



УКРАЇНА

(19) UA (11) 77917 (13) C2
(51) МПК (2006)
C04B 24/40 (2006.01)
C04B 24/24 (2006.01)
C08G 77/00

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИ

ДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ

ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА ВИНАХІД

(54) КОМБІНОВАНЕ ЗВ'ЯЗУЮЧЕ І СПОСІБ ЙОГО ОДЕРЖАННЯ

1	2
(21) а200512590	етилсилікат 55 - 72
(22) 26.12.2005	кислотний каталізатор 0,3-1,0
(24) 15.01.2007	колагеновий компонент 1,0-5,0
(46) 15.01.2007, Бюл. № 1, 2007 р.	вода решта.
(72) Семченко Галина Дмитрівна, Ніколаєнко Вероніка Миколаївна, Кобець Наталія Юріївна, Немашкало Вікторія Іванівна, Вакулік Ірина Анатоліївна	2. Спосіб одержання комбінованого зв'язуючого, який включає гідроліз етилсилікату водою в присутності кислотного каталізатора, та перемішування вихідних компонентів, який відрізняється тим, що перемішування здійснюють до максимального значення температури гідролізу, після чого гідролізат охолоджують на 4-10°C і додають до нього суспензію колагенового компонента з температурою на 10-16°C вище температури охолодженого гідролізату, продовжують перемішування зі швидкістю в 1,5-3 рази меншою початкової швидкості до встановлення температури одержаного комплексного гідролізату на 2-5 °C нижче максимальної температури гідролізату без колагенового компонента, після чого перемішування припиняють.
(73) НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ "ХАРКІВСЬКИЙ ПОЛІТЕХНІЧНИЙ ІНСТИТУТ"	
(56) UA 51292 A 15.11.2002	
RU 2039765 C1, 20.07.1995	
SU 1752780 A1, 07.08.1992	
US 4080214 A, 21.03.1978	
GB 1287432, 31.08.1972	
(57) 1. Комбіноване зв'язуюче, яке містить етилсилікат, воду, кислотний каталізатор, який відрізняється тим, що додатково містить колагеновий компонент при такому співвідношенні компонентів, мас. % :	

Винахід, що пропонується, відноситься до області хімічної технології, а саме, до зв'язуючих, які рекомендовано використовувати при виготовленні проникнених керамічних виробів. Близьким за технічною суттю та призначенням є зв'язуюче [1], до складу якого входять етилсилікат (ефір ортокремнієвої кислоти), HCl - кислотний каталізатор, вода та добавки кубових залишків вищих жирних кислот, введених для зменшення усадки виробів при випалі. Основним недоліком складу зв'язуючого - аналога є те, що його можна вводити в незначній кількості (до 0,65%), тому що, при гідролізі добавки ВЖС вспінуються і не дають можливості одержувати міцну однорідну масу. Розрізнені пори мають сферичну форму, малі розміри, що не придатне для створення проникненої поруватості, а частіше, може бути корисно пристосовано при виробництві теплоізоляційних матеріалів. Близьким за технічною суттю та призначенням є спосіб одержання зв'язуючого [2], в якому добавку ПВАД змішують з водою в співвідношенні від 2 : 1 до 1 : 3, проводять гідроліз етилсилікату у водному розчині HCl, який вміщує 70 - 80% HCl від загальної її

кількості в гідролізаті, після чого вводять залишок кислоти 20-30% і проводять співгідроліз суміші ще 10-60 хв. Зв'язуюче, що одержують вищевказаним способом, зменшує швидкість полімеризації комплексного зв'язуючого, та затримує процес структуроутворення, підвищує живучість гідролізату. Його недоліком є створення відокремлених одна від одної пор, що знижує можливість одержання якісної проникненої поруватості. Найбільш близьким за технічною суттю та призначенням є спосіб - прототип одержання етилсилікатного зв'язуючого [3], в якому компоненти поділяють в заданому співвідношенні, охолоджують та змішують, першу частину компонентів до температури гідролізату 40 - 45°C, після чого вливають другу частину компонентів в гідролізат, перемішують із зменшеною вдвічі інтенсивністю до встановлення температури суміші 40 - 45°C. Цей спосіб характеризується покращеними в порівнянні з аналогами зв'язуючими властивостями в зв'язку з підвищеною гомогенізацією продуктів гідролізу етилсилікату і збільшеними фізико-механічними властивостями як самого зв'язуючого, так і виробів із його

(13) C2

(11) 77917

(19) UA

використанням. Основним недоліком способу - прототипу та його складу є те, що в результаті полімеризації продуктів гідролізу утворюються міцні полісилоксанові зв'язки $\equiv \text{Si}-\text{O}-\text{Si} \equiv$ між зернами наповнювача, що утворює щільну структуру, і тому не придатне при синтезі проникненої кераміки. Задача винаходу полягає в тому, щоб комбіноване зв'язуюче на основі етилсилікату включало до свого складу такий компонент, який би полімеризувався одночасно із гідролізатом етилсилікату, влітаючи в низку полісилоксанових зв'язків, а при термообробці випалювався з утворенням пор на місці його присутності в гелевому скелеті, що значно б підвищувало проникненість між спеченими зернами керамічного наповнювача, не знижуючи при цьому фізико-механічні властивості виробів. Технічний результат забезпечується тим, що в рішенні, яке пропонується і включає етилсилікат 55% - 72%, кислотний каталізатор від 0,3% до 1,0%, колагеновий компонент від 1% до 5% та воду-решту. Спочатку змішують вихідні компоненти для гідролізу етилсилікату. Інтенсивне перемішування здійснюють до підйому температури до максимального значення, після чого гідролізат охолоджують на 4 - 10°C, додають суспензію колагенового компонента з температурою на 10-16°C вище температури гідролізату, а потім продовжують перемішувати зі швидкістю в 1,5-3 рази меншою початкової інтенсивності до встановлення температури комплексного гідролізату на 2-5°C нижче максимальної температури гідролізату без додавання колагену. Позитивний результат забезпечується тим, що при з'єднанні чистого гідролізату з суспензією колагенового компонента з температурою на 10 - 16°C вище температури гідролізату виключається коагуляція колагену, утворюється однорідна суміш, в якій при полімеризації в силоксанові зв'язки вбудовуються колаге-

