

# Исследование строения химических соединений, методы анализа и контроль производства

© Коллектив авторов, 2010

С. А. Кедик<sup>1</sup>, О. А. Бочарова<sup>1</sup>, Ха Кам Ань<sup>1</sup>, А. В. Панов<sup>2</sup>, И. П. Седишев<sup>2</sup>,  
Е. С. Жаворонок<sup>3</sup>, Г. И. Тимофеева<sup>4</sup>, В. В. Суслов<sup>5</sup>, С. Г. Бексаев<sup>6</sup>

## СТРУКТУРА И МОЛЕКУЛЯРНО-МАССОВЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ГИДРОХЛОРИДОВ ОЛИГОГЕКСАМЕТИЛЕНГУАНИДИНОВ

<sup>1</sup> Московская государственная академия тонкой химической технологии им. М. В. Ломоносова, Москва, Россия;

<sup>2</sup> Российский химико-технологический университет им. Д. И. Менделеева, Москва, Россия;

<sup>3</sup> Институт физической химии и электрохимии им. А. Н. Фрумкина РАН, Москва, Россия;

<sup>4</sup> Институт элементоорганических соединений им. А. Н. Несмеянова РАН, Москва, Россия;

<sup>5</sup> ООО "Дискавери Лаб", Москва, Россия;

<sup>6</sup> Гематологический научный центр РАМН, Москва, Россия

Методами ядерного магнитного резонанса <sup>13</sup>C, ультрацентрифугирования и капиллярной вискозиметрии исследованы образцы гидрохлоридов олигогексаметиленгуанидинов различной молекулярной массы, синтезированных из гексаметилендиамина и гуанидингидрохлорида.

**Ключевые слова:** олигогексаметиленгуанидин гидрохлорид, молекулярная масса, ЯМР <sup>13</sup>C, ультрацентрифугирование.

Олиго- и полимерные биоцидные материалы, в силу своей относительно невысокой токсичности и экологичности, приобретают все более широкое распространение в различных промышленных и бытовых областях [1, 2]. Среди таких материалов особый интерес вызывают полигуанидины — вещества, содержащие в своем составе гуанидиновые фрагменты. По свидетельству [3] полигуанидины значительно эффективнее четвертичных аммониевых соединений, производных фенола и хлорактивных дезинфицирующих препаратов, а, кроме того, стабильны, неагрессивны и не образуют токсичных продуктов деструкции. Трансфекционная активность гуанидинов, по сравнению с соответствующими аминами, почти в 20 раз выше [4]. Известные дезинфицирующие средства на основе полигуанидинов (например препарат альфадез [5, 6]) обладают антимикробной активностью в отношении различных грамотрицательных и грамположительных микроорганизмов, в том числе возбудителей туберкулеза, особо опасных инфекций (легионеллез), грибов рода *Candida* и дерматофитов, вирусов (в том числе полиомиелита, гепатита В и ВИЧ). При этом по параметрам острой токсичности они относятся к 3 классу умеренно опасных веществ, а при нанесении на кожу — к 4 классу мало опасных веществ [5, 6]. На основе полигуанидинов изготавливают дезинфицирующие средства различного назначения, в том числе дезинфицирующие салфетки [7], моющие растворы [5, 6], офтальмологические составы [8], покрытия с пролонгированными дезинфицирующими свойствами [9] и пр.

Полигуанидиновые препараты можно получать из различных мономеров и в различных формах. Так, в литературе, помимо полигексаметиленгуанидина [10–14], описываются полигексаметиленбигуанидины [15, 16], поли(N-винилгуанидин) [17], 1,1'-иминоди(октаметилен)дигуанидин [18] и др. С другой стороны, известны способы получения полигексаметиленгуанидингидрохлорида [3, 19, 20], фосфата полигексаметиленгуанидина [21], диглютамата, ацетата, бензоата, цитрата, олеата и других солей полигексаметиленгуанидина [20]. Эти соли обладают различной растворимостью в воде и органических растворителях, причем повышение их олеофильности позволяет вводить их в полимерные связующие [9].

