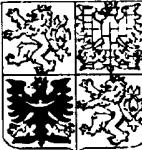


PATENTOVÝ SPIS

(11) Číslo dokumentu:

283 159

(19) ČESKÁ REPUBLIKA  ÚŘAD PRŮMYSLOVÉHO VLASTNICTVÍ	(21) Číslo přihlášky: 7283-88 (22) Přihlášeno: 04. 11. 88 (30) Právo přednosti: 06. 11. 87 HU 87/4974 06. 11. 87 HU 87/4975 (40) Zveřejněno: 17. 09. 97 (Věstník č. 9/97) (47) Uděleno: 17. 11. 97 (24) Oznámeno udělení ve Věstníku: 14. 01. 98 (Věstník č. 1/98)
---	--

(13) Druh dokumentu: **B6**

(51) Int. Cl.⁶:

C 09 K 19/00

C 09 K 19/38

C 09 K 19/02

(73) Majitel patentu:
**CHINOIN GYÓGYSZER ÉS VEGYÉSZETI
TERMÉKEK GYÁRA R. T., Budapešť, HU;**

(72) Původce vynálezu:
Pintér János dr., Budapešť, HU;
Pál Anna ing., Budapešť, HU;
Pap László dr., Budapešť, HU;
Szegő András dr., Budapešť, HU;
Mármárosi Katalin ing., Biatorbágy, HU;

(74) Zástupce:
Kalenský Petr JUDr., AP 10, Praha 1, 11000;

(54) Název vynálezu:
**Naočkovaný lyotropní systém s obsahem
krystalů v kapalině o viskozitě nižší než
10 Pa.s. a způsob jeho přípravy**

(57) Anotace:
Naočkovaný lyotropní systém s obsahem krystalů s viskozitou nižší než 10 Pa.s. obsahuje 0,5 až 50 % hmotn. pevné látky nebo směsi pevných látek s volnou povrchovou energií 18 až 240 mN/m při velikosti částic pod 100 µm, dále 5 až 55 % hmotn. známého smáčedla, s alespoň 8 uhlíkovými atomy, nebo směsi smáčedel, popřípadě 0,01 až 40 % hmotn. polymeru, jehož hodnota a, charakterizující prostupnost pro prostředí má hodnotu alespoň 0,6, dále 0 až 67 % hmotn. vody nebo roztoku nesmáčivých látek, 0 až 40 % hmotn. rozpouštědla, nebo směsi rozpouštědel nebo roztoku nesmáčivých látek v rozpouštědle, 0 až 60 % hmotn. doplňkových smáčedel nebo jejich směsi a popřípadě další přidatné složky, přičemž celkové množství vody rozpouštědla a doplňkového smáčedla, užitého jako pomocná látka se pohybuje v rozmezí 15 až 94,5 % hmotn. Při způsobu přípravy tohoto systému se postupuje tak, že se systém očkuje 0,5 až 50 % hmotn. pevné látky s povrchovou volnou energií 18 až 240 mN/m při velikosti částic pod 100 µm.

CZ 283 159 B6

Naočkovaný lyotropní systém s obsahem krystalů v kapalině o viskozitě nižší než 10 Pa.s. a způsob jeho přípravy

Oblast techniky

Vynález se týká naočkovaného lyotropního systému s obsahem krystalů v kapalině, v němž se orientace krystalů vytváří v důsledku účinku dispergovaného pevného smáčedla jako očkovacího materiálu.

Dosavadní stav techniky

Pro lyotropní systémy s obsahem krystalů v kapalině je obecně známo, že obsahují vysoký počet amfipatických molekul, které nesou jak hydrofobní, tak hydrofilní skupiny atomů, to kromě použitého rozpouštědla, v publikaci Moucharfieh- a Friberg-a "First comparison between aqueous and nonaqueous lyotropic liquid crystals", Mol. Cryst. Liq. Cryst. 49, Letters 231 - 238 (1979) se například popisuje orientovaná struktura v systémech, v nichž množství amfipatické látky převyšuje 55 % hmotn. v případě vody jako rozpouštědla a 45 % hmotn. v případě ethylenglykolu jako rozpouštědla, zbytek pak tvoří rozpouštědlo.

Naše vlastní pokusy vedly k podobným výsledkům. V zásadě je zapotřebí použít vysokého množství smáčedla nezávisle na ionogenním charakteru amfipatické látky. V publikaci Tiddy-ho a spol. "Structure of liquid-crystalline phase formed by sodium dodecyl sulphate and water as determined by optical microscopy. X-ray diffraction and nuclear magnetic resonance spectroscopy", J. Chem. Soc., Faraday Trans. I, 77 se uvádí, že sodná sůl kyseliny dodecylsírové jako typická aniontově po vrchově aktivní látka vytváří koncentraci od 67 % hmotn. s vodou systém krystalů v kapalině.

