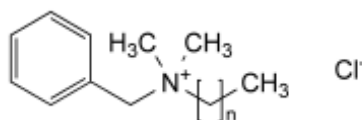


04/2009:0372

BENZALKONII CHLORIDUM

Benzalkónium-klorid



[8001-54-5]

DEFINÍCIÓ

Alkilbenzildimetilammónium-kloridok keveréke; az összetevők alkilcsoportjai túlnyomórészt C₁₂, C₁₄ és C₁₆ szénláncok.

Tartalom: 95,0–104,0% alkilbenzildimetilammónium-klorid, vízmentes anyagra és átlagos relatív molekulatömeeggel számolva (lásd Vizsgálatok).

SAJÁTSÁGOK

Küllem: fehér vagy sárgásfehér por, illetve kocsonyás, sárgásfehér darabok; nedvszívó. Melegítve átlátszó tömeggé olvad.

Oldékonyság: vízben és etanolban (96%) nagyon bőségesen oldódik. Vizes oldata rázáskor erősen habzik.

AZONOSÍTÁS

Első azonosítás: B, E.

Második azonosítás: A, C, D, E.

A. Ultraibolya és látható abszorpciós spektrofotometria (2.2.25).

Vizsgálati oldat. 80 mg anyagot R vízzel 100,0 ml-re oldunk.

Hullámhossztartomány: 220–350 nm.

Abszorpciós maximumok: 257, 263 és 269 nm-en.

Váll: kb. 250 nm-en.

- B. Az "Átlagos relatív molekulatömeg és alkilkomponens-arány" vizsgálat során kapott kromatogramokat értékeljük.

Értékelés: a vizsgálati oldat kromatogramján megjelenő főcsúcsok – retenciós idejüket tekintve – egyezzenek meg az összehasonlító oldat kromatogramján látható főcsúcsokkal.

- C. 2 ml S oldathoz (lásd Vizsgálatok) 0,1 ml *R tömény ecetsavat* elegyítünk. Az elegyhez 1 ml *R nátrium-[tetrafenil-borát]-oldatot* csepegtetünk. Fehér csapadék válik le. A csapadékot megszűrjük, majd 1 ml *R acetone* és 5 ml *R etanol (96%)* elegyében, legfeljebb 70 °C-ra melegítve, oldjuk. A meleg oldathoz enyhe opaleszcencia megjelenéséig *R vizet* csepegtetünk, majd óvatosan addig melegítjük az oldatot, míg kitisztul. A lehűlt oldatból kiváló fehér kristályokat kiszűrjük, 3×10 ml *R vízzel* mossuk, és vákuumban *R foszfor(V)-oxid* vagy *R vízmentes szilikagél* felett, 50 °C-ot meg nem haladó hőmérsékleten megszárítjuk. A kristályok olvadáspontja (2.2.14): 127–133 °C.
- D. 5 ml *R hígított nátrium-hidroxid-oldathoz* 0,1 ml *RI brómfenolkék-oldatot* és 5 ml *R diklórmétánt* adunk. Összerázás után a diklórmétános fázis szintelen marad. 0,1 ml S oldat hozzáadása, majd újabb összerázás után a diklórmétános fázis megkékül.
- E. 2 ml S oldatot 1 ml *R hígított salétromsavval* elegyítünk; a leváló fehér csapadék 5 ml *R etanol (96%)* hozzáadására feloldódik. Az így nyert oldattal elvégezve a kloridion *a*) pont szerinti azonossági reakcióját (2.3.1) az előírt változás észlelhető.

VIZSGÁLATOK

S oldat. 1,0 g anyagot *R szén-dioxid-mentes vízzel* 100 ml-re oldunk.

Az oldat külleme. Az S oldat tiszta legyen (2.2.1). Színe nem lehet erősebb, mint az S₆ szín-mértékoldaté (2.2.2, II. módszer).

Savasság, lúgosság. Az S oldat 50 ml-éhez 0,1 ml *R brómkrezolbíbor-oldatot* adunk. Az indikátor színének megváltozásához legfeljebb 0,1 ml 0,1 M sósav-mérőoldat vagy 0,1 M nátrium-hidroxid-mérőoldat fogyhat.

Átlagos relatív molekulatömeg és alkilkomponens-arány.

Folyadékkromatográfia (2.2.29).

Vizsgálati oldat. 0,400 g vizsgálandó anyagot *R vízzel* 100,0 ml-re oldunk.

Összehasonlító oldat. 40 mg CRS rendszeralkalmassági vizsgálatra szánt benzalkónium-kloridot *R vízzel* 10,0 ml-re oldunk.

