



ÚRAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

241594
(11) (B1)

(22) Prihlášené 07 06 84
(21) (PV 4309-84)

(51) Int. Cl.⁴
C 11 B 11/00

(40) Zverejnené 22 08 85

(45) Vydané 15 09 87

(75)

Autor vynálezu

PAULÍČEK MILAN ing.; KAINZOVÁ ANASTÁZIA PharmDr.,
BRATISLAVA

[54] Spôsob výroby bieleho včelieho vosku

1

Navrhnutý technologický postup bielenia žltého včelieho vosku kontinuálnym pridávaním 30 %-ného až 35 %-ného peroxidu vodíka k alkalickej emulzii vosku a vody v pomere 1:1 zahriatej na teplotu 75 °C až 95 °C, ktorý enormne skracuje technologický čas získania bieleho včelieho vosku požadovanej kvality na minimálne 45 minút a maximálne 1,5 hodiny. Popísaná metóda finálnej fyzikálno-chemickej úpravy bieleho včelieho vosku pre kozmetické a farmaceutické účely.

2

Vynález rieši spôsob výroby bieleho včelieho vosku zo surového žltého včelieho vosku kontinuálnym pôsobením peroxidu vodíka za účelom získania bieleho včelieho vosku predpísanej akosti pre kozmetické a farmaceutické účely pri použití ľahko dostupných surovín a nenáročnej aparatury.

Doteraz známe patenty bielenia včelieho vosku pôvodu amerického č. 2 113 432, nemeckého č. 391 553 a č. 595 126, švajčiarskeho č. 271 936 a poľského č. 59 340 sú založené na šaržovitom prídavku peroxidu vodíka rôznej koncentrácie k alkalickému emulzii vosku a vody a priebehu bielenia zväčša v dvoch etapách.

Patenty nemeckého a švajčiarskeho pôvodu sú nevhodné pre ťažkú dostupnosť bieliacich činidiel a značné aparatúrne náklady. Patenty používajúce prídavky katalyzátorov na zvýšenie účinnosti bielenia sú nevhodné pre nárast ekonomických nákladov na odstránenie katalyzátora z produktu alebo prácich vôd.

Podľa poľského patentu č. 59 340 sa vosk bieli v dvoch štádiách. Prvá etapa prebieha v alkalickom prostredí a druhá etapa v neutrálnom prostredí za použitia toho istého bieliaceho prostriedku a tým je 30 %-ný peroxid vodíka, ktorý sa pridáva v jednotlivých dávkach každú hodinu.

Po uplynutí reakčnej doby 3 hodín sa emulzia neutralizuje kyselinou, premyje vodou a bielenie sa ďalej prevádza v roztopeňom vosku pri udržiavaní neutrálneho prostredia.

Po ukončení bielenia sa zmes premyje čistou vodou, najlepšie destilovanou. Z horeuvedeného je zrejmé, že bielenie je v dôsledku rozdelenia na dve etapy časovo náročné, hoci technologický čas trvania druhej etapy opis poľského patentu neuvádza.

Všetky horeuvedené patenty majú okrem iného jeden spoločný znak, a to je, že bielenie sa prevádza šaržovitým (pretržitým) prídavkom peroxidu vodíka rôznej koncentrácie, hoci samotný proces bielenia má rôzne modifikácie priebehu.

Tento pretržitý spôsob pridávania peroxidu vodíka kladie ekonomicky značné nároky na technologický čas bieliaceho procesu. Americký patent uvádza 16 hodín, nemecké a švajčiarske uvádzajú 8 až 12 hodín, poľský minimálne 6 hodín.

Tento podstatný nedostatok, okrem iných, odstraňuje postup podľa vynálezu, ktorého podstata spočíva v tom, že spôsobom výroby bieleho včelieho vosku kontinuálnym pôsobením 30 až 35 %-ného vodného roztoku peroxidu vodíka pri teplote 75 °C až 95 °C na alkalickú emulziu žltého včelieho vosku a vody v pomere 1 : 1, vytvorenú čiastočnou alebo úplnou neutralizáciou voľných mastných kyselín s následnou neutralizáciou emulzie kyselinou sírovou a vypraním vodou sa 30 až 35 %-ný vodný roztok peroxidu vodíka v množstve 27 až 30 % hmotnostných na hmotnosť žltého včelieho vosku

kontinuálne pridáva rýchlosťou 11,000 . 10^{-5} kg peroxidu vodíka . s^{-1} . kg^{-1} až 30,200 . 10^{-3} kg peroxidu vodíka . s^{-1} . kg^{-1} za stáleho miešania do identity farby peny a emulzie, čo má za následok neustálu tvorbu mikrovrstvičiek vznikajúcich na povrchu hustej peny, pričom teplota reagujúcej zmesi sa udržiava teplotou uvoľneným pri rozklade peroxidu vodíka, sa docieľi maximálne možný intenzívny styk reagujúcich látok zmesi, ktorého výsledkom je enormné skrátenie doby potrebnej na získanie bielej emulzie z pôvodnej špinavožltej (vytvorená neutralizáciou voľných mastných kyselín surového žltého vosku a vody) na minimálne 45 minút a maximálne 1,5 hodiny, bez použitia akéhokoľvek prídavku katalyzátora, ktorá je nevyhnutnou podmienkou pre získanie bieleho vosku známym postupom neutralizácie a prania.