Kromě vysokého množství povrchově aktivní látky se při přípravě krystalů v kapalině známým způsobem objevují další problémy. V publikaci Heusch-e "Flüssig-kristalline Eigensohaften von Tensiden", Proc. VII. Intern. Congr. on Surfactants. Moskva 1978, str. 911-940 se popisují aniontová, kationtová a neiontová smáčedla a uvádí se, že viskozita systémů s lyotropní strukturou krystalů v kapalině převyšuje při stanovení Höpplerovým viskozimetrem horní měřicí hranici tohoto přístroje, jež odpovídá 50 000 mPa.s. Systémy s tak vysokou viskozitou je možno v praxi použít jen ve zcela vyjímečných případech, například ve formě čisticích gelů.

Byla provedena celá řada pokusů s úmyslem vyvinout lyotropní systém krystalů v kapalině, kdy by obsah smáčedla nedosahoval spodní hranice svrchu uvedeného rozmezí 45 až 70 % hmotn. Společnou vlastností takto vzniklých systémů by měla být skutečnost, že by tyto systémy obsahovaly kromě smáčedla ještě další amfipatickou látku, označovanou jako doplňkové smáčedlo, kapilárně aktivní látka nebo amfifilní látka.

V publikaci Danielson-a "The association of alkyl-chain alcohols in apolar media", Proc. VII. Intern. Congr. on Surfactants. Moskva 1978, str. 1010 - 1037, se popisují takové systémy, v nichž je obsažena sodná sůl kyseliny oktenové jako smáčedlo v množství 6 až 27 % hmotn., dále voda v množství 5 až 33 % hmotn. a dekanol jako doplňkové smáčedlo v množství 70 až 95 % hmotn. Protože dekanol tvoří přechod mezi smáčedly a doplňkovými smáčedly, není získaný výsledek překvapující. V publikaci Jamese a Heathcocka "Electron and optical microscopy study of the lamellar mesophase region of the water/sodium octanoate/decanol ternary system", J. Chem. Soc. Faraday Trans. I, 77, 2357-2865 (1981) došli autoři ke stejným závěrům.

Tvorba struktury krystalů v kapalině je velmi výhodná, protože zajišťuje termodynamickou stálost systému, jakož i odolnost dispergovaných materiálů proti usazování. Výhodné vlastnosti známých systémů krystalů v kapalinách však není dosud možno prakticky využít, a to z části z ekonomických důvodů, především pak proto, že je zapotřebí použít velkého množství smáčedel a/nebo doplňkových smáčedel, z části také vzhledem k vyjímečně vysokým hodnotám viskozity, a ty mohou dosahovat až několika set tisíc mPa.s.

Podstata vynálezu

Vynález si klade za úkol připravit systém krystalů v kapalině při použití poměrně nízkého množství smáčedla s/nebo doplňkového smáčedla tak, že viskozita takto při praveného systému by nepřevyšovala hodnotu 10 Pa.s, která je z hlediska praktické využitelnosti krystalů v kapalině ještě přijatelná. Dále by mělo být možné připravit systém, kde by se udržela struktura krystalů v kapalině po určitou dobu ještě po zředění.

Nyní bylo zjištěno, že orientace krystalů v kapalině je možno dosáhnout také v systémech, které obsahují menší množství smáčedla a/nebo doplňkového smáčedla ve srovnání s dosud známými systémy, které popřípadě obsahují doplňkové smáčedlo a/nebo další rozpouštědlo a to v případě, že uvedená směs, kterou může být roztok nebo disperze, se naočkuje pevnou látkou s povrchovou volnou energií řádově 18 až 240 mN/m, s výhodou ve formě prášku s velikostí částic pod 100 µm. Neočekávaně bylo zjištěno, že viskozita systému krystalů v kapalině, získaného tímto očkováním, je podstatně nižší než viskozita běžných lyotropních systémů. Dále pak bylo zjištěno, že vrstva krystalů v kapalině, jež je spojena s pevnou povrchovou vrstvou, přetrvává ještě delší dobu po zředění celého systému a vrstva se jen pomalu rozkládá v případě, že systém obsahuje 0,01 až 40 % hmotn. polymeru, který je přítomen v poměrně protaženém stavu a je částečně nebo úplně prostupný pro použité prostředí; s hodnotou prostupnosti pro dané prostředí $a > 0,60$.

Množství použitého pevného očkovacího materiálu se pohybuje v rozmezí 0,5 až 50 % hmotn.

Prostupnost (permeabilita) polymeru a jeho další vlastnosti je možno charakterizovat exponentem a , který charakterizuje souvislost mezi hraniční viskozitou a molekulovou hmotností podle Kuhna. Marka a Houwinka, jak to bylo uvedeno v publikacích S. Rohrsetzer "Kolloidika", vyd. Tankönyvkiadó, 1986; dále D. J.Shaw "Bevezetés a kolloid és fefületi kémiába" (Einführung in die Kolloidune Oberflächenchemie), vyd. Müszaki Könyvkiadó, 1986.

