



УКРАЇНА

(19) UA

(11) 109915

(13) C2

(51) МПК

C01B 33/12 (2006.01)

A61K 47/02 (2006.01)

C04B 33/02 (2006.01)

ДЕРЖАВНА СЛУЖБА  
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ  
ВЛАСНОСТІ  
УКРАЇНИ

## (12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА ВИНАХІД

|  |                                  |   |
|--|----------------------------------|---|
| (21) Номер заявки:   | а 2013 05682                     | Хереб Дьйонды (HU),<br>Пушкеш Река Естер (HU),<br>Варга Золтан (HU),<br>Капуї Імре (HU),<br>Цлементіш Дьйордь (HU),<br>Бацер Габор Аттіла (HU),<br>Банкові Біатрікс (HU),<br>Кішш Гітта (HU),<br>Альбрехт Отто (HU)   |
| (22) Дата подання заявки:  | 12.10.2011                       | (73) Власник(и):<br>ЕГІШ ДЬЙОДЬСЕРДЬЯР НІЛЬВАНОШАН<br>МЮКЕДЕ РЕСВЕНЬТАРШАШАГ,<br>Keresztúri út 30-38, H-1106 Budapest,<br>Hungary (HU),<br>ОНП ХОЛДІНГ СЕ,<br>20B Stasicratous Str., Crystal Offices, Krambis<br>Building, 2nd floor, 1065 Nicosia, Cyprus (CY)   |
| (24) Дата, з якої є<br>чинними права на<br>винахід:  | 26.10.2015                       | (74) Представник:<br>Тузюк Галина Олександрівна, реєстр.<br>№394  |
| (31) Номер попередньої<br>заявки відповідно до<br>Паризької конвенції:   | P1000547                         | (56) Перелік документів, взятих до уваги<br>експертизою:<br>EP 0758560 A1, 19.02.1997<br>GB 1299798 A, 13.12.1972<br>JP 11000554 A, 06.01.1999<br>CN 1618734 A, 25.05.2005<br>CN 1883739 A, 27.12.2006<br>SAN O ET AL: "Purification of diatomite<br>powder by acid leaching for use in fabrication<br>of porous ceramics"/INTERNATIONAL<br>JOURNAL OF MINERAL PROCESSING/<br>ELSEVIER NLD, vol. 93, no. 1, 2009. P. 6-10<br>GOREN R ET AL: "A study on the purification<br>of diatomite in hydrochloric acid"/<br>SCANDINAVIAN JOURNAL OF<br>METALLURGY/BLACKWELL MUNKSGAARD<br>DK, vol. 31, no. 2, 2002, P. 115-119 |
| (32) Дата подання<br>попередньої заявки<br>відповідно до<br>Паризької конвенції:   | 12.10.2010                       |   |
| (33) Код держави-<br>учасниці Паризької<br>конвенції, до якої<br>подано попередню<br>заявку:   | HU                               |   |
| (41) Публікація<br>відомостей про<br>заявку:   | 10.07.2013, Бюл.№ 13             |   |
| (46) Публікація<br>відомостей про<br>видачу патенту:   | 26.10.2015, Бюл.№ 20             |   |
| (86) Номер та дата<br>подання міжнародної<br>заявки, поданої<br>відповідно до<br>Договору РСТ  | РСТ/HU2011/000098,<br>12.10.2011 |   |
| (72) Винахідник(и):<br>Мікулашік Ендре (HU),<br>Шпайтш Тамаш (HU),<br>Надь Кальман (HU),<br>Лукач Дьйюла (HU),<br>Марковітш Імре (HU),<br>Фодорне Кочмар Крістіна (HU),<br>Грегорне Борош Лівія (HU),<br>Морас Тамаш (HU),<br>Славик Ласло (HU),<br>Худак Мате (HU), |                                  |   |

## (54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ ЕКСЦИПІЕНТА, ВІДПОВІДНОГО ДЛЯ ФАРМАЦЕВТИЧНОГО ЗАСТОСУВАННЯ

## (57) Реферат:

Винахід належить до способу очищення діатомової землі, при якому зберігається природна колоїдна структура матеріалу, який включає приготування суспензії діатомової землі в рідині, в якій діатомова земля нерозчинна, виділення діатомової землі з цієї суспензії, обробку діатомової землі неорганічними або органічними кислотами, теплову обробку отриманого таким

UA 109915 C2

чином продукту при температурі не вище 300 °С, окислювальну обробку отриманого продукту і сушіння очищеного продукту.

