

Корисна модель стосується галузі медицини та фармакології, а саме способів одержання кремнійорганічного сорбенту на основі гідрогелю метилкремніевої кислоти (далі за текстом ГГМКК).

Кремнійорганічний сорбент на основі гідрогелю метилкремніевої кислоти, що синтезований водним способом, належить до групи кремнійвмісних препаратів. Сорбент є полімером, хімічна формула полімерного ланцюгу може бути представлена як $(\text{CH}_3\text{SiO}_{1.5})_n$, де знак ∞ позначає, що довжина ланцюгу визначається розміром частинки сорбенту; термінальними групами є гідроксогрупи -ОН. Сорбент застосовується в терапії у вигляді гідрогелю. Десольватація сорбенту є небажаною, оскільки веде до зниження сорбційної здатності відносно органічних токсинів. Повна десольватація сорбенту веде до утворення матеріалу з питомою площею поверхні близько 300 м²/г (за даними адсорбції азоту за 77 К). Органофільність ентеросорбента пов'язана з наявністю на поверхні розділу фаз метильних, а гідрофільність - наявністю місткових атомів кисню та гідроксильних груп. Даний ентеросорбент перевершує вуглецеві сорбенти в зв'язуванні високомолекулярних сполук, включаючи деякі білки, ферменти і бактерійні токсини.

Ентеросорбент полегшує течію гострих кишкових інфекційних захворювань, зменшуючи при цьому системну концентрацію прозапальних цитокінів ТКЕа і ІІ-2, фіксує на своїй поверхні присутні в просвіті кишечника патогенні бактерії і віруси, надає стабілізуючий вплив на мембрани гепатоцитів і гепатоцитарних лізосом, підвищує активність печінкових монооксидаз. Усі ці властивості ентеросорбенту у поєднанні з широким діапазоном його поглинальної активності роблять такий матеріал особливо перспективним для призначення при паралельному прийомі з різними лікарськими засобами, відносна молекулярна маса яких, як правило, не перевищує 1000, тобто які сорбуються запропонованим ентеросорбентом в несуттєвому ступені. Така особливість, з одного боку, дозволяє уникнути ефекту "обкрадання" (зниження концентрації лікарського препарату через його часткову сорбцію сорбентом, що приймається одночасно із таким препаратом), можливого при одночасному з пероральною фармакотерапією застосуванні потужніших ентеросорбентів, а з іншого боку, дає можливість зменшити прояви ятрогенної інтоксикації і ввести в комплексну терапію захворювання додаткові лікувальні можливості, не перериваючи основного лікування.

Ентеросорбент використовують для лікування дорослих і дітей у складі комплексної дезінтоксикаційної терапії при хронічній нирковій недостатності; при токсичному гепатиті, вірусних гепатитах А, В, цирозі печінки та холестазі різної етіології; при ентероколітах, колітах, діареї, гастритах зі зниженою кислотністю, при отруєнні алкоголем і наркотичними засобами; при алергічних і шкірних захворюваннях (діатези, нейродерміти); при опіковій інтоксикації; гнійно-септичних та запальних процесах, які супроводжуються інтоксикацією; токсикозах вагітних першої половини вагітності, у комплексній терапії дисбактеріозу кишечника.

В патенті UA82774 (Хелс Продактс Груп СП. з.о.о. (PL), C08G 77/00, опуб. 11.02.2008) було описано спосіб одержання сорбенту на основі гідрогелю метилкремніевої кислоти загальної формули: $\{(\text{CH}_3\text{SiO}_{1.5})_n \cdot n\text{H}_2\text{O}\}_\infty$, що включає додавання до розчину метилсиліконату натрію або калію розчину сильної кислоти до утворення продукту з наступним витримуванням, подрібнюванням, активуванням продукту шляхом додавання розведеного розчину сильної кислоти і відмиванням продукту до нейтральної реакції, в якому використовують розчин метилсиліконату натрію або калію у концентрації 2,35-2,95 моль/л і, варіюючи значення коефіцієнта n до 495, одержують різні кінцеві форми сорбенту з вибірковыми сорбційними властивостями стосовно високомолекулярних речовин з молекулярною масою 10000-500000 Д і більше.

Приклад реалізації способу одержання гідрогелю метилкремніевої кислоти передбачає додавання до розчину метилсиліконату натрію з концентрацією 2,35 моль/л сильної кислоти до утворення гідрогелю, витримування гідрогелю певний час до дозрівання, подрібнення і промивання розчином тієї ж розведеної сильної кислоти з наступним відмиванням водою до негативної реакції на аніони й нейтральних значень кислотності. При цьому відомий з рівня техніки спосіб одержання ніяким чином не розкриває температурний і часовий режим реалізації даного способу. Спроби відтворення відомого способу хоча в цілому і забезпечували одержання гідрогелю метилкремніевої кислоти, але якість продукту змінювалась залежно від умов проведення способу одержання, використовуваних реагентів, що не забезпечувало відтворюваності способу і постійної якості гідрогелю з високими адсорбційними властивостями.

Тому постала задача розробки нового способу одержання ГГМКК, що забезпечував би одержання продукту з підвищеними абсорбційними властивостями, відмінною якістю і підтверджуваною відтворюваністю способу.

Проведені дослідження виявили, що умови формування (температура, час додавання реагентів, швидкість перемішування) гідрогелю і його дозрівання мають вирішальний вплив на розмір частинок та площу поверхні одержуваного сорбенту, його адсорбційні властивості та зручність практичного застосування. Після численних експериментів встановлено, що оптимальна якість одержуваного кремнійорганічного сорбенту на основі гідрогелю метилкремніевої кислоти досягається при повільному змішуванні охолоджуваного до -5-0 °С розчину метилсиліконату натрію з охолодженою до

0-5 °С сірчаною кислотою, при постійному перемішуванні при 60-70 об/хв з наступним дозріванням протягом 30-90 хв при поступовому нагріванні до кімнатної температури. Після подрібнення ГГМКК витримують ще 20-50 хв для розділення фаз, після чого його активують, відмивають та сушать.

