



ORAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

195900

(11) (B1)

(22) Přihlášeno 01 12 76

(21) (PV 7806-76)

(40) Zveřejněno 29 06 79

(45) Vydáno 15 06 82

(51) Int. Cl.³

C 11 D 17/06

A 61 K 47/00

C 01 B 33/12 //

C 11 D 9/44

A 61 K 7/16

A 61 K 7/32

(75)

Autor vynálezu

MOSTECKÝ JIŘÍ prof. ing. DrSc., PRAHA, TYMPL MILAN, Kladno,
DOLEŽAL JAN ing. CSc., URBÁNEK VÁCLAV ing.,
BAREŠ MILAN ing. CSc., ZAJÍC JIŘÍ doc. ing. CSc., PRAHA,
UHLÍŘ FRANTIŠEK a ČMOLÍK JIŘÍ ing. CSc., Ústí nad Labem

(54) Způsob výroby sypkých porézních látek

1

Vynález se týká způsobu výroby sypkých porézních látek, zejména pro výrobu prostředků, u nichž se tyto porézní látky nasycují účinnými složkami, například parfémů nebo biologicky aktivními látkami. Jde zejména o problém stabilizace těchto účinných složek v porézních látkách.

Stabilizaci účinných složek, zejména těkavých látek, se věnuje intenzivní pozornost, neboť souvisí mimo jiné například i s otázkou možností dlouhodobějšího skladování produktů, které bez stabilizace ztrácejí těkáním nebo chemickým rozkladem cenné vlastnosti, jako např. vůně. V jiných případech umožňuje dosáhnout regulovaného a postupného uvolňování v delším časovém období do okolního plynného nebo kapalného prostředí. Má význam především v průmyslu vyrábějícím mýdlo, prací a čisticí prostředky, v kosmetickém a farmaceutickém průmyslu, kde je třeba maximálně a efektivně využít vlastností účinných složek v prostředí.

Dosud se tento problém řešil kapsulací, event. mikrokapsulací účinných složek. Vlastní zpracování látek do kapsulí je poměrně složitá záležitost, náročná na zařízení, technologický postup a zpravidla i na použité chemikálie.

Dále je známo pro účely stabilizace těka-

2

vých účinných složek použití materiálů s vhodnými sorpčními vlastnostmi, jako je např. silikagel s vyhovující distribucí velikosti a objemu pórů. Takové materiály jsou známy např. z použití v kapalinové a gelové chromatografii. Jejich příprava je rovněž technicky dosti náročná, většinou se připravují v autoklávech při teplotě až 800 °C.

Dále jsou známy způsoby rozprašování kyselého vodného roztoku hydratovaného kyslíčnicku křemičitého, připraveného z vodního skla a různých kyselin, např. kyseliny sírové apod., do horkého vzduchu o teplotě 300 až 450 °C, kdy se získá amorfni, porézní silikagel s nepravidelným tvarem částic a průměrné velikosti okolo 80 až 100 mikrometrů. Maximální sorpce vody u tohoto materiálu, prezentující hodnotu, kdy je materiál ještě dobře sypký, se pohybuje v rozmezí 1,80 až 1,90 g vody/g materiálu.

Jiné známé způsoby jsou založeny na dispergaci roztoku (hydrosolu) kyseliny křemičité, který v podobě disperse v kapalině nemísitelné s vodou postupně kondenzuje na hydrogel kyseliny křemičité (solidifikát), přičemž rychlost kondenzace (solidifikace) závisí na teplotě, kyselosti hydrosolu, koncentraci kyseliny křemičité a po případě druhu použitých želatinových přísad.

Nevýhodou těchto způsobů je, že solidifi-

kací, která probíhá rozprašováním do prostředí horkého vzduchu, se získá nehomogenní silikagel, obsahující značný podíl nekulových částic s širokou distribucí jejich velikosti, a také úlomky částic s ostrými hranami, které mohou v řadě aplikací způsobovat nežádoucí otěrové efekty. Solidifikací v kapalném dispergačním prostředí se sice získají kulové částice, ale nevýhodou těchto způsobů je vysoká cena produktu, daná náročností technologického postupu.

