

(19)



URZĄD
PATENTOWY
RZECZYPOSPOLITEJ
POLSKIEJ

(10) **PL 242973 B1**

(12)

Opis patentowy

(21) Numer zgłoszenia: **437581**

(22) Data zgłoszenia: **2021.04.13**

(43) Data publikacji o zgłoszeniu: **2022.10.17 BUP 42/2022**

(45) Data publikacji o udzieleniu patentu: **2023.05.29 WUP 22/2023**

(51) MKP:

C08L 91/08 (2006.01)

B01F 23/00 (2022.01)

D21H 17/60 (2006.01)

(73) Uprawniony z patentu:

**SIEĆ BADAWCZA ŁUKASIEWICZ – INSTYTUT
CIĘŻKIEJ SYNTEZY ORGANICZNEJ
BLACHOWNIA, Kędzierzyn-Koźle, PL**

(72) Twórca(-y) wynalazku:

**MICHAŁ SZMATOŁA, Katowice, PL
JOLANTA IŁOWSKA, Kędzierzyn-Koźle, PL
JULIA WOCH, Gliwice, PL
RAFAŁ GRABOWSKI, Gliwice, PL
JANUSZ NOWICKI, Kędzierzyn-Koźle, PL
JUSTYNA CHROBAK, Kędzierzyn-Koźle, PL
KAMIL KORASIAK, Rozkochów, PL
BRONISŁAW DEJNEGA, Kędzierzyn-Koźle, PL
RENATA FISZER, Kędzierzyn-Koźle, PL**

(74) Pełnomocnik:

Anna Wojtala, Kędzierzyn-Koźle, PL

(54) Tytuł:

Sposób wytwarzania emulsji wodno-parafinowej

PL 242973 B1

Opis wynalazku

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania emulsji wodno-parafinowej do impregnacji papieru przeznaczonego przede wszystkim do kontaktu z żywnością.

Emulsje wykorzystywane są w wielu gałęziach przemysłu takich, jak przemysł kosmetyczny, farmaceutyczny, rolniczy, spożywczy, środków ochrony roślin, tekstylny, budowniczy, farb i lakierów, papierowy, przetwórstwa skór, górniczy, galwanotechniczny, środków ochronnych, petrochemiczny i środków czystości. Wodne emulsje wosków wykorzystywane są przy produkcji kosmetyków, farmaceutyków, przemyśle spożywczym, przemyśle tekstylnym, w budownictwie, przemyśle papierowym i środków ochronnych.

Opakowanie stanowi barierę między produktem a czynnikami zewnętrznymi, której główną funkcją jest zachowanie odpowiedniej ochrony zawartości, szczególnie jeśli jest nią produkt spożywczy. W celu polepszenia właściwości ochronnych opakowań, zalecana jest ich impregnacja. Impregnaty powinny cechować się odpowiednią wodoodpornością prostotą nakładania, możliwie niską ceną i przede wszystkim bezpieczeństwem stosowania. Środek powlekający opakowanie tekturowe do żywności powinien zapewnić odpowiednie właściwości barierowe przeciwko przenikaniu niepożądanych substancji z samego opakowania do żywności. Wyniki wielu badań potwierdzają możliwość migracji do żywności potencjalnie szkodliwych substancji z opakowań, szczególnie produkowanych z tektury pochodzącej z recyklingu (Jurek, A.; Leitner, E. *Food Additives & Contaminants: Part A*, 2015; O'Connor, G.; Hudson, N.; Buckley, S. *Pack. Technol. Sci.* 2015, 28, 75–79; Arvanitoyannis, I.; Bosnea, L. *Crit. Rev. Food Sci.* 2004, 44, 63–76; Lamberti, M.; Escher, F. *Food Rev. Int* 2007, 23, 407–433).

Jak pokazały badania, przed migracją nie chronią całkowicie nawet wielowarstwowe laminaty polietylenowo-aluminiowe typu Tetra Pak.

Obecnie, jako impregnaty do opakowań do żywności stosowane są lakiery, woski i warstwy termoplastycznych polimerów. Wysoka hydrofobowość tych powłok uniemożliwia efektywny recykling pokrytych nimi opakowań z uwagi na trudności w usunięciu impregnatu. Inne rodzaje powłok ochronnych to dyspersje polimerowe (BASF), charakteryzujące się dobrymi właściwościami ochronnymi, jednak ich koszt jest zbyt wysoki lub, w świetle unijnej dyrektywy i rozporządzenia 76/893/EWG; 89/109/EWG oraz WE nr 1935/2004, nie są przystosowane do kontaktu z żywnością.

