



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21), (22) Заявка: 2006125794/15, 18.07.2006

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
18.07.2006

(43) Дата публикации заявки: 27.01.2008

(45) Опубликовано: 10.08.2008 Бюл. № 22

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: RU 2139244 C1, 10.10.1999. US 6824866 B1, 30.11.2004. ЗОЛОТОВ Ю.А., ЦИЗИН Г.И. и др. Сорбционное концентрирование микрокомпонентов для целей химического анализа. - Успехи химии, 2005, т.74, № 1, с.41-66. RU 2110789 C1, 10.05.1998. SU 99872 A1, 01.01.1955. SU 1285367 A1, 23.01.1987. HU 57899 A, 30.12.1991. SU 540654 A1, 30.12.1976. JP 08-245278 A, 24.09.1996. JP 10-259074 A, 29.09.1998.

Адрес для переписки:

129090, Москва, а/я 11, Патентная фирма
ПРОПАТЕНТ

(72) Автор(ы):

Моросанова Елена Игоревна (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Общество с ограниченной ответственностью
"МедЭкоТест" (RU)

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ДИОКСИДА КРЕМНИЯ И ИНДИКАТОРНАЯ ТРУБКА

(57) Реферат:

Изобретение может быть использовано в химической и пищевой промышленности. Способ получения диоксида кремния включает гидролиз тетраэтоксисилана в среде этанола в присутствии 0,01-0,1 М водного раствора гексафторсиликата аммония и 1-5 об.% полиэтиленгликоля с молекулярной массой 400, а также последующую сушку созревшего геля микроволновым излучением

мощностью 300-1000 Вт. Для изготовления индикаторной трубки полученным порошком заполняют прозрачную трубку из стекла или из полимерного материала. Предложенное изобретение позволяет получить порошок диоксида кремния с пористостью 130-825 Å и создать индикаторную трубку, подходящую для проведения экспресс-анализа. 2 н. и 3 з.п. ф-лы.



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY,
PATENTS AND TRADEMARKS

(51) Int. Cl.

C01B 33/16 (2006.01)*G01N 31/00* (2006.01)**(12) ABSTRACT OF INVENTION**(21), (22) Application: **2006125794/15, 18.07.2006**(24) Effective date for property rights: **18.07.2006**(43) Application published: **27.01.2008**(45) Date of publication: **10.08.2008 Bull. 22**

Mail address:

**129090, Moskva, a/ja 11, Patentnaja firma
PROPATENT**

(72) Inventor(s):

Morosanova Elena Igorevna (RU)

(73) Proprietor(s):

**Obshchestvo s ogranichennoj otvetstvennost'ju
"MedEhkoTest" (RU)**

(54) METHOD OF OBTAINING SILICON DIOXIDE, AND INDICATOR TUBE

(57) Abstract:

FIELD: chemistry.

SUBSTANCE: method of silicon dioxide obtaining involves tetraethoxysilane hydrolysis in ethanol medium in the presence of 0.01-0.1 mol of hexafluorosilicate water solution and 1-5 volume % of polyethylene glycol with molecular mass 400, followed by drying of the matured gel by

microwave radiation of 300-1000 W power. To manufacture an indicator tube a transparent glass or polymer tube is filled with the obtained powder.

EFFECT: obtaining of silicon dioxide powder of high porosity and manufacturing of indicator tube for express analysis.

5 cl, 2 ex

Изобретение относится к области химии, пищевой промышленности и другим отраслям, где необходимо экспрессное определение ионов металлов, анионов и органических соединений, а конкретно к способу получения диоксида кремния и к индикаторной трубке.

Известен способ получения диоксида кремния, заключающийся в гидролизе тетраэтоксисилана в среде этанола в присутствии 0,01-0,1 М водного раствора гексафторсиликата аммония с последующей сушкой микроволновым излучением мощностью 300-1000 Вт (RU С1 №2139244, МПК 6 С01В 33/12, G01N 31/00, 1999).