## Область техніки

Даний винахід відноситься до способу одержання фармацевтичного експієнта, зокрема, до очищення діатомової землі, прийнятної для застосування у фармацевтичній промисловості. У основу даного винаходу покладено спосіб очищення, що складається тільки з таких етапів, які

5 дозволяють зберегти природну колоїдну структуру діатомової землі в незмінному вигляді.

## Попередній рівень техніки

Діатомова земля (кремнезем, діатоміт) є мінералом, що складається в основному з аморфного діоксиду кремнію, що має природну колоїдну структуру і високу питому площу поверхні, походить із скам'янілих панцирів (тверда і пориста клітинна стінка або зовнішня оболонка) діатомових водоростей (Діатомеї). Окрім панцирів діатомових водоростей, діатомова

10

земля містить різну кількість інших мінералів (наприклад, монтмориллоніт, каолінит, кварц, польовий шпат, кальцит). Діатомова земля є глинистим, землистим, м'яким, легко диспергуючим, дрібнозернистим, зазвичай світлофарбованим, кремнійвмісним осадовим мінералом. Діатомова земля має природне походження: вона утворилася з панцирів копалин

15

Діатомеї, що накопилися у великій кількості в солоних і прісних озерах і морях раннього юрського періоду. У всьому світі відомі багато родовищ діатомової землі.

Діатомова земля використовується в різних галузях промисловості. Довгий час вона використовувалася в хімічній, косметичній і фармацевтичній промисловості в якості основного

20

допоміжного агента, що має високу поглинальну здатність і відносно інертного в хімічних реакціях.

Властивість часток діатомової землі мати високу питому площу поверхні використовується в хімічній промисловості. Не дивлячись на те, що питома площа поверхні штучних аморфних

25

похідних діоксиду кремнію (наприклад, Аеросила) також велика, біля діатомової землі значно більше властивостей, сприятливих для способів фармацевтичного одержання, що передбачають стискування, в порівнянні з вищезгаданими штучними крем'янистими продуктами. Діатомова земля має сприятливу структуру пор, що включають макро-, мезо- і мікропори, які забезпечують ефективне намокання і властивості абсорбції вчасно одержання

30

гідрофобних і гідрофільних матеріалів або сумішей, включаючи емульсії і колоїдні системи.

Оскільки діатомова земля є матеріалом органічного походження, що зустрічається в

35

навколишній природі, важливою характеристикою вказаного продукту є його чистота. Діатомову

землю отримують при розробці родовищ природних відкладень, шляхом розподілу, прожарення і хімічного очищення мінералу. (Lloyd de Antonides 1998, Diatomite U.S. Geological Survey Mineral

Commodity Summaries 1998; Tasnady Kubacska Andras: Asvanyok).

Загальною властивістю кремнійвмісних речовин, використовуваних у фармацевтичній

40

промисловості, є те, що ці матеріали можна очистити за допомогою прожарення. Прожарена

діатомова земля була схвалена Фармакопеею США. У основі способу одержання, описаного в монографії Фармакопеї, лежить розподіл сирої діатомової землі в повітряному струминному

45

млині або за допомогою фільтрування, розподіл кремнійвмісної складової і карбонатів шляхом

кислотної обробки і теплової обробки (прожарення) отриманого матеріалу при високій

50

температурі (прожарення при 900-1100 °C). В процесі теплової обробки леткі домішки

випаровуються і тим самим видаляються з діатомової землі, при цьому залишається твердий

матеріал, який частково плавиться, утворюючи зерна. Оброблений матеріал дроблять і

необов'язково повторюють кислотну обробку, щоб видалити розчинні в кислоті компоненти.

Порошок діатомової землі висушують і сортують за розміром. Хоча цей спосіб дозволяє

55

отримати продукт з прийнятною хімічною чистотою, природна структура діатомової землі, що

сталася з діатомових водоростей, виявляється пошкоджена із-за руйнування більшої частини

структури макро- і мезопор.

Для цієї області техніки не відомі методи очищення, в яких відсутня стадія прожарення.