Высокая эффективность действия наряду с невысокой токсичностью позволяет использовать полигексаметиленгуанидины в медицинской практике для лечения вирусных и инфекционных заболеваний. Однако информация о структуре и молекулярной массе полимера крайне ограничена, что затрудняет их характеристику и направленный выбор области применения. В связи с этим целью данной работы было определение химической структуры и молекулярно-массовых характеристик специально синтезированных образцов гидрохлорида олигогексаметиленгуанидина (ОГМГ) различной молекулярной массы и установление их корреляции с некоторыми физико-химическими свойствами.

## Экспериментальная часть

В качестве объектов исследования использовали образцы гидрохлоридов ОГМГ, синтезированных из гексаметилендиамина (Acros Organics, 99,5 %) и гуанидингидрохлорида (Acros Organics, 99 %).

**Методика синтеза образцов ОГМГ.** К 9,55 – 11,46 г (0,1 – 0,12 моль) гидрохлорида гуанидина (ГГ) при 160 °С и интенсивном перемешивании добавляли небольшими порциями 11,62 г (0,1 моль) гексаметилендиамина (ГМДА) в течение 30 мин. Значения соотношений реагентов и условия реакции для каждого образца приведены в табл. 1.

### Методики синтеза свидетелей

**Дигидрохлорид гексаметилендигуанидина (ГМДГ)** синтезировали по методике [20]. Выход после перекристаллизации из разбавленной HCl 90 %,  $T_{пл} = 174 - 175$  °С (лит. 174 – 176 °С [9]). Спектр  $^{13}\text{C}$  (150 МГц, D<sub>2</sub>O)  $\delta$ , м.д.: 27, 79 (2 С, с, CH<sub>2</sub> – 1,6), 30,24 (2 С, с, CH<sub>2</sub> – 2,5), 43,31 (2 С, с, CH<sub>2</sub> – 3,4), 158,92 (2 С, с, C<sub>гуан</sub>).

**Дигидрохлорид 1,6-бис-(N',N''-диэтилгуанидино)гексана (тетраэтилгексаметилендигуанидин ТЭГМДГ).** К раствору 13,22 г (0,1 моль) N,N'-диэтилтиомочевины (Fisher Scien. Co.) в 100 мл этанола добавляли 4,4 г (0,11 моль) гидроксида натрия и перемешивали до полного растворения (около 1 ч). К полученному раствору прикапывали 15,60 г (0,11 моль) йодметана при перемешивании и оставляли смесь на 1 сут при комнатной температуре. Фильтровали выпавший осадок соли. К фильтрату добавляли 5,81 г (0,05 моль) ГМДА, смесь кипятили с обратным холодильником в течение 5 ч, растворитель отгоняли, остаток перекристаллизовывали из разбавленной HCl. Выход 73 %.  $T_{пл} = 111 - 113$  °С. Спектр  $^{13}\text{C}$  (150 МГц, D<sub>2</sub>O)  $\delta$ , м.д.: 16,17 (2 С, с, CH<sub>3этил</sub>), 27, 79 (2 С, с, CH<sub>2</sub> – 1,6), 30,31 (2 С, с, CH<sub>2</sub> – 2,5), 36,66 (2 С, CH<sub>2этил</sub>), 43,44 (2 С, с, CH<sub>2</sub> – 3,4), 156,34 (2 С, с, C<sub>гуан</sub>).

Спектры  $^{13}\text{C}$  ЯМР регистрировали на спектрометре Bruker AV-600 с частотой на ядрах углерода 150 МГц, при температуре 303 К. С целью количественной оценки образцов ОГМГ их спектры регистрировали в режиме Inverse Gate, при котором происходит полное широкополосное подавление протонов и отсутствует ядерный эффект Оверхаузера. Поскольку на интегральную интенсивность сигналов также влияют релаксационные эффекты, задержка между импульсами по

правилу 5T<sub>1</sub> составляла 60 с. Количество сканированных — 200. В качестве внутреннего стандарта для отнесения пиков использовали DSS.

### Методика приготовления образцов гидрохлоридов ОГМГ для ЯМР.

В 5 мм ампулу для ЯМР последовательно переносили 200 мкл D<sub>2</sub>O, 300 мкл 50 % раствора гидрохлорида ОГМГ в H<sub>2</sub>O и 100 мкл 15 % водного раствора соляной кислоты и тщательно перемешивали. В случае появления осадка раствор нагревали до 70 °С до его полного исчезновения. Величина pH полученного раствора должна соответствовать кислой области.