Uvedené nedostatky odstraňuje způsob výroby sypkých porézních látek, zejména pro výrobu prostředků, u nichž se tyto porézní látky nasycují účinnými složkami, například parfémů nebo biologicky aktivními látkami, spočívající v rozprašování kyselého vodného roztoku hydratovaného kysličníku křemičitého a za použití čpavku. Jeho podstata spočívá v tom, že se vodný roztok koloidního hydratovaného kysličníku křemičitého, připravený smícháním roztoku křemičitanu sodného s kyselinou v nadbytku o pH nižším než 7 a obsahující 60 až 180 g kysličníku křemičitého/l, rozprašuje přímo do plynného prostředí o obsahu 0,06 až 9 % hmot. amoniaku ve směsi se vzduchem, s výhodou do plynného prostředí, ve kterém je vzduch nahrazen inertním plynem. Výhoda způsobu výroby sypkých porézních látek podle vynálezu oproti dosud známým způsobům založeným na rozprašování kyselého vodného roztoku hydratovaného kysličníku křemičitého do horkého vzduchu spočívá v získání silně porézního kulového materiálu, jehož objem pórů je o 20 až 30 % vyšší. Vlastnosti sypké porézní látky vyrobené podle vynálezu umožňují dlouhodobou stabilizaci parfémů v pracích a čistících prostředcích a mýdlech během skladování, což se příznivě uplatňuje v možnostech podstatného snižování obsahu parfému v prostředku a tím i podstatného snížení surovinových nákladů při stejné úrovni parfemace výrobků jako bez jejího použití. Dále vlastnosti porézní látky vyrobené podle vynálezu umožňují úplné uvolnění parfému při vlastní aplikaci detergentu do prací a čistících lázně.

Sypká porézní látka s nasorbovanými parfémů, vyrobená podle vynálezu, bylo použita jednak samostatná a jednak k parfemaci toaletního mýdla a práškových detergentů a skladována po dobu půl roku. Obsah parfému se udržel na výši 90 % původního obsahu a během skladování došlo k pozoruhodnému zvýraznění nejjemnějších složek použitých parfémů a tím i k zvýšení kvality parfemace.

Dále lze vlastnosti sypké porézní látky vyrobené podle vynálezu užít k sorpci takových účinných látek, jež vyžadují kineticky regulované uvolňování do okolní atmosféry nebo kapalného prostředí. Vyššího účinku se v těchto případech dosahuje v dlouhodobém využití např. dezodoračních, repelent-

ních a podobných látek a různých biologicky účinných složek ve farmaceutických přípravcích.

Účinek způsobu výroby porézních látek podle vynálezu spočívá tedy ve výrobě porézních látek s vysokou sorpční účinností vůči parfémům a biologicky účinným látkám, ve schopnosti jejich stabilizace, popřípadě regulovaného uvolňování do okolního prostředí a ve výhodné ceně finálního produktu, dané dostupností a nízkou cenou potřebných surovin a snadnou realizací výroby bez technicky náročných zařízení. Na porézní materiál připravený podle vynálezu lze sorpci zachytit i další typy látek v kapalně formě.

Způsob podle vynálezu je v dalším blíže popsán na příkladech jeho provedení.

Příklad 1

Kyselý roztok koloidního hydratovaného kysličníku křemičitého byl získán smíšením 10,30 l roztoku vodního skla o koncentraci 168 g kysličníku křemičitého/l, 8,17 l vody a 1,56 l kyseliny chlorovodíkové o koncentraci 36 %. Smíšení bylo provedeno za chlazení roztoku na 15 °C. Takto vzniklý roztok byl rozprašován dvoulátkovou tryskou do polyetylenového pytle o průměru 0,7 m a výšce 2 m, zapoužití technického dusíku z tlakové bomby. Protiproudě byl do polyetylenového pytle zaváděn amoniak v takovém množství, aby prostředí obsahovalo 5 až 7 procent obj. amoniaku, kdy směs plynů odcházejících ze zařízení reagovala alkalicky. Takto bylo postupně během dvou hodin rozprašeno 20 l výše připraveného směsného kyselého roztoku. Získaný produkt byl promýván dekantací do odstranění podílů reagujících alkalicky. Poté byl materiál vysušen.

