



(51) МПК
C02F 1/28 (2006.01)
B01J 20/26 (2006.01)
C02F 1/36 (2006.01)
C02F 101/30 (2006.01)
C02F 103/36 (2006.01)

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
 ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21)(22) Заявка: 2011121093/05, 25.05.2011

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
 25.05.2011

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 25.05.2011

(45) Опубликовано: 27.10.2012 Бюл. № 30

(56) Список документов, цитированных в отчете о
 поиске: RU 2326056 C2, 10.06.2008. RU 2375312
 C2, 10.12.2009. US 3933630 A, 20.01.1976. US
 4133752 A, 09.01.1979. JP 2004222526 A,
 12.08.2004. CN 101654307 A, 24.02.2010. CN
 101412548 A, 22.04.2009.

Адрес для переписки:

634050, г.Томск, пр-т Ленина, 36, ТГУ, отдел
 коммерциализации результатов НИОКР,
 Л.Н. Спиваковой

(72) Автор(ы):

Гавриленко Михаил Алексеевич (RU),
 Дучко Мария Александровна (RU),
 Бурметьева Мария Сергеевна (RU),
 Амерханова Шамшия Кенжегазиновна (KZ),
 Шляпов Рустам Маратович (KZ),
 Уали Айтолкын Сайлаубеккызы (KZ)

(73) Патентообладатель(и):

Государственное образовательное
 учреждение высшего профессионального
 образования "Томский государственный
 университет" (ТГУ) (RU)

(54) СПОСОБ ОЧИСТКИ ВОДЫ ОТ ЭФИРОВ ФТАЛЕВОЙ КИСЛОТЫ

(57) Реферат:

Изобретение может быть использовано в
 производстве питьевой воды высшего качества
 с улучшенными физико-химическими и
 органолептическими свойствами после ее
 бутилирования. Для осуществления способа в
 обрабатываемый объем воды вносят
 гидрофобный полиэтилсилоксан или
 полибутилсилоксан, предварительно

активированный ультразвуковым воздействием
 частотой 20 кГц и мощностью 3 Вт в течение 3
 ч, при следующем соотношении компонентов,
 мас.-%: полиалкилсилоксан от 10^{-1} - $2 \cdot 10^{-2}$ %,
 вода от 99,9 до 99,98. Изобретение
 обеспечивает повышение качества хранения
 питьевой воды и напитков в пластиковой таре.
 2 табл., 2 пр.



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(51) Int. Cl.
C02F 1/28 (2006.01)
B01J 20/26 (2006.01)
C02F 1/36 (2006.01)
C02F 101/30 (2006.01)
C02F 103/36 (2006.01)

(12) ABSTRACT OF INVENTION

(21)(22) Application: 2011121093/05, 25.05.2011

(24) Effective date for property rights:
25.05.2011

Priority:

(22) Date of filing: 25.05.2011

(45) Date of publication: 27.10.2012 Bull. 30

Mail address:

634050, g.Tomsk, pr-t Lenina, 36, TGU, otdel
kommertsializatsii rezul'tatov NIOKR, L.N.
Spivakovoj

(72) Inventor(s):

**Gavrilenko Mikhail Alekseevich (RU),
Duchko Marija Aleksandrovna (RU),
Burmet'eva Marija Sergeevna (RU),
Amerkhanova Shamshija Kenzhegazinovna (KZ),
Shljapov Rustam Maratovich (KZ),
Uali Ajtolkyn Sajlaubekkyzy (KZ)**

(73) Proprietor(s):

**Gosudarstvennoe obrazovatel'noe uchrezhdenie
vysshego professional'nogo obrazovanija "Tomskij
gosudarstvennyj universitet" (TGU) (RU)**

(54) METHOD OF PURIFYING WATER FROM PHTHALIC ESTERS

(57) Abstract:

FIELD: chemistry.

SUBSTANCE: invention can be used in production of high-quality drinking water with improved physical-chemical and organoleptic properties after bottling. To realise the method, hydrophobic polyethylsiloxane or polybutylsiloxane which is pre-activated with ultrasound at frequency

20 kHz and power 3 W for 3 hours, is added to the treated volume of water, with the following ratio of components in wt %: polyalkylsiloxane 10^{-1} - $2 \cdot 10^{-2}$ %, water 99.9-99.98%.

EFFECT: invention improves the storage quality of drinking water and beverages in plastic packaging.
2 tbl, 2 ex

Изобретение относится к области водоочистки и может быть использовано для получения питьевой воды высшего качества с улучшенными физико-химическими и органолептическими свойствами после ее бутилирования.

