



УКРАЇНА

(19) UA (11) 38285 (13) A

(51) 7 A61B5/00

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ

ОПИС

ДО ДЕКЛАРАЦІЙНОГО ПАТЕНТУ
НА ВИНАХІДвидається під
відповідальність
власника
патенту

(54) СПОСІБ ВИЗНАЧЕННЯ МІКРОКІЛЬКОСТЕЙ ГЕРМАНІЮ В ТКАНИНАХ ТВАРИН

(21) 2000063521

(22) 16.06.2000

(24) 15.05.2001

(33) UA

(46) 15.05.2001, Бюл. № 4, 2001 р.

(72) Кресюн Валентин Йосипович, Щербаков Сергій Васильович, Відавська Анна Георгіївна, Шемонаєва Катерина Федорівна, Відавська Анна Олександрівна

(73) Одеський державний медичний університет

(57) Спосіб визначення мікрокількостей германію у тканинах тварин екстракційно-фотометричним методом з включенням пробопідготовки тканин, який **відрізняється** тим, що перед екстракційною фотометрією здійснюють підготовку проб шляхом їх гомогенізації лужним гідролізом протягом 10...12 год при температурі +40...+60° С, після чого переносять проби у концентровану соляну кислоту, доводять концентрацію останньої до 9 моль/л додаванням дистильованої води.

Винахід відноситься до області біології і медицини і може використовуватись для вивчення ліків, що містять германій (Ge).

Відомо, що при визначенні Ge в мінеральній сировині (гірські породи, тощо), яка містить значну кількість силікатів, розкриття проби проводять випарюванням з фтористоводневою і хлорною кислотами [1]. При цьому втрата Ge досягає 10%. Присутність хлоридів призводить до втрат германію у вигляді тетрахлориду.

Розкладання сумішшю фтористоводневої та сірчаної кислот дає позитивний результат в разі добавлення азотної кислоти і при вмісті в пробі хлоридів у кількості не більше 0,05%.

Розкладання з застосуванням сірчаної кислоти має вади: при відносно великих кількостях Ge і тривалому нагріванні утворюється кристалічний GeO₂, який вимагає для свого розчинення нагрівання з соляною кислотою. У присутності кальцію, стронцію і барію утворюються нерозчинні сульфати.

Іноді, як попередня стадія, використовується розкладання сплавленням з їдким натром або перекисом натрію, але після цього необхідне усунення кремнієвої кислоти, що становить додаткові труднощі.

При визначенні Ge у вугіллях використовують сухе спалювання. Проби обзолюють у тифельній печі в платинових тиглях у суміші 3-5-разовим надлишком карбонату натрію протягом 6 год при температурі 600°С та швидкості попереднього нагрівання печі не більше 5°С на хвилину.

Цей метод можна використовувати тільки для визначення Ge в макропрепаратах [1].

Відомі методи, в яких визначають мікрокількості германію у тканинах тварин [2, 3]. Вони основа-

ні на обзоленні тканин тварин з наступним визначенням у них Ge.

Наприклад, метод оптичного спектрального аналізу передбачає спалення матеріалу, що вміщує германій, на графітових електродах у полум'ї дуги з допомогою обертового мідяного або алюмінієвого диска. Чутливість методу становить 10⁻³-10⁻⁴.

Він не вимагає пробопідготовки, однак непридатний для визначення германію у тканинах тварин. Це пов'язано з тим, що германій утворює при спаленні тканин тетрахлорид германію, який є легкою сполукою. Визначити мікрокількості германію таким способом неможливо.

Іншим методом визначення вмісту германію є атомносорбційний [1]. Протонноактивізаційне визначення германію роблять після спалення проби у високотемпературному полум'ї ацетилену. Чутливість методу 1...2 мкг/мл германію. Однак цей метод потребує наявності спеціального дорогого обладнання.

Найбільш близьким до запропонованого винаходу є екстракційний метод, що передбачає екстракцію германію чотирихлористим вуглецем. Вміст германію цим методом визначали в рудах і воді [1]. Чутливість методу становить 5¹·10⁵ %. Для визначення вмісту германію у тканинах тварин також необхідна підготовка проби (розкриття проби), тому що германій у тканинах міститься у зв'язаному стані.