Определение среднемассовых молекулярных масс проводили на аналитической ультрацентрифуге фирмы MOM (Венгрия) с использованием метода седиментационного равновесия Филлота-Свенссона. Растворитель 0,3 М NaCl, температура 298 К, скорость вращения ротора 50 000 об/мин (200 000 g). Расчет молекулярной массы  $M_w$  проводили по формуле:

$$M_w = \frac{Z}{C_x} \frac{RT}{(1 - \bar{V}\rho_0)\omega^2}, \quad (1)$$

где  $Z$  — высота градиентной кривой, см;  $C$  — концентрация раствора в диапазоне 0,8 – 2,0 г/дл;  $\bar{V} = 0,786$  см<sup>3</sup>/г — удельный парциальный объем олигомера в растворе;  $\rho_0 = 1,0096$  г/см<sup>3</sup> — плотность растворителя;  $\omega = 2\pi n/60$  — угловая скорость вращения ротора.

Характеристическую вязкость разбавленных растворов гидрохлоридов ОГМГ определяли методом капиллярной вискозиметрии на вискозиметре Уббелодде с диаметром капилляра 0,36 мм при постоянной температуре 25 °С. Измерения проводили в 0,03 М растворе хлорида натрия. Исходный раствор полимера с концентрацией 1 г/100мл последовательно разбавляли до концентраций 0,5, 0,25, 0,125 г/100 мл. По измеренным данным времени истечения растворов рассчитывали величины приведенной вязкости и экстраполяцией этих значений на нулевую концентрацию определяли характеристическую вязкость.

### Результаты и их обсуждение

В соответствии со схемой синтеза гидрохлорида ОГМГ из гексаметилендиамина и гуанидингидрохлорида, приведенной авторами [22], вследствие того, что гуанидин в этой реакции является трехфункциональ-

Таблица 1

#### Условия синтеза образцов ОГМГ

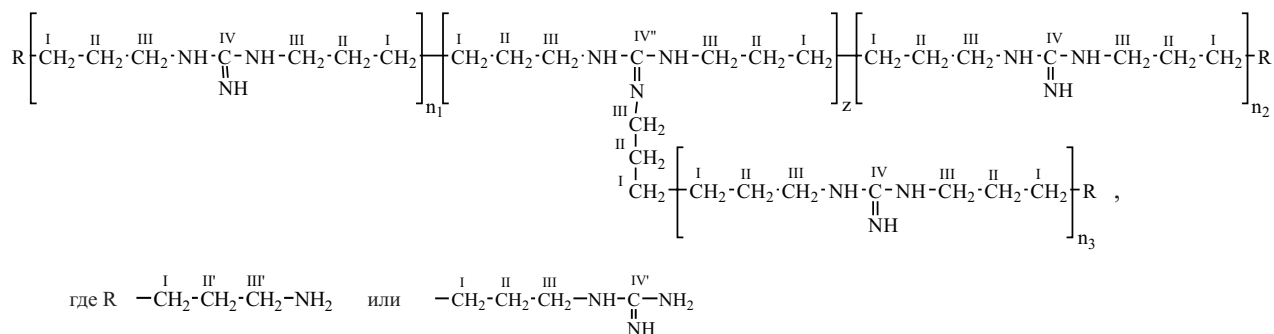
Образец	Мольное соотношение ГМДА/ГГ	Температура, °С	Время реакции, ч
1	1:1,00	180	5
2	1:1,05	230	3
3	1:1,10	180	5
4	1:1,10	230	10
5	1:1,15	230	10
6	1:1,20	200	12