Předmětem vynálezu je naočkovaný lyotropní systém s obsahem krystalů v kapalině a s viskozitou nižší než 10 Pa.s. vyznačující se tím, že obsahuje 0,5 až 50 % hmotn. pevné látky nebo směsi pevných látek s volnou povrchovou energií 18 až 240 mN/m při velikosti částic pod 100 µm, 5 až 55 % hmotn. známého, alespoň 8 atomů uhlíku obsahujícího smáčedla nebo směsi smáčedel, popřípadě 0,01 až 40 % hmotn. polymeru, jehož hodnota a , charakterizující prostupnost pro prostředí má hodnotu alespoň 0,6 dále 0 až 67 % hmotn. vody nebo roztoku smáčivých látek, 0 až 40 % hmotn. rozpouštědla nebo směsi rozpouštědel nebo roztoku nesmáčivých látek v rozpouštědle v 0 až 60 % hmotnostních doplňkových smáčedel nebo jejich směsi a popřípadě další přídatné složky, přičemž celkové množství vody, rozpouštědla a doplňkového smáčedla, užitého jako pomocná látka se pohybuje v rozmezí 15 až 94,5 % hmotn.

Uvedený systém je možno získat tak, že se roztok nebo suspenze, který popřípadě obsahuje, vztaženo na celý systém, 0,01 až 40 % hmotn. polymeru, jehož hodnota a , charakterizující prostupnost pro prostředí má hodnotu alespoň 0,6 dále 5 až 55 % hmotn. známého, alespoň 8 atomů uhlíku obsahujícího smáčedla nebo směsi smáčedel, 0 až 67 % hmotn. vody nebo roztoku nesmáčivých látek, 0 až 40 % hmotn. rozpouštědla nebo směsi těchto rozpouštědel nebo roztoku nesmáčivých látek v rozpouštědle 0 až 60 % hmotn. doplňkového smáčedla nebo směsi smáčedel a popřípadě další přídavné látky, přičemž celkové množství vody rozpouštědla

a doplňkového smáčedla, užitého jako pomocná látka se pohybuje v rozmezí 15 až 94,5 % hmotn., očkuje 0,5 až 50 % hmotn. pevné látky s povrchovou volnou energií 18 až 240 mN/m při velikosti částic pod 100 µm.

Látka s volnou povrchovou energií 18 až 240 mN/m může být vytvořena v systému také in situ.

5 V průběhu výroby celého systému je možno postupovat také tak, že rozpouštění pomocných látek a/nebo doplňkových smáčedel a očkování pevným materiálem může být prováděno současně.

Z povrchově aktivních látek připadají v úvahu iontová (aniontová a kationtová) a/nebo neiontová a/nebo amfoterní smáčedla. Vhodnými aniontovými smáčedly jsou soli karboxylových kyselin, 10 například soli alifatických kyselin s alkalickými kovy a kovy alkalických zemin, sulfáty, například alkylsulfáty, s výhodou dodecylsulfát sodný, soli sulfonových kyselin, například alkylbenzensulfonáty, fosfáty, například alkylsulfáty a jejich soli, estery ethoxylovaných alifatických alkoholů s anorganickými kyselinami, s výhodou s kyselinou sírovou nebo fosforečnou a jejich soli. Vhodnými kationtovými smáčedly jsou amonné soli, například cetyltrimethyl-15 ammoniumhalogenidy, kvarterní sloučeniny dusíku, například N.alkylpyridiniové soli, dále soli adičních produktů alkylaminů nebo alkylamidů s ethyloxidem, například oxyethylovaný amid kyselin z kokosového tuku. Jako vhodná neiontová smáčedla je možno uvést estery alifatických kyselin s vícesytnými alkoholy, například oxyethylovaný dianhydrosorbitstearát, trialkylester kyseliny orthofosforečná a adiční produkty ethylenoxidů, například estery polyethylenglyku 20 s alifatickými kyselinami, adiční produkty ethylenoxidu s alifatickými alkoholy, adiční produkty alkylfenolů s ethylenoxidem, s výhodou alkylfenolpolyglykoletery, adiční produkty alkylaminů nebo alkylamidů s ethylenoxidem, adiční produkty polypropylenglykolů s ethylenoxidem, triestery alkylpolyethylenglykoletetu s kyselinou orthofosforečnou. Z vhodných amfoterních smáčedel je možno užít s výhodou vnitřní soli betainu nebo deriváty kyseliny fosforečné 25 s cholinem.

Jako rozpouštědlo je možno užít vodu, alifatická a/nebo aromatická rozpouštědla, například minerální oleje nebo ketony s nízkou molekulovou hmotností, jednosytné nebo vícesytné alkoholy a estery, rostlinné a živočišné oleje, jakož i nasycené nebo nenasycené karboxylové kyseliny s 1 až 6 atomy uhlíku a nenasycená karboxylové kyseliny s více než 6 atomy uhlíku. 30 Vhodnými doplňkovými smáčedly jsou alkoholy, ketony a estery s jednou nebo větším počtem polárních skupin a alifatické alkoholy, například isooctanol a dodekanol.