нові стрічки і при термообробці виробів на цьому зв'язуючому - випалюються, утворюючи проходи в низці полісилоксанових зв'язків $\equiv \text{Si}-\text{O}-\text{Si} \equiv$, що надає можливість підвищити проникненість матеріалів. Використання запропонованого складу та способу його виготовлення, що заключається в інтенсивному перемішуванні вихідних компонентів для гідролізу етилсилікату до підйому температури до максимального значення та охолодженні одержаного гідролізату на 4-10°C, а потім додавання суспензії колагенового компонента з температурою на 10-16°C вище температури гідролізату етилсилікату з подальшим перемішуванням суміші з меншою в 1,5-3 рази початкової інтенсивності змішування до встановлення температури комплексного гідролізату на 2-5°C нижче максимальної температури гідролізату без цієї добавки, дозволяє одержувати однорідний гідролізат із звичайними в'язкими властивостями, яке при термообробці забезпечує виникнення проникненої поруватості в самому скелеті зв'язуючого, крім того зв'язуюче має в 1,5-2 рази більший строк «живучості». Приклад: 0,8% HCl додають до 15% води, в водний розчин кислоти додають 64,2% етилсилікату та перемішують зі швидкістю 2000 об/хв. до максимальної температури 30°C. Гідроліз припиняють, гідролізат охолоджують до 20°C, приготують суспензію колагену з додатком 15% води від загальної кількості з температурою 35°C. Суміш продовжують перемішувати зі зниженою удвічі швидкістю (1000 об/хв.) до встановлення температури комплексного гідролізату 15°C, перемішування припиняють, зв'язуюче зливають в ємкість для використання в технології виготовлення виробів. Конкретні склади та способ одержання зв'язуючого та виробів, одержаних з їх використанням, приведено в таблиці.

Таблиця

Залежність властивостей виробів від складу та способу виготовлення зв'язуючого

Найменування показників	Параметри					
	поза межів	1	2	3	поза межів	прототип
Состав, мас. %:						
Етилсилікат	42,2	55,0	64,2	72,0	79,3	59,2
Кислотний каталізатор	1,8	0,3	0,8	1,0	0,2	0,8
Колагеновий компонент	6,0	3,5	5,0	1,0	0,5	-
Вода	50,0	41,2	30,0	26,0	20	40
Температура гідролізату етилсилікату без домішок, °C	18	23	30	30	67	45
Температура охолодженого гідролізату, °C	16	19	20	21	32	
Температура суспензії колагенового компонента, °C	28	29	35	37	38	
Швидкість перемішування, об/хв гідролізату етилсилікату	2800	1200	2000	2700	1000	2000
Комплексного гідролізату	2000	800	1000	900	200	1000
Температура комплексного гідролізату, °C	14	17	15	26	30	45
Живучість зв'язки, год	8	12	10	11	4	10
Властивості виробів:						
Поруватість, %	70	62	68	65	47	32
Водоникненість, 10^{-5} мкм ²	3,0	1,75	2,4	1,2	0,2	0,35
Термостабільність, цикл (300° - фізрозчин)	3	15	16	13	12	3

Згідно з даними таблиці, найкращі властивості має зв'язуюче, що приведено в прикладі №2. Вироби, виготовлені з використанням комплексного зв'язуючого, мають значну поруватість, проникненість та достатню механічну стійкість. Проникненість не змінюється після термообробки та її значення вище, ніж у порівняних прикладах (1,3). Це надає можливість рекомендувати розроблені склад та технологію використовувати при виготовленні поруватих проникливих підложок для медицини та біотехнологій.

Зазначені склад комбінованого зв'язуючого та спосіб його одержання невідомі з джерел вітчизняної та іноземної інформації, встановлені авторами вперше, що свідчить про відповідність заявленого рішення критеріям новизни.

В порівнянні з відомими аналогічними рішеннями запропонований винахід має такі переваги:

- винахід не потребує додаткового дорогоцінного обладнання, а також не підвищує споживання енергоресурсів;

- забезпечує отримання матеріалів та виробів із високими показниками поруватості та проникненості;

- підвищує строк « живучості» комплексного зв'язуючого в 1,5 - 2 рази;

- надає можливість багаторазового використання керамічних виробів на запропонованому комбінованому зв'язуючому.

Джерела Інформації:

1. А.С. 1184839 СРСР, БВ № 38,1985.

2. АС. 1284971 СРСР, БВ № 1,1987.

3. Патент № 29694 А України, 2004.