Oszlop:

- méretei: $l = 0,25$ m, $\varnothing = 4,6$ mm;
- állófázis: *R* kromatográfiás célra szánt, utókezelt, cianopropilszililezett szilikagél (5 μ m).

Mozgófázis: *R* acetonitril 45 térfogatrészét *R* nátrium-acetát 13,6 g/l töménységű – *R* tömény ecetsavval előzetesen pH 5,0-re beállított – oldatának 55 térfogatrészével elegyítjük.

Áramlási sebesség: 2,0 ml/perc.

Detektálás: spektrofotométerrel, 254 nm-en.

Injektálás: 10 μ l.

Homológok azonosítása: a C_{12} , C_{14} és C_{16} homológok azonosítására a CRS rendszeralkalmassági vizsgálatra szánt benzalkónium-kloridhoz mellékelt kromatogramot és az összehasonlító oldat kromatogramját használjuk.

Relatív retenciók a C_{12} homológra (retenciósideje kb. 6 perc) vonatkoztatva: C_{14} homológ kb. 1,1; C_{16} homológ kb. 1,3.

Rendszeralkalmasság: összehasonlító oldat:

- csúcsfelbontás: legalább 1,5, a C_{12} és a C_{14} homológ között.

A minta átlagos relatív molekulatömegét az egyes homológokra vonatkozó értékek összegezésével számoljuk ki, a következő kifejezést alkalmazva:

$$W \frac{A}{B},$$

ahol

A = az adott homológ csúcsterülete a vizsgálati oldat kromatogramján;

B = az egyes homológok csúcsterületének összege a vizsgálati oldat kromatogramján;

W = az adott homológ relatív molekulatömege a C_{12} , C_{14} , ill. C_{16} homológra, sorrendben: 340, 368, ill. 396.

Az egyes homológok százalékos mennyiségét a következő kifejezést alkalmazva számoljuk ki:

$$100 \frac{C}{D},$$

ahol

- C = az adott homológ relatív molekulatömegének és a vizsgálati oldat kromatogramján megjelenő, megfelelő csúcsterületnek a szorzata;
 D = valamennyi meghatározott homológ C -értékének összege.

Követelmények:

- C_{12} homológ: legalább 40%.
- C_{14} homológ: legalább 20%.
- C_{12} és C_{14} homológ összege: legalább 70%.

A-, B- és C-szennyező. Folyadékkromatográfia (2.2.29). Az oldatokat közvetlenül felhasználás előtt készítjük.

Vizsgálati oldat. 0,50 g vizsgálandó anyagot *RI metanollal* 10,0 ml-re oldunk.

Összehasonlító oldat (a). 25,0 mg *CRS benzilalkoholt* (A-szennyező) *RI metanollal* 100,0 ml-re oldunk.

Összehasonlító oldat (b). 75,0 mg *CRS benzaldehidet* (B-szennyező) *RI metanollal* 100,0 ml-re oldunk. Az oldat 1,0 ml-ét *RI metanollal* 10,0 ml-re hígítjuk.

Összehasonlító oldat (c). 1,0 ml *a)* összehasonlító oldatot *RI metanollal* 10,0 ml-re hígítunk.

Oszlop:

- *méretei:* $l = 0,15$ m, $\varnothing = 4,6$ mm;
- *állófázis:* *R kromatográfiás célra szánt, utókezelt, oktadecilszililezett szilikagél* (5 μ m);
- *hőmérséklet:* 30 °C.

Mozgófázis:

- *A-mozgófázis:* 1,09 g *R nátrium-hexánszulfonátot* és 6,9 g *R nátrium-dihidrogén-foszfát-monohidrátot* *R vízben* oldunk; az oldatot *R tömény foszforsavval* pH 3,5-re állítjuk be, majd *R vízzel* 1000,0 ml-re hígítjuk;
- *B-mozgófázis:* *RI metanol*;

Idő (perc)	A-mozgófázis (%V/V)	B-mozgófázis (%V/V)
0 – 10	80	20
10 – 14	80 → 50	20 → 50
14 – 35	50	50
35 – 36	50 → 20	50 → 80

36 – 55	20	80
55 – 56	20 → 80	80 → 20
56 – 65	80	20

Áramlási sebesség: 1,0 ml/perc.

Detektálás: spektrofotométerrel; A- és C-szennyező 210 nm-en, B-szennyező 257 nm-en.

Injektálás: 20 µl.

Relatív retenciók az A-szennyezőre (retenció ideje kb. 10 perc) vonatkoztatva: B-szennyező kb. 1,3; C-szennyező kb. 2,4.