Відповідно об'єктом корисної моделі є спосіб одержання кремнійорганічного сорбенту на основі гідрогелю метилкремніевої кислоти загальної формули: $\{(\text{CH}_3\text{SiO}_{1,5}) \cdot n\text{H}_2\text{O}\}_\infty$, що включає додавання до розчину метилсіліконату натрію розчину сильної кислоти до утворення продукту з наступним витриманням, подрібнюванням, активуванням продукту шляхом додавання розведеного розчину сильної кислоти і відмиванням продукту до нейтральної реакції, де до охолодженого до -5-0 °С водного розчину метилсіліконату натрію повільно при постійному перемішуванні додають охолоджений до 0-5 °С водний розчин сірчаної кислоти, залишають для дозрівання ГГМКК на 30-90 хв при поступовому нагріванні до кімнатної температури, одержану суміш розводять водою, подрібнюють одержаний продукт та витримують ще 20-50 хв для розділення фаз, воду зливають, після чого ГГМКК активують кислотою, відмивають водою та сушать.

В одному з варіантів реалізації корисної моделі змішування метилсіліконату натрію з сірчаною кислотою проводять при перемішуванні при 60-70 об/хв.

В іншому варіанті реалізації корисної моделі використовують розчин метилсіліконату натрію з концентрацією 2,0-3,0 моль/л у воді.

В іншому варіанті реалізації корисної моделі використовують розчин метилсіліконату натрію з концентрацією 2,4 моль/л у воді.

В іншому варіанті реалізації корисної моделі до водного розчину метилсіліконату натрію додають 28 % водний розчин сірчаної кислоти.

В іншому варіанті реалізації корисної моделі дозрівання проводять протягом 60 хв при поступовому нагріванні до кімнатної температури.

Використання розчину сильної кислоти з концентрацією 20-30 % є найбільш оптимальним для одержання ГГМКК, що характеризується високою сорбційною активністю. Використання більш розведеної кислоти веде до утворення ГГМКК, який має гірші показники сорбційної активності, що доведено вимірюванням сорбційної активності по барвнику конго червоному (КЧ) та метилоранжу (МО).

В іншому варіанті реалізації корисної моделі одержаний ГГМКК витримують 30 хв для розділення фаз.

Таке витримання підвищує вихід продукту та відтворюваність способу від партії до партії.

Активування проводять розчином сірчаної кислоти. Також для активування ГГМКК можуть бути використані і інші сильні кислоти, такі як соляна кислота, фосфорна кислота, нітратна кислота, оцтова кислота, тощо.

В ще одному іншому переважному варіанті реалізації корисної моделі висушують готовий продукт при температурі 25 °С та пониженому тиску 0,4-0,6 Бар.

Детальне вивчення процесу одержання ГГМКК виявило, що повільне додавання до охолоджуваного до -5-0 °С розчину метилсіліконату натрію охолодженого до 0-5 °С водного розчину 28 % сірчаної кислоти забезпечує утворення ГГМКК з розвиненою структурою, що має численну кількість дрібних часточок розміром до 1 мкм, які агрегуються в матеріал з великою кількістю пор розміром 0,2-0,3 мкм, що забезпечує відмінні адсорбувальні властивості. За результатами дослідження продуктів, одержаних в інших умовах, ніж наведені вище, доведено, що лише в наведених вище умовах утворюється ГГМКК, який складається з дрібних часточок розміром до 1 мкм, які агрегуються в пористий матеріал з розміром пор 0,2-0,3 мкм, а за інших умов змішування вихідних реагентів і/або обробки утвореного продукту такі характеристики не досягаються. Малий розмір частинок (до 1 мкм) забезпечує швидкий доступ рідин до активних центрів сорбенту при його застосуванні, мінімальні дифузійні ускладнення і доступність усієї поверхні для речовин, які мають бути вилучені з організму при застосуванні сорбенту. При застосуванні наведених вище умов забезпечується високий вихід продукту, стабільність одержуваних партій продукту, відтворюваність способу і, як наслідок, знижується собівартість його виробництва.

Спосіб за корисною моделлю далі пояснюється із використанням наступних графічних матеріалів, де:

на фіг. 1 показане зображення, зроблене методом скануючої електронної мікроскопії часточок ГГМКК, одержаних відповідно до Прикладу 2 (швидке змішування реагентів при кімнатній температурі без дозрівання);

на фіг. 2А показане зображення, зроблене методом скануючої електронної мікроскопії часточок ГГМКК, одержаних відповідно до Прикладу 4 (повільне змішування реагентів при охолодженні);

на фіг. 2Б показане збільшене зображення, зроблене методом скануючої електронної мікроскопії часточок ГГМКК, одержаних відповідно до Прикладу 4 (повільне змішування реагентів при охолодженні);

на фіг. 3 показане зображення, зроблене методом скануючої електронної мікроскопії часточок ГГМКК, одержаних відповідно до Прикладу 6 (швидке змішування реагентів при кімнатній температурі з дозріванням);

на фіг. 4 показане зображення, зроблене методом скануючої електронної мікроскопії часточок ГГМКК, одержаних відповідно до Прикладу 8 (розведена кислота);

на фіг. 5 показане зображення, зроблене методом скануючої електронної мікроскопії часточок ГГМКК, одержаних відповідно до Прикладу 10 (підвищена температура).

На фіг. 2Б видно численні дрібні частинки ГГМКК розміром до 1 мкм та їх агрегати, що містять пори розміром 0,2-0,3 мкм одержаних за способом корисної моделі, що забезпечують відмінну сорбційну активність. ГГМКК, одержані іншими способами (фіг. 1, 3, 4 та 5), не мають такої кількості пор на поверхні, що і пояснює гірші адсорбувальні властивості інших зразків ГГМКК.

Одержання ГГМКК відповідно до способу за корисною моделлю передбачає додання до розчину метилсиліконату натрію з концентрацією 281 г/л (2,4 моль/л) у воді охолодженого до -5-0 °С повільно по краплях при інтенсивному перемішуванні 28 % розчину сірчаної кислоти у воді охолодженої до 0-5 °С. Після завершення додавання і отримання гелеподібної маси перемішування припиняють і отриманий продукт залишають для дозрівання на 60 хв. Додають воду і одержаний гель подрібнюють. Одержаний продукт декілька разів промивають розведеним розчином сильної кислоти і потім водою до нейтральної реакції, сушать при температурі 25 °С при пониженому тиску приблизно 0,4-0,6 бар до постійної температури, отримуючи готовий гідрогель метилкремніевої кислоти.