Наприклад, опублікована патентна заявка США No. 2164500, в якій стадія прожарення є

60

основною. Опублікована патентна заявка США No. 4325844 описує енергетично ефективний

спосіб прожарення, який включає обробку діатомової землі при температурі, яка значно вище,

ніж температура, описана в заявці даного винаходу.

Китайська патентна заявка No. 100346858 відноситься до способу очищення діатомової

65

землі і процесу видалення з неї мастильного масла, при цьому діатомову землю змочують,

обробляють змочену тверду породу кислотою, переважно сірчаною кислотою, потім тверду

породу фільтрують, нейтралізують і дегідратують.

Китайська патентна заявка No. 1401567 відноситься до способу очищення діатомової землі

70

за допомогою кислотної обробки з використанням оксалата або фосфату, після чого суміш

ретельно перемішують, обробляють ультразвуком або кип'ятять. На наступному етапі твердим

часткам дають осісти, при цьому залізовмісні домішки видаляють з осаду за допомогою магніта.

Китайська патентна заявка No. 1322673 відноситься до двохетапного способу очищення діатомової землі. На першому етапі структура неорганічних домішок змінюється за рахунок теплової обробки. Згодом, на другому етапі, матеріал обробляють сірчаною кислотою при зниженій температурі нагріву до тих пір, поки не буде отриманий продукт, що містить очищений діоксид кремнію.

Опублікована японська патентна заявка No. 2001097711 описує спосіб очищення діатомової землі, який дозволяє отримати продукт, що не містить домішки бору, і який підходить для виробництва кремнієвих напівпровідників. Цей спосіб складається з етапу кислотної обробки, за якою може йти нейтралізація основним реагентом; етапу нагріву і розподілу діатомової землі при відповідному рН, а також по вибору етапу обробки діатомової землі відповідною сіллю, наприклад, нітратом алюмінію.

Короткий опис винаходу

Недоліки способів, використовуваних раніше в цій області техніки, полягають в тому, що ці способи включають один або більше етапів, які ушкоджують природну фізичну структуру діатомової землі, що призводить до одержання хімічно чистого продукту, що має структуру, відмінну від природної структури діатомової землі. У таких продуктів відсутня властивість надстиснення, яка характерна для діатомової землі з природною структурою. Проте в той же час важливо використовувати діатомову землю з прийнятною хімічною чистотою, оскільки що містяться в ній домішки можуть взаємодіяти з активними інгредієнтами продукту, і такі взаємодії можуть погіршувати біодоступність або стабільність активного інгредієнта.

Метою даного винаходу є новий спосіб одержання діатомової землі в хімічно чистому виді, при цьому зберігається цінна природна структура природної діатомової землі завдяки тому, що практично не змінюється природна структура зовнішньої стінки або покриву (панцира) діатомової водорості, що має форму човна, циліндра, гребінки, коробочки і що містить мікро-, мезо- і макропори. Одержання продукту, що складається з діатомової землі і має природну структуру діатомової землі, дозволяє використовувати її переваги у фармацевтичній технології.

У основі даного винаходу лежить спосіб очищення, що складається тільки з таких етапів, які дозволяють зберегти природну колоїдну структуру діатомової землі в незмінному вигляді.

Спосіб згідно даного винаходу включає тільки прості фізичні і хімічні етапи (кислотна або окислювальна обробка, розподіл, висушування), тим самим дозволяючи зберегти природну структуру діатомової землі. В той же час, несподівано виявили, що хімічна чистота продукту, отриманого згідно із способом згідно даного винаходу, краще, ніж чистота продуктів, отриманих згідно із способами, відомими в цій області техніки.

Детальний опис винаходу

Згідно з першим аспектом даного винаходу запропонований спосіб одержання діатомової землі, прийнятної для застосування у фармацевтичній промисловості, який дозволяє зберегти природну структуру діатомової землі, і включає приготування суспензії сирової діатомової землі в рідині, в якій діатомова земля не розчинна; виділення діатомової землі з вказаної суспензії необов'язково шляхом застосування опромінення ультразвуком; обробку виділеної діатомової землі органічною або неорганічною кислотою необов'язково із застосуванням одночасного опромінення ультразвуком; нагрів отриманої таким чином діатомової землі при температурі не вище 300 °C; очищення нагрітої діатомової землі за допомогою окислювальної обробки необов'язково із застосуванням одночасного опромінення ультразвуком і висушування очищеного продукту, що містить діатомову землю.