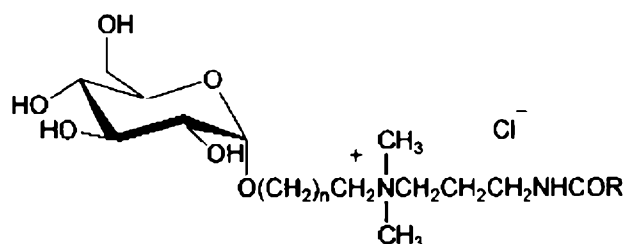
W polskim patencie 196969 ujawniono sposób wytwarzania emulsji węglowodorowej z gaczu parafinowego i/lub parafiny znamienny tym, że wodę, korzystnie zdemineralizowaną w ilości 300–660 części wagowych, boraks dziesięciowodny w ilości 0,1–20 części wagowych, dietanoloaminę i/lub monoetanoloaminę i/lub trietanoloaminę w ilości 0,1–4 części wagowych oraz olej napędowy i/lub olej parafinowy i/lub olej wazelinowy w ilości 0–20 części wagowych ogrzewa się w temperaturze 60–100°C i miesza się do uzyskania jednorodnej mieszaniny, po czym stopniowo wprowadza się do reaktora, w którym w temperaturze 65–100°C znajduje się 700–900 części wagowych gaczu parafinowego i/lub parafiny z dodatkiem 15–75 części wagowych stearyny, całość mieszając ogrzewa się do temperatury 65–100°C do uzyskania jednorodnej mieszaniny, po czym wprowadza się wodny roztwór amoniaku w ilości 0–10 części wagowych w przeliczeniu na amoniak 100% oraz olej napędowy i/lub olej parafinowy i/lub olej wazelinowy w ilości 0–20 części wagowych, całość miesza się w temperaturze 60–100°C przez 0,05 do 2 godzin, po czym otrzymaną mieszaninę kieruje się do pompy, którą mieszaninę przetłacza się przez zawór homogenizujący pracujący pod ciśnieniem 2–30 MPa, następnie mieszaninę rozpręża się i chłodzi.

W polskim zgłoszeniu P.411776 przedstawiono sposób otrzymywania emulsji parafinowej znamienny tym, że w temperaturze 80–99°C, 80 części wagowych parafiny, 3–10 części wagowych stearyny i 0–15 części wagowych monostearynianu gliceryny miesza się aż do uzyskania jednorodnej mieszaniny, następnie stopniowo dozuje się roztwór zawierający 0,1–5 części wagowych monoetanoloaminy i/lub dietanoloaminy i/lub trietanoloaminy, 0,1–0,8 części wagowych wodorotlenku sodu w 50–200 częściach wagowych wody tak, aby temperatura w reaktorze nie obniżyła się poniżej 85–90°C, zawartość reaktora miesza się w temperaturze 90–99°C i miesza się jeszcze przez 10–60 minut, po czym wyłącza się mieszanie, całość pozostawia na kilkanaście minut w celu wstępnego odpowietrzenia, następnie poddaje się dwustopniowej homogenizacji, przepuszczając ją przez wysokociśnieniowy homogenizator przy ciśnieniu 5–60 MPa na pierwszym stopniu homogenizacji oraz ciśnieniu 0,1–10,0 MPa na drugim stopniu homogenizacji.

W polskim zgłoszeniu P.414098 opisano sposób polegający na tym, że w temperaturze 80–99°C, 100 części wagowych parafiny z ropy naftowej i/lub syntetycznej 2–10 części wagowych stearyny i 5–15 części

wagowych monostearynianu gliceryny oraz 0–5 części wagowych etoksylowanego monostearynianu sorbitanu, 0–5 części wagowych monostearynianu sorbitanu, 0–5 części wagowych etoksylowanego monooleinianu sorbitanu i 0–5 części wagowych monooleinianu sorbitanu miesza się aż do uzyskania jednorodnej mieszaniny, następnie stopniowo dozuje się roztwór zawierający 0,2–1,0 części wagowych wodorotlenku sodu w 60–250 częściach wagowych wody tak, aby temperatura w reaktorze nie obniżyła się poniżej 85–90°C, następnie zawartość reaktora miesza się w temperaturze 90–99°C jeszcze przez 10–60 minut, po czym wyłącza się mieszanie, całość pozostawia na kilkanaście minut w celu wstępnego odpowietrzenia, poddaje się co najmniej raz dwustopniowej homogenizacji, przepuszczając zawartość reaktora przez wysokociśnieniowy homogenizator przy ciśnieniu 5–60 MPa na pierwszym stopniu homogenizacji oraz przy ciśnieniu 0,1–10,0 MPa na drugim stopniu homogenizacji.