Vhodnými polymery jsou polyelektrylyty, neutrální polymery, přírodní makromolekuly a jejich deriváty, jakož i polypeptidy, jejichž hodnota α je vyšší než 0,6.

Vhodnými pevnými materiály s volnou povrchovou energií 18 až 240 mN/m jsou přírodní látky, 35 například křemen a anatas, syntetické látky, například plastické hmoty, základní nátěrové hmoty a podobně. V případě, že použitá pevná látka má biologické účinky, je možno systémy podle vynálezu s výhodou použít v lidském a veterinárním lékařství a také při ochraně rostlin.

40 Výsledky měření, které jsou uváděny v jednotlivých příkladech, byly získány dvěma měřicími postupy:

- struktura kapalných krystalů systému byla prokazována polarizačním mikroskopem pomocí zkříženého polarizátoru a analyzátoru při použití červené destičky (Gips I),
- odbourávání struktury po zředění bylo stanoveno sledováním množství povrchově aktivní látky, která byla z vrstvy uvolněna. Odbourávání bylo sledováno také srovnávacím způsobem tak, že bylo měřeno povrchové napětí zředěného systému podle vynálezu a povrchové napětí srovnávacího systému bez očkovacího materiálu, zředěného na tutéž koncentraci jako funkce času. Bylo prokázáno, že povrchově aktivní látka zůstává na pevném povrchu v množství, převyšujícím adsorpci, což je také možno prokázat na rozdílech mezi naměřeným povrchovým napětím v případě, že se měří změny tohoto napětí za jednotku času. Bylo prokázáno, že vrstvy

kapalných krystalů, lnoucí na pevný povrch příznivě ovlivňují odolnost proti usazování a proti shlukování pevné látky.

Praktické provedení vynálezu bude osvětleno následujícími příklady.

Příklad 1

- 5 27 % hmotn. dodecylsulfátu sodného
 53 % hmotn. vody
 20 % hmotn. práškovaného PVC K70 (47 mN/m se středním průměrem $d = 20 - 56 \mu\text{m}$)
 viskozita = 2,03 Pa.s.
- 10 Svrchu uvedený systém s obsahem smáčedla 33,75 % hmotn., přepočítáno na kapalnou fázi má v polarizačním mikroskopu prokazatelnou strukturu kapalných krystalů. Systém, který obsahuje dodecylsulfát sodný a je známý z literatury, vytváří strukturu kapalných krystalů pouze tehdy, převyšuje-li koncentrace dodecylsulfátu sodného hodnotu 67 % hmotn.

Příklad 2

- 15 30 % hmotn. nonylfenolpolyglykoletheru
 60 % hmotn. vody
 10 % hmotn. anatasu (85 mN/m, $d = 12 - 20 \mu\text{m}$)
 viskozita = 1,18 Pa.s.
- 20 Svrchu uvedený systém s obsahem smáčedla 33,33 % hmotn., vztaženo na kapalnou fázi, má charakteristický mikroskopický obraz pro lyotropní kapalné krystaly. Nonylfenolpolyglykolether vytváří strukturu kapalných krystalů ve vodě při koncentraci vyšší než 55 % hmotn. podle údajů, uvedených v literatuře a při koncentraci vyšší než 58 % hmotn. při průkazu přímým měřením.

Příklad 3

- 25 32,5 % hmotn. oxyethylovaného anhydrosorbitmonostearátu,
 0,5 % hmotn. olova (240 mN/m, $d = 10 - 75 \mu\text{m}$)
 67 % hmotn. vody
 viskozita = 1,67 Pa.s.
- 30 Svrchu uvedený systém s obsahem smáčedla 32,7 % hmotn., vztaženo na prostředí má mikroskopicky prokazatelnou strukturu. Bez naočkování poskytuje uvedené smáčedlo strukturu lyotropních kapalných krystalů pouze při koncentraci vyšší než 40 % hmotn..

Příklad 4

- 35 51 % hmotn. dodecylsulfátu sodného
 29 % hmotn. vody
 20 % hmotn. teflonu^(R) (18 mN/m, $d = 5 - 8 \mu\text{m}$)
 viskozita = 2,17 Pa.s.
- 40 Dodecylsulfát sodný poskytuje s vodou orientovanou strukturu až při koncentraci vyšší než 67 % hmotn., zatímco ve svrchu uvedeném systému se stává kapalina krystalickou již při koncentraci uvedené látky 63,7 % hmotn., vztaženo na rozpouštědlo.

Příklad 5

- 20 % hmotn. ethoxylovaného alifatického alkoholu s obsahem 12 až 16 atomů uhlíku

32 % hmotn. vody
 8 % hmotn. n-hexadekanu
 40 % hmotn. křemíku (120 mN/m, d = 1 - 5 µm)
 viskozita = 2, 70 Pa.s.

