost volumena svih iz 5 mjerenja, standardna devijacija iz dobivenih rezultata i RSD (%).

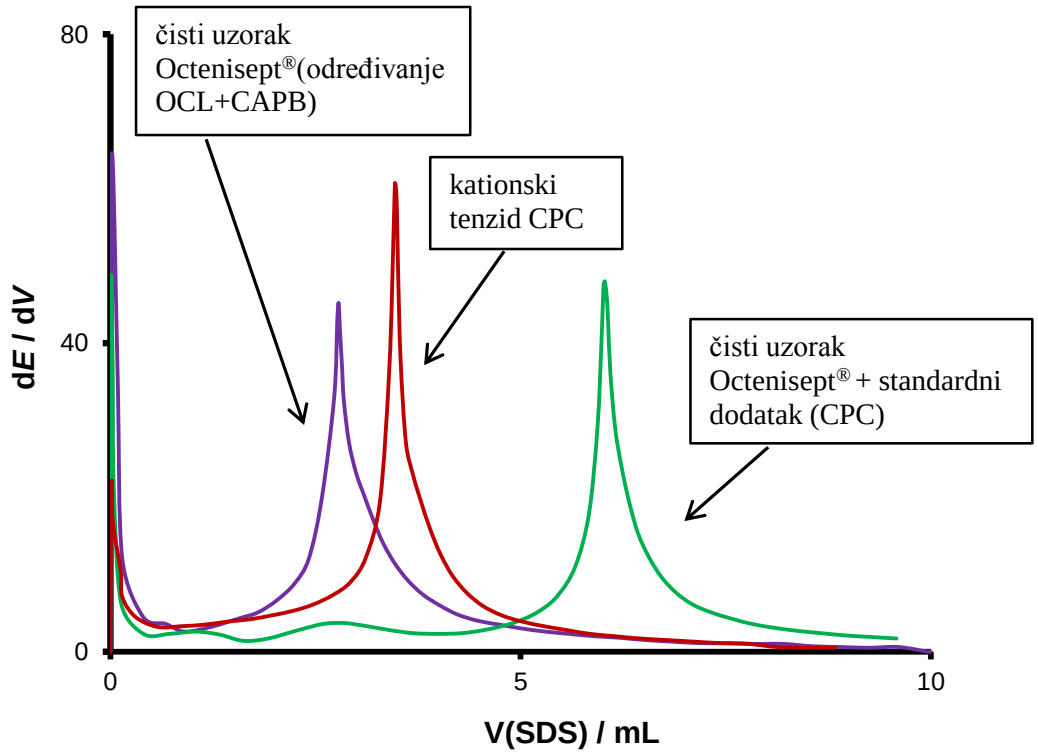
Mjerenja	**SDS c / (*mol/L*)**	**Octenisept® V / *mL***	**H_2O V / *mL***	**$V(SDS)_{utrošen}$/*mL***
1	3,4286 x 10^{-4}	0,3	20	2,863
2	3,4286 x 10^{-4}	0,3	20	2,7815
3	3,4286 x 10^{-4}	0,3	20	2,78
4	3,4286 x 10^{-4}	0,3	20	2,781
5	3,4286 x 10^{-4}	0,3	20	2,808
			SREDNJA VRIJEDNOST	**2,7876**
			STANDARDNA DEVIJACIJA (SD)	**0,03571**
			RSD (%)	**1,2809**

Na Slici 14. prikazana je titracijska krivulja (ljubičasto) čistog uzorka sa anionskim SDS (3,4286 x 10^{-4} mol/L) pri sniženom pH=4,9 gdje se CAPB ponaša kao kationski tenzid.



Slika 14. Titracijske krivulje ovisnosti elektromotorne sile o volumenu dodanog SDS (3,4286 x 10^{-4} mol/L) za određivanje čistog uzorka (Octenisept®), čistog kationskog tenzida CPC (3,9143 x 10^{-3} mol/L) te standardnog dodatka (Octenisept® + CPC (3,9143 x 10^{-3} mol/L)) pri pH 4,9.