Z polskiego zgłoszenia P.421939 znany jest sposób otrzymywania emulsji parafinowej znamienny tym, że w temperaturze 80–99°C, 50–100 części wagowych parafiny z ropy naftowej i 0–50 części wagowych parafiny syntetycznej, 2–10 części wagowych stearyny i 5–15 części wagowych monostearynianu gliceryny oraz 1–5 części wagowych emulgatora o wzorze:



gdzie $n = 2$ lub 3 , a $R = -\text{C}_{15}\text{H}_{31}$,

miesza się aż do uzyskania jednorodnej mieszaniny, następnie stopniowo dozuje się taką ilość roztworu zawierającego 0,2–1,0 części wagowych wodorotlenku sodu w 60–250 częściach wagowych wody, aby uzyskać pH emulsji na poziomie nie mniejszym niż 9, przy czym szybkość dozowania roztworu wodorotlenku sodu dobiera się tak, aby temperatura w reaktorze nie obniżyła się poniżej 85–90°C, następnie zawartość reaktora miesza się w temperaturze 90–99°C jeszcze przez 10–60 minut, po czym wyłącza się mieszanie, całość pozostawia w celu wstępnego odpowietrzenia, po czym poddaje się co najmniej raz dwustopniowej homogenizacji, przepuszczając zawartość reaktora przez wysokociśnieniowy homogenizator przy ciśnieniu 5–60 MPa na pierwszym stopniu homogenizacji oraz przy ciśnieniu 0,1–10,0 MPa na drugim stopniu homogenizacji.

Z polskiego opisu zgłoszenia patentowego P.423356 znany jest sposób wytwarzania emulsji parafinowo-polietylenowej polegający tym, że w temperaturze 80–99°C, 100 części wagowych parafiny z ropy naftowej i ewentualnie syntetycznej, 0,1–12 części wagowych syntetycznego wosku polialfaolefinowego o liczbie atomów węgla w monomerze 10 lub więcej, i/lub wosku polietylenowego o gęstości 0,92–0,94 g/cm³ i rozkładzie mas cząsteczkowych w zakresie 800–1500, 5,1–15 części wagowych monostearynianu gliceryny oraz 5–15 części wagowych monostearynianu polioksyetylenosorbitanu, miesza się aż do uzyskania jednorodnej mieszaniny, po czym stopniowo wprowadza się 150–210 części wagowych wody, o temperaturze 85–95°C, tak aby temperatura zawartości reaktora nie obniżyła się poniżej 88°C, zawartość reaktora miesza się w temperaturze 90–99°C jeszcze przez 10–60 minut, całość pozostawia się do wstępnego odpowietrzenia, po czym poddaje się co najmniej raz dwustopniowej homogenizacji, przepuszczając zawartość reaktora przez wysokociśnieniowy homogenizator przy ciśnieniu 5–60 MPa na pierwszym stopniu homogenizacji oraz przy ciśnieniu 0,1–10,0 MPa na drugim stopniu homogenizacji.

Celem wynalazku było opracowanie nieskomplikowanego i ekonomicznego sposobu wytwarzania trwalej emulsji parafinowej do impregnacji papieru przeznaczonego do kontaktu z żywnością która to emulsja będzie przydatna do stosowania w szybkich urządzeniach laminujących nowej generacji, pracujących przy skróconym czasie kontaktu.

Okazało się, że na bazie rafinowanej parafiny z przeróbki ropy naftowej będącej mieszaniną stałych, wysokocząsteczkowych węglowodorów, przede wszystkim n-parafinowych i/lub parafiny syntetycznej z syntezy Fischera-Tropscha, monostearynianu gliceryny, stearynianu sodu oraz estrów kwasów tłuszczowych i kopolimeru tlenek etylenu-tlenek propylenu-tlenek etylenu (EO-PO-EO) możliwe jest opracowanie nieskomplikowanego i ekonomicznego sposobu wytwarzania bardzo trwalej emulsji parafinowej do impregnacji papieru przeznaczonego do kontaktu z żywnością.

Istota sposobu według wynalazku polega na tym, że w temperaturze 80–99°C miesza się aż do uzyskania jednorodnej mieszaniny 500 części wagowych rafinowanej parafiny z przeróbki ropy naftowej będącej mieszaniną stałych, wysokocząsteczkowych węglowodorów, przede wszystkim n-parafinowych i/lub parafiny syntetycznej z syntezy Fischera-Tropscha, z 40–60 częściami wagowymi monostearynianu gliceryny, z 20–35 częściami wagowymi stearynianu sodu oraz z 5–15 częściami wagowymi estrów kwasów tłuszczowych i kopolimeru tlenek etylenu-tlenek propylenu-tlenek etylenu (który to kopolimer jest określany skrótem EO-PO-EO), po czym stopniowo wprowadza się wodę o temperaturze 85–95°C tak, aby temperatura zawartości reaktora nie obniżyła się poniżej 88°C, zawartość reaktora miesza się jeszcze w temperaturze 90–99°C przez 10–60 minut, po czym poddaje się co najmniej raz dwustopniowej homogenizacji, przepuszczając zawartość reaktora przez wysokociśnieniowy homogenizator przy ciśnieniu 5–60 MPa na pierwszym stopniu homogenizacji oraz przy ciśnieniu 0,1–10,0 MPa na drugim stopniu homogenizacji.

Korzystnie jest, jeżeli w roli emulgatorów stosuje się estry kopolimeru EO-PO-EO i kwasu stearynowego, oleinowego, laurynowego lub oktanowego.

Korzystnie jest, jeżeli stopniowo wprowadza się 800–1000 części wagowych wody.