ГГМКК одержують згідно із способом за корисною моделлю у формі порошку, і він може пропонуватись до продажу насипом або ним можуть бути наповнені звичайні желатинові капсули.

Крім того, ГГМКК може бути переведений у пастоподібну або суспензійну форму для можливості використання пацієнтами, що мають проблеми з ковтанням, і для яких показані форми ентеросорбенту у формі, що дозволяє його введення через зонд, у формі суспензії, або в пастоподібній формі з розтертою їжею.

Пастоподібний продукт ГГМКК може бути одержаний шляхом змішування 3-5 мас. частин сухого ГГМКК з 1-3 мас. частинами води з наступним диспергуванням та гомогенізацією з утворенням пастоподібного продукту.

Суспензія ГГМКК може бути одержана шляхом змішування 1 мас. частини сухого продукту з 4-10 мас. частинами води з наступним диспергуванням та гомогенізацією з утворенням однорідної суспензії.

Також до етеросорбенту можуть бути додані різноманітні добавки – смакові агенти, ароматизатори, екстракти рослин, антиоксиданти, флавоноїди, вітаміни, мікроелементи, мінерали, поживні речовини, консерванти, пробіотики, пребіотики тощо.

Як ароматизатори можуть використовуватись синтетичні смакові масла та смакові ароматизатори і/або природні олії, екстракти з листя рослин, квітів, плодів, і т.і. Вони можуть включати масло кориці, масло зимолюбку, масло м'яти, масло гвоздики, масло лавра, масло анісу, масло евкаліпту, масло чабрецю, масло листя кедр, масло мускатного горіха, масло шавлії, масло гіркого мигдалю та масло кассії.

Під смаковими агентами в рамках даної корисної моделі розуміють підсолоджувачі, такі як цукри та поліоли, а саме, цукроза, глюкоза, фруктоза, маноза, тощо, що можуть додаватись до порошку, суспензії або пасти ГГМКК для поліпшення смаку. Також корисними, як смакові агенти, є ваніль, масло цитрусових, у тому числі лимону, апельсину, винограду, лайму та грейпфрута, та фруктові есенції, у тому числі яблучна, бананова, грушева, персикова, сунична, малинова, вишнева, сливова, ананасна, абрикосова і т.і. Кількість смакового агенту може залежати від ряду факторів, включаючи бажаний органолептичний ефект. Узагалі смаковий агент буде присутній у кількості від приблизно 0,01 до приблизно 1,0 мас. %, від загальної маси композиції ентеросорбента у випадку, коли смаковий агент використовується.

Як консервант ентеросорбент може містити калію сорбат, натрію бензоат, кальцію пропіонат, ВНА і ВНТ, що включають для пригнічення росту мікроорганізмів і грибів та кращого зберігання продукту.

Далі наступна корисна модель розкривається за допомогою прикладів, які повинні показати можливість його реалізації і не повинні розглядатись як його обмеження.

Приклад 1

До 100 мл розчину метилсиліконату натрію з концентрацією 281 г/л (2,4 моль/л) у воді при кімнатній температурі (приблизно 20 °С) швидко однією порцією при інтенсивному перемішуванні додавали 42 г 28 % розчину сірчаної кислоти у воді кімнатної температури (приблизно 20 °С). Після завершення додавання і отримання гелеподібної маси суміш перемішували 5 хв. Додавали 1 л води та вручну за допомогою шпателя подрібнювали гель. Одержаний продукт декілька разів промивали водою до нейтральної реакції.

В одержаний гель заливали 1 л промивного розчину, що містив 7,5 мл 28 % сірчаної кислоти, витримували 30 хвилин і промивний розчин зливали. Операцію повторювали тричі. В одержаний гель

заливали 500 мл промивного розчину, що містив 1,75 мл 28 % сірчаної кислоти витримували 30 хвилин і промивний розчин зливали. Операцію повторювали двічі. Після останньої декантації продукт заливали 1 л води, витримували 30 хв і воду зливали. Операцію повторювали тричі. Лакмусовий папір підтверджував нейтральну рН продукту. Продукт висипали на фільтрувальний папір і добре промокали, видаляючи вологу. Сушили на фільтрувальному папері при кімнатній температурі. Отримували 52 г продукту. Сорбційна активність по КЧ (конго червоний) 2,9 мкмоль/г, сорбційна активність по МО (метилоранж) 4,7 мкмоль/г.

Приклад 2

До 100 мл розчину метилсіликонату натрію з концентрацією 281 г/л (2,4 моль/л) у воді при кімнатній температурі (приблизно 20 °С) швидко однією порцією при інтенсивному перемішуванні додавали 42 г 28 % розчину сірчаної кислоти у воді кімнатної температури (приблизно 20 °С). Після завершення додавання і отримання гелеподібної маси суміш перемішували 5 хв. Додавали 1 л води та вручну за допомогою шпателя подрібнювали гель. Одержаний продукт декілька разів промивали водою до нейтральної реакції.

В одержаний гель заливали 1 л промивного розчину, що містив 7,5 мл 28 % сірчаної кислоти, витримували 30 хвилин і промивний розчин зливали. Операцію повторювали тричі. В одержаний гель заливали 500 мл промивного розчину, що містив 1,75 мл 28 % сірчаної кислоти витримували 60 хвилин і промивний розчин зливали. Операцію повторювали двічі. Після останньої декантації продукт заливали 1 л води, витримували 30 хв і воду зливали. Операцію повторювали тричі. Лакмусовий папір підтверджував нейтральну рН продукту. Продукт висипали на фільтрувальний папір і добре промокали, видаляючи вологу. Сушили 15 г вологого продукту на папері при температурі 25 °С до постійної маси при пониженому тиску 0,4-0,6 бар, отримуючи 3,2 г продукту (суха маса). Сорбційна активність по КЧ (конго червоний) 4,5 мкмоль/г, сорбційна активність по МО (метилоранж) 6,3 мкмоль/г. Відбирали зразок одержаного продукту і робили зображення часточок методом скануючої електронної мікроскопії, одержане зображення показано на фіг. 1.