Згідно з винаходом на першому етапі очищення способу згідно даного винаходу будь-який полярний або неполярний органічний розчинник, який не розчиняє діатомову землю, може бути використаний для приготування суспензії. Переважно використовують воду.

На другому етапі розподіл проводять переважно за допомогою фільтрування, використовуючи відповідний розмір пір. Відповідний розмір пор складає 0,5 мм або менше, це оптимальний розмір для утримання часток домішок і матеріалів, супутніх діатомовій землі, наприклад кальциту. Переважно використовують сито з розміром пір 0.25 мм або менше. Якщо необхідно, під час обробки діатомової землі можна використовувати ультразвукове опромінення, що має заздалегідь встановлений профіль і потужність опромінення. Діапазон частот, прийнятний для обробки ультразвуком, варіює між 16 і 42 кГц, тоді як безперервна або імпульсна потужність ультразвуку складає від 0,1 до 10 кВт. Найбільш сприятливий діапазон частот варіює між 20 і 42 кГц з потужністю ультразвуку від 0,5 до 2 кВт.

На третьому етапі способу очищення, що включає кислотну обробку виділеної діатомової землі, використовують неорганічну або органічну кислоту. Переважними кислотами для такої обробки є наступні неорганічні кислоти, при цьому вони не обмежують об'єм даного винаходу: соляна кислота, сірчана кислота, сірчиста кислота, азотна кислота, азотиста кислота;

фосфорвмісні кислоти, такі як фосфорноватиста кислота, фосфорна кислота, фосфорновата кислота, ортофосфорна кислота, пірофосфорна кислота, метафосфорна кислота; боровмісні кислоти, наприклад, ортоборна кислота, метаборна кислота, борна кислота; хлорвмісні оксокислоти, такі як хлорноватиста кислота, хлориста кислота, хлорновато-кисла кислота, хлорна кислота; бромвмісні оксокислоти, наприклад, бромноватиста кислота, бромиста кислота, бромновата кислота, бромиста кислота; слабо концентрований фтороводород і тому подібне. Відповідні органічні кислоти включають наступні кислоти, при цьому вони не обмежують об'єм даного винаходу: оцтову кислоту, лимонну кислоту, мурашину кислоту, вугільну кислоту, масляну кислоту, фталеву кислоту, винну кислоту і тому подібне неорганічні мінеральні кислоти, такі як соляна кислота, азотна кислота і сірчана кислота є переважними.

У більшості випадків в якості кислоти використовують концентровану кислоту або її водний розчин. Якщо використовують соляну кислоту, спосіб найбільш ефективний у разі, коли соляна кислота містить від 6 до 12 мас. % хлороводороду, переважно використовують концентровану соляну кислоту, розбавлену, принаймні, трьома об'ємами води. Для розбавлення кислоти переважно використовують воду, проте будь-яка полярна або неполярна рідина може бути використана, якщо розчинність діатомової землі в ній менша, ніж 500 г/дм<sup>3</sup>, і якщо вона змішується з кислотою.

В процесі кислотної обробки розчинні в кислоті домішки діатомової землі розчиняються. Температуру кислотної обробки встановлюють між точкою плавлення і кипіння кислоти або розбавленого розчину кислоти при атмосферному тиску. Переважно, температуру кислотної обробки намагаються наблизити до температури кипіння кислотного реагенту. Особливо ефективно проводити кислотну обробку при температурі кипіння суміші кислотного реагенту. Під час кислотної обробки можна використовувати ультразвукове опромінення, що має заздалегідь встановлений профіль і потужність опромінення. Діапазон частот, прийнятний для обробки ультразвуком, варіює між 16 і 42 кГц, тоді як безперервна або імпульсна потужність ультразвука складає від 0,1 до 10 кВт. Найбільш сприятливий діапазон частот варіює між 20 і 42 кГц з потужністю ультразвука від 0,5 до 2 кВт.