Korzystnie jest, jeżeli zawartość reaktora przed homogenizacją pozostawia się do wstępnego odpowietrzenia.

Korzystnie jest, jeżeli na drugim stopniu homogenizacji stosuje się ciśnienie kilkakrotnie niższe, niż na pierwszym stopniu homogenizacji.

Emulsje otrzymane sposobem według wynalazku, z estrami kopolimeru EO-PO-EO i kwasów stearynowego, oleinowego, laurynowego lub oktanowego w roli emulgatorów charakteryzują się wyjątkową stabilnością w których praktycznie nie zachodzą żadne zmiany makroskopowe w okresie do 30 dni.

Sposób syntezy estrów kopolimeru EO-PO-EO jest znany i został opisany np. w publikacji J. Nowicki i in., „Selective Synthesis of Polyoxyethylene-Polyoxypropylene Block Copolymer (Poloxamer) Fatty Acid Monoesters Over Homogeneous Organotin Catalyst”, *J. Surfact. Deterg.*, 2017, **20**, 1475–1481.

Przykłady

W emulsjach otrzymanych sposobem według wynalazku w przykładach 1–10 oznacza się indeks TSI oraz lepkość pozorną.

Indeks TSI – Turbiscan Stability Index odzwierciedla zmiany destabilizacyjne zachodzące w emulsjach otrzymanych w przykładach. Indeks pozwala ilościowo oszacować stopień występowania tych zmian w próbce. Zmianami takimi może być na przykład śmietankowanie, koagulacja, koalescencja kropeł lub sedymentacja.

Pomiar prowadzi się urządzeniem Turbiscan. Pomiar polega na skanowaniu próbki pulsującym źródłem światła w bliskiej podczerwieni (długość fali 880 nm). Wyniki, to jest wartość transmitancji (T) oraz natężenia światła wstecznie rozproszonego (RW) zbierane są za pomocą dwóch detektorów, odpowiednio transmitancji i natężenia światła rozproszonego, w zależności od wysokości naczynia pomiarowego, co 40 µm. Dane, zbierane z zaprogramowaną częstotliwością pozwalają zobrazować kolejno występujące stany badanej substancji, charakteryzując stabilność produktu. Zgodnie z teorią rozpraszania światła (teoria Mie [Hahn, David W. (July 2009). "Light Scattering Theory" University of Florida]), wartość natężenia światła wstecznie rozproszonego zależy od rozmiaru i stężenia cząstek w dyspersji, Im większe zmiany zachodzą w próbce, tym większe różnice w porównaniu z wyjściowym materiałem oznaczane są w badaniu i tym wyższe uzyskuje się wartości TSI. Indeks stabilności TSI jest wyznaczany z porównania danych otrzymanych w określonym czasie z określoną częstotliwością pomiarów:

$$TSI = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - x_{RW})^2}{n - 1}}$$

gdzie:

x_i jest średnią wartością natężenia światła rozproszonego w danej chwili,

x_{RW} jest średnią x_i a

n jest całkowitą liczbą pomiarów,

RW – natężenie rozproszonego światła.

Im niższa wartość TSI, tym mniej zmian zachodzi w próbce.

Lepkości pozorna.

Oznaczenie lepkości pozornej emulsji metodą Brookfielda wykonuje się według normy PN-ISO 2555 za pomocą lepkościomierza Brookfield RVDV-II+. Temperaturę próbek (23°C) w trakcie pomiaru utrzymuje się za pomocą termostatu Brookfield. Pomiar wykonuje się umieszczając w badanej próbce końcówkę pomiarową (wrzeczono), która następnie wykonuje ruch obrotowy z zadaną prędkością. Wrzeczono sprzężone jest ze skalibrowaną sprężyną. Mierzone jest odkształcenie sprężyny spowodowane siłą oporu hamującą ruch obrotowy wrzeczona, która wynika z lepkości próbki. Pomiar przeprowadza się w temperaturze 23°C, przy użyciu wrzeczona nr 28 i prędkości 100 obrotów/minutę.

Wysoka lepkość w przykładach 2 i 6, w których stosuje się ester kwasu laurynowego i kopolimeru EO-PO-EO może być spowodowana większym niż w przypadku pozostałych emulgatorów oddziaływaniem pomiędzy sobą zemulgowanych cząsteczek emulsji, co prowadzi do wzrostu naprężeń ścinających w emulsji, a tym samym do wyższej lepkości pozornej i w konsekwencji wyższej stabilności otrzymanej na jego podstawie emulsji. Jest to również zgodne z wnioskami jakie uzyskano dla innych emulgatorów typu estrowego, spośród których estry kwasu laurynowego wykazywały najlepsze własności emulsyjne.