5

Srovnávací systém obsahoval 40 % hmotn. ethoxylovaného alifatického alkoholu, 50 % hmotn. vody a 10 % hmotn. n-hexadekanu. Svrchu uvedený systém obsahoval 33,3 % hmotn. smáčedla, 53,3 % hmotn. vody a 13,3 % hmotn. hexadekanu, přepočítáno na kapalnou fázi. Strukturu kapalných krystalů bylo možno prokázat optickým mikroskopem.

10 Příklad 6

20 % hmotn. dodecylsulfátu sodného
 20 % hmotn. n-dodekanolu
 20 % hmotn. n-dodekanu
 20 % hmotn. vody
 15 20 % hmotn. (47 mN/m, d = 20 - 56 µm)
 viskozita = 1,13 Pa.s.

Nenaočkováný systém vytváří strukturu kapalných krystalů při obsahu 40 % hmotn. dodecylsulfátu sodného, 20 % hmotn. n-dodekanolu, 20 % hmotn. n-dodekanu a 20 % hmotn. vody, zatímco svrchu uvedený systém obsahuje uvedené složky v množství 25 až 20 % hmotn., přepočítáno na kapalnou fázi. V obou případech byla struktura kapalných krystalů prokázána při použití polarizačního mikroskopu.

Příklad 7

25 5 % hmotn. oxyethylovaného anhydrosorbitmonostearátu
 5 % hmotn. dodecylsulfátu sodného
 40 % hmotn. ethanolu
 5 % hmotn. n-hexanolu
 5 % hmotn. n-dodekanolu
 30 40 % hmotn. křemíku (120 mN/m, d = 1 - 5 µm)
 viskozita = 2,18 Pa.s.

Nenaočkováný systém vytváří lyotropní kapalné krystaly při obsahu 20 % hmotn. Oxyethylovaného anhydrosorbitmonostearátu, 13 % hmotn. dodecylsulfátu sodného, 10 % hmotn. n-hexanolu, 10 % hmotn. n-dodekanolu a 47 % hmotn. ethanolu, zatímco svrchu uvedený systém obsahuje každou doplňkovou povrchově aktivní látku v množství 8,3 % hmotn. a ethanol v množství 66,7 % hmotn., vztaženo na kapalnou fázi. Struktura byla potvrzena mikroskopicky.

Příklad 8

35 % hmotn. cetyltrimethylamoniumbromidu
 45 % hmotn. vody
 40 20 % hmotn. práškovaného křemenu (120 mN/m, d = 1 - 5 µm)
 viskozita = 0,89 Pa.s.

Cetyltrimethylamoniumbromid poskytuje s vodou strukturu kapalných krystalů při koncentraci 56 % hmotn., zatímco svrchu uvedený systém vytváří lyotropní soustavu již při obsahu 43,7 % hmotn. uvedené látky, přepočítáno na kapalnou fázi.

Příklad 9

10 % hmotn. oxyethylovaného anhydrosorbitrietearátu

60 % hmotn. isooktanolu

10 % hmotn. ethylenglykolu

5 20 % hmotn. anatasu (85 mN/m, d = 12 - 20 µm)

viskozita = 1,76 Pa.s.

Oxyethylovaný anhydrosorbitristearát vytváří fázi kapalných krystalů ve směsi isooktanolu a ethylenglykolu pouze při koncentraci vyšší než 40 % hmotn.. Svrchu uvedený systém obsahuje

10 12,5 % hmotn. uvedeného smáčedla, vztaženo na kapalnou fázi.

Příklad 10

3 % hmotn. oxyethylovaného anhydrosorbitristearátu

3 % hmotn. dodecylsulfátu sodného

20 % hmotn. vody

15 24 % hmotn. n-dodekanolu

50 % hmotn. křemíku (120 mN/m, d = 1 - 5 µm)

viskozita = 1,28 Pa.s.

Směs dodecylsulfátu a oxyethylovaného anhydridsorbitristearátu v poměru 1:1 poskytuje

20 s vodou za přítomnosti n-dodekanolu lyotropní systém kapalných krystalů bez očkování křemíkem pouze při koncentraci vyšší než 23 % hmotn..

Příklad 11

20 % hmotn. ethoxylovaného ricinového oleje

35 % hmotn. dodecylbenzensulfonátu vápenatého

25 25 % hmotn. n-butanolu

10 % hmotn. parafinového oleje (čistota podle lékopisu)

10 % hmotn. teflonu^(R) (18 mN/m, d = 5 - 8 µm)

viskozita = 0,78 Pa.s.

30 Svrchu uvedený systém vytváří strukturu kapalných krystalů, kterou je možno ověřit mikroskopicky. Bez teploty se vytváří orientovaná struktura pouze v případě, že se množství ethoxylovaného ricinového oleje zvýší o 10 % hmotn..