Приклад 3

До 100 мл розчину метилсіликонату натрію з концентрацією 281 г/л (2,4 моль/л), охолодженого - 5-0 °С на бані з льодом, повільно по краплях протягом декількох хвилин при інтенсивному перемішуванні додавали 42 г 28 % розчину сірчаної кислоти у воді, охолодженого до 0-5 °С у холодильнику. Після завершення додавання і отримання гелеподібної маси перемішування припиняли і отриманий продукт залишили для дозрівання на 60 хв. Додавали 1 л води та вручну за допомогою шпателя подрібнювали гель. Одержаний продукт декілька разів промивали водою до нейтральної реакції.

В одержаний гель заливали 1 л промивного розчину, що містив 7,5 мл 28 % сірчаної кислоти, витримували 30 хвилин і промивний розчин зливали. Операцію повторювали тричі. В одержаний гель заливали 500 мл промивного розчину, що містив 1,75 мл 28 % сірчаної кислоти витримували 60 хвилин і промивний розчин зливали. Операцію повторювали двічі. Після останньої декантації продукт заливали 1 л води, витримували 30 хв і воду зливали. Операцію повторювали тричі. Лакмусовий папір підтверджував нейтральну рН продукту. Продукт висипали на фільтрувальний папір і добре промокали, видаляючи вологу. Сушили на фільтрувальному папері при кімнатній температурі. Отримували 58 г продукту (вихід сухого продукту 15,89 г). Сорбційна активність по КЧ (конго червоний) 3,3 мкмоль/г, сорбційна активність по МО (метилоранж) 5,8 мкмоль/г.

Приклад 4

До 100 мл розчину метилсіликонату натрію з концентрацією 281 г/л (2,4 моль/л) у воді, охолодженого 0-5 °С на бані з льодом, повільно по краплях протягом декількох хвилин при інтенсивному перемішуванні додавали 42 г 28 % розчину сірчаної кислоти у воді, охолодженого до 0-5 °С у холодильнику. Після завершення додавання і отримання гелеподібної маси перемішування припиняли і отриманий продукт залишили для дозрівання на 60 хв. Додавали 1 л води та вручну за допомогою шпателя подрібнювали гель. Одержаний продукт декілька разів промивали водою до нейтральної реакції.

В одержаний гель заливали 1 л промивного розчину, що містив 7,5 мл 28 % сірчаної кислоти, витримували 30 хвилин і промивний розчин зливали. Операцію повторювали тричі. В одержаний гель заливали 500 мл промивного розчину, що містив 1,75 мл 28 % сірчаної кислоти витримували 60 хвилин і промивний розчин зливали. Операцію повторювали двічі. Після останньої декантації продукт заливали 1 л води, витримували 30 хв і воду зливали. Операцію повторювали тричі. Лакмусовий папір підтверджував нейтральну рН продукту. Продукт висипали на фільтрувальний папір і добре промокали, видаляючи вологу. Сушили 15 г вологого продукту на папері при температурі 25 °С до постійної маси при пониженому тиску 0,4-0,6 бар, отримуючи 6,24 г продукту (суха маса). Сорбційна активність по КЧ (конго червоний) 5,2 мкмоль/г, сорбційна активність по МО (метилоранж) 8,1 мкмоль/г. Відбирали зразок одержаного продукту і робили зображення часточок методом скануючої

електронної мікроскопії, одержане зображення показано на фіг. 2А. На фіг. 2Б показано збільшене зображення часточки ГГМКК із численними порами на поверхні розміром 0,2-0,3 мкм.

Приклад 5

До 100 мл розчину метилсиліконату натрію з концентрацією 281 г/л (2,4 моль/л) у воді на бані з температурою 22 °С, повільно по краплях протягом декількох хвилин при інтенсивному перемішуванні додавали 42 г 28 % розчину сірчаної кислоти у воді з температурою 22 °С. Температура розчину піднімалась до 37 °С. Після завершення додавання і отримання гелеподібної маси перемішування припиняли і отриманий продукт залишили для дозрівання на 60 хв. Додавали 1 л води та вручну за допомогою шпателя подрібнювали гель. Одержаний продукт декілька разів промивали водою до нейтральної реакції.

В одержаний гель заливали 1 л промивного розчину, що містив 7,5 мл 28 % сірчаної кислоти, витримували 30 хвилин і промивний розчин зливали. Операцію повторювали тричі. В одержаний гель заливали 500 мл промивного розчину, що містив 1,75 мл 28 % сірчаної кислоти витримували 60 хвилин і промивний розчин зливали. Операцію повторювали двічі. Після останньої декантації продукт заливали 1 л води, витримували 30 хв і воду зливали. Операцію повторювали тричі. Лакмусовий папір підтверджував нейтральну рН продукту. Продукт висипали на фільтрувальний папір і добре промокали, видаляючи вологу. Сушили на фільтрувальному папері при кімнатній температурі. Отримували 56 г продукту (вихід сухого продукту 16,6 г). Сорбційна активність по КЧ (конго червоний) 3,2 мкмоль/г, сорбційна активність по МО (метилоранж) 5,6 мкмоль/г.

Приклад 6

До 100 мл розчину метилсиліконату натрію з концентрацією 281 г/л (2,4 моль/л) у воді на бані з температурою 22 °С, повільно по краплях протягом декількох хвилин при інтенсивному перемішуванні додавали 42 г 28 % розчину сірчаної кислоти у воді з температурою 22 °С. Температура розчину піднімалась до 37 °С. Після завершення додавання і отримання гелеподібної маси перемішування припиняли і отриманий продукт залишили для дозрівання на 60 хв. Додавали 1 л води та вручну за допомогою шпателя подрібнювали гель. Одержаний продукт декілька разів промивали водою до нейтральної реакції.