Przykład 1

Do szklanego reaktora o pojemności nominalnej 2,5 l zaopatrzonego w płaszcz grzejny, termoparę, chłodnicę zwrotną mieszadło z regulacją obrotów wprowadza się 450 g rafinowanej parafiny z przeróbki ropy naftowej będącej mieszaniną stałych, wysokocząsteczkowych węglowodorów, przede wszystkim n-parafinowych, 50 g parafiny syntetycznej z syntezy Fischera-Tropscha, 50 g monostearynianu gliceryny, 28,5 g stearynianu sodu oraz 10 g estru kwasu oleinowego i kopolimeru EO-PO-EO. Mieszaninę ogrzewa się do temperatury 95°C z jednoczesnym mieszaniem składników z szybkością 300 obrotów na minutę, aż do uzyskania jednorodnej mieszaniny przez 40 minut. Do uzyskanej mieszaniny stopniowo wprowadza się 915 g wody o temperaturze 90°C tak, aby temperatura zawartości reaktora nie obniżyła się poniżej 88°C. Mieszaninę miesza się (300 obrotów na minutę) w temperaturze 90°C przez 50 minut. Po tym czasie mieszaninę pozostawia się na 15 minut, po czym uzyskaną emulsję homogenizuje się przepuszczając przez homogenizator z prędkością 9 litrów/godzinę, przy ciśnieniu 50 MPa na pierwszym stopniu homogenizacji oraz ciśnieniu 9,5 MPa na drugim stopniu homogenizacji, a następnie powtórnie prowadzi taką samą dwustopniową homogenizację, po czym próbkę chłodzi się do temperatury 52°C.

Uzyskuje się jednorodną płynną emulsję o odczynie pH = 9,8, zawierającą 40,0% suchej masy, o lepkości pozornej 88 mPa·s w temperaturze 23°C oraz stabilności TSI 30 dni 2,9.

Przykład 2

Do szklanego reaktora o pojemności nominalnej 2,5 l zaopatrzonego w płaszcz grzejny, termoparę, chłodnicę zwrotną mieszadło z regulacją obrotów wprowadza się 250 g rafinowanej parafiny z przeróbki ropy naftowej będącej mieszaniną stałych, wysokocząsteczkowych węglowodorów, przede wszystkim n-parafinowych, 250 g parafiny syntetycznej z syntezy Fischera-Tropscha, 55 g monostearynianu gliceryny, 28,5 g stearynianu sodu oraz 8 g estru kwasu laurynowego i kopolimeru EO-PO-EO. Mieszaninę ogrzewa się do temperatury 95°C z jednoczesnym mieszaniem składników z szybkością 300 obrotów na minutę, aż do uzyskania jednorodnej mieszaniny przez 40 minut. Do uzyskanej mieszaniny stopniowo wprowadza się 915 g wody o temperaturze 95°C, tak aby temperatura zawartości reaktora nie obniżyła się poniżej 88°C. Mieszaninę miesza się (300 obrotów na minutę) w temperaturze 95°C przez 20 minut. Po tym czasie mieszaninę pozostawia się na 15 minut, po czym uzyskaną emulsję homogenizuje się przepuszczając przez homogenizator z prędkością 9 litrów/godzinę, przy ciśnieniu 15 MPa na pierwszym stopniu homogenizacji oraz ciśnieniu 5 MPa na drugim stopniu homogenizacji, a następnie powtórnie prowadzi taką samą dwustopniową homogenizację, po czym próbkę chłodzi się do temperatury 52°C.

Uzyskuje się jednorodną płynną emulsję o odczynie pH = 9,7, zawierającą 40,7% suchej masy, o lepkości pozornej 900 mPa·s w temperaturze 23°C i stabilności TSI 30 dni 2,0.

Przykład 3

Do szklanego reaktora o pojemności nominalnej 2,5 l zaopatrzonego w płaszcz grzejny, termoparę, chłodnicę zwrotną mieszadło z regulacją obrotów wprowadza się 50 g rafinowanej parafiny z przeróbki ropy naftowej będącej mieszaniną stałych, wysokocząsteczkowych węglowodorów, przede wszystkim n-parafinowych, 450 g parafiny syntetycznej z syntezy Fischera-Tropscha, 45 g monostearynianu gliceryny, 32,5 g stearynianu sodu oraz 12 g estru kwasu stearynowego i kopolimeru EO-PO-EO.

Mieszaninę ogrzewa się do temperatury 95°C z jednoczesnym mieszaniem składników z szybkością 300 obrotów na minutę, aż do uzyskania jednorodnej mieszaniny przez 40 minut. Do uzyskanej mieszaniny stopniowo wprowadza się 915 g wody o temperaturze 90°C tak, aby temperatura zawartości reaktora nie obniżyła się poniżej 88°C. Mieszaninę miesza się (300 obrotów na minutę) w temperaturze 97°C przez 15 minut. Po tym czasie mieszaninę pozostawia się na 15 minut, po czym uzyskaną emulsję homogenizuje się przepuszczając przez homogenizator z prędkością 9 litrów/godzinę, przy ciśnieniu 8 MPa na pierwszym stopniu homogenizacji oraz ciśnieniu 1,5 MPa na drugim stopniu homogenizacji, a następnie powtórnie prowadzi taką samą dwustopniową homogenizację, po czym próbkę chłodzi się do temperatury 52°C.

