

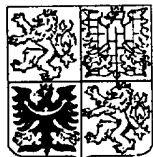
PATENTOVÝ SPIS

(11) Číslo dokumentu:

284 979

(19)

ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

(21) Číslo přihlášky: **2811-95**

(22) Přihlášeno: **27. 01. 95**

(30) Právo přednosti:
28. 01. 94 SK 94/0103

(40) Zveřejněno: **17. 04. 96**
(Věstník č. 4/96)

(47) Uděleno: **22. 02. 99**

(24) Oznámeno udělení ve Věstníku: **14. 04. 99**
(Věstník č. 4/99)

(86) PCT číslo: **PCT/SK95/00001**

(87) PCT číslo zveřejnění: **WO 95/20542**

(13) Druh dokumentu: **B6**

(51) Int. Cl.⁶:
C 01 B 33/22

(73) Majitel patentu:

TANO CONTO, Banská Bystrica, SK;

(72) Původce vynálezu:

Kovanda Ivan ing., Banská Bystrica, SK;

Pobiš Karol, Banská Bystrica, SK;

Šmidák Jozef, Banská Bystrica, SK;

Smatana Juraj ing., Bystrička, SK;

(74) Zástupce:

**A.Holas & D. Kendereški, Křížová 4, Brno,
60300;**

(54) Název vynálezu:

Způsob úpravy mastku

(57) Anotace:

Způsob úpravy mastku spočívá v tom, že se smíchá 74 až 89 hmotnostních % vody, 10 až 20 hmotnostních % mastku a 1 až 6 hmotnostních % 36-ti procentní kyseliny chlorovodíkové s hustotou 1,18 g.cm⁻³. Vzniklá substance se za neustálého míchání zahřeje za 0,5 hodiny až 6 hodin na teplotu 40 °C až 60 °C a udržuje se na této teplotě během 1 až 6 hodin. Z reakční směsi se potom separuje sediment, promýváním vodou se jeho kyselost upraví na hodnotu pH 5 až 8 a sediment smíchá s vodou a kyselinou sírovou v poměru 11 až 21 hmotnostních % sedimentu, 69 až 88 hmotnostních % vody a 1 až 10 hmotnostních % kyseliny sírové s hustotou 1,83 g.cm⁻³, a za neustálého míchání se reakční směs zahřeje za 0,5 hodiny až 6 hodin na teplotu 75 °C až 125 °C a udržuje se na této teplotě. Po dosažení téměř stabilní hodnoty obsahu železa v reakční směsi se separuje sediment, promýváním vodou se hodnota jeho kyselosti upraví na pH 5 až 8 a promytý sediment se suší a sterilizuje při teplotě 160 °C až 250 °C po dobu dvou až čtyř hodin.

CZ 284 979 B6

Způsob úpravy mastku

Oblast techniky

5

Vynález se týká postupu úpravy nízkokvalitního mastku.

Dosavadní stav techniky

10

Mastek je důležitou technickou surovinou, která nachází využití v různých oblastech průmyslu, hlavně v elektrotechnickém, farmaceutickém, kosmetickém, keramickém, gumárenském, v průmyslu plastických a stavebních hmot, při výrobě barev na kov a podobně. Ve farmaceutickém průmyslu se využívá především jako kluzná látka při výrobě tabletovaných léků, jako základní surovina při výrobě dalších farmaceutických přípravků a výrobků.

15

Využití mastku je mnohoovětvové a závisí na jeho fyzikálních a chemických vlastnostech, které jsou souhrnně vyjadřované stanovením parametrů pro konkrétní druhy výroby.

20

Použití mastku ve farmaceutickém průmyslu při výrobě léků klade na tuto surovinu náročné požadavky. Technologické postupy na úpravu mastku, které jsou doposud známé, jsou schopné dosáhnout jen přibližně parametry z vysokokvalitní vstupní suroviny, to jest mastku.

25

V dosavadním stavu techniky jsou známy způsoby úpravy mastku kyselinou chlorovodíkovou s cílem snížit obsah železa v kyselině chlorovodíkové, respektive kyselině sírové s cílem zvýšit bělost a v kyselině fosforečné s cílem odstranit obsah azbestu. Nevýhodou je, že žádné z uvedených známých řešení problém neřeší komplexně.

30

Dosud není známá technologie na úpravu mastku, která by z nízkokvalitní vstupní suroviny dokázala vyprodukovat standardní úroveň výsledného produktu, v parametrech požadovaných na výrobu léků. Nízkokvalitní vstupní surovinu charakterizují následující parametry, například 5 % a více obsahu železa, 40,4 % a více obsahu látek rozpustných v kyselém prostředí 0,08 % a více látek rozpustných ve vodě, zásadité a kyselé látky jsou modré a uhličitany se vyvíjejí. Ztráta žiháním bývá 18 % a více.