Pomoću dobivenog volumena SDS (3,4286 x 10^{-4} mol/L) izračunata je ukupna množina tenzida u čistom uzorku a ona je iznosila, n(OCL+CAPB)= 9,5555 x 10^{-7} mol. Iz množine i volumena uzorka dobivena je koncentracija tenzida u 0,3 mL uzorka, c(OCL+CAPB/čisti uzorak)= 3,1851 x 10^{-3} mol/L. Prva derivacija (*dE/dV*) za određivanje točke ekvivalencije ove potenciometrijske titracije prikazana je na Slici 14. ljubičastom bojom.



Slika 15. Prva derivacija titracijskih krivulja (Slika 14)

4.2. Potenciomentijsko određivanje koncentracije kationskog tenzida CPC sa anionskim tenzidom SDS

U Tablici 3. vidljivi su rezultati utrošenog volumena SDS prilikom titracije sa čistim kationskim tenzidom, CPC. Volumen CPC iznosio je V(CPC)= 0,3 mL, a izvršena su dva mjerenja. Srednja vrijednost utrošenog volumena SDS u točki ekvivalencije iznosi, $\bar{V}$(SDS/titracija CPC)= 3,425 mL. Nakon izračuna dobivena je množina standardnog dodatka CPC, n(CPC)= 1,1743 x 10^{-6} mol i njegova točna koncentracija c(CPC)= 3,9143 x 10^{-3} mol/L.

Tablica 3. Utrošak volumena SDS (3,4286 x 10^{-4} mol/L), za dva titracijska mjerenja otopine CPC; i srednja vrijednost dobivenih rezultata

Mjerenja	**SDS** **c / (*moldm*$^{-3}$)**	**CPC** **V / *mL***	**H_2O** **V / *mL***	**$V(SDS)_{utrošen}$/*mL***
1	3,4286 x 10^{-4}	0,3	20	3,382
2	3,4286 x 10^{-4}	0,3	20	3,468
			SREDNJA VRIJEDNOST	3,425

Titracijska krivulja otopine kationskog tenzida CPC sa anionskim tenzidom SDS (3,4286 x 10^{-4} mol/L) prikazana je na Slici 14. crvenom bojom za dva mjerenja. Crvena krivulja na Slici 15. predstavlja prvu derivaciju (*dE/dV*) za određivanje točke ekvivalencije ove potenciometrijske titracije.

4.3. Potenciometrijsko određivanje koncentracije prisutnih tenzida učistom uzorku uz standardni dodatak CPC sa SDS kao titrant

Nakon pojedinačnih potenciometrijskih titracija čistog uzorka i CPC, izvedena je i potenciometrijska titracija čistog uzorka koji sadrži OCL i CAPB uz dodatak CPC kao standardni dodatak. U Tablici 4. vidimo rezultate volumena SDS koji je tada utrošen da bi se postigla točka ekvivalencije. Izvedena su dva mjerenja a srednja vrijednost utrošenog volumena SDS iznosila je, $\bar{V}$(SDS/čisti uzorak+CPC)= 6,0412 mL, što približno odgovara zbroju volumena utrošenog SDS prilikom titracije čistog uzorka i utrošenog volumena SDS prilikom titracije čistog CPC.

Tablica 4. Titracijski parametri sa srednjom vrijednosti za titracije otopine čisti uzorak Octenisept®+standardni dodatak sa otopinom SDS (3,4286 x 10^{-4} mol/L), pH 4,9

Mjerenja	**SDS** **c / (*moldm*$^{-3}$)**	**Octenisept® + standardni dodatak** **V / *mL***	**H_2O** **V / *mL***	**$V(SDS)_{utrošen}$/*mL***
1	3,4286 x 10^{-4}	0,3 + 0,3	20	6,0255
2	3,4286 x 10^{-4}	0,3 + 0,3	20	6,057
			SREDNJA VRIJEDNOST	6,0412