Ефективність кислотної обробки може бути поліпшена, якщо одночасно використовувати окислюючі реагенти, наприклад пероксид водню. Проте на цьому етапі очищення може бути використаний будь-який інший окислюючий агент, згаданий нижче у зв'язку з етапом окислення способу згідно даного винаходу.

На четвертому етапі способу діатомову землю, піддану кислотній обробці, нагрівають в печі. Теплову обробку згідно із справжнім винаходом проводять при температурі 300 °C або нижче, переважно при 250±25 °C. Тривалість теплової обробки варіює між 10 хвилинами і 24 годинами, переважно використовують 6 годин.

На п'ятому етапі очищення продукту, підданого тепловій обробці, продовжують за допомогою окислювальної обробки. В ході цього етапу піддану тепловій обробці діатомову землю перемішують в розчині, що містить окисник і має відповідне значення pH при заданій температурі впродовж певного періоду часу, при цьому суспензію діатомової землі і окисника одночасно необов'язково можна піддавати ультразвуковому опроміненню.

Набір окисників не обмежується якимсь певним реагентом. Можуть бути використані як неорганічні, так і органічні окисники. Краще всього підходять такі окисники, як пероксид водню, неорганічні пероксиди (наприклад, пероксодисерна кислота, пероксосерна кислота), марганцева кислота (HMnO<sub>4</sub>) і її солі (наприклад, калію перманганат, KMnO<sub>4</sub>, двухромовая кислота (H<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>) і її солі (наприклад, дихромат калію, K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>), хромовая кислота або її солі, водний розчин хлору, суміш соляної кислоти і пероксиду водню, суміш водного розчин аміаку і пероксиду водню, газ-окисники (наприклад, кисень, озон, фтор, хлор, бром). Особливо переважними окисниками є пероксид водню, пероксосерна кислота і пероксодисерна кислота або її розчини.

Згідно із способом даного винаходу, окисник може бути використаний у вигляді насиченого або розбавленого розчину. На практиці використовують розчин окисника з концентрацією від 0 до 50 мас. %. Переважно, концентрація окисника дорівнює 0,05-50 мас. %, переважно 1-40 мас. %. В ході окислювальної обробки значення pH рідкої фази має бути вибрано, виходячи з окисника. У разі, коли використовують розчин пероксиду водню, особливо переважним є лужний pH.

Температура окислювальної обробки залежить від характеру окисника. Наприклад, у разі пероксиду водню кімнатна температура є переважною. Тривалість окислювальної обробки складає, принаймні, 1 хвилину, проте переважно впливають окисником на діатомовій землі більше тривалий час. Відповідний період окислювальної обробки складає приблизно 25 хвилин, але залежно від складу діатомової землі, яку потрібно очистити, і окисника тривалість обробки може бути збільшена до 1-3 днів.

У разі потреби, під час окислювальної обробки може бути використане ультразвукове опромінення із заданими параметрами випромінювання - профілем і потужністю. Діапазон частот, прийнятний для обробки ультразвуком, варіює між 16 і 42 кГц, тоді як безперервна або імпульсна потужність ультразвуку складає від 0.1 до 10 кВт. Найбільш сприятливий діапазон частот варіює між 20 і 42 кГц з потужністю ультразвуку від 0,5 до 2 кВт.

Продукт, отриманий в результаті окислювальної обробки, згодом висушують. Процес сушки виконують в сушарній шафі або в сушарці з рухливим шаром при атмосферному тиску або у вакуумі. Під час висушування мокрий продукт обробляють впродовж певного періоду часу при заданій температурі і тиску, при цьому можливе використання сушарного агента.

Мінімальна температура сушки складає 50 °С. Переважно процес сушки виконують при температурі, близькій до точки кипіння розчинника, використовуюваного на етапі окислення. У більшості випадків особливо переважно виконують процес сушки при 90 °С.

Сушка може бути виконана при атмосферному тиску або у вакуумі. Переважний тиск для сушки складає менше 15 кПа. Використання вакууму є переважним, особливо переважно виконувати сушку при тиску 20±10 торр.

Тривалість процесу сушки складає як мінімум 1 годину, але залежно від температури сушки і розчинника, цей період може бути збільшений до декількох днів. Переважно виконувати сушку впродовж 20±0,5 годин.

У разі, коли сушку проводять за допомогою сушарного агента, процес виконують в сушарці з рухливим шаром. Переважними сушарними агентами є інертні гази, наприклад, повітря, азот, благородні гази.