Uzyskuje się jednorodną płynną emulsję o odczynie pH = 9,8, zawierającą 40,7% suchej masy, o lepkości pozornej 96 mPa·s w temperaturze 23°C oraz stabilności TSI 30 dni 1,2.

Przykład 4

Do szklanego reaktora o pojemności nominalnej 2,5 l zaopatrzonego w płaszcz grzejny, termoparę, chłodnicę zwrotną mieszadło z regulacją obrotów wprowadza się 250 g rafinowanej parafiny z przeróbki ropy naftowej będącej mieszaniną stałych, wysokocząsteczkowych węglowodorów, przede wszystkim n-parafinowych, 250 g parafiny syntetycznej z syntezy Fischera-Tropscha, 55 g monostearynianu gliceryny, 22,5 g stearynianu sodu oraz 12 g estru kwasu oktanowego i kopolimeru EO-PO-EO. Mieszaninę ogrzewa się do temperatury 95°C z jednoczesnym mieszaniem składników z szybkością 300 obrotów na minutę, aż do uzyskania jednorodnej mieszaniny przez 40 minut. Do uzyskanej mieszaniny stopniowo wprowadza się 930 g wody o temperaturze 85°C tak, aby temperatura zawartości reaktora nie obniżyła się poniżej 88°C. Mieszaninę miesza się (300 obrotów na minutę) w temperaturze 93°C przez 35 minut. Po tym czasie mieszaninę pozostawia się na 15 minut, po czym uzyskaną emulsję homogenizuje się przepuszczając przez homogenizator z prędkością 9 litrów/godzinę, przy ciśnieniu 20 MPa na pierwszym stopniu homogenizacji oraz ciśnieniu 5 MPa na drugim stopniu homogenizacji, a następnie powtórnie prowadzi się taką samą dwustopniową homogenizację, po czym próbkę chłodzi się do temperatury 52°C.

Uzyskuje się jednorodną płynną emulsję o odczynie pH = 9,6, zawierającą 40,4% suchej masy, o lepkości pozornej 50 mPa·s w temperaturze 23°C oraz stabilności TSI 30 dni 0,7.

Przykład 5

Do szklanego reaktora o pojemności nominalnej 2,5 l zaopatrzonego w płaszcz grzejny, termoparę, chłodnicę zwrotną mieszadło z regulacją obrotów wprowadza się 250 g rafinowanej parafiny z przeróbki ropy naftowej będącej mieszaniną stałych, wysokocząsteczkowych węglowodorów, przede wszystkim n-parafinowych, 250 g parafiny syntetycznej z syntezy Fischera-Tropscha, 50 g monostearynianu gliceryny, 28,5 g stearynianu sodu oraz 10 g estru kwasu oleinowego i kopolimeru EO-PO-EO. Mieszaninę ogrzewa się do temperatury 95°C z jednoczesnym mieszaniem składników z szybkością 300 obrotów na minutę, aż do uzyskania jednorodnej mieszaniny przez 40 minut. Do uzyskanej mieszaniny stopniowo wprowadza się 915 g wody o temperaturze 85°C tak, aby temperatura zawartości reaktora nie obniżyła się poniżej 88°C. Mieszaninę miesza się (300 obrotów na minutę) w temperaturze 95°C przez 20 minut. Po tym czasie mieszaninę pozostawia się na 15 minut, po czym uzyskaną emulsję homogenizuje się przepuszczając przez homogenizator z prędkością 9 litrów/godzinę, przy ciśnieniu 13 MPa na pierwszym stopniu homogenizacji oraz ciśnieniu 4 MPa na drugim stopniu homogenizacji, po czym próbkę chłodzi się do temperatury 52°C.

Uzyskuje się jednorodną płynną emulsję o odczynie pH = 9,8, zawierającą 40,0% suchej masy, lepkość pozornej 100 mPa·s w temperaturze 23°C oraz stabilności TSI 30 dni 3,9.

Przykład 6

Do szklanego reaktora o pojemności nominalnej 2,5 l zaopatrzonego w płaszcz grzejny, termoparę, chłodnicę zwrotną mieszadło z regulacją obrotów wprowadza się 250 g rafinowanej parafiny z przeróbki ropy naftowej będącej mieszaniną stałych, wysokocząsteczkowych węglowodorów, przede wszystkim n-parafinowych, 250 g parafiny syntetycznej z syntezy Fischera-Tropscha, 50 g monostearynianu gliceryny, 28,5 g stearynianu sodu oraz 10 g estru kwasu laurynowego i kopolimeru EO-PO-EO. Mieszaninę ogrzewa się do temperatury 95°C z jednoczesnym mieszaniem składników z szybkością 300 obrotów na minutę, aż do uzyskania jednorodnej mieszaniny przez 40 minut. Do uzyskanej mieszaniny stopniowo wprowadza się 915 g wody o temperaturze 85°C, tak aby temperatura zawartości reaktora nie obniżyła się poniżej 88°C. Mieszaninę miesza się (300 obrotów na minutę) w temperaturze 95°C przez 20 minut. Po tym czasie mieszaninę pozostawia się na 15 minut, po czym uzyskaną emulsję

homogenizuje się przepuszczając przez homogenizator z prędkością 9 litrów/godzinę, przy ciśnieniu 13 MPa na pierwszym stopniu homogenizacji oraz ciśnieniu 4 MPa na drugim stopniu homogenizacji, a następnie powtórnie prowadzi się taką samą dwustopniową homogenizację, po czym próbkę chłodzi się do temperatury 52°C.