35

Podstata vynálezu

40

Uvedené nedostatky do značné míry odstraňuje způsob úpravy mastku podle vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že se smísí 74 až 89 hmotnostních % vody, 18 až 20 hmotnostních % mastku a 1 až 6 hmotnostních % 36 procentní kyseliny chlorovodíkové s hustotou $1,18 \text{ g.cm}^{-3}$. Vzniklá reakční směs se během neustálého míchání zahřeje za 0,5 hodiny až 6 hodin na teplotu 40°C až 60°C a udržuje se na této teplotě během 1 až 6 hodin. Následně z reakční směsi se separuje sediment a promýváním vodou se upraví jeho kyselost na hodnotu pH 5 až 8, smísí se s vodou a s 96-ti procentní kyselinou sírovou v poměru 11 až 21 hmotnostních % sedimentu, 69 až 88 hmotnostních % vody a 1 až 10 hmotnostních % kyseliny sírové s hustotou $1,83 \text{ g.cm}^{-3}$ a za neustálého míchání se reakční směs zahřeje za 0,5 hodiny až 6 hodin na teplotu 75°C až 125°C a udržuje se na této teplotě. Po dosažení alespoň stabilní hodnoty obsahu železa v reakční směsi se oddělí sediment, upraví se jeho kyselost na hodnotu pH 5 až 8, promytý sediment se suší a sterilizuje při teplotě 160°C až 250°C po dobu dvou až čtyř hodin.

50

Podstata vynálezu také spočívá v dvojfázovém kontinuálním působení kyseliny chlorovodíkové a kyseliny sírové, přičemž není možná ani záměna pořadí použitých kyselin. V případě záměny

pořadí použitých kyselin, první kyselina sírová druhá kyselina chlorovodíková, se nedosáhne výsledný produkt, vyhovující požadavkům na výrobu léků, nakolik prvotním působením kyseliny sírové na průběh chemických reakcí, které vedly k výslednému produktu.

- 5 Podstata přihlašovaneho řešení spočívá už v počátečním vytvoření substance skládající se z mastku, vody a kyseliny chlorovodíkové a následně kyseliny sírové, čímž se vytváří v určitém časovém intervalu, při určitých teplotách a časech prostředí, ve kterém probíhají chemické reakce, kterých výsledkem je produkt splňující požadované parametry na výrobu léků. Mimořádně důležitou úlohu sehrávají podmínky působení kyseliny chlorovodíkové a kyseliny
10 sírové a jejich pořadí, jako i dvojfázovost a kontinuálnost procesu.

- Mastek upravený způsobem podle vynálezu dosahuje, hodnotu velikosti ztráty žiháním méně než 5 %, obsah látek rozpustných ve vodě je menší než 0,15 %, obsah látek rozpustných v kyselém prostředí je menší než 1,6 %, obsah železa v procentuálním vyjádření je menší než 0,04 %, bělost
15 je nejméně 67,0 %. Oxid uhličitý se působením kyseliny chlorovodíkové nevyvíjí, kyselé a zásadité látky na indikátor nereagují.

Příklady provedení vynálezu

- 20 S cílem prokázat uskutečnitelnosti vynálezu a získat údaje o kvalitativních parametrech výsledného produktu procesu bylo provedeno několik zkoušek. Postup jednotlivých operací a podmínky, za kterých byly realizované jsou podrobně popsány v následujících příkladech:

25 Příklad 1

- Do vodní směsi skládající se z 12,7 hmotnostních % mastku a z 84,8 hmotnostních % vody se postupně přidává 2,5 hmotnostních % 36-ti procentní kyseliny chlorovodíkové s hustotou
30 1,18 g.cm⁻³, potom se substance zahřívá 1 hodinu 20 minut na teplotu 52 °C až 54 °C a udržuje se na této teplotě po dobu dvou hodin za neustálého míchání. Po sedimentaci a oddělení supernatantu se promývá vodou 4 krát s množstvím vody 10 litrů, až se dosáhne kyselost sedimentu o hodnotě pH 6,5. Potom se v poměru 18 hmotnostních % sedimentu a 78,1 hmotnostních % vody vytvoří směs a do této směsi se postupně přidává 3,9 hmotnostních % 96-ti procentní
35 kyseliny sírové s hustotou 1,83 g.cm⁻³.

- Tato reakční směs se za neustálého míchání zahřívá za 2 hodiny 10 minut na teplotu 90 °C až 95 °C a udržuje se na této teplotě 4 hodiny 45 minut, až dosáhne téměř neměnnou hodnotu obsahu železa. Stabilita obsahu železa se zjistí několikanásobným odběrem vzorku a jeho
40 analýzy. Po ukončení těchto úkonů se oddělí pevné složky, sediment se promývá vodou čtyřikrát s množstvím vody 10 litrů, čímž se dosáhne hodnota kyselosti sedimentu pH 7. Dále se sediment suší a sterilizuje při teplotě 160 °C po dobu čtyř hodin.