В одержаний гель заливали 1 л промивного розчину, що містив 7,5 мл 28 % сірчаної кислоти, витримували 30 хвилин і промивний розчин зливали. Операцію повторювали тричі. В одержаний гель заливали 500 мл промивного розчину, що містив 1,75 мл 28 % сірчаної кислоти витримували 60 хвилин і промивний розчин зливали. Операцію повторювали двічі. Після останньої декантації продукт заливали 1 л води, витримували 30 хв і воду зливали. Операцію повторювали тричі. Лакмусовий папір підтверджував нейтральну рН продукту. Продукт висипали на фільтрувальний папір і добре промокали, видаляючи вологу. Сушили 15 г вологого продукту на папері при температурі 25 °С до постійної маси при пониженому тиску 0,4-0,6 Бар, отримуючи 4,46 г продукту (суха маса). Сорбційна активність по КЧ (конго червоний) 4,9 мкмоль/г, сорбційна активність по МО (метилоранж) 7,7 мкмоль/г. Відбирали зразок одержаного продукту і робили зображення часточок методом скануючої електронної мікроскопії, одержане зображення показано на фіг. 3.

Приклад 7

До 100 мл розчину метилсиліконату натрію з концентрацією 281 г/л (2,4 моль/л) у воді на бані з температурою 22 °С, повільно по краплях протягом декількох хвилин при інтенсивному перемішуванні додавали 84 г 14 % розчину сірчаної кислоти у воді з температурою 22 °С. Після завершення додавання і отримання гелеподібної маси перемішування припиняли і отриманий продукт залишили для дозрівання на 60 хв. Додавали 1 л води та вручну за допомогою шпателя подрібнювали гель. Одержаний продукт декілька разів промивали водою до нейтральної реакції.

В одержаний гель заливали 1 л промивного розчину, що містив 7,5 мл 28 % сірчаної кислоти, витримували 30 хвилин і промивний розчин зливали. Операцію повторювали тричі. В одержаний гель заливали 500 мл промивного розчину, що містив 1,75 мл 28 % сірчаної кислоти витримували 60 хвилин і промивний розчин зливали. Операцію повторювали двічі. Після останньої декантації продукт заливали 1 л води, витримували 30 хв і воду зливали. Операцію повторювали тричі. Лакмусовий папір підтверджував нейтральну рН продукту. Продукт висипали на фільтрувальний папір і добре промокали, видаляючи вологу. Сушили на фільтрувальному папері при кімнатній температурі. Отримували 52 г продукту (вихід сухого продукту 12,74 г). Сорбційна активність по КЧ (конго червоний) 2,9 мкмоль/г, сорбційна активність по МО (метилоранж) 4,1 мкмоль/г.

Приклад 8

До 100 мл розчину метилсиліконату натрію з концентрацією 281 г/л (2,4 моль/л) у воді на бані з температурою 22 °С, повільно по краплях протягом декількох хвилин при інтенсивному перемішуванні додавали 84 г 14 % розчину сірчаної кислоти у воді з температурою 22 °С. Після завершення додавання і отримання гелеподібної маси перемішування припиняли і отриманий продукт залишили для дозрівання на 60 хв. Додавали 1 л води та вручну за допомогою шпателя подрібнювали гель. Одержаний продукт декілька разів промивали водою до нейтральної реакції.

В одержаний гель заливали 1 л промивного розчину, що містив 7,5 мл 28 % сірчаної кислоти, витримували 30 хвилин і промивний розчин зливали. Операцію повторювали тричі. В одержаний гель заливали 500 мл промивного розчину, що містив 1,75 мл 28 % сірчаної кислоти витримували 60 хвилин і промивний розчин зливали. Операцію повторювали двічі. Після останньої декантації продукт заливали 1 л води, витримували 30 хв і воду зливали. Операцію повторювали тричі. Лакмусовий папір підтверджував нейтральну рН продукту. Продукт висипали на фільтрувальний папір і добре промокали, видаляючи вологу. Сушили 15 г вологого продукту на папері при температурі 25 °С до постійної маси при пониженому тиску 0,4-0,6 Бар, отримуючи 3,67 г продукту (суха маса). Сорбційна активність по КЧ (конго червоний) 4,1 мкмоль/г, сорбційна активність по МО (метилоранж) 5,6 мкмоль/г. Відбирали зразок одержаного продукту і робили зображення часточок методом скануючої електронної мікроскопії, одержане зображення показано на фіг. 4.

Приклад 9

До 100 мл розчину метилсиліконату натрію з концентрацією 281 г/л (2,4 моль/л) у воді з температурою 50-52 °С повільно по краплях протягом декількох хвилин при інтенсивному перемішуванні додавали 42 г 28 % розчину сірчаної кислоти у воді з температурою 50-52 °С. Розчин нагрівався до 60 °С. Після завершення додавання і отримання гелеподібної маси перемішування припиняли і отриманий продукт залишили для дозрівання на 60 хв. Додавали 1 л води та вручну за допомогою шпателя подрібнювали гель. Одержаний продукт декілька разів промивали водою до нейтральної реакції.

В одержаний гель заливали 1 л промивного розчину, що містив 7,5 мл 28 % сірчаної кислоти, витримували 30 хвилин і промивний розчин зливали. Операцію повторювали тричі. В одержаний гель заливали 500 мл промивного розчину, що містив 1,75 мл 28 % сірчаної кислоти витримували 60 хвилин і промивний розчин зливали. Операцію повторювали двічі. Після останньої декантації продукт заливали 1 л води, витримували 30 хв і воду зливали. Операцію повторювали тричі. Лакмусовий папір підтверджував нейтральну рН продукту. Продукт висипали на фільтрувальний папір і добре промокали, видаляючи вологу. Сушили на фільтрувальному папері при кімнатній температурі. Отримували 58 г продукту (вихід сухого продукту 14,7 г). Сорбційна активність по КЧ (конго червоний) 2,5 мкмоль/г, сорбційна активність по МО (метилоранж) 3,2 мкмоль/г.

Приклад 10

До 100 мл розчину метилсиліконату натрію з концентрацією 281 г/л (2,4 моль/л) у воді з температурою 50-52 °С повільно по краплях протягом декількох хвилин при інтенсивному перемішуванні додавали 42 г 28 % розчину сірчаної кислоти у воді з температурою 50-52 °С. Розчин нагрівався до 60 °С. Після завершення додавання і отримання гелеподібної маси перемішування припиняли і отриманий продукт залишили для дозрівання на 60 хв. Додавали 1 л води та вручну за допомогою шпателя подрібнювали гель. Одержаний продукт декілька разів промивали водою до нейтральної реакції.

