



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
 ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(52) СПК

C08J 3/075 (2006.01); *C08G 73/00* (2006.01); *A61L 2/16* (2006.01)

(21)(22) Заявка: 2016116181, 25.04.2016

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
25.04.2016

Дата регистрации:
21.02.2018

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 25.04.2016

(43) Дата публикации заявки: 30.10.2017 Бюл. № 31

(45) Опубликовано: 21.02.2018 Бюл. № 6

Адрес для переписки:

670047, Респ. Бурятия, г. Улан-Удэ, ул.
Сахьяновой, 6, ФГБУН БИП СО РАН

(72) Автор(ы):

Стельмах Сергей Александрович (RU),
 Очиров Олег Сергеевич (RU),
 Могнонов Дмитрий Маркович (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Федеральное государственное бюджетное
 учреждение науки Байкальский институт
 природопользования Сибирского отделения
 Российской академии наук (БИП СО РАН)
 (RU)

(56) Список документов, цитированных в отчете
 о поиске: О.С. ОЧИРОВ и др. Полимерные
 гидрогели на основе
 полигексаметиленгуанидин гидрохлорида
 и формальдегида. Журнал прикладной
 химии, 2015, т.88, вып. 2, с. 332-335. RU
 2063984 C1, 20.07.1996. RU 2142293 C1,
 10.12.1999. RU 2182179 C1, 10.05.2002. US
 7851541 B2, 14.12.2010.

(54) Способ синтеза гидрогелей на основе полигексаметиленгуанидин гидрохлорида

(57) Реферат:

Изобретение относится к области синтеза
 шитых полимеров полигуанидинового ряда и
 может быть использовано в качестве основы для
 создания новых лекарственных форм. Способ
 получения геля полигексаметиленгуанидин
 гидрохлорида осуществляют путем
 использования альдегидов в качестве
 сшивающего агента концевых аминогрупп
 полимера при смешивании водного раствора
 полигексаметиленгуанидин гидрохлорида
 концентрацией 25 мас.% с количеством

формальдегида, эквивалентным количеству
 концевых аминогрупп полигексаметиленгуанидин
 гидрохлорида, при комнатной температуре с
 последующей промывкой дистиллированной
 водой для удаления остатков альдегида.
 Техническим результатом изобретения является
 упрощение и ускорение проведения процесса
 гелеобразования полигексаметиленгуанидин
 гидрохлорида с повышением выходов гидрогеля.
 5 пр.



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(51) Int. Cl.
C08J 3/075 (2006.01)
C08G 73/00 (2006.01)
A61L 2/16 (2006.01)

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(52) CPC

C08J 3/075 (2006.01); *C08G 73/00* (2006.01); *A61L 2/16* (2006.01)(21)(22) Application: **2016116181, 25.04.2016**(24) Effective date for property rights:
25.04.2016Registration date:
21.02.2018

Priority:

(22) Date of filing: **25.04.2016**(43) Application published: **30.10.2017** Bull. № 31(45) Date of publication: **21.02.2018** Bull. № 6

Mail address:

**670047, Resp. Buryatiya, g. Ulan-Ude, ul.
Sakhyanovoj, 6, FGBUN BIP SO RAN**

(72) Inventor(s):

**Stelmakh Sergej Aleksandrovich (RU),
Ochirov Oleg Sergeevich (RU),
Mognonov Dmitrij Markovich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Federalnoe gosudarstvennoe byudzhetnoe
uchrezhdenie nauki Bajkalskij institut
prirodopolzovaniya Sibirskogo otdeleniya
Rossijskoj akademii nauk (BIP SO RAN) (RU)**(54) **METHOD FOR SYNTHESIS OF HYDROGELS BASED ON POLYHEXAMETHYLENEGUANIDINE HYDROCHLORIDE**

(57) Abstract:

FIELD: chemistry.

SUBSTANCE: method for production of a polyhexamethyleneguanidine hydrochloride gel is implemented using aldehydes as the cross-linking agent of the polymer end groups at mixing of an aqueous solution of polyhexamethyleneguanidine hydrochloride at a concentration of 25 wt % with an amount of formaldehyde equivalent to the amount of the amino

end groups of polyhexamethyleneguanidine hydrochloride at a room temperature followed by washing with distilled water for aldehyde residues removal.

EFFECT: simplification and acceleration of polyhexamethyleneguanidine hydrochloride gelling process with increased yield of hydrogel.

5 ex

RU 2 645 551 1 C 2

RU 2 645 551 1 C 2

Изобретение относится к области синтеза геля на основе полигексаметиленгуанидин гидрохлорида и может быть использовано для получения водонабухаемых гидрогелей как основы для новых лекарственных форм.

Известен [Воинцева И.И., Гембицкий П.А. Полигуанидины - дезинфекционные средства и полифункциональные добавки в композиционные материалы. М.: ЛКМ-пресс, 2009, с. 304] способ получения гидрогелей на основе полигексаметиленгуанидин гидрохлорида реакцией поликонденсации гексаметилендиамина и гуанидин гидрохлорида при температуре 165°C в течении 10 ч.

Недостатками приведенного способа являются низкий выход гидрогеля, до 45% от загрузки, а также большая длительность процесса.

Прототипом заявляемого изобретения является патент РФ 2394110, касающийся способа получения полимерного гелевого сорбента для золотодобывающей промышленности. Способ включает растворение полигексаметиленгуанидин гидрохлорида в водном растворе аммиака, к которому добавляют фенолы и по частям приливают формалин. Затем нагревают до температуры кипения в течение 1-5 ч. Образующуюся по всему объему эмульсию выливают в водный щелочной раствор. При этом выпавшую в осадок смолу отмывают от щелочи и сушат. Техническим результатом является получение водонерастворимого полигексаметиленгуанидина (гелевая форма), используемого при производстве золота.