Příklad 12

10 % hmotn. oxyethylovaného anhydrosorbitristearátu

35 20 % hmotn. vody

5 % hmotn. cholesterolu

50 % hmotn. n-dodekanu

15 15 % hmotn. anatasu (85 mN/m, d = 12 - 20 µm)

viskozita = 1,59 Pa.s.

40

Cholesterol se rozpustí v dodekanu a pak se přidá do systému. Systém vytváří strukturu lyotropních kapalných krystalů, jak je možno prokázat charakteristickým obrazem lamelárních lyotropních kapalných krystalů pod mikroskopem.

Příklad 13

13 % hmotn. blokového oligomeru ethylenoxidu a propylenoxidu (kvalita odpovídající požadavkům Genapol Pf 10)

65 % hmotn. vody

5 7 % hmotn. kofeinu

15 % hmotn. polyethylenu (21 mN/m, d = přibližně 30 µm)

viskozita = 1,5 Pa.s.

Kofein se rozpustí ve vodě a systém se vytvoří v tomto roztoku. Pod mikroskopem má uvedený systém charakteristickou, radiálně orientovanou strukturu lyotropních kapalných krystalů.

Příklad 14

10 % hmotn. oxyethylenového anhydrosorbitristearátu

20 % hmotn. vody

5 % hmotn. cholesterolu

15 30 % hmotn. n-dodekanu

20 % hmotn. butylacetátu

15 % hmotn. anatasu (85 mN/m, d = 12 - 20 µm)

Cholesterol se rozpustí ve směsi n-dodekanu a butylacetátu a přidá se do systému. Systém vytváří lyotropní kapalný krystal, což je možno pozorovat jako charakteristický obraz lamelárního lyotropního kapalného krystalu pod mikroskopem.

Příklad 15

25 % hmotn. dodecylsulfátu sodného

54 % hmotn. vody

25 1 % hmotn. polyvinylpyrrolidonu s molekulovou hmotností 25 000, a = 0,85

20 % hmotn. práškovaného PVC K70 (47 mN/m, d = 20 - 56 µm)

Srovnávací příklad 16

25 % hmotn. dodecylsulfátu sodného

54 % hmotn. vody

30 1 % hmotn. polyvinylpyrrolidonu s molekulovou hmotností 1,2 milionu, a = 0,52

20 % hmotn. práškovaného PVC K70 (47 mN/m, d = 20 - 56 µm)

Při zpracování obou systémů z příkladu 15 nebo 16 vzniká kapalný krystal lyotropní povahy, avšak při zředění systému ze srovnávacího příkladu 16 až 5 % hmotn. vody již systém nemá vlastnosti kapalných krystalů, vázaných na pevné částice. V případě, že se systém z příkladu 15 zředí na tutéž koncentraci, zůstává po 60 minutách po zředění ještě 65 % smáčedla ve vázaném stavu.

Příklad 17

5 % hmotn. oxyethylovaného anhydrosorbitmonostearátu

40 44,99 % hmotn. vody

0,01 % hmotn. kyseliny poly-L-glutamové s molekulovou hmotností 10 000, a = 1,115

50 % hmotn. křemíku (120 mN/m, d = 1 - 5 µm)

Svrchu uvedený systém vytváří lyotropní kapalný krystal. Příslušná vrstva obsahuje po 60 minutách ještě 28 % výchozího množství smáčedla.

Příklad 18

- 10 % hmotn. nonylfenolpolyglykoletheru (10 EO)
- 5 40 % hmotn. vody
- 40 % hmotn. polyethylenoxidu s molekulovou hmotností 1000, $a = 0,82$
- 10 % hmotn. teflonu^(R) (18 mN/m, $d = 5 - 8 \mu\text{m}$)

Srovnávací příklad 19

- 10 % hmotn. nonylfenolpolyglykoletheru (10 EO)
- 10 40 % hmotn. vody
- 40 % hmotn. polyethylenoxidu s molekulovou hmotností 20 000, $a = 0,46$
- 10 % hmotn. teflonu^(R) (18 mN/m, $d = 5 - 8 \mu\text{m}$)

V případě systému z příkladu 18 si podržuje po 60 minutách po zředění systému na dvacetinásobný objem vodou příslušná vrstva ještě 72 % povrchově aktivní látky, zatímco systém podle srovnávacího příkladu 19 si za stejných podmínek podrží méně než 10 % povrchově aktivní látky.

Příklad 20

- 20 15 % hmotn. oktadecyltrimethylamoniumbromidu
- 50 % hmotn. vody
- 25 % hmotn. polyethylenoxidu s molekulovou hmotností 1000, $a = 0,82$
- 5 % hmotn. polyvinylalkoholu s molekulovou hmotností 18 000, $a = 0,77$
- 4,5 % hmotn. isopropanolu
- 0,5 % hmotn. olova (240 mN/m, $d = 10 - 75 \mu\text{m}$)

Svrchu uvedeným systémem je lyotropní kapalný krystal. V případě, že se tento systém zředí na koncentraci 5 ml systému/100 ml disperze ve vodném systému, zůstává po 60 minutách po zředění vázáno ještě 65 % hmotn. původně vázané povrchově aktivní látky.