Таблица 2

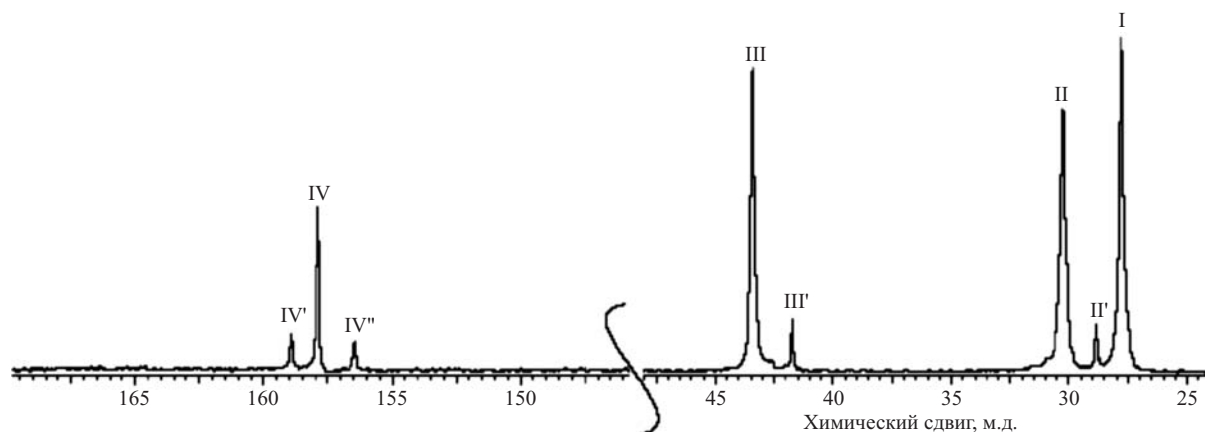
#### Отнесение сигналов в спектре $^{13}\text{C}$ ЯМР гидрохлорида ОГМГ

Атом углерода	Химический сдвиг, м.д.*	Атом углерода	Химический сдвиг, м.д.*
I	27,79	III	43,41
II'	28,83	IV''	156,47
II	30,24	IV	157,90
III'	41,74	IV'	158,92

\* Относительно DSS



**Рис. 1.** Общая химическая формула разветвленного ОГМГ, синтезированного на основе гексаметилендиамина и дигуанидидиамида гидрохлорида. Римскими цифрами I, II и III обозначены атомы углерода в неконцевых остатках гексаметилендиамина (внутри цепи), II' и III' — атомы углерода в концевой группе, заканчивающейся остатком гексаметилендиамина, а IV, IV' и IV'' соответственно атомы углерода гуанидинового остатка в неразветвленных фрагментах, концевых группах и точках разветвления.



**Рис. 2.** Типичный спектр ЯМР  $^{13}\text{C}$  гидрохлорида ОГМГ

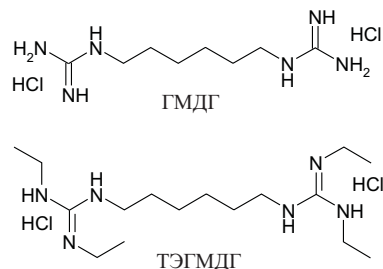
ным, возможно образование разветвленного продукта. Общая химическая формула разветвленного ОГМГ приведена на рис. 1.

На рис. 2 приведен типичный  $^{13}\text{C}$  ЯМР спектр образцов гидрохлоридов ОГМГ. Все спектры однотипны и имеют повторяющиеся группы сигналов в областях 27 – 31, 41 – 44 и 156 – 159 м.д. Отсутствие исходных соединений — гексаметилендиамина и гуанидина гидрохлорида — установлено по отсутствию их характерных сигналов в областях 27,23 и 160,22 м.д. соответственно, проявляющихся при добавлении указанных соединений к раствору ОГМГ.

По данным, приведенным в работе [8], проведено отнесение сигналов в спектре ЯМР  $^{13}\text{C}$  атомов углерода гексаметиленового фрагмента I, II, III, а также сигналов этого фрагмента в случае, когда он является концевым — II' и III'. Кроме того, проведено отнесение сигнала атома углерода IV дизамещенного гуанидинового фрагмента.

Однако, в области 156 – 159 м.д. наряду с основным сигналом атома углерода IV расположены 2 сигнала, относящиеся к атомам углерода моно- и тризамещенных гуанидиновых фрагментов, информация о спектральных характеристиках которых отсутствует в литературных источниках. Для отнесения этих сигналов

были синтезированы модельные соединения — дигидрохлорид ГМДГ и дигидрохлорид ТЭГМДГ.



На рис. 3 приведено сопоставление спектров ЯМР  $^{13}\text{C}$  гидрохлорида ОГМГ и модельных соединений, из которого видно, что сигнал при 158,92 м.д. соответствует атому углерода IV' монозамещенного (концевого) гуанидинового фрагмента, а сигнал при 156,47 м.д. — атому углерода IV'' тризамещенного (разветвленного) гуанидинового фрагмента.

В табл. 2 приведено полное отнесение сигналов в спектре  $^{13}\text{C}$  ЯМР гидрохлорида ОГМГ.