Titracijska krivulja potenciometrijske titracije čistog uzorka uz standardni dodatak sa SDS prikazane su zeleno na Slici 14., gdje je vidljivo da je srednja vrijednost volumena u točki ekvivalencije tih dviju krivulja zapravo zbroj srednje vrijednosti volumena u točki ekvivalencije ljubičaste krivulje (titracija čistog uzorka pri pH 4,9 otopinom SDS, c= 3,4286 x 10^{-4} mol/L) sa srednjom vrijednosti volumena u točki ekvivalencije crvene krivulje (titracija kationskog tenzida CPC, c= 3,9143 x 10^{-3} mol/L, s otopinom SDS, c= 3,4286 x 10^{-4} mol/L, što odgovara očekivanim rezultatima. Ukupna množina tenzida uz standardni dodatak iznosi, n(čisti uzorak+CPC)= 2,13006 x 10^{-6} mol, a koncentracija, c(čisti uzorak+CPC)= 3,5501 x 10^{-3} mol/L. Za ovu potenciometrijsku titraciju prva derivacija (*dE/dV*) prikazana je na Slici 15. zelenom bojom.

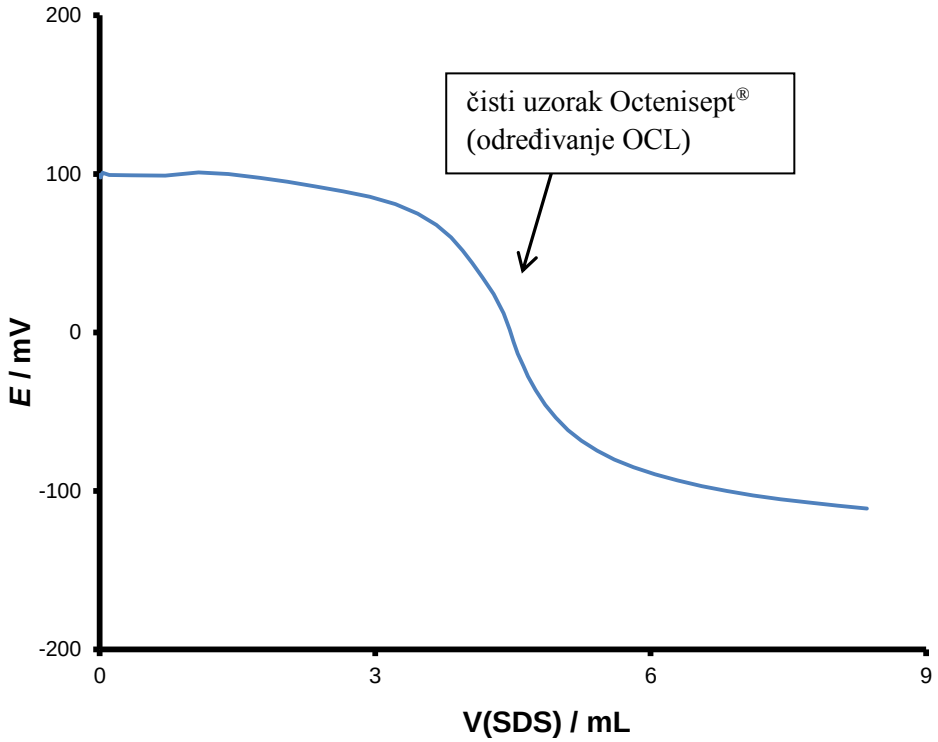
4.4. Potenciometrijsko određivanje koncentracije kationskog tenzida OCL u čistom uzorku sa otopinom anionskog tenzida SDS

Izvedeno je pet titracijskih mjerenja čistog uzorka volumena V(uzorak)= 1,0 mL sa SDS (3,4286 x 10^{-4} mol/L) pri pH≈6. U Tablici 5. prikazani su rezultati utroška volumena SDS za svih pet mjerenja. Srednja vrijednost utrošenog volumena iznosila je $\bar{V}$(SDS/čisti uzorak)= 4,5132mL.