Příklad 21

- 30 15 % hmotn. ethoxylovaného alifatického alkoholu s 12 až 16 atomy uhlíku
- 67 % hmotn. vody
- 5 % hmotn. sodné soli kyseliny polyakrylové s molekulovou hmotností 25 000, $a = 1,08$
- 13 % hmotn. anatasu (85 mN/m, $d = 12 - 20 \mu\text{m}$)
- 35 Svrchu uvedený systém vytváří lyotropní kapalný krystal. V případě, že se tento systém zředí na koncentraci 5 ml systému ve 100 ml disperze ve vodě, zůstává po 60 minutách od zředění ještě 90 % hmotn. smáčedla ve vázaném stavu.

Příklad 22

- 40 9,5 % hmotn. oxyethyoovaného anhydrosorbitmonostearátu
- 40 % hmotn. vody
- 20 % hmotn. isopropanolu
- 20 % hmotn. ethylenglykolu
- 0,25 % hmotn. polyvinylalkoholu s molekulovou hmotností 78 000, $a = 0,77$

0,25 % hmotn. polyvinylpyrrolidonu s molekulovou hmotností 41000, a = 0,85
 10 % hmotn. PVC K70 (47 mN/m, d = 20 - 56 µm)

Svrchu uvedený systém vytváří kapalný krystal. V případě, že se systém zředí vodou na trojnásobný objem, zůstává po 60 minutách od zředění ještě 55 % smáčedla ve vázaném stavu.

Příklad 23

15 % hmotn. ethoxylovaného ricinového oleje (35 EO)
 40 % hmotn. n-hexanolu
 20 % hmotn. n-dodekanolu
 10 20 % hmotn. n-dodekanu
 2 % hmotn. polyethyleniminu s molekulovou hmotností 12 000, a = 0,89
 3 % hmotn. křemíku (120 mN/m, d = 1 - 5 µm)

Svrchu uvedený systém vytváří kapalný krystal. V případě, že se tento systém zředí vodou na dvacetinásobek původního objemu, zůstává po 60 minutách od zředění ještě 30 % smáčedla ve vázaném stavu.

Příklad 24

51 % hmotn. dodecylsulfátu sodného
 42 % hmotn. vody
 20 0,25 % hmotn. polyakrylové kyseliny s molekulovou hmotností 500 000, a = 0,91
 0,25 % hmotn. oligodextranu s molekulovou hmotností 2000, a = 0,60
 6,5 % hmotn. PVC K70 (47 mN/m, d = 20 - 56 µm)

Svrchu uvedený systém vytváří lyotropní kapalný krystal. V případě, že se tento systém zředí vodou na dvacetinásobek původního objemu, zůstává po 60 minutách od zředění ještě 25 % smáčedla ve vázaném stavu.

Příklad 25

20 % hmotn. oxyethylovaného anhydrosorbitristearátu
 40 % hmotn. vody
 30 10 % hmotn. polyakrylamidu s molekulovou hmotností 100 000, a = 0,80,
 10 % hmotn. polyethylenoxidpolypropylenoxidu s molekulovou hmotností 10 000, a = 0,84
 20 % hmotn. křemíku (120 mN/m, d = 1 - 5 µm)

Svrchu uvedený systém vytváří lyotropní kapalný krystal. V případě, že se tento systém zředí vodou na dvacetinásobek původního objemu, zůstává po 60 minutách po zředění ještě 70 % smáčedla ve vázaném stavu.

Příklad 26

10 % hmotn. ethoxylovaného aminu z loje (25 EO, hodnota aminových skupin 0,75)
 49,5 % hmotn. vody
 40 0,5 % hmotn. polyakrylamidu s molekulovou hmotností 5 000 000, a = 0,80
 40 % hmotn. křemíku (120 mN/m, d = 1 - 5 µm)

Svrchu uvedený systém vytváří lyotropní kapalný krystal. V případě, že se tento systém zředí vodou na dvacetinásobek původního objemu, zůstává po 60 minutách od zředění ještě 92 % smáčedla ve vázaném stavu.

Příklad 27

10 % hmotn. blokového oligomeru ethylenoxid–propylenoxid s kvalitou, odpovídající Genapol Pf 10

68 % hmotn. vody

5 % hmotn. kofeinu

2 % hmotn. oligodextrahu s molekulovou hmotností 2000, $a = 0,60$

15 % hmotn. polyethylenu (21 mN/m, $d = \text{přibližně } 30 \mu\text{m}$)

Svrchu uvedený systém vytváří lytropní kapalný krystal. V případě, že se tento systém zředí vodou na šestinásobek původního objemu, přetrvává na povrchu částic lytropní struktura. Po 10 minutách od zředění je ještě 55 % smáčedla ve vázaném stavu. V průběhu výroby se užívá vodného roztoku kofeinu.