Uzyskuje się jednorodną płynną emulsję o odczynie pH = 9,7, zawierającą 40,7% suchej masy, o lepkości pozornej 1000 mPa·s w temperaturze 23°C i stabilności TSI 30 dni 2,2.

Przykład 7

Do szklanego reaktora o pojemności nominalnej 2,5 l zaopatrzonego w płaszcz grzejny, termoparę, chłodnicę zwrotną mieszadło z regulacją obrotów wprowadza się 250 g rafinowanej parafiny z przeróbki ropy naftowej będącej mieszaniną stałych, wysokocząsteczkowych węglowodorów, przede wszystkim n-parafinowych, 250 g parafiny syntetycznej z syntezy Fischera-Tropscha, 50 g monostearynianu gliceryny, 28,5 g stearynianu sodu oraz 10 g estru kwasu stearynowego i kopolimeru EO-PO-EO. Mieszaninę ogrzewa się do temperatury 95°C z jednoczesnym mieszaniem składników z szybkością 300 obrotów na minutę, aż do uzyskania jednorodnej mieszaniny przez 40 minut. Do uzyskanej mieszaniny stopniowo wprowadza się 900 g wody o temperaturze 85°C tak, aby temperatura zawartości reaktora nie obniżyła się poniżej 88°C. Mieszaninę miesza się (300 obrotów na minutę) w temperaturze 95°C przez 20 minut. Po tym czasie mieszaninę pozostawia się na 15 minut, po czym uzyskaną emulsję homogenizuje się przepuszczając przez homogenizator z prędkością 9 litrów/godzinę, przy ciśnieniu 13 MPa na pierwszym stopniu homogenizacji oraz ciśnieniu 4 MPa na drugim stopniu homogenizacji, a następnie powtórnie prowadzi się taką samą dwustopniową homogenizację, po czym próbkę chłodzi się do temperatury 53°C.

Uzyskuje się jednorodną płynną emulsję o odczynie pH = 9,8, zawierającą 40,7% suchej masy, o lepkości pozornej 66 mPa·s w temperaturze 23°C oraz stabilności TSI 30 dni 0,8.

Przykład 8

Do szklanego reaktora o pojemności nominalnej 2,5 l zaopatrzonego w płaszcz grzejny, termoparę, chłodnicę zwrotną mieszadło z regulacją obrotów wprowadza się 250 g rafinowanej parafiny z przeróbki ropy naftowej będącej mieszaniną stałych, wysokocząsteczkowych węglowodorów, przede wszystkim n-parafinowych, 250 g parafiny syntetycznej z syntezy Fischera-Tropscha, 50 g monostearynianu gliceryny, 28,5 g stearynianu sodu oraz 10 g estru kwasu oktanowego i kopolimeru EO-PO-EO. Mieszaninę ogrzewa się do temperatury 95°C z jednoczesnym mieszaniem składników z szybkością 300 obrotów na minutę, aż do uzyskania jednorodnej mieszaniny przez 40 minut. Do uzyskanej mieszaniny stopniowo wprowadza się 915 g wody o temperaturze 85°C tak, aby temperatura zawartości reaktora nie obniżyła się poniżej 88°C. Mieszaninę miesza się (300 obrotów na minutę) w temperaturze 95°C przez 20 minut. Po tym czasie mieszaninę pozostawia się na 15 minut, po czym uzyskaną emulsję homogenizuje się przepuszczając przez homogenizator z prędkością 9 litrów/godzinę, przy ciśnieniu 13 MPa na pierwszym stopniu homogenizacji oraz ciśnieniu 4 MPa na drugim stopniu homogenizacji, a następnie powtórnie prowadzi się taką samą dwustopniową homogenizację, po czym próbkę chłodzi się do temperatury 52°C.

Uzyskuje się jednorodną płynną emulsję o odczynie pH = 9,6, zawierającą 40,4% suchej masy, o lepkości pozornej 55 mPa·s w temperaturze 23°C oraz stabilności TSI 30 dni 0,9.