На основании сделанных отнесений можно определить некоторые структурные и молекулярно-массовые характеристики образцов гидрохлоридов ОГМГ. Обозначим соотношение концевых фрагментов остатка гексаметилендиамина и гуанидина величиной  $a$ . Согласно общей химической формуле ОГМГ (рис. 1), со-

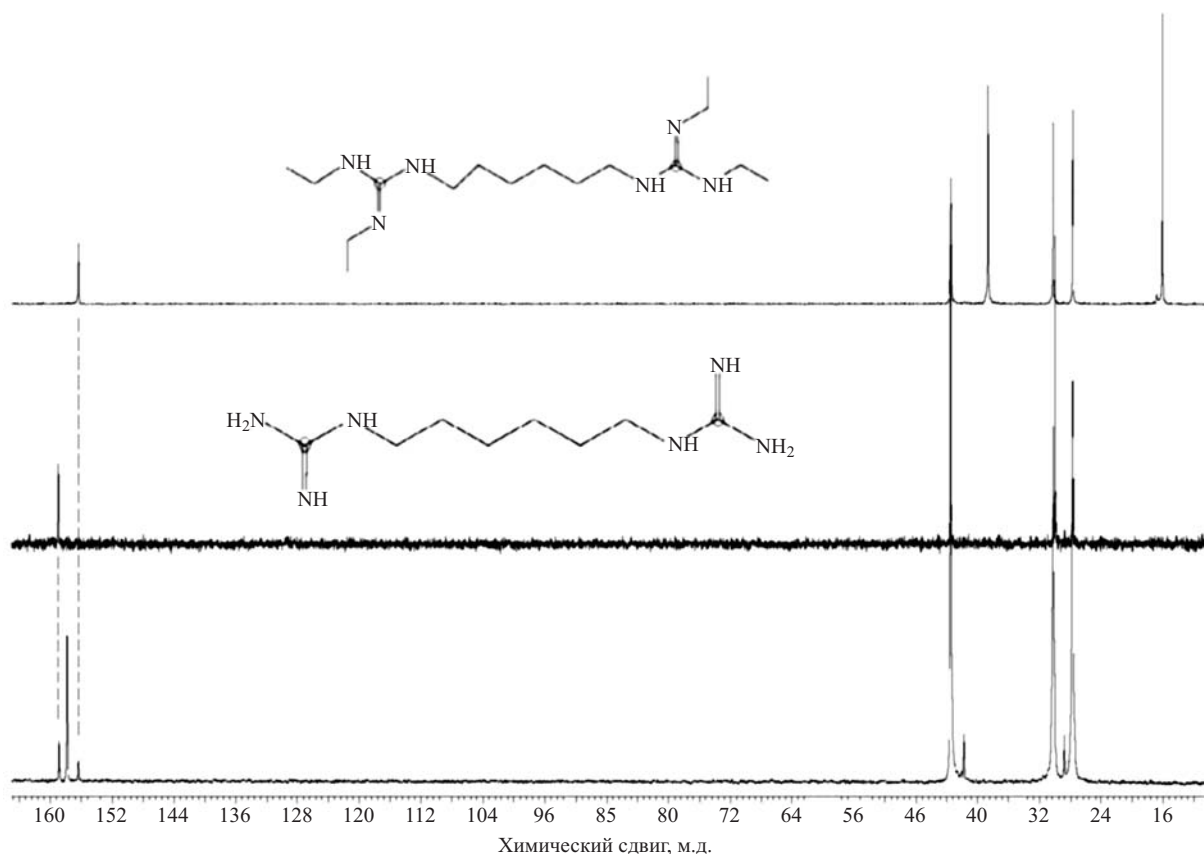


Рис. 3. Сопоставление спектра ОГМГ со спектрами модельных соединений.