Rendszeralkalmasság: 210 nm-en:

- *jel/zaj viszony:* legalább 10, a *c)* összehasonlító oldat kromatogramján megjelenő főcsúcsra számolva;
- *szimmetriafaktor:* legalább 0,6, az *a)* összehasonlító oldat kromatogramján megjelenő A-szennyezőre vonatkozóan.

Követelmények:

- *korrekciós faktor:* a C-szennyező mennyiségének kiszámításához a megfelelő csúcsterületet 0,7-del szorozzuk;
- *A-szennyező:* csúcsterülete nem lehet nagyobb, mint az *a)* összehasonlító oldat kromatogramján a megfelelő csúcs területe (0,5%);
- *B-szennyező:* csúcsterülete nem lehet nagyobb, mint a *b)* összehasonlító oldat kromatogramján a megfelelő csúcs területe (0,15%);
- *C-szennyező:* csúcsterülete nem lehet nagyobb, mint az *a)* összehasonlító oldat kromatogramján megjelenő főcsúcs területének tizedrésze (0,05%).

Aminok és amin-sók. 5,0 g anyagot 3 térfogatrész 1 M sósav-mérőoldat és 97 térfogatrész R metanol elegyének 20 ml-ében melegítéssel oldunk. Az oldathoz 100 ml R 2-propanolt elegyítünk. Az így nyert oldatba lassú áramoltatással R nitrogént vezetünk. Ezután kis részletekben 12,0 ml 0,1 M tetrabutilammónium-hidroxid-mérőoldatot adagolunk az oldathoz, és felvesszük a potenciometriás titrálási görbét (2.2.20). Amennyiben a görbén két inflexiós pont található, a két inflexiós pont közti fogyás legfeljebb 5,0 ml lehet. Ha a görbén nem található inflexiós pont, az anyag nem felel meg a vizsgálat követelményeinek. Ha a görbén egy inflexiós pont található, a vizsgálatot meg kell ismételni, azzal a különbséggel, hogy a titrálás előtt R dimetil-decil-amin R 2-propanollal készült oldatának (25,0 g/l) 3,0 ml-ét adjuk az oldathoz. Ha a 12,0 ml mérőoldat hozzáadása után ez esetben is csak egy inflexiós pont található, az anyag nem felel meg a vizsgálat követelményeinek.

Víztartalom (2.5.12): legfeljebb 10%. Az anyag 0,300 g-ját vizsgáljuk.

Szulfáthamu (2.4.14): legfeljebb 0,1%. Az anyag 1,0 g-ját vizsgáljuk.

TARTALMI MEGHATÁROZÁS

Az anyag 2,00 g-ját *R* vízzel 100,0 ml-re oldjuk. Az oldat 25,0 ml-ét rázótolcsérbe mérjük, hozzáadunk 25 ml *R* diklórmétánt, 10 ml 0,1 M nátrium-hidroxid-oldatot és *R* kálium-jodid frissen készített oldatából (50 g/l) 10,0 ml-t, majd a rázótolcsér tartalmát alaposan összerázzuk. Szétválás után a diklórmétános fázist elöntjük. A vizes fázist 3×10 ml *R* diklórmétánnal kirázzuk; a diklórmétános fázisokat elöntjük. A vizes fázist 40 ml *R* tömény sósavval elegyítjük. A lehűlt oldatot 0,05 M kálium-jodát-mérőoldattal addig titráljuk, míg az oldat mélybarna színe csaknem eltűnik. Ekkor 5 ml *R* diklórmétánt adunk az oldathoz, és a titrálást erőteljes rázogatózás közben addig folytatjuk, míg a diklórmétános fázis színe már nem változik. Üres kísérletet is végzünk: olyan elegyet titrálunk, amelyet *R* kálium-jodid frissen készített oldatának (50 g/l) 10,0 ml-éből, 20 ml *R* vízből és 40 ml *R* tömény sósavból készítettünk.

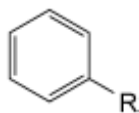
1 ml 0,05 M kálium-jodát-mérőoldattal $\frac{x}{10}$ mg benzalkónium-klorid egyenértékű, ahol *x* a minta átlagos relatív molekulatömege.

ELTARTÁS

Légmentesen záró tartályban.

SZENNYEZŐK

Egyedi határértékhez kötött (specifikált) szennyezők: A, B, C.



- A. R = CH₂OH: benzilalkohol,
- B. R = CHO: benzaldehid,
- C. R = CH₂Cl: (klórmétil)benzol.