Известный способ позволяет получать образцы пористого диоксида кремния за 15-60 мин. Удельная поверхность образцов составляет 400-1000 м²/г. Пористость образцов зависит от концентрации гексафторсиликата аммония, изменяя которую можно получать образцы со средним диаметром пор 10-70 Å. Так, для образцов диоксида кремния, полученных в присутствии 0,02 М гексафторсиликата аммония и высушенных микроволновым излучением мощностью 600 Вт, удельная поверхность составляет 443 м²/г, средний диаметр пор 70 Å. Для приготовления образцов требуется 46 мин.

Пористость материала, характеризуемая средним диаметром пор, определяет как эффективность и селективность разделения, так и время, необходимое для установления сорбционного равновесия и, следовательно, экспрессность анализа.

Полученный известным способом диоксид кремния не обеспечивает достаточную эффективность и экспрессность разделения, что обусловлено его недостаточной пористостью.

Порошки диоксида кремния используются для определения различных неорганических и органических веществ. Определение может производиться как с помощью аналитических приборов (спектрофотометров, рефлектметров), так и с использованием индикаторных трубок (Золотев Ю.А., Цизин Г.И., Моросанова Е.И., Дмитриенко С.Г. Успехи химии. 2005. Т.74, №1, С.41-66).

Технический результат изобретения заключается в получении диоксида кремния с пористостью, лежащей в диапазоне 130-825 Å. Кроме того, изобретение решает задачу создания средства в виде индикаторной трубки, обеспечивающей возможность проведения экспресс анализа.

Технические результаты достигаются тем, что способ получения диоксида кремния включает гидролиз тетраэтоксисилана в среде этанола в присутствии 0,01-0,1 М водного раствора гексафторсиликата аммония и 1-5 об.% полиэтиленгликоля с молекулярной массой 400, а также последующую сушку созревшего геля микроволновым излучением мощностью 300-1000 Вт.

Согласно изобретению индикаторная трубка выполняется в виде прозрачной трубки из стекла или из полимерного материала, которая заполняется диоксидом кремния, полученным описанным выше способом.

Внутренний диаметр прозрачной трубки лежит в диапазоне 0,5-3 мм, а ее длина - в диапазоне 40-200 мм. Для уплотнения концов трубки используется инертный пористый материал, в качестве которого может быть использован целлюлозно-бумажный нетканый материал. При использовании трубки из полимерного материала используется трубка из полиэтилена или из полиакриламида.

Добавка высокомолекулярного соединения - полиэтиленгликоля с различной молекулярной массой - существенно влияет на процесс гелеобразования, который в системе тетраэтоксисилана - этанол-вода происходит в результате протекания реакций конденсации прогидролизовавшихся молекул тетраэтоксисилана. Укрупнение частиц золя происходит в результате их агломерации. Крупные молекулы добавки высокомолекулярного соединения адсорбируются на поверхности растущих частиц золя, уменьшают препятствующий их сближению заряд, способствуя укрупнению частиц и ускорению гелеобразования. Скорость процесса гелеобразования характеризуют временем полного созревания геля, когда оптическая плотность реакционной смеси перестает изменяться. В результате проведенных экспериментов было установлено, что ускорение гелеобразования происходит при использовании 1-5 об.% полиэтиленгликоля.

Возможность осуществления изобретения иллюстрируется следующими примерами получения индикаторного порошка диоксида кремния.

Пример 1.

5 К 2 мл тетраэтоксисилана прибавляют 5 мл этанола, 2 мл 0,100 М водного раствора гексафторсиликата аммония, 0,09 мл полиэтиленгликоля с молекулярной массой 400.

Смесь перемешивают и оставляют стоять при комнатной температуре до полного созревания геля. Время полного созревания геля составляет 4 мин.

10 Созревший гель помещают в микроволновую печь и подвергают обработке микроволновым излучением мощностью 600 Вт. Высушивание проводят до достижения постоянной массы образца. Время доведения геля до постоянной массы составляет 40 мин. Высушенный гель измельчают и отсеивают на фракции. Удельная поверхность порошка диоксида кремния (диаметр частиц 250-500 мкм) составила 270 м²/г, средний диаметр пор 130 Å.