отношение мольных количеств концевых фрагментов соответствует отношению площадей соответствующих пиков:

$$a = \frac{S_{III'}}{S_{IV'}} = \frac{[\text{ГМДА}]_{\text{конц}}}{[\text{гуан}]_{\text{конц}}}. \quad (2)$$

С другой стороны, в соответствии с рис. 1, суммарное мольное количество концевых фрагментов равно:

$$[\text{ГМДА}]_{\text{конц}} + [\text{гуан}]_{\text{конц}} = 2 + z. \quad (3)$$

На основании выражений (2) и (3) можно записать:

$$[\text{гуан}]_{\text{конц}} = \frac{2+z}{a+1}, \quad (4)$$

$$[\text{ГМДА}]_{\text{конц}} = a \frac{2+z}{a+1}. \quad (5)$$

Для определения величины  $z$  рассмотрим соотношение концевых и неконцевых фрагментов, обозначив его величиной  $b$ . Исходя из общей химической формулы ОГМГ (рис. 1), соотношение мольных количеств концевых групп и фрагментов полимерных звеньев соответствует отношению площадей пиков:

$$b = \frac{S_{III'} + S_{IV'}}{S_{III}} = \frac{2+z}{2n_1 + 2n_2 + 2zn_3 + 3z + \frac{2+z}{a+1}}. \quad (6)$$

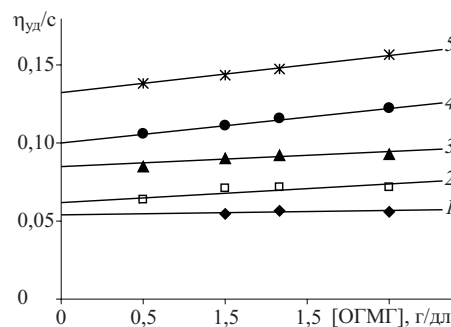


Рис. 4. Концентрационные зависимости приведенной вязкости разбавленных растворов гидрохлоридов ОГМГ ( $T = 25^\circ\text{C}$ ): образцы 1 – 5.

Учитывая, что отношение мольного количества “разветвленных” и “неразветвленных” звеньев можно записать, как

$$d = \frac{S_{IV'}}{S_{IV}} = \frac{z}{n_1 + n_2 + zn_3}, \quad (7)$$

и подставляя отношение  $n_1 + n_2 + zn_3 = z/d$  в выражение (6), получаем

$$z = \frac{2 - \frac{2b}{a+1}}{\frac{2b}{d} + 3b + \frac{b}{a+1} - 1}. \quad (8)$$

Зная количество “неразветвленных” и “разветвленных” звеньев, концевых фрагментов гуанидина и гексаметилендиамина (табл. 3), а также их молекулярные массы (141, 182, 100 и 58 соответственно), можно рассчитать среднечисловую молекулярную массу ОГМГ:

$$M_n = (n_1 + n_2 + zn_3)141 + z182 + [\text{гуан}]_{\text{конц}} \cdot 100 + [\text{ГМДА}]_{\text{конц}} \cdot 58. \quad (9)$$

Соответствующие значения  $M_n$  представлены в табл. 3. Видно, что с ростом молекулярной массы ОГМГ наблюдается тенденция к увеличению количества разветвлений в макромолекуле, что, в общем, следовало ожидать. При этом выраженная корреляция между молекулярной массой и соотношением концевых групп (остатков гуанидина и гексаметилендиамина) отсутствует.

Значения  $M_w$ , полученные методом ультрацентрифугирования, а также рассчитанные по ним величины коэффициента полимолекулярности  $M_w/M_n$  представлены в табл. 3. Можно видеть, что  $M_n$  и  $M_w$  изменяются от образца к образцу симбатно, причем коэффициент полимолекулярности достаточно велик и составляет 5,4 – 9,3. В общем эти данные находятся в соответствии с результатами, представленными в работах [22, 23].

Концентрационные зависимости приведенной вязкости разбавленных растворов ОГМГ представлены на рис. 4.

В исследованной области концентраций эти зависимости линейны и подчиняются уравнению Хаггинса [24, 25]:

$$\frac{h_{уд}}{c} = [\eta] + k' [\eta]^2 c, \quad (10)$$

где  $\eta_{уд}$  и  $[\eta]$  — соответственно удельная и характеристическая вязкость разбавленного раствора,  $c$  — концентрация раствора,  $k'$  — вискозиметрическая константа Хаггинса, зависящая от взаимодействия полимера с растворителем [24, 26].