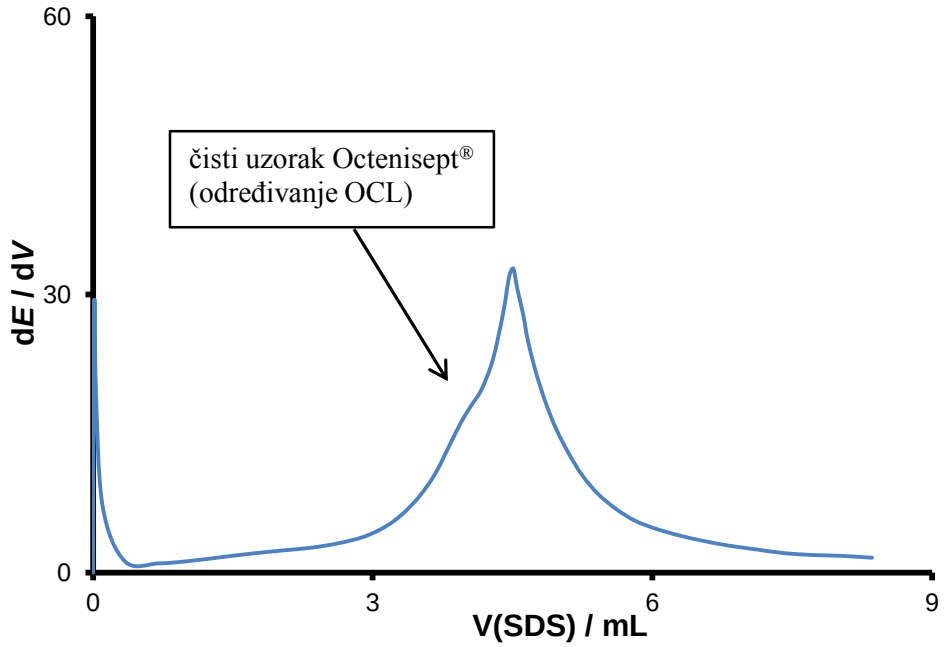
Tablica 5. Titracijski parametri sa statistikom za pet titracija otopine uzorka (Octenisept®) sa otopinom SDS (3,4286 x 10^{-4} mol/L), pH≈6.

Mjerenja	**SDS** **c / (*mol/L*)**	**Octenisept®** **V / *mL***	**H_2O** **V / *mL***	**$V(SDS)_{utrošen}$/*mL***
1	3,4286 x 10^{-4}	1,0	20	4,501
2	3,4286 x 10^{-4}	1,0	20	4,5295
3	3,4286 x 10^{-4}	1,0	20	4,508
4	3,4286 x 10^{-4}	1,0	20	4,5025
5	3,4286 x 10^{-4}	1,0	20	4,525
			SREDNJA VRIJEDNOST	**2,7876**
			STANDARDNA DEVIJACIJA (SD)	**0,03571**
			RSD (%)	**1,2809**

Nakon dobivenih rezultata, izračunata je množina OCL, n(OCL)= 1,5474 x 10^{-6} mol. Koncentracija OCL u 1,0 mL uzorka iznosila je, c(OCL)= 1,5474 x 10^{-3} mol/L. Na Slici 16. vidljiva je titracijska krivulja potenciometrijske titracije čistog uzorka pri pH≈6 sa otopinom SDS (3,4286 x 10^{-4} mol/L). Za ovu potenciometrijsku titraciju prva derivacija *(dE/dV)* prikazana je na Slici 17.



Slika 16. Titracijska krivulja otopine čistog uzorak Octenisept sa anionskim tenzidom, SDS (3,4286 x 10^{-4} mol/L), pH≈6



Slika 17.Prva derivacija titracijske krivulje (Slika 16)

4.5. Određivanje koncentracije amfolitskog tenzida CAPB u realnom uzorku Octenisept®

Iz dobivenih rezultata dosadašnjih mjerenja, izračunata je množina i koncentracija amfolitskog tenzida CAPB. Ukupna množina u 0,3 mL svih tenzida prisutnih u realnom uzorku iznosila je, n(OCL+CAPB)= 9,5555 x 10^{-7} mol. Prema tome, u 1,0 mL uzorka, množina tenzida iznosila je, n(OCL+CAPB)= 3,1861 x 10^{-6} mol. Množina OCL u 1,0 mL čistog uzorka iznosila je, n(OCL)= 1,5474 x 10^{-6} mol. Iz izraza u kojem vrijedi da je n(OCL +CAPB)= n(OCL) + n(CAPB) dobivena je množina čistog CAPB u 1,0 mL uzorka, n(CAPB)= 1,6387 x 10^{-6} mol. Koncentracija CAPB iznosila je, c(CAPB)= 1,6387 x 10^{-3} mol/L. U Tablici 6. prikazani su konačni rezultati množina tenzida u realnom uzorku Octenisept®.