Przykład 9

Do szklanego reaktora o pojemności nominalnej 2,5 l zaopatrzonego w płaszcz grzejny, termoparę, chłodnicę zwrotną mieszadło z regulacją obrotów wprowadza się 500 g parafiny syntetycznej z syntezy Fischera-Tropscha, 45 g monostearynianu gliceryny, 32,5 g stearynianu sodu oraz 12 g estru kwasu stearynowego i kopolimeru EO-PO-EO. Mieszaninę ogrzewa się do temperatury 95°C z jednoczesnym mieszaniem składników z szybkością 300 obrotów na minutę, aż do uzyskania jednorodnej mieszaniny przez 40 minut. Do uzyskanej mieszaniny stopniowo wprowadza się 930 g wody o temperaturze 85°C tak, aby temperatura zawartości reaktora nie obniżyła się poniżej 88°C. Mieszaninę miesza się (300 obrotów na minutę) w temperaturze 95°C przez 20 minut. Po tym czasie mieszaninę pozostawia się na 15 minut, po czym uzyskaną emulsję homogenizuje się przepuszczając przez homogenizator z prędkością 9 litrów/godzinę, przy ciśnieniu 13 MPa na pierwszym stopniu homogenizacji oraz ciśnieniu 4 MPa na drugim stopniu homogenizacji, a następnie powtórnie prowadzi się taką samą dwustopniową homogenizację, po czym próbkę chłodzi się do temperatury 53°C.

Uzyskuje się jednorodną płynną emulsję o odczynie pH = 9,8, zawierającą 40,1% suchej masy, o lepkości pozornej 104 mPa·s w temperaturze 23°C oraz stabilności TSI 30 dni 1,4.

Przykład 10

Do szklanego reaktora o pojemności nominalnej 2,5 l zaopatrzonego w płaszcz grzejny, termoparę, chłodnicę zwrotną, mieszadło z regulacją obrotów wprowadza się 500 g rafinowanej parafiny z przeróbki ropy naftowej będącej mieszaniną stałych, wysokocząsteczkowych węglowodorów, przede wszystkim n-parafinowych, 50 g monostearynianu gliceryny, 28,5 g stearynianu sodu oraz 10 g estru kwasu laurynowego i kopolimeru EO-PO-EO. Mieszaninę ogrzewa się do temperatury 95°C z jednoczesnym mieszaniem składników z szybkością 300 obrotów na minutę, aż do uzyskania jednorodnej mieszaniny przez 40 minut. Do uzyskanej mieszaniny stopniowo wprowadza się 915 g wody o temperaturze 85°C tak, aby temperatura zawartości reaktora nie obniżyła się poniżej 88°C. Mieszaninę miesza się (300 obrotów na minutę) w temperaturze 95°C przez 20 minut. Po tym czasie mieszaninę pozostawia się na 15 minut, po czym uzyskaną emulsję homogenizuje, się przepuszczając przez homogenizator z prędkością 9 litrów/godzinę, przy ciśnieniu 13 MPa na pierwszym stopniu homogenizacji oraz ciśnieniu 4 MPa na drugim stopniu homogenizacji, a następnie, powtórnie prowadzi się taką samą dwustopniową homogenizację, po czym próbkę chłodzi się do temperatury 52°C.

Uzyskuje się jednorodną płynną emulsję o odczynie pH = 9,7, zawierającą 40,4% suchej masy, o lepkości pozornej 1200 mPa·s w temperaturze 23°C i stabilności TSI 30 dni 3,4.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania emulsji wodno-parafinowej **znamienny tym**, że w temperaturze 80–99°C miesza się aż do uzyskania jednorodnej mieszaniny 500 części wagowych rafinowanej parafiny z przeróbki ropy naftowej będącej mieszaniną stałych, wysokocząsteczkowych węglowodorów, przede wszystkim n-parafinowych i/lub parafiny syntetycznej z syntezy Fischera-Tropscha, z 40–60 częściami wagowymi monostearynianu gliceryny, z 20–35 częściami wagowymi stearynianu sodu oraz z 5–15 częściami wagowymi estrów kwasów tłuszczowych kopolimeru EO-PO-EO, po czym stopniowo wprowadza się wodę o temperaturze 85–95°C tak aby temperatura zawartości reaktora nie obniżyła się poniżej 88°C, zawartość reaktora miesza się jeszcze w temperaturze 90–99°C przez 10–60 minut, po czym poddaje się co najmniej raz dwustopniowej homogenizacji, przepuszczając zawartość reaktora przez wysokociśnieniowy homogenizator przy ciśnieniu 5–60 MPa na pierwszym stopniu homogenizacji oraz przy ciśnieniu 0,1–10,0 MPa na drugim stopniu homogenizacji.
2. Sposób według zastrz. 1 **znamienny tym**, że w roli emulgatorów stosuje się estry kopolimeru EO-PO-EO i kwasu stearynowego, oleinowego, laurynowego lub oktanowego.
3. Sposób według zastrz. 1 **znamienny tym**, że stopniowo wprowadza się 800–1000 części wagowych wody.
4. Sposób według zastrz. 1 **znamienny tym**, że zawartość reaktora przed homogenizacją pozostawia się do wstępnego odpowietrzenia.
5. Sposób według zastrz. 1 **znamienny tym**, że na drugim stopniu homogenizacji stosuje się ciśnienie kilkakrotnie niższe, niż na pierwszym stopniu homogenizacji.