Значения  $[\eta]$  и  $k'$ , определенные по зависимостям (рис. 4), приведены в табл. 3. Видно, что с ростом молекулярной массы и степени разветвления ОГМГ наблюдается тенденция к увеличению этих параметров. Влияние молекулярной массы на  $k'$  указывает на изменение силы взаимодействия ОГМГ и растворителя при переходе от одного образца к другому, что может быть обусловлено как различной степенью разветвления, так и различным соотношением концевых фрагментов в образцах. Тем не менее тенденция увеличения характеристической вязкости с молекулярной массой в соответствии с уравнением Марка-Куна-Хаувинка:

$$[\eta] = KM^\alpha, \quad (11)$$

где  $K$  и  $\alpha$  — константы, характеризующие систему полимер — растворитель [24], сохраняется.

Таким образом, синтезированные гидрохлориды ОГМГ представляют собой разветвленные структуры

Таблица 3  
Параметры химической структуры, молекулярно-массовые и вискозиметрические характеристики образцов гидрохлоридов ОГМГ

Параметр	Номер образца					
	1	2	3	4	5	6
$S_{II}$	2,02	2,00	1,98	1,97	2,20	2,01
$S_{III}$	2,00	2,00	2,00	2,00	2,00	2,00
$S_{IV}$	0,78	0,80	0,84	0,70	0,84	0,82
$S_{II'}$	0,12	0,19	0,14	0,08	0,15	0,14
$S_{III'}$	0,09	0,12	0,18	0,16	0,13	0,17
$S_{IV'}$	0,23	0,21	0,31	0,35	0,29	0,42
$S_{IV''}$	0,048	0,128	0,048	0,114	0,128	0,048
$a = \frac{S_{III'}}{S_{IV'}}$	0,39	0,57	0,58	0,46	0,45	0,40
$b = \frac{S_{III'} + S_{IV'}}{S_{III}}$	0,16	0,17	0,25	0,26	0,21	0,30
$d = \frac{S_{IV''}}{S_{IV'}}$	0,06	0,16	0,06	0,16	0,15	0,06
$z$ — по уравнению (7)	0,37	1,08	0,20	0,54	0,68	0,16
$[\text{гуан}]_{\text{конц}}$	1,70	1,96	1,39	1,74	1,85	1,53
$[\text{ГМДА}]_{\text{конц}}$	0,67	1,12	0,81	0,80	0,83	0,62
$n_1 + n_2 + zn_3 = z/d$	6,00	6,73	3,49	3,30	4,43	2,65
$M_n$ — по уравнению(8)	1122	1405	715	783	981	592
$M_w$	-	-	3850	4600	6250	5500
$M_w/M_n$	-	-	5,38	5,87	6,37	9,29
$[\eta]$ , дл/г	0,085	0,062	0,054	0,100	0,132	0,121
$k'$	0,66	1,52	0,50	1,12	0,68	0,03

со средним количеством разветвлений от 0,16 до 1,08 на молекулу. По данным ЯМР  $^{13}\text{C}$  рассчитаны среднечисловые, а по данным ультрацентрифугирования — среднемассовые молекулярные массы ОГМГ. Сопоставление этих величин показывает, что синтезированные олигомеры обладают широким молекулярно-массовым распределением ( $M_w/M_n = 5,4 - 9,3$ ).