Takto připravený materiál byl mléčně zakalen a byl tvořen částicemi kulového tvaru o velikosti 30 až 60 mikrometrů. Maximální sorpce vody materiálem byla 2,35 g vody/g materiálu.

Příklad 2

Stejným způsobem jako v příkladu 1 byl připraven sypký porézní materiál s tím rozdílem, že byl použit roztok vodního skla o koncentraci 336 g kysličníku křemičitého/l a 2,4 l kyseliny chlorovodíkové. Množství ostatních složek, jež tvoří směsný kyselý roztok, zůstávalo zachováno. Rozprašování bylo prováděno do prostředí, které obsahoval 11 až 13 % obj. amoniaku.

Takto připravený materiál byl mléčně zakalen a tvořen částicemi kulového tvaru o velikosti 40 až 70 mikrometrů. Maximální sorpce vody materiálem byla 2,15 g vody/g materiálu.

Příklad 3

Na 50 g suchého materiálu, který byl získán postupem podle příkladu 1, bylo nasorbováno 20 g kapalného parfému za současného prudkého třepání. Vzniklá intenzivně vonící sypká směs byla použita při přípravě toaletního mýdla a práškových detergentů. Obsah parfému po půlročním skladování výrobků činil 90 až 95 % původně přidaného množství.

Příklad 4

Na 50 g suchého materiálu, který byl získán postupem podle příkladu 2, bylo nasorbováno 20 g repelentního kapalného prostředku na bázi dietyltolulamidu. Vznikla pevná, dobře sypná směs, která postupně uvolňovala sorbovaný repelentní prostředek do okolní atmosféry a během půlročního působení se dosahovalo stálého aplikačního účinku.

Příklad 5

Na 50 g suchého materiálu, který byl získán

postupem podle příkladu 1, bylo nasorbováno 8 g práškové, nestabilizované alkalické proteázy o enzymové aktivitě 800 000 Delfských jednotek/l g, rozpuštěné v 12 ml vody, na koloidní roztok. Sypký porézní materiál byl přidán v množství 1 % hmot. do práškového pracího prostředku běžného typu a po dokonalém zhomogenizování byla směs skladována 8 měsíců. Enzymová aktivita takto připraveného pracího prostředku poklesla během skladování o cca 10 % z hodnoty 1000 na hodnotu 900 Delfských jednotek/g pracího prostředku. Prací účinek prostředku obsahující stabilizovanou proteázu se zvýšil o 13 až 18 %.

Vynález je použitelný jednak pro výrobu sypkých porézních látek, které se bez další úpravy používají například jako abrasivní látky, a plnidel do zubních past, čistících a brusných prostředků apod. Zvláště výhodné je použití vynálezu v případech, kdy se vyrobená sypká porézní látka podle vynálezu dále nasytí účinnými složkami, například parfémy, desodoranty a biologicky aktivními látkami, určenými například pro praní prádla.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob výroby sypkých porézních látek, zejména pro výrobu prostředků, u nichž se tyto porézní látky nasycují účinnými složkami, například parfémy nebo biologicky aktivními látkami, spočívající v rozprašování kyselého vodného roztoku hydratovaného kyslíčnicku křemičitého a za použití čpavku, vyznačující se tím, že se vodný roztok koloidního hydratovaného kyslíčnicku křemičitého,

připravený smícháním roztoku křemičitanu sodného s kyselinou v nadbytku o pH nižším než 7 a obsahující 60 až 180 g kyslíčnicku křemičitého/l, rozprašuje přímo do plynného prostředí o obsahu 0,06 až 9 % hmot. amoniaku ve směsi se vzduchem, s výhodou do plynného prostředí, ve kterém je vzduch nahrazen inertním plynem.