- Výsledek uvedeného postupu je mastek, který má následující parametry:

- 45 ztráta žiháním 4,82 %, obsah látek rozpustných ve vodě 0,11 %, obsah, látek rozpustných v kyselém prostředí 1,56 %, obsah železa v procentuálním vyjádření 0,023 %, oxid uhličitý se působením kyseliny chlorovodíkové nevyvíjí, zásadité a kyselé látky nereagují na indikátor. Bělost produktu je 67,8 %.

Příklad 2

Do vodní směsi obsahující 16,46 hmotnostních % mastku a 82,32 hmotnostních % vody se postupně přidává 1,22 hmotnostních % 36-ti procentní kyseliny chlorovodíkové s hustotou 1,18 g.cm⁻³. Substance se zahřeje za 1 hodinu 35 minut na teplotu 56 °C. Během neustálého míchání se udržuje na teplotě 56 °C 1 hodinu 35 minut. Dále se sedimentací oddělí pevné složky a tyto se promývají vodou 4 krát s množstvím vody 10 litrů, až se dosáhne kyselosti sedimentu pH 6,5. Potom se zředí 14,01 hmotnostních % sedimentu s 80,13 hmotnostními % vody a do vzniklé vodní směsi se přidává 5,86 hmotnostních % 96-ti procentní kyseliny sírové s hustotou 1,83 g.cm⁻³. Roztok se za neustálého míchání zahřívá na teplotu 100 °C 3 hodiny 25 minut a udržuje se na této teplotě 2 hodiny, až dosáhne téměř neměnnou hodnotu obsahu železa v roztoku. Následovně se sedimentací oddělí pevné složky a sediment se promývá čtyři krát vždy s množstvím vody 10 litrů, čímž se dosáhne hodnota kyselosti sedimentu pH 7. Potom se sediment suší a sterilizuje při teplotě 160 °C po dobu čtyř hodin.

Výsledek uvedeného postupu je produkt charakteristický těmito vlastnostmi:

ztráta žíháním 3,99 %, obsah látek rozpustných ve vodě 0,11 %, obsah látek rozpustných v kyselém prostředí 0,66 %, obsah železa v procentuálním vyjádření 0,011 %, oxid uhličitý se působením kyseliny chlorovodíkové nevyvíjí, zásadité a kyselé látky nereagují na indikátor. Bělost produktu je 68,1 %.

U obou příkladných provedení se zkoušky na čistotu a jakost provádí standardními metodami podle tiskopisu.

Ke způsobu úpravy mastku je potřebné dodat, že je výhodné kyselinu chlorovodíkovou a kyselinu sírovou používat ve vyšších koncentracích. Shluky výsledného produktu byly rozloženy např. využitím třídících sít prosíváním. Zvýšení úrovně bělosti produktu se může dosáhnout běžnými postupy bělení, například flotací. Míchání komponentů se může realizovat buď tak, že všechny komponenty se přidávají současně anebo se nejprve smíchají dvě složky a potom se přidává další.

Průmyslová využitelnost

Vynález je využitelný v chemickém průmyslu a výsledkem postupu, který je předmětem ochrany tvoří důležitou vstupní surovinu pro farmaceutický průmysl při výrobě tabletovaných léčiv a mastkových základů.

PATENTOVÉ NÁROKY

5

1. Způsob úpravy mastku kyselinami, **vyznačující se tím**, že se smíchá 74 až 89 hmotnostních % vody, 10 až 20 hmotnostních % mastku a 1 až 6 hmotnostních % 36-ti procentní kyseliny chlorovodíkové s hustotou $1,18 \text{ g.cm}^{-3}$ a vzniklá substance se za neustálého míchání zahřeje za 0,5 hodiny až 6 hodin na teplotu 40°C až 60°C a udržuje se na této teplotě během 1 až 6 hodin, potom se z reakční směsi separuje sediment, promýváním vodou se upraví jeho kyselost na hodnotu pH 5 až 8 a potom se sediment smíchá s vodou a kyselinou sírovou v poměru 11 až 21 hmotnostních % sedimentu, 69 až 88 hmotnostních % vody a 1 až 10 hmotnostních % kyseliny sírové s hustotou $1,83 \text{ g.cm}^{-3}$, za neustálého míchání se reakční směs zahřeje za 0,5 hodiny až 6 hodin na teplotu 75°C až 125°C a udržuje se na této teplotě, po dosažení téměř stabilní hodnoty obsahu železa v reakční směsi se separuje sediment, promýváním vodou se hodnota jeho kyselosti upraví na pH 5 až 8 a promytý sediment se suší a sterilizuje při teplotě 160°C až 250°C po dobu dvou až čtyř hodin.
- 10
- 15

20

Konec dokumentu