Príklad 1

K 1,0 kg pitnej vody sa pridá 11,90 g hydroxidu sodného, ktorého množstvo sa vypočíta zo vzťahu:

$$m_{NaOH} = \frac{M_{NaOH}}{M_{KOH}} \cdot \check{C}K_{vosku} \cdot m_{vosku}$$

kde

- m_{NaOH} — hmotnosť hydroxidu sodného
- M_{KOH} — molekulová hmotnosť hydroxidu draselného
- M_{NaOH} — molekulová hmotnosť hydroxidu sodného
- $\check{C}K_{vosku}$ — číslo kyslosti vosku v mg KOH podľa DAB 7 (pozn.: DAB 7 — Nemecký liekopis)
- m_{vosku} — hmotnosť včelieho vosku

Zmes sa za stáleho miešania zahreje na 95 °C a mieša až do rozpustenia celého množstva hydroxidu sodného. Potom sa pridá 1,0 kg žltého včelieho vosku a teplota vytvorenej emulzie sa upraví do teplotného intervalu od 75 °C do 95 °C. Po dosiahnutí uvedeného teplotného intervalu sa za stáleho intenzívneho miešania začne kontinuálne pridávať 277,0 g 35 %-ného vodného roztoku peroxidu vodíka rýchlosťou 11 . 10^{-5} kg . s^{-1} , t. j. 6,6 g peroxidu vodíka za minútu po dobu 45 minút, čo predstavuje 27,70 % hmotnostných na hmotnosť žltého včelieho vosku, ktorý uvoľneným teplom svojho rozkladu udržiava teplotu zmesi v uvedenom teplotnom intervale a voľným radikálom kyslíka začne proces bielenia navyonok sa prejavujúcim tvorbou peny v množstve 30 až 40 % oproti množstvu emulzie.

Po pridaní celého množstva 35 %-ného peroxidu vodíka sa farebný odtieň peny, ktorá je biela a emulznej časti, ktorá kontinuálne mení farbu zo žltej na bielu úmerne s pritekajúcim množstvom peroxidu vodíka, stávajú identické.

Tiež množstvo ku koncu procesu bielenia sa znižuje a vplyvom neustáleho intenzívneho miešania celkom vymizne. Hneď nato sa emulzia rozmrazí prídavkom 64,1 ml 20-percentného vodného roztoku kyseliny sírovej. Zmes sa nechá v pokoji rozsadiť do ostrého rozhrania vodnej a voskovej fázy, dekantuje sa a premyje trojnásobným množstvom vody na množstvo voskovej fázy do reakcie pH 6,0 až 7,5 premývacej vody.

Surovina:

žltý včelí vosk: 1,0 kg

Číslo kyslosti:
16,70 mg KOH

(DAB 7, s. 72)

Esterové číslo:
68,50 mg KOH

(DAB 7, s. 72)

Číslo zmydelnenia:
85,20 mg KOH

(DAB 7, s. 72)

Peroxidové číslo:
3,181 mmolkg⁻¹

(DAB 7, s. 76)

11,90 g hydroxidu sodného
64,1 ml 20 %-ného roztoku kyseliny sírovej
277,0 g 35 %-ného roztoku peroxidu vodíka

Teplota reakcie:
80 °C

Rýchlosť dávkovania:
11,0 · 10⁻⁵ kg peroxidu vodíka · s⁻¹

Technologický čas bielenia:
45 minút

Výťažok:
990 g bieleho včelieho vosku

Číslo kyslosti:
15,60 mg KOH

(DAB 7, s. 72)

Esterové číslo:
63,76 mg KOH

(DAB 7, s. 72)

Číslo zmydelnenia:
79,36 mg KOH

(DAB 7, s. 72)

Peroxidové číslo:
42,38 mmolkg⁻¹

(DAB 7, s. 76)

Príklad 2

Surovina:

600 kg filtrovaného žltého včelieho vosku
600 g vody

Číslo kyslosti:
18,99 mg KOH

(DAB 7, s. 72)

Esterové číslo:
71,06 mg KOH

(DAB 7, s. 72)

Číslo zmydelnenia:
89,96 mg KOH

(DAB 7, s. 72)

Peroxidové číslo:
2,386 mmolkg⁻¹

(DAB 7, s. 76)

13,571 kg hydroxidu sodného

163,0 kg 30 %-ného peroxidu vodíka

Množstvo hydroxidu sodného sa vypočíta zo vzťahu uvedenom pri príklade č. 1. Vysvetlenie symbolov ako v príklade č. 1.