Недостатком способа является то, что в процессе получения водонерастворимой формы полигексаметиленгуанидина, при использовании фенола и формальдегида, образуется фенолформальдегидная смола, при этом сам полигексаметиленгуанидин частично взаимодействует с формальдегидом, образуя нерастворимую в воде форму. Однако выходы целевого продукта в гелевой форме не существенны.

Технической задачей изобретения является упрощение технологического процесса гелеобразования полигексаметиленгуанидин гидрохлорида и повышение выхода продукта.

Технический результат изобретения осуществляется путем получения полигексаметиленгуанидин гидрохлорида с разветвленной структурой в результате взаимодействия гексаметилендиамина и гуанидин гидрохлорида в мольном соотношении 1.4 к 1 соответственно при температуре 165°C в течение 3 часов и дальнейшего смешивания водных растворов полигексаметиленгуанидин гидрохлорида концентрацией 25 мас. % с количеством аминогрупп 0.03 моль и средневязкостной молекулярной массой 5000 и раствора формальдегида концентрацией 10% до получения геля при комнатной температуре с дальнейшей промывкой дистиллированной водой для удаления остатков альдегида.

Сущность предлагаемого технического решения иллюстрируется следующими примерами.

Пример 1.

100 мл раствора полимера, содержащего полигексаметиленгуанидин гидрохлорид концентрации 15 мас. % с количеством аминогрупп 0.03 моль и средневязкостной молекулярной массой 5000, помещали в стеклянный стакан, добавляли 10 мл 10% раствора формальдегида с количеством альдегида, эквивалентного количеству концевых аминогрупп полимера, и перемешивали до получения гелеобразной массы. Полученный гель переносили на воронку Бюхнера с последующим многократным промыванием водой и сушкой при температуре 40°C в течение 1 часа. Выход гидрогеля составил 50%.

Пример 2.

100 мл раствора полимера, содержащего полигексаметиленгуанидин гидрохлорид

концентрации 20 мас. % с количеством аминогрупп 0.03 моль и средневязкостной молекулярной массой 5000, помещали в стеклянный стакан, добавляли 14 мл 10% раствора формальдегида с количеством альдегида, эквивалентного количеству концевых аминогрупп полимера, и перемешивали до получения гелеобразной массы. Полученный
5 гель переносили на воронку Бюхнера с последующим многократным промыванием водой и сушкой при температуре 40°C в течение 1 часа. Выход гидрогеля составил 58%.

Пример 3.

100 мл раствора полимера, содержащего полигексаметиленгуанидин гидрохлорид концентрации 25 мас. % с количеством аминогрупп 0.03 моль и средневязкостной
10 молекулярной массой 5000, помещали в стеклянный стакан, добавляли 17 мл 10% раствора формальдегида с количеством альдегида, эквивалентного количеству концевых аминогрупп полимера, и перемешивали до получения гелеобразной массы. Полученный гель переносили на воронку Бюхнера с последующим многократным промыванием водой и сушкой при температуре 40°C в течение 1 часа. Выход гидрогеля составил 65%.

15 Пример 4.

100 мл раствора полимера, содержащего полигексаметиленгуанидин гидрохлорид концентрации 25 мас. % с количеством аминогрупп 0.03 моль и средневязкостной молекулярной массой 5000, помещали в стеклянный стакан, добавляли 35 мл 10% раствора формальдегида с количеством альдегида, в два раза превышающего количество
20 концевых аминогрупп полимера, и перемешивали до получения гелеобразной массы. Полученный гель переносили на воронку Бюхнера с последующим многократным промыванием водой и сушкой при температуре 40°C в течение 1 часа. Выход гидрогеля составил 75%.

Пример 5.

25 100 мл раствора полимера, содержащего полигексаметиленгуанидин гидрохлорид концентрации 25 мас. % с количеством аминогрупп 0.03 моль и средневязкостной молекулярной массой 5000, помещали в стеклянный стакан, добавляли 86 мл 10% раствора формальдегида с количеством альдегида, эквивалентного количеству концевых аминогрупп полимера, и перемешивали до получения гелеобразной массы. Полученный
30 гель переносили на воронку Бюхнера с последующим многократным промыванием водой и сушкой при температуре 40°C в течение 1 часа. Выход гидрогеля составил 62%.

Таким образом, оптимальным по выходу геля является способ 4.

Полученные гели в сухом виде представляют гранулы (порошки), которые не растворяются в воде и органических растворителях, но многократно увеличиваются в
35 объеме при добавлении воды.

Предлагаемое изобретение может быть использовано в качестве способа получения гидрогелей на основе полигексаметиленгуанидин гидрохлорида.

Следует отметить, что тестирование гелей на наличие антимикробной активности, полностью подавляет жизнедеятельность микроорганизмов (*E. coli*, *B. cereus*) в
40 питательной среде.

(57) Формула изобретения

Способ синтеза гидрогелей на основе полигексаметиленгуанидин гидрохлорида осуществляется путем смешивания 100 мл водного раствора полигексаметиленгуанидин гидрохлорида концентрацией 25 мас. % с количеством альдегида эквивалентным
45 количеству концевых аминогрупп полигексаметиленгуанидин гидрохлорида для получения геля при комнатной температуре с дальнейшей промывкой дистиллированной водой для удаления остатков альдегида.