В одержаний гель заливали 1 л промивного розчину, що містив 7,5 мл 28 % сірчаної кислоти, витримували 30 хвилин і промивний розчин зливали. Операцію повторювали тричі. В одержаний гель заливали 500 мл промивного розчину, що містив 1,75 мл 28 % сірчаної кислоти витримували 60 хвилин і промивний розчин зливали. Операцію повторювали двічі. Після останньої декантації продукт заливали 1 л води, витримували 30 хв і воду зливали. Операцію повторювали тричі. Лакмусовий папір підтверджував нейтральну рН продукту. Продукт висипали на фільтрувальний папір і добре промокали, видаляючи вологу. Сушили 15 г вологого продукту на папері при температурі 25 °С до постійної маси при пониженому тиску 0,4-0,6 Бар, отримуючи 5,74 г продукту (суха маса). Сорбційна активність по КЧ (конго червоний) 5,4 мкмоль/г, сорбційна активність по МО (метилоранж) 5,2 мкмоль/г. Відбирали зразок одержаного продукту і робили зображення часточок методом скануючої електронної мікроскопії, одержане зображення показано на фіг. 5.

Як видно з наведених вище Прикладів, найкращий результат досягається при отриманні ГГМКК за способом корисної моделі. Такий матеріал характеризується найвищою сорбційною активністю (КЧ 5,2 мкмоль/г, по МО 8,1 мкмоль/г), а також складається з дрібних частинок ГГМКК розміром до 1 мкм, які агрегуються з утворенням матеріалу, який містить пори розміром 0,2-0,3 мкм.

Найгірший результат по виходу кінцевого продукту і його абсорбційним властивостям було отримано в Прикладі 7 та 8. Використання 14 % сірчаної кислоти та проведення змішування реагентів при кімнатній температурі значним чином зменшує вихід кінцевого продукту і погіршує його абсорбційні властивості (приклад 7: сорбційна активність по КЧ 2,9 мкмоль/г, по МО 4,1 мкмоль/г; приклад 8: сорбційна активність по КЧ 4,1 мкмоль/г, по МО 5,6 мкмоль/г).

Повільне змішування сірчаної кислоти та метилсиліконату натрію при охолодженні з дозріванням готового продукту протягом 60 хвилин з наступним висушуванням при 25 °С до постійної маси відповідно до Прикладів 3 та 4 забезпечує вихід сухого продукту 15,9 г і сорбційну активність КЧ 5,2 мкмоль/г, по МО 8,1 мкмоль/г.

Хоча Приклад 6 і забезпечує більший вихід кінцевого сухого продукту 16,6 г, однак сорбційна активність одержаного продукту трохи нижча КЧ 4,9 мкмоль/г та МО 7,7 мкмоль/г за сорбційну активність продукту одержаного в Прикладі 4.

Швидке змішування сірчаної кислоти та метилсиліконату натрію при кімнатній температурі без дозрівання готового продукту з наступним висушування при 25 °С до постійної маси відповідно до Прикладу 1 та 2 забезпечує низький вихід сухого продукту 15,0 г і сорбційну активність сухого продукту КЧ 4,5 мкмоль/г та МО 6,3 мкмоль/г, що також значно гірше порівняно з Прикладами 3 та 4.

Змішуванні реагентів при нагріванні до 50-52 °С хоча і дає відносно високий вихід кінцевого продукту, але сорбційна активність сухого продукту КЧ 5,4 мкмоль/г та МО 5,2 мкмоль/г є досить низькою і незадовільною.

Пояснити високу сорбційну активність продукту за Прикладом 4 можна утворенням ГГМКК з високорозвиненою поверхнею, а також утворенням дрібних частинок ГГМКК розміром до 1 мкм, які агрегуються з утворенням матеріалу, який містить пори розміром 0,2-0,3 мкм, що добре видно на фіг. 2Б. Для продуктів, отриманих за допомогою інших способів, утворення такої великої кількості пор на поверхні часточок ГГМКК не спостерігається (див. фіг. 1, 3, 4 та 5).