5 Известен способ очистки питьевой воды, включающий механическую, ионообменную, сорбционную очистку и электролиз в диафрагменном электролизере, при этом поток, выходящий из анодной камеры электролизера, подвергают обработке на анионообменном сорбенте, а поток, выходящий из катодной камеры электролизера, подвергают обработке на катионообменном сорбенте (патент РФ 10 № 2371394, С02F 1/46, 27.10.2009). Способ позволяет получить воду высокого качества, но не может быть использован после бутилирования воды.

Кроме того, известен ряд патентов по использованию полимерных сорбентов для очистки воды.

15 Известен способ очистки воды путем контактного фильтрования через мелкозернистые слои различных материалов: кварц, уголь, кокс, стекло, полимеры, размер частиц фильтрующей загрузки 0,1-5 мм (патент Великобритании № 1340931, кл. В01D 29/08, 1973). Для удаления различных коллоидных примесей из воды предложено вводить в них $AlCl_3$ и гранулы пористого полимера на основе олефинов и 20 стирола (патент Японии № 51-13949, 91691, 1976).

Известно средство для абсорбции и последующего отделения нефтяных загрязнений с водной или твердой поверхности, выполненное в виде тканевого мелкосетчатого носителя, заполненного порошкообразным полимером бицикло(2,2,1)гептана-2 или его метиловой производной с размером частиц полимера 0,01-2 мм. В качестве ткани 25 используют нейлон, полиэфир, полипропилен, вискозу, хлопок (заявка Франции № 2611146, кл. В01D, 1988).

Известен способ очистки сточных вод от органических соединений, в том числе от нефтепродуктов, путем их фильтрации через сульфированный сополимер 30 стиролвинилизопропилбензола (авт.св. СССР № 916415, кл. С02F 1/28,1980).

Для повышения емкости при очистке воды от органических соединений предложено использовать хлорметилированный сополимер стирола и 15-25% дивинилбензола, обработанного этиленгликолем (авт.св. СССР № 1444307, кл. С02F 11/28, 1986).

Известен также адсорбент для очистки воды, полученный путем полимеризации 35 стирола с последующим сшиванием полимера с помощью дивинилбензола, бутадиена, изопрена или хлорпрена (патент Японии № 52-23795, кл. В01D 15/00, 1977).

Аналогичные адсорбенты типа полисорбов рекомендовано использовать в технологии очистки воды от различных классов органических веществ, в том числе и 40 растворенных в воде (Подлеснюк В.В. и Левченко Т.М. Химия и технология воды, 1983, № 5, с.305-315).

Все вышеуказанные способы очистки воды с использованием полимерных сорбентов используют твердые материалы, что приводит к невозможности 45 использовать внутренние слои сорбента для накопления сорбированного вещества и тем самым обладают низкой эффективностью сорбции.

Авторам из патентной и научно-технической литературы не известен способ для очистки питьевой воды, использующий сорбент в форме геля с возможностью 50 диффузии накопленных фталевых эфиров внутрь объема геля. Задачей настоящего изобретения является разработка способа очистки воды от эфиров фталевой кислоты, являющихся широко распространенными пластификаторами в производстве полимерной упаковки с целью повышения качества хранения напитков в пластиковой таре.

Поставленная задача решается тем, что предложен способ очистки воды от эфиров фталевой кислоты, включающий внесение в объем воды гидрофобного полиэтилсилоксана или полибутилсилоксана, предварительно активированного ультразвуковым воздействием частотой 20 кГц и мощностью 3 Вт в течение 3 ч, при

5

полиалкилсилоксан	от 10^{-1} - $2 \cdot 10^{-2}$
вода	от 99,9 до 99,98

10 В результате получен гидрофобный гелевый сорбент, предназначенный для сорбции пластификатора из напитков в пластиковой упаковке, при изготовлении которой используют эфиры фталевой кислоты (пластификаторы). Сорбент гелевый гидрофобный представляет собой мутную бесцветную вязкую жидкость с отсутствием

15 загрязнений и посторонних включений. Сорбент обладает селективными сорбирующими свойствами по отношению к эфирам фталевой кислоты, высокой скоростью сорбции, гидрофобностью и пищевой безопасностью. Формулы: брутто-формула - $C_4H_9[-SiO(C_4H_9)_2-]_n C_4H_9$

$C_2H_5[-SiO(C_2H_5)_2-]_n C_2H_5$

20 Относительная молекулярная масса - 5000.