Спосіб згідно даного винаходу дозволяє отримати продукт, що містить діатомову землю, в якому природна колоїдна структура діатомової землі збережена і який має відповідну чистоту для застосування у фармацевтичній промисловості. Збереження вказаної природної колоїдної структури можна оцінити за допомогою аналітичних способів візуалізації, включаючи оптичну або електронну мікроскопію, при цьому вони не обмежують об'єм даного винаходу.

Якість отриманої діатомової землі згідно з даним винаходом можна перевіряти і регулювати, використовуючи методи, відомі в цій області техніки. Наприклад, можуть бути використані методи з відповідних монографій фармакопії. Вміст діоксиду кремнію може бути визначений на основі реакції діатомової землі з фтороводородом по втраті маси. Домішки металів, таких як миш'як, і особливо важких металів, таких як кадмій, свинець і ртуть можна визначити за допомогою атомної спектроскопії (AAS) абсорбції або за допомогою рентгенівської флуоресцентної спектроскопії (XRF). Наприклад, XRF -аналіз, описаний в способі патентної заявки ЕРА6200, підходить для аналізу домішок металів. Аморфні або кристалічні вклучення можна вивчати за допомогою аналізу на основі дифракції рентгенівських променів.

Згідно з наступним аспектом даного винаходу отримана очищена діатомова земля, в якій природна колоїдна структура матеріалу збережена, що досягається за допомогою приготування суспензії діатомової землі в рідині, в якій діатомова земля не растворима, виділення діатомової землі з цієї суспензії, обробки діатомової землі неорганічними або органічними кислотами, теплової обробки отриманого таким чином продукту при температурі не вище 300 °С, окислювальної обробки отриманого продукту і сушки очищеного продукту.

Наступні далі приклади ілюструють спосіб згідно даного винаходу, не обмежуючи його об'єм.

Приклади

Приклад 1

Результати аналізу домішок в комерційно доступному препараті діатомової землі і в діатомовій землі, очищеній згідно із справжнім винаходом.

У таблиці 1 представлені найбільш важливі домішки діатомової землі. У таблиці 1 показано, що концентрації індивідуальних домішок (виражених в масс. %) діатомової землі, очищеної згідно із способом даного винаходу, і комерційно доступної діатомової землі, очищеної за допомогою прожарення, порівнянні. Виміри були виконані за допомогою рентгенівського флуоресцентного аналізу (XRF) з використанням енергодисперсійного рентгенівського флуоресцентного спектрометра SpectroXepos.

Виміри були виконані з використанням приблизно 3 г зразка, 32 мм пробірки і ProleneFilm. Виміри проводили в атмосфері гелію. Використовували 3 наступних мішені:

Мішень: Енергія Тривалість виміру

1., Mo 25 кВ 300 з

2., Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 50 кВ 300 з

3. Кристал Брега, HOPG в діапазоні 12.5 кВ 300 з

Під час вимірів, зразки опромінювали рентгенівськими променями, а аналіз виконували за допомогою енергодисперсійного способу виміри. Калібрування виконували емпірично, використовуючи спосіб нормалізації.

Таблиця 1

|  | Na    | Mg    | Al    | S     | Ca    | Fe    | P     | K     | Ti    |
|--|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| Діатомова земля, очищена згідно із справжнім винаходом | 0,112 | 0     | 0,373 | 0,023 | 0,154 | 0,080 | 0,019 | 0,068 | 0,030 |
| CelpureC1000   | 0,249 | 0     | 1,817 | 0,022 | 0,166 | 0,713 | 0,021 | 0,026 | 0,091 |
| Celpure C300   | 0,157 | 0,042 | 0,509 | 0,028 | 0,096 | 0,846 | 0,036 | 0,097 | 0,080 |
| Celite535 NF   | 0,162 | 0,191 | 1,702 | 0,027 | 0,375 | 1,427 | 0,055 | 0,322 | 0,145 |
| Celite545 NF   | 0,154 | 0,187 | 1,622 | 0,020 | 0,372 | 1,432 | 0,049 | 0,319 | 0,145 |
| CeliteHyflo  | 0,301 | 0,170 | 1,608 | 0,028 | 0,430 | 1,645 | 0,047 | 0,409 | 0,192 |