## ЛИТЕРАТУРА

1. Л. С. Кузнецова, "Полисефт" — полимерный биоцид пролонгированного действия, Москва (2001).
2. В. Д. Скороходов, С. И. Шестакова, *Защита неметаллических строительных материалов от биокоррозии*, Москва (2004).
3. П. А. Гембицкий, А. Г. Снежко, Л. С. Кузнецова и др., Патент России № 2122866 (1998).
4. Y. Lee, M. Y. Cho, H. Mo, et al., *Bul. Korean Chem. Soc.*, **29**(3), 666 – 668 (2008).
5. Инструкция № 12 / 05 по применению средства "Альфа-дез" ООО "Полисефт" (Россия) для дезинфекции и предстерилизационной очистки, Москва (2005).
6. Инструкция № 12-1 / 08 по применению дезинфицирующего средства "Альфадез", ООО "Полисефт", Россия, для дезинфекции объектов железнодорожного транспорта и метрополитена, Москва (2008).
7. Г. П. Матюшина, *Фармация*, **6**, 32 – 35 (2004).
8. D. J. Heiler, US Patent № 0261841 (2008).
9. О. Н. Скороходова, И. И. Воинцева, И. В. Казеннов и др., Патент России № 2329286 (2008).
10. A. V. Rudnev, T. G. Dzherayan, *J. Anal. Chem.*, **61**(10), 1002 – 1005 (2006).
11. G. P. Matyushina, V. A. Popkov, I. I. Krasnuk, et al., *Pharm. Chem. J.*, **39**(1), 50 – 52 (2005).
12. T. G. Dzherayan, A. V. Rudnev, V. P. Morgalyuk, *Rus. J. Appl. Chem.*, **79**(10), 1634 – 1638 (2006).
13. S. Lee, B. S. Jin., J. W. Lee, *Macromol. Res.*, **14**(5), 491 – 498 (2006).
14. R. Kitawaki, K. Shirai, K. Sugino, *J. Chem. Soc.*, 1461 – 1463 (1968).
15. L. P. O'Malley, K. Z. Hassan, H. Brittan, et al., *J. Appl. Polym. Sci.*, **102**, 4928 – 4936 (2006).
16. T. Hattory, Y. Nakata, R. Kato, *Analyt. Sci.*, **19**, 1525 – 1528 (2003).
17. L. Bromberg, A. T. Hatton, *Polymer*, **48**, 7490 – 7498 (2007).
18. H. R. Hudson, A. Lavorenti, M. Pianka, *Chemistry and Industry*, **3**, 161 – 162 (1988).
19. И. В. Пустовалов, В. Т. Пантюшенко, В. П. Колбасов и др., Патент России № 2151613 (2000).
20. И. П. Седишев, Патент России № 2223791 (2003).
21. В. К. Станкевич, Б. Ф. Кухарев, В. А. Лопырев и др., Патент России № 2144024 (2000).
22. L. U. Bazaron, S. A. Stel'makh, *Rus. J. Appl. Chem.*, **81**(11), 2021 – 2025 (2008).
23. Л. У. Базарон, *Дис ... канд. хим. наук*, Москва (1992).
24. А. А. Тагер, *Физико-химия полимеров*, Москва (2007).
25. Я. Рабек, *Экспериментальные методы в химии полимеров*, Москва (1983), ч. 1.
26. А. Я. Малкин (ред.), *Энциклопедия полимеров*, Советская энциклопедия, Москва (1972), т. 1, сс. 576 – 577.

Поступила 06.08.09

## STRUCTURE AND MOLECULAR WEIGHT CHARACTERISTICS OF OLIGO(HEXAMETHYLENEGUANIDINE) HYDROCHLORIDES

S. A. Kedik<sup>1</sup>, O. A. Bocharova<sup>1</sup>, Ha Kam An<sup>1</sup>, A. V. Panov<sup>2</sup>, I. P. Sedishev<sup>2</sup>, E. S. Zhavoronok<sup>3</sup>, G. I. Timofeeva<sup>4</sup>, V. V. Suslov<sup>5</sup>, and S. G. Beksaev<sup>6</sup>

<sup>1</sup> Lomonosov Academy of Fine Chemical Technology, Moscow, Russia;

<sup>2</sup> Mendeleev University of Chemical Technology, Moscow, Russia;

<sup>3</sup> Frumkin Institute of Physical Chemistry and Electrochemistry, Russian Academy of Sciences, Moscow, Russia;

<sup>4</sup> Nesmeyanov Institute of Organoelemental Compounds, Russian Academy of Sciences, Moscow, Russia;

<sup>5</sup> Discovery Lab Company, Moscow, Russia;

<sup>6</sup> Hematological Research Center, Russian Academy of Medical Sciences, Moscow, Russia

Oligo(hexamethyleneguanidine) (OHMG) hydrochloride samples with various molecular weights synthesized from hexamethylenediamine and guanidine hydrochloride were characterized by  $^{13}\text{C}$  NMR, ultracentrifugation, and capillary viscosimetry techniques. It was found that OHMG hydrochloride has 0.16 – 1.08 branching points per molecule. Number-average molecular weights  $M_n$  and weight-average molecular weights  $M_w$  were calculated from  $^{13}\text{C}$  NMR and ultracentrifugation data. A comparative analysis of these characteristics shows that the synthesized oligomers have a wide molecular-weight distribution ( $M_w/M_n = 5.4 - 9.3$ ).

**Key words:** Oligo(hexamethyleneguanidine) hydrochloride, molecular weight,  $^{13}\text{C}$  NMR, ultracentrifugation