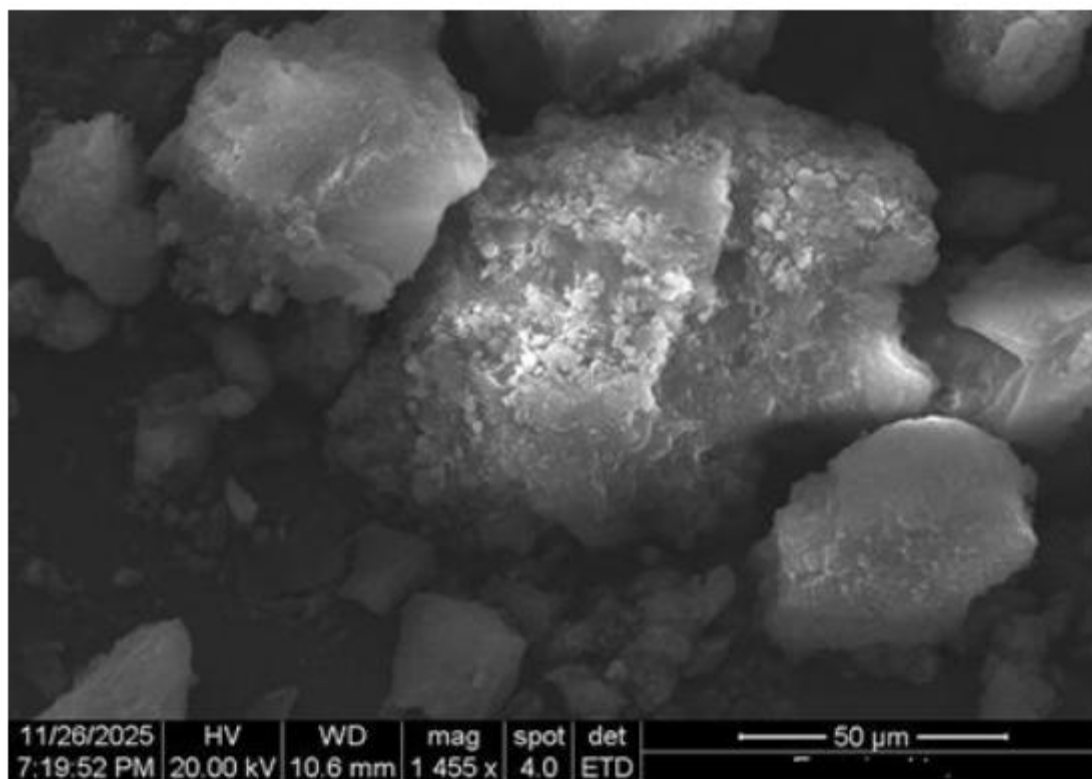


Fig. 1

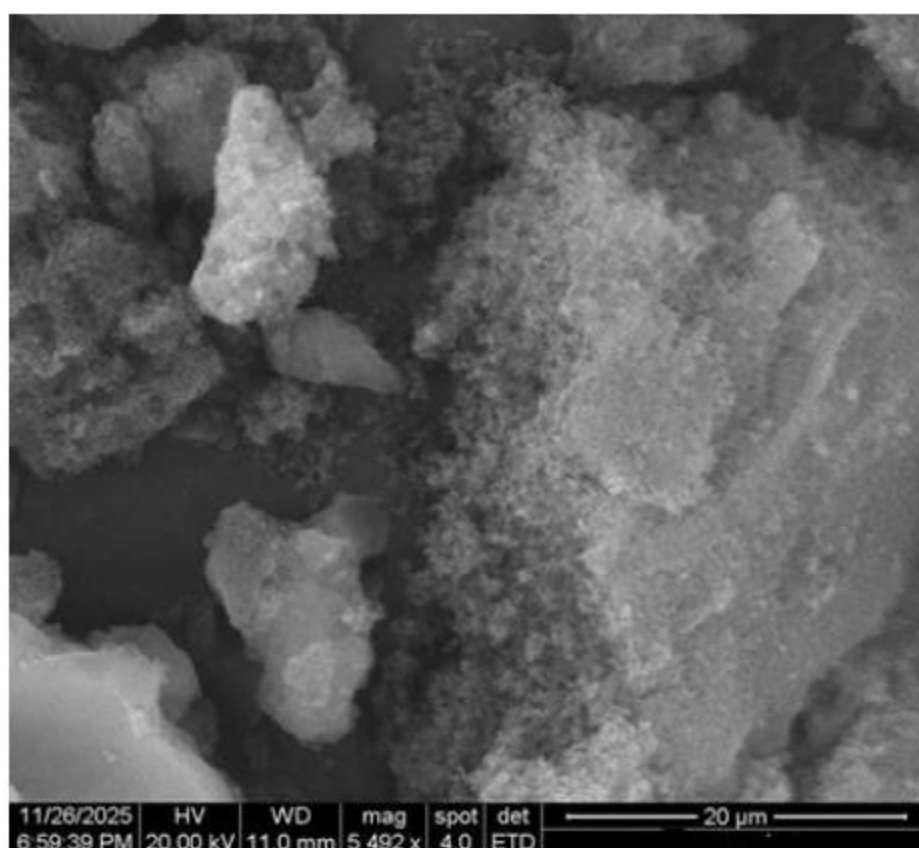


Fig. 2A

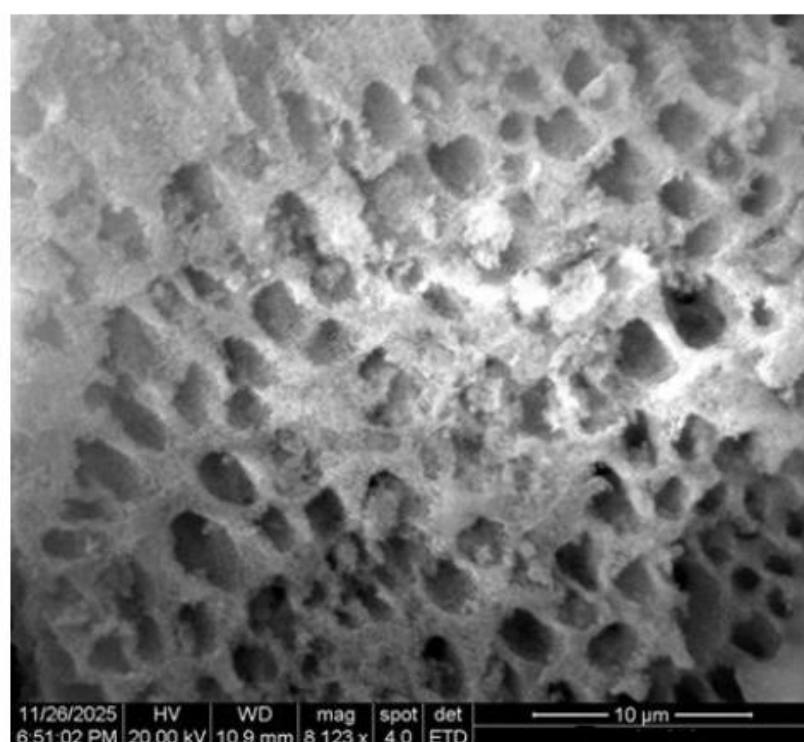


Fig. 2B