5

Дані, приведені в таблиці 1, свідчать про те, що діатомова земля, очищена згідно із способом даного винаходу, краще очищена (тобто концентрація певних домішок нижче по відношенню майже до усіх інших домішок, приведених в таблиці 1) в порівнянні з препаратами комерційно доступної діатомової землі. Отже, можна зробити висновок, що згідно із способом даного винаходу ексципієнт діатомової землі, що має високу міру чистоти, що перевищує чистоту комерційно доступних продуктів того ж роду, може бути отриманий при збереженні природної колоїдної структури діатомових панцирів.

#### Приклад 2

##### 1. Приготування суспензії і розподіл

Мокру грубу діатомову землю диспергували в реакційній посудині, використовуючи 7,5 кг води, а потім фільтрували, використовуючи фільтр з розміром пір 0,25 мм.

Чистоту продукту аналізували за допомогою XRF. Згідно з вимірами, продукт містив 35 мас. % Si, 8 мас. % Ca. Втрати при прожаренні, 16 %. Аналіз (вміст діоксиду кремнію, SiO<sub>2</sub>): 68 мас. %.

##### 2. Кислотна обробка

Використовували отриману на етапі 1 відфільтровану фракцію, в якій розмір суспендованих часток менший, ніж 0,25 мм.

До суспензії додавали 2,875 кг (2,5 л) концентрованої соляної кислоти впродовж 15±5 хвилин, гази, що виділяються при цьому, містять сірководень, видаляли за допомогою відсмоктування. Після того, як виділення газів припинилося, суспензію перемішували при 25 °C впродовж 30 хвилин. Суміш нагрівали до температури дефлегмації і залишали при цій температурі впродовж 24 годин. Потім суспензію фільтрували в гарячому стані, суспендували в посудині з 7,5 кг гарячої води і фільтрували в гарячому стані. Останню стадію, що суспендує, повторювали п'ять разів з тією ж кількістю гарячої води.

Продукт аналізували за допомогою XRF. Аналіз: Si 50 мас. %, Ca 0,1 мас. %. Втрати при прожаренні, 9 мас. %. Аналіз (вміст діоксиду кремнію, SiO<sub>2</sub>): 99 мас. %.

##### 3. Теплова обробка

Мокрий матеріал піддавали тепловій обробці впродовж 6,5±0,5 годин при 250 °C в печі. Підданий тепловій обробці продукт аналізували за допомогою XRF. Аналіз: Si 54 мас. %, Ca 0,1 мас. %. Втрати при прожаренні, 3 мас. %. Аналіз (вміст діоксиду кремнію, SiO<sub>2</sub>), 99 мас. %.

##### 4. Окислювальна обробка

Підданий тепловій обробці продукт переносили в посудину і додавали до нього 8,325 кг (7.5 л) 35 %-ого розчину пероксиду водню і 0.5 кг 10 мас. % розчину гідроксиду натрію. Суміш обробляли за допомогою ультразвука впродовж 25 хвилин, використовуючи ультразвуковий зонд і уважно стежачи за тим, щоб не відбувалося спінювання. Потім, суспензію фільтрували, а продукт промивали 1,25 кг води.

##### 5. Сушка

Продукт розподіляли тонким шаром в сушарній шафі і сушили при температурі 90 °C впродовж 20±0,5 годин, охолоджували при атмосферному тиску і упаковували.

Продукт аналізували за допомогою XRF. Аналіз: Si, 53 мас. %; Ca, 0.1 мас. %. Втрати при прожаренні, 3 мас. %. Аналіз (вміст діоксиду кремнію, SiO<sub>2</sub>): 99 мас. %.

