

Запропонований винахід відноситься до галузі хімічних технологій, зокрема до одержання діоксиду кремнію, і може бути використаний для одержання порошків кремнезему для стоматологічних мас.

Відомий [1] спосіб одержання легованого діоксиду кремнію, що полягає в тому, що на початковій стадії проводять попередній гідроліз алкоксисилану у водно-спиртовому середовищі, потім здійснюють повторний гідроліз продуктів гідролізу зі сполукою легуючого металу і термообробку гідролізату.

Недоліком відомого способу є нерівномірний розподіл легуючого металу і введення його в невеликій кількості (до 1%), що не дозволяє одержувати порошки кремнезему із показником заломлення в інтервалі 1,49-1,51 заданого розміру 7-15мкм.

Найбільш близьким до заявленого по технічній сутності й призначенню є спосіб одержання легованого діоксиду кремнію, що включає гідроліз алкоксисилану у водно-спиртовому середовищі при молярному співвідношенні алкоксисилану і води 5:20 при концентрації кислотного каталізатора $1 \cdot 10^{-4}$ - $1 \cdot 10^{-6}$ моль/л, змішування продукту гідролізу зі сполуками легуючих металів, повторний гідроліз отриманої суміші й термообробку гідролізату [2].

Цей спосіб у порівнянні з аналогом характеризується гідролізом тільки однієї етоксильної групи алкоксисилану на стадії попереднього гідролізу, що забезпечує більш рівномірне легування діоксиду кремнію металами в широкому концентраційному інтервалі та призводить до більшої однорідності порошку кремнезему за показником заломлення і поліпшених можливостей одержання частинок заданого розміру.

Основним і дуже значним недоліком способу-прототипу є те, що використання стадії попереднього гідролізу реагентів у зазначених що призводить до недостатньої рівномірності розподілу показника заломлення по об'єму зерен і його низьких значень, неможливість регулювання значень показника заломлення в інтервалі 1,49-1,51 із кроком 0,01, і не дозволяє одержувати заданий розмір частинок у інтервалі 7-15мкм.

В основу винаходу поставлено задачу удосконалення способу одержання порошку легованого кремнезему зміною послідовності операцій підготування гелю, що дозволяє одержати порошок левоваого кремнезему однорідний за показником заломлення в інтервалі 1,49 -1,51, регульований із кроком 0,01, і заданою дисперсністю 7-15мкм.

Технічний результат забезпечується тим, що в запропонованому рішенні, що включає гідроліз алкоксисилану в присутності кислотного каталізатора зі з'єднанням легуючого металу і термообробку гідролізату, відповідно до винаходу, гідроліз алкоксисилану проводять разом з легувальною сполукою алюмінію, забезпечуючи відношення Al_2O_3/SiO_2 рівне 0,3-0,4, при молярному співвідношенні алкоксисилану і води 4:1, концентрації каталізатора 0,035-0,065 моль/л, після термообробки агрегати піддають здрібнюванню і модифікуванню добавкою алкоксисилану в кількості 0,1-0,5% при сухому помелі.

Позитивний ефект пояснюється таким: спільний гідроліз алкоксисилану і легувальної сполуки алюмінію призводить до утворення комплексних з'єднань, в яких атоми Al і Si пов'язані за допомогою ОН-груп. Оляція супроводжується як заміщенням іонами алюмінію іонів кремнію, так і процесом оксоляції, в результаті яких утворюється загальна аніонна форма з упорядкованим розподілом кремнію й алюмінію по тетраедричних позиціях. Добавка оксиду алюмінію обумовлює зниження розчинності діоксиду кремнію і гідрофілізацію поверхні міцел, що перешкоджає росту глобул і призводить до одержання гелю тонкої структури. Термообробка приготовленого за таким способом гідролізату призводить до синтезу криптокристалічної фази, що характеризується ультратонким розміром частинок ~0,4мкм. При термообробці відбувається повне розкладання вихідних компонентів, зародкоутворення мулітоподібних метастабільних фаз, а також їхній рівномірний розподіл в агрегатах кремнеземного скла.

Таким чином, присутні в агрегатах кремнеземного скла зародки криптофази муліту забезпечують підвищення сумарного показника заломлення порошку кремнезему в інтервалі 1,49-1,51, що збільшується зі зростанням співвідношення Al_2O_3/SiO_2 .

Використання запропонованого способу проведення спільного гідролізу алкоксисилану і легувальної сполуки алюмінію, забезпечуючи відношення Al_2O_3/SiO_2 рівне 0,3-0,4 при молярному співвідношенні алкоксисилану й води 4:1, концентрації каталізатору 0,035-0,065 моль/л, термообробки, здрібнювання і модифікування добавкою алкоксисилану в кількості 0,1-0,5% при сухому помелі, дозволяє одержати гелю оптимальної структури, що містить криптокристалічну фазу, яка характеризується ультратонким розміром, результатом чого є підвищення показника заломлення порошку легованого кремнезему в інтервалі 1,49-1,51 із кроком 0,01, одержання порошку заданого розміру частинок в інтервалі 7-15мкм.

Приклад.

80мл етилсилікату-32 добавляють до підкисленої води з концентрацією соляної кислоти 0,035 моль/л, добавляють розчин нітрату алюмінію щільністю $1,28 \text{г/см}^3$ у такій кількості, щоб відношення Al_2O_3/SiO_2 було рівним 0,3. Отриманий гідролізат термообробляють. Отримані агрегати кремнезему порошку піддають сухому помелу з 0,1% добавки етилсилікату-32, що модифікує.

Параметри способу одержання порошку легованого кремнезему, а також його властивості наведено в таблиці.

Таблица

Параметри способу й властивості легованого порошку кремнезему

Найменування показників	Прототип	Параметри				
			1	2	3	За межою
Відношення алкоксид/ вода	5:20	3:1	4:1	4:1	4:1	5:1
Концентрація	$1 \cdot 10^{-4}$ - $1 \cdot 10^{-6}$	0,020	0,035	0,050	0,065	0,080

каталізатора, моль/л						
Відношення Al_2O_3/SiO_2		0,2	0,3	0,35	0,4	0,5
Показник заломлення	1,44	1,46-1,47	1,49	1,50	1,51	1,46-1,654
Кількість модифікуючої добавки, %		0,08	0,1	0,3	0,5	0,6
Розмір частинок, мкм	25,0	16,0	7,0	10,0	15,0	20,0

Як виходить з таблиці, запропонований спосіб одержання порошку легованого кремнезему дозволяє програмувати показник заломлення в інтервалі 1,49-1,51 із кроком 0,01 і дисперсність в інтервалі 7-15мкм.

Таким чином, запропонований винахід має ряд переваг у порівнянні з відомим.

Використання запропонованого способу одержання порошку легованого кремнезему ефективно при застосуванні в якості наповнювача композиційних стоматологічних мас.

Застосування запропонованого винаходу забезпечує в порівнянні з відомими засобами такі переваги:

сукупність запропонованих параметрів одержання порошку легованого кремнезему дозволяє знизити енерговитрати на його виробництво в порівнянні з відомим;

поліпшити естетичний вигляд стоматологічних матеріалів;

використовувати вітчизняні стоматологічні матеріали замість закордонних.

У сукупності ці переваги забезпечать значний економічний і соціальний ефекти.

Література:

1. Патент США №3709833, кл. 252-448, 21.08.70

2. АС СССР №698922, кл. C04B33/12, опубл. 25.11.79, Бюл. №43