Пример 2.

15 К 2 мл тетраэтоксисилана прибавляют 5 мл этанола, 2 мл 0,100 М водного раствора гексафторсиликата аммония, 0,45 мл полиэтиленгликоля с молекулярной массой 400. Время полного созревания геля составляет 2 мин. Высушивание образца проводят в соответствии с порядком по примеру 1.

20 Удельная поверхность порошка диоксида кремния (диаметр частиц 250-500 мкм) составила 33 м²/г, средний диаметр пор 825 Å.

Индикаторная трубка изготавливается следующим образом.

25 Берется стеклянная прозрачная трубка с внутренним диаметром 1,5 мм и длиной 60 мм. Вначале один конец трубки уплотняется целлюлозно-бумажным нетканым материалом, потом со стороны второго конца в трубку засыпается измельченный порошок диоксида кремния. При засыпке порошка осуществляется его уплотнение встряхиванием трубки и постукиванием по ней. Второй конец трубки также уплотняется целлюлозно-бумажным нетканым материалом. После того, как оба конца трубки уплотнены, пересыпание порошка внутри нее не допускается.

30 Для определения различных неорганических и органических веществ измельченный диоксид кремния может быть использован в различных вариантах: твердофазно-спектрофотометрическим, визуально-колориметрическом, а также варианте индикаторных трубок.

35 К анализируемому раствору добавляют необходимые аналитические реагенты, приводящие к образованию окрашенных соединений с участием определяемых веществ, и затем окрашенные продукты на материале сорбируются на диоксиде кремния. Цвет материала изменяется в результате сорбции окрашенных соединений, в состав которых входит определяемое вещество.

40 В варианте твердофазно-спектрофотометрического определения к 0,3 г индикаторного порошка приливают 25 мл анализируемого раствора. Суспензию перемешивают в течение 15 мин, затем измеряют оптическую плотность порошка и находят концентрацию определяемого вещества по заранее построенному градуировочному графику.

45 В варианте визуальной колориметрии к 0,2 г индикаторного порошка приливают 25 мл анализируемого раствора. Суспензию перемешивают в течение 15 мин, затем сравнивают окраску индикаторного порошка со шкалой цветности и находят концентрацию определяемого вещества.

50 В варианте индикаторных трубок: индикаторную трубку опускают в анализируемый раствор на глубину 2-3 мм. После поднятия фронта жидкости до верхнего конца индикаторную трубку вынимают и измеряют длину изменившей цвет зоны и находят концентрацию определяемого вещества по заранее построенному градуировочному графику.

Формула изобретения

1. Способ получения диоксида кремния, включающий гидролиз тетраэтоксисилана в

среде этанола в присутствии 0,01-0,1 М водного раствора гексафторсиликата аммония и 1-5 об.% полиэтиленгликоля с молекулярной массой 400, а также последующую сушку созревшего геля микроволновым излучением мощностью 300-1000 Вт.

5 2. Индикаторная трубка, выполненная в виде прозрачной трубки из стекла или из полимерного материала, полость трубки заполнена порошкообразным диоксидом кремния, полученным гидролизом тетраэтоксисилана в среде этанола в присутствии 0,01-0,1 М водного раствора гексафторсиликата аммония и 1-5 об.% полиэтиленгликоля с молекулярной массой 400 с последующей сушкой созревшего геля микроволновым излучением мощностью 300-1000 Вт.

10 3. Трубка по п.2, отличающаяся тем, что внутренний диаметр прозрачной трубки лежит в диапазоне 0,5-3 мм, а ее длина - в диапазоне 40-200 мм.

4. Трубка по п.2, отличающаяся тем, что концы трубки уплотнены инертным пористым материалом, в качестве которого использован целлюлозно-бумажный нетканый материал.

15 5. Трубка по п.2, отличающаяся тем, что прозрачная трубка выполнена из полиэтилена или из полиакриламида.

20

25

30

35

40

45

50