ФОРМУЛА ВИНАХОДУ

1. Спосіб очищення діатомової землі, при якому зберігається природна колоїдна структура матеріалу, що включає приготування суспензії необробленої діатомової землі в рідині, в якій діатомова земля нерозчинна, виділення діатомової землі з вказаної суспензії, обробку діатомової землі неорганічними або органічними кислотами, теплову обробку одержаного таким чином продукту при температурі не вище 300 °С, окислювальну обробку одержаного продукту і сушіння очищеного продукту.
2. Спосіб за п. 1, який **відрізняється** тим, що одночасно з будь-якою із стадій очищення за п. 1 здійснюють ультразвукове опромінення.
3. Спосіб за п. 1, який **відрізняється** тим, що як рідину для приготування суспензії використовують воду.
4. Спосіб за будь-яким з пп. 1-3, який **відрізняється** тим, що діатомову землю виділяють з суспензії за допомогою просіювання.
5. Спосіб за п. 4, який **відрізняється** тим, що просіювання виконують за допомогою сита з розміром осередків 0,5 мм або менше, переважно використовують сито з розміром осередків 0,25 мм або менше.
6. Спосіб за п. 1, який **відрізняється** тим, що під час стадії розподілу здійснюють ультразвукове опромінення.
7. Спосіб за будь-яким з пп. 1-6, який **відрізняється** тим, що для кислотної обробки використовують мінеральну кислоту, переважно соляну, сірчану або азотну кислоту.
8. Спосіб за будь-яким з пп. 1-6, який **відрізняється** тим, що під час стадії кислотної обробки як розчинник використовують воду.
9. Спосіб за будь-яким з пп. 1-6, який **відрізняється** тим, що концентрація розчину кислоти складає 6-12 мас. %, переважно використовують триразову кількість розчинника відносно кількості концентрованої кислоти.
10. Спосіб за п. 1, який **відрізняється** тим, що ефективність кислотної обробки підвищують, використовуючи окисник.
11. Спосіб за будь-яким з пп. 1-6, який **відрізняється** тим, що одночасно з кислотною обробкою здійснюють ультразвукове опромінення.
12. Спосіб за будь-яким з пп. 1-11, який **відрізняється** тим, що теплову обробку здійснюють при температурі нижче 300 °С.
13. Спосіб за будь-яким з пп. 1-10, який **відрізняється** тим, що теплову обробку здійснюють при температурі 250±25 °С.
14. Спосіб за будь-яким з пп. 1-10, який **відрізняється** тим, що діатомову землю піддають тепловій обробці впродовж періоду часу між 10 хвилинами і 24 годинами, переважно впродовж 6 годин.
15. Спосіб за будь-яким з пп. 1-13, який **відрізняється** тим, що під час окислювальної обробки використовують органічний або неорганічний окисник, переважно пероксид водню, пероксидсірчану або пероксидисірчану кислоту.
16. Спосіб за будь-яким з пп. 1-14, який **відрізняється** тим, що рН рідкої фази вибирають в залежності від окисника.
17. Спосіб за будь-яким з пп. 1-14, який **відрізняється** тим, що під час стадії окислення використовують 0-50 мас. % розчин пероксиду водню.
18. Спосіб за будь-яким з пп. 1-14, який **відрізняється** тим, що тривалість обробки окисником складає від 1 хвилини до 3 днів, переважно 25 хвилин.
19. Спосіб за будь-яким з пп. 1-14, який **відрізняється** тим, що одночасно з окислювальною обробкою здійснюють ультразвукове опромінення.
20. Спосіб за будь-яким з пп. 1-19, який **відрізняється** тим, що сушіння здійснюють при температурі між 50 і 90 °С.
21. Спосіб за будь-яким з пп. 1-19, який **відрізняється** тим, що сушіння здійснюють при атмосферному тиску або у вакуумі, переважно при тиску нижче 15 кПа.
22. Спосіб за будь-яким з пп. 1-19, який **відрізняється** тим, що сушіння здійснюють при тиску 20±10 торр (2,666±1,333 кПа).
23. Спосіб за будь-яким з пп. 1-19, який **відрізняється** тим, що тривалість сушіння становить від 1 години до 3 днів, переважно 20±0,5 годин.
24. Спосіб за будь-яким з пп. 2-23, який **відрізняється** тим, що частота і потужність ультразвукової обробки варіюють між 16 і 42 кГц і між 0,1 і 10 кВт, переважно 20-42 кГц і 0,5-2 кВт, відповідно.



---

Комп'ютерна верстка І. Скворцова

---

Державна служба інтелектуальної власності України, вул. Василя Липківського, 45, м. Київ, МСП, 03680, Україна

---

ДП "Український інститут інтелектуальної власності", вул. Глазунова, 1, м. Київ – 42, 01601