Tablica 6. Prikaz dobivenih rezultata množina,mase i udjela prisutnih tenzida u 1,0 mL realnog uzorka Octenisept®

Octenisept®, V=1,0 mL	
n (OCL + CAPB)/ *mol*	$3{,}1861 \times 10^{-6}$
n(OCL) / *mol*	$1{,}5474 \times 10^{-6}$
m(OCL) / g	$9{,}6533 \times 10^{-4}$
n(CAPB) / *mol*	$1{,}6387 \times 10^{-6}$
m(CAPB) / *g*	$5{,}6127 \times 10^{-4}$
%(OCL) u uzorku	0,096
%(CAPB)u uzorku	0,056

5. Zaključak

Na temelju izvedenog eksperimenta i dobivenih rezultata utvrđena je točna koncentracija kationskog tenzida, OCL – c(OCL)= 1,5474 x 10^{-3} mol/L. (0,096 %) i amfolitskog tenzida, CAPB – c(CAPB)= 1,6387 x 10^{-3} mol/L (0,056 %); a koji se nalazi u uzorku Octenisept®.

Snižavanjem pH na 4,9 moguće je odrediti koncentraciju svih prisutnih tenzida u kationskom obliku (kationskog - OCL i amfolitskog - CAPB), dok se bez podešavnaja pH može odrediti koncentracija samo kationskog tenzida. Iz razlike moguće je izračunati koncentraciju amfolitskog tenzida, CAPB.

Metoda standardnog dodatka pokazala je da nema naknadnih utjecaja i interferencija na mjerenja realnog uzorka Octenisept..

Na temelju dobivenih rezultata zaključeno je da se direktnom potenciometrijom uz ionsko-selektivne elektrode može odrediti točna koncentracija kationskih i amfolitskih tenzida u komercijalnom uzorku za dezinfekciju rana.

6. Popis literature

1. M. Sak-Bosnar, *Odabrana poglavlja analitičke kemije,* http://kemija.unios.hr/nastava/nastavni_materijali/odabrana_poglavlja_analiticke%20kemije/ODABRANA_POGLAVLJA_ANALITICKE_KEMIJE.ppt (15.08.2015.)
2. T. Ivanković, J. Hrenović, *Surfactants in the environment,* Arhiv za higijenu rada i toksikologiju, 61, 2010, str. 95–110
3. M. Sak-Bosnar, D. Madunić-Čačić, N. Sakač, O. Galović, M. Samardžić, Z. Grabarić, *Potentiometric sensor for polyethoxylated nonionic surfactant determination*, Electrochimica Acta, 55, 2009, str. 528-534
4. D. A. Skoog, D. M. West, F. J. Holler, Osnove analitičke kemije, Školska knjiga, Zagreb, 1999.
5. D. Madunić-Čačić, M. Sak-Bosnar, R. Matešić-Puač, M. Samardžić, *Potentiometric determination of anionic surfactants in formulations containing cocoamidopropyl betaine,* International Journal ofElectrochemical Science, 7, 2012, str. 875-885
6. M. Gradinac, *Oktenidin dihidroklorid- novi topnički antimikrobni agens za dezinfekciju rana*, Medix, 16, 2010, str. 206-208

Internet stranice:

7. http://www.enciklopedija.hr/natuknica.aspx?ID=60824 (15.08.2015.)
8. http://glossary.periodni.com/glosar.php?hr=ion+selektivne+elektrode (27.08.2015.)
9. http://www.hannainst.hr/hr/ise-eng-2 (27.08.2015.)
10. http://www.oktal-pharma.hr/hr/zastupstva/proizvod/147/ (16.08.2015.)
11. http://www.ewg.org/skindeep/ingredient/701520/COCAMIDOPROPYL_BETAINE/ (16.08.2015.)