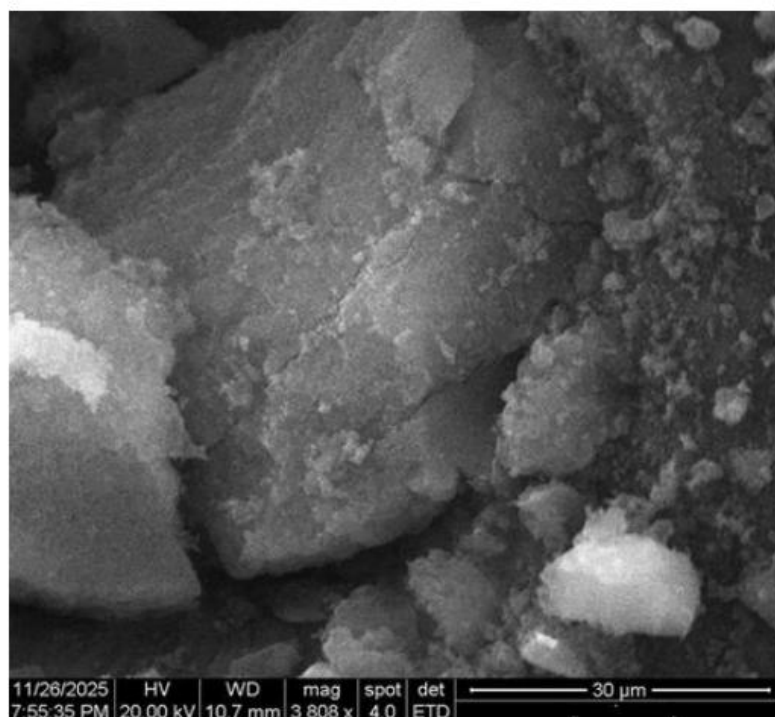


Fig. 3

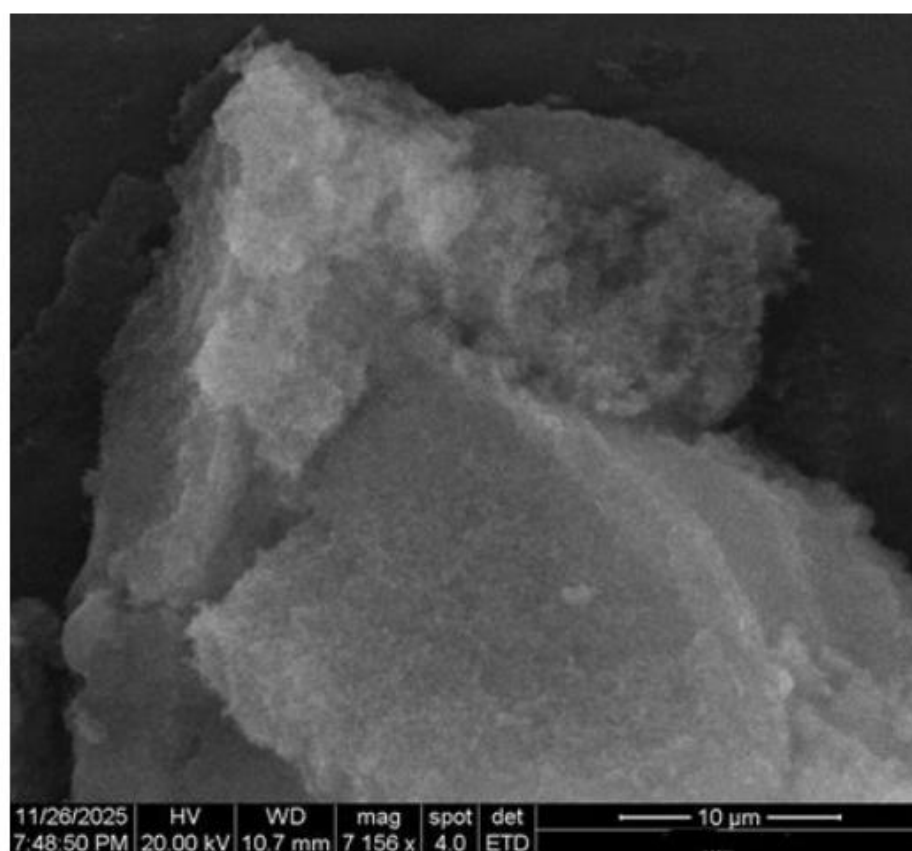


Fig. 4

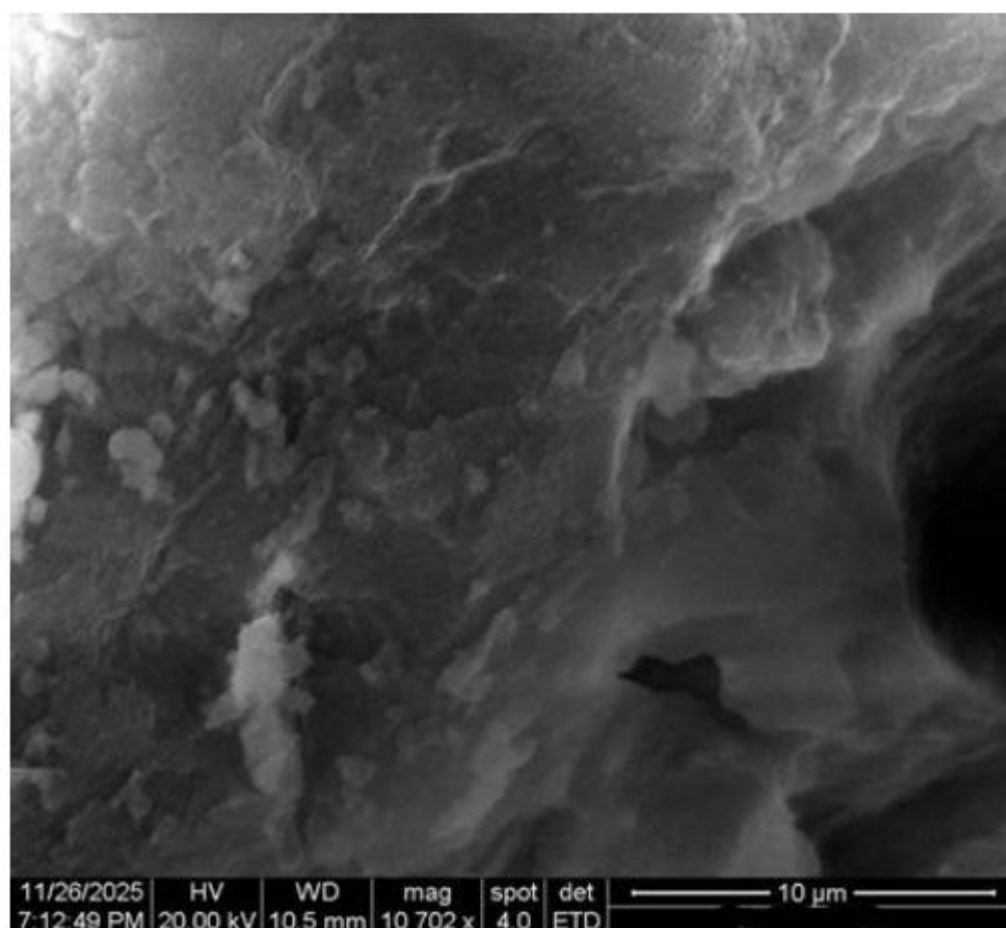


Fig. 5