Примеры конкретного осуществления изобретения приведены ниже.

Пример 1

25 Сорбцию в статических условиях проводили на силиконовые кольца, покрытые слоем полиэтилсилоксана, предварительно активированного ультразвуковым воздействием частотой 20 кГц и мощностью 3 Вт в течение 3 ч. Сорбционный материал помещали в стакан объемом 500 мл с модельным раствором эфиров фталевой кислоты с концентрацией 5 ppm объемом в 250 мл, периодически перемешивая, оставляли на 4 часа.

30 В таблице 1 приведено содержание фталатов (ppm) после сорбции активированным полиэтилсилоксаном (1) и неактивированным полиэтилсилоксаном (2).

Анализ проведен на газовом хроматографе Хром-5 с пламенно-ионизационным детектором. В работе использована стеклянная колонка 1,2 м·0,3 см с сорбентом Силохром, покрытым 10% неполярной фазы SP-2100. Температура термостата

35 колонок при изотермическом режиме $(200 \pm 2)^\circ C$ или при программировании температуры $125-225^\circ C$ со скоростью $12^\circ C/мин$, испарителя $(230 \pm 2)^\circ C$, детектора $(250 \pm 2)^\circ C$.

40 Объемный расход газа-носителя (гелий) - 25, водорода - 40, воздуха - $400 \text{ см}^3/мин$. Скорость диаграммной ленты - 3 мм/мин. Чувствительность измерения хроматографа - $(20-50) \cdot 10^{-12}$ А. Продолжительность анализа - 28 мин.

Пример 2

45 В бутилированную минеральную воду добавляли 0,03 мл полибутилсилоксана, предварительно активированного ультразвуковым воздействием частотой 20 кГц и мощностью 3 Вт в течение 3 ч. После 6 месяцев хранения провели определение фталатов и сравнили с той же водой без добавления сорбента. В таблице 2 приведено содержание эфиров фталевой кислоты (ppm) в минеральной воде в присутствии сорбента (1) и без его добавления сорбента (2). Анализ проведен на газовом

50 хроматографе Хром-5 с пламенно-ионизационным детектором. В работе использована стеклянная колонка 1,2 м·0,3 см с сорбентом Силохром, покрытым 10% неполярной фазы SP-2100. Температура термостата колонок при изотермическом режиме $(200 \pm 2)^\circ C$ или при программировании температуры $125-225^\circ C$ со скоростью

12°C/мин, испарителя (230±2)°C, детектора (250±2)°C. Объемный расход газа-носителя (гелий) - 25, водорода - 40, воздуха - 400 см³/мин. Скорость диаграммной ленты - 3 мм/мин. Чувствительность измерения хроматографа - (20-50)·10⁻¹² А.

5 Продолжительность анализа - 28 мин. Преимуществом заявленного изобретения является возможность сорбции органических веществ внутрь объема гелевого сорбента, что увеличивает эффективную емкость материала и скорость поглощения эфиров фталевой кислоты.

10

Таблица 1.		
Содержание фталатов (ppm) после сорбции активированным полиэтилсилоксаном (1) и неактивированным полиэтилсилоксаном (2)		
Вещество	1	2
Диметилфталат	-	0,03
Метилэтилфталат	-	0,01
15 Диизобутилфталат	-	0,06
Дибутылфталат	0,2	1,94
Диоктилфталат	-	0,89

20

Таблица 2.						
Содержание эфиров фталевой кислоты (ppm) в минеральной воде в присутствии сорбента (1) и без его добавления сорбента (2)						
Пластификатор	Вода «Карачинская»		Вода «Омега»		Вода «Касмалинская»	
	1	2	1	2	1	2
Диметилфталат	-	0,04	-	0,12	-	0,26
Метилэтилфталат	-	0,02	-	-	-	0,02
25 Диизобутилфталат	-	0,71	-	0,29	-	0,08
Дибутылфталат	0,4	14,67	0,4	6,16	0,3	2,06

Формула изобретения

30 Способ очистки воды от эфиров фталевой кислоты, включающий внесение в объем воды гидрофобного полиэтилсилоксана или полибутилсилоксана, предварительно активированного ультразвуковым воздействием частотой 20 кГц и мощностью 3 Вт в течение 3 ч при следующем соотношении компонентов, мас. %:

35

полиалкилсилоксан	10 ⁻¹ -2·10 ⁻²
вода	99,9-99,98

40

45

50