Teplota reakcie:
85 °C

Technologický čas bielenia (od začiatku prídávania do spotrebovania celého množstva peroxidu):
1 hodina 30 minút

Rýchlosť dávkovania:
1,811 kg H₂O₂ · min⁻¹ · kg⁻¹ alebo t. j.
30,185 · 10⁻³ kg H₂O₂ · s⁻¹ · kg⁻¹

37,960 l 20 %-nej kyseliny sírovej

Výťažok:
594 kg bieleho včelieho vosku

Číslo kyslosti:
17,82 mg KOH

(DAB 7, s. 72)

Esterové číslo:
66,50 mg KOH

(DAB 7, s. 72)

Číslo zmydelnenia:
84,32 mg KOH

(DAB 7, s. 72)

Peroxidové číslo:
4,996 mmolkg⁻¹

(DAB 7, s. 76)

Technologický postup bielenia je identický s postupom uvedeným v príklade č. 1.

Použitím horepopísanej metódy sa získa biely včelí vosk požadovaných kvalitatívnych vlastností a stupňa belosti, pričom technologický proces bielenia trvá minimálne 45 minút a maximálne 1,5 hodiny pri rýchlosti dávkovania od 11,0 · 10⁻⁵ kg H₂O₂ · s⁻¹ · kg⁻¹ surového včelieho vosku do 30,185 · 10⁻³ kg H₂O₂ · s⁻¹ · kg⁻¹ surového včelieho vosku.

Pre kozmetické a farmaceutické účely je nutné podrobiť vybielený včelí vosk nasledujúcej operácii za účelom zníženia peroxidového čísla pod hodnotu 10 mmolkg⁻¹, ktorú udáva nemecký liekopis DAB 7 ako maximálnu pre biely včelí vosk.

Príklad 1

100 g vosku vybieleného horeuvedeným postupom a týchto fyzikálno-chemických konštánt:

Číslo kyslosti:
16,67 mg KOH (DAB 7, s. 72)

Esterové číslo:
79,72 mg KOH (DAB 7, s. 72)

Číslo zmydelnenia:
96,39 mg KOH (DAB 7, s. 72)

Peroxidové číslo:
20,628 mmolk g^{-1} (DAB 7, s. 76)

emulgujeme v 100 g vody a 0,2338 g hydroxidu sodného, ktorého množstvo je dané množstvom potrebným na neutralizáciu 10 percent voľných mastných kyselín surového žltého včelieho vosku. Táto zmes sa zahre-

je na 85 °C. Potom sa pridá 0,1597 g hydroxidu sodného a zmes sa mieša 10 minút intenzívne za stálej teploty 85 °C, potom sa rozrazí prídavkom 13,5 ml 20 %-nej kyseliny sírovej, nechá sa rozsadiť na ostré rozhranie vodnej a voskovej fázy, dekantuje sa a premýva dvojnásobným množstvom vody do reakcie pH 6,0 až 7,5 premývacej vody.

Výťažok:
99 g bieleho včelieho vosku

Číslo kyslosti:
15,37 mg KOH (DAB 7, s. 72)

Esterové číslo:
79,90 mg KOH (DAB 7, s. 72)

Číslo zmydelnenia:
94,27 mg KOH (DAB 7, s. 72)

Peroxidové číslo:
6,510 mmolk g^{-1} (DAB 7, s. 76)

PREDMET VYNÁLEZU

1. Spôsob výroby bieleho včelieho vosku pôsobením 30 až 35 %-ného vodného roztoku peroxidu vodíka pri teplote 75 až 95 °C na alkalickú emulziu žltého včelieho vosku a vody v pomere 1:1 vytvorenú čiastočnou alebo úplnou neutralizáciou voľných mastných kyselín žltého včelieho vosku s následnou neutralizáciou emulzie kyselinou sírovou a vypraním vodou vyznačený tým, že 30 až 35 %-ný vodný roztok peroxidu vodíka v množstve 27 až 30 % hmotnostných na hmotnosť žltého včelieho vosku sa kontinuálne pridáva rýchlosťou 11,00.10 $^{-5}$ kg peroxidu vodíka.s $^{-1}$.kg $^{-1}$ žltého včelieho

vosku až 30,200.10 $^{-3}$ kg peroxidu vodíka.s $^{-1}$.kg $^{-1}$ žltého včelieho vosku za stáleho miešania do identity farby peny a emulzie.

2. Spôsob výroby podľa bodu 1, vyznačený tým, že vybielený včelí vosk s peroxidovým číslom väčším ako 10 mmolk g^{-1} sa dorafinuje prídavkom hydroxidu sodného v množstve potrebnom na neutralizáciu 10 % hmotnostných voľných mastných kyselín bieleho včelieho vosku a po zahriatí zmesi na 85 °C sa pridá ďalšie množstvo hydroxidu sodného ekvivalentné peroxidovému číslu bieleho včelieho vosku.