Крім того, спектрофотометричні визначення германію передбачають наявність прозорих розчинів. Якщо в рідині містяться фрагменти тканин після гомогенізації, то фотометричні дослідження стають неможливими. Тому необхідне проведення пробопідготовки тканин перед екстракцією. Зви-

(19) UA (11) 38285 (13) A

чайна пробопідготовка - це гомогенізація тканин, а потім сухе або мокре обзолення [1, 2, 3]. При сухому обзоленні (тобто спаленні) проб відбуваються втрати Ge через утворення летких тетрахлоридів германію.

Мокре обзолення тканин відбувається в суміші сірчаної та азотної кислот при температурному режимі $+120^{\circ}\text{C}$ до повного знебарвлювання проб, для чого вимагається близько 70 год.

При цьому втрати германію коливаються в межах 30-60% від введеної кількості. Обзолення при температурі $+250\ldots+300^{\circ}\text{C}$ дозволяє повністю усунути органічні залишки за 8 год, однак втрати германію становлять 40-70% від введеної кількості.

Тому з'явилася гостра потреба в розробці цілком нової пробопідготовки. Вона повинна забезпечити в найкоротші строки повне руйнування тканин тварин з мінімальними втратами германію.

В основу винаходу поставлена задача удосконалення способу визначення мікрокількостей германію шляхом підготовки проб через гомогенізацію лужним гідролізом з наступною екстракцією і фотометрією, що дозволить досягти мінімалізації втрат германію.

Поставлена задача вирішується тим, що, згідно з винаходом, перед екстракційно-фотометричним визначенням здійснюють підготовку проб шляхом їх гомогенізації лужним гідролізом протягом 10...12 год при температурі $+40\ldots+60^{\circ}\text{C}$, а потім перенесенням проб в концентровану соляну кислоту, доведенням концентрації останньої до 9 моль/л додаванням дистильованої води.

Спосіб здійснюється таким чином.

Від досліджуваного органу або тканини беруть її наважку 0,5...1,0 г до пробірки, туди ж додають 1 мл 10% їдкої калію, після чого пробірку, вміщують у термостат при температурі $+40\ldots+60^{\circ}\text{C}$ на 10...12 год.

За цей час відбувається гомогенізація тканин тварин у слабколужному середовищі за рахунок

гідролізу фосфоліпідів. При цьому германій, що міститься у тканині, переходить до розчинного германату калію (K_2GeO_3). Гомогенат розводять концентрованою соляною кислотою і доводять її концентрацію до 9 моль/л. В сильнокислому середовищі при цьому утворюється тетрахлорид германію (GeCl_4), екстрагований чотирихлористим вуглецем (CCl_4).

Для покращення розділення шарів додають ізоаміловий спирт. Концентрована соляна кислота частково окислюється киснем повітря з утворенням вільного хлору і негативно впливає на подальше фотометричне визначення германію. Для усунення слідів окислювачів екстракт промивають розчином гідроксиламіну солянокислою у 9-молярній соляній кислоті. Після цього реекстрагують водою та визначають германій фотометрично за світлопоглинанням фенілфлуоронату германію.

Порівняно з прототипом, запропоноване технічне рішення дозволяє з високим ступенем вірогідності визначати мікрокількості германію у тканинах тварин при максимальному скороченні часу визначення. При цьому воно також дозволяє довести до мінімуму втрати германію протягом експерименту та значно зекономити реактиви.

Джерела інформації

1. Назаренко В.Р. Аналитическая химия германия. – М.: Химия, 1973.
2. Morita H., Shimomura S., Oicagawa K., Saito S., Sakigawa C., Sato H. Determination of germanium and some other elements in hair. Nail and toemail from persons exposed and unexposed to germanium.// Sci Tital envisor, 1986, v. 58, № 3, p. 237-242.
3. Nakaano. M., Sekuguchi C., Shimada Wakabayashi H., Shimada K. Improved methods for spektrofotometric determination of germanium in medcail plants using fenilfluorone// Bunacki Kagaku, 1984, v. 33, № 4. p. 188-191.

ДП "Український інститут промислової власності" (Укрпатент)
Україна, 01133, Київ-133, бульв. Лесі Українки, 26
(044) 295-81-42, 295-61-97

Підписано до друку _____ 2001 р. Формат 60x84 1/8.
Обсяг _____ обл.-вид. арк. Тираж 50 прим. Зам. _____

УкрІНТЕІ, 03680, Київ-39 МСП, вул. Горького, 180.
(044) 268-25-22