Příklad 28

10 % hmotn. oxyethylovaného anhydrosorbitristearátu

15 20 % hmotn. ethylenglykolu

50 % hmotn. dodekanu

5 % hmotn. cholesterolu

5 % hmotn. polyethylenoxidpolypropylenoxidu s molekulovou hmotností 10 000, $a = 0,84$

10 % hmotn. anatasu (85 mN/m, $d = 12 - 20 \mu\text{m}$)

Při výrobě se užije roztoku cholesterolu v dodekanu. Výsledný systém má mikroskopický obraz, kterým je lamelární lytropní struktura. V případě, že se uvedený systém zředí vodou na dvacetipětinásobek původního objemu, přetrvává na povrchu částic vázaná struktura. Po 60 minutách od zředění se nachází ještě 40 % povrchově aktivní látky ve vázaném stavu.

Příklad 29

10 % hmotn. oxyethylovaného anhydrosorbitristearátu

20 % hmotn. ethylenglykolu

50 % hmotn. dodekanu

5 % hmotn. cholesterolu

30 5 % hmotn. polyethylenoxidpolypropylenoxidu s molekulovou hmotností 10 000, $a = 0,84$

10 % hmotn. anatasu (85 mN/m, $d = 12 - 20 \mu\text{m}$)

Při výrobě se užije roztok cholesterolu v ethylenglykolu. Pod mikroskopem má systém charakteristickou lamelární lytropní strukturu. V případě zředění vodou na dvacetipěti násobek objemu přetrvává na povrchu částic vázaná struktura. Po 60 minutách od zředění je ještě 40 % smáčedla ve vázaném stavu.

P A T E N T O V É N Á R O K Y

1. Naočkovaný lyotropní systém s obsahem krystalů v kapalině o viskozitě nižší než 10 Pa. s, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že obsahuje 0,5 až 50 % hmotn. pevné látky nebo směsi pevných látek s volnou povrchovou energií 18 až 240 mN/m při velikosti částic pod 100 µm, 5 až 55 % hmotn. smáčedla, obsahujícího alespoň 8 atomů uhlíku nebo směsi takových smáčedel s tím, že celkové množství vody použitého rozpouštědla a doplňkového smáčedla, použitého jako pomocná látka, se pohybuje v rozmezí 15 až 94,5 % hmotn..
2. Naočkovaný lyotropní systém podle nároku 1, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že obsahuje 0,01 až 40 % hmotn. neiontového polymeru, rozpustného ve vodě, jehož hodnota α , charakterizující prostupnost pro prostředí má hodnotu alespoň 0,6, dále 0 až 67 % hmotn. vody nebo roztoku nesmáčivých látek, 0 až 40 % hmotn. rozpouštědla nebo směsi rozpouštědel nebo roztoku nesmáčivých látek v rozpouštědle, 0 až 60 % hmotn. doplňkových smáčedel nebo jejich směsi a případně další přídatné složky.
3. Naočkovaný lyotropní systém podle nároku 1, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že obsahuje směs neiontových polymerů s tím, že jejich celkové množství odpovídá 0,5 až 30 % hmotn..
4. Naočkovaný lyotropní systém podle nároku 1, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že obsahuje 0,01 až 5 % hmotn. zcela disociovaného iontového polymeru.
5. Naočkovaný lyotropní systém podle nároku 1, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že obsahuje částečně disociovaný, ve vodě rozpustný polymer nebo směs polymerů s tím, že celková koncentrace polymerů činí 0,5 až 20 % hmotn..
6. Naočkovaný lyotropní systém podle nároku 1, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že obsahuje 0,5 až 20 % hmotn. směsi neiontových polymerů.
7. Naočkovaný lyotropní systém podle nároku 1, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že obsahuje 5 až 35 % hmotn. neiontového smáčedla nebo směs povrchově aktivních látek.
8. Naočkovaný lyotropní systém podle nároku 1, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že obsahuje 20 až 51 % hmotn. iontového smáčedla nebo směsi iontových smáčedel.
9. Naočkovaný lyotropní systém podle nároku 1, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že obsahuje 6 až 55 % hmotn. směsi iontových a neiontových smáčedel jako povrchově aktivní složku.
10. Naočkovaný lyotropní systém podle nároku 1, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že obsahuje 6 až 55 % hmotn. směsi amfoterických a iontových a/nebo neiontových smáčedel jako povrchově aktivní složku.
11. Způsob přípravy naočkovaného lyotropního systému podle nároku 1, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že se roztok nebo suspenze, obsahující další přísady podle nároků 2 až 10 očkuje současně s rozpouštěním, přidáním 0,5 až 50 % hmotn. pevné látky s povrchovou energií 18 až 240 mN/m a velikostí částeček pod 100 µm.

- 12. Způsob přípravy podle nároku 11, vyznačující se tím, že se pevný materiál s volnou povrchovou energií 18 až 240 mN/m a s velikostí částeček pod 100 µm vytváří in situ přímo v systému.

5

Konec dokumentu

10