



(19) Országkód

HU



**MAGYAR
KÖZTÁRSASÁG**

**MAGYAR
SZABADALMI
HIVATAL**

SZABADALMI LEÍRÁS

(11) Lajstromszám:

217 558 B

(21) A bejelentés ügyszám: P 92 00337
(22) A bejelentés napja: 1990. 08. 07.
(23) Módosítási elsőbbség: 1994. 07. 01.
(30) Elsőbbségi adatok:
07/392,296 1989. 08. 11. US
(86) Nemzetközi bejelentési szám: PCT/US 90/04426
(87) Nemzetközi közzétételi szám: WO 91/01721

(51) Int. Cl.⁷

A 61 K 9/14

B 01 J 13/16

C 08 B 37/16

(40) A közzététel napja: 1992. 12. 30.
(45) A megadás meghirdetésének dátuma a Szabadalmi
Közlönyben: 2000. 02. 28.

(72) (73) Feltaláló és szabadalmas:
Vanzo, Edward, Webster, New York (US)

(74) Képviselő:
S. B. G. & K. Budapesti Nemzetközi Szabadalmi Iroda, Budapest

(54) **Eljárás gömbölyű ciklodextrin polimer gyöngyök előállítására,
és gömbölyű ciklodextrin polimer gyöngyök**

KIVONAT

A találmány szerinti eljárás során

a) ciklodextrint tartalmazó poláris oldószerből és poli(vinil-butirál) emulgeálószer nempoláris oldószeres oldatából cseppemulziót készítenek, ahol a cseppekben a ciklodextrint legalább részben körülveszi a poli(vinil-butirál) emulgeálószer,

b) majd a ciklodextrin emulzióhoz térhálósító szert adnak, amely a ciklodextrinnel reagálva gömb alakú ciklodextrin polimert képez,

c) majd az így nyert gömb alakú ciklodextrin polimer gyöngyöket – melyek ciklodextrin háromdimenziós, térhálós mátrixai és lényegében poli(vinil-butirál) emulgeálószerből mentesek – kiszűrik az oldatból.

A találmány kiterjed az így előállított gömbölyű ciklodextrin polimer gyöngyökre is.

A találmány tárgya eljárás ciklodextrin polimer gyöngyök előállítására, és gömbölyű ciklodextrin polimer gyöngyök.

A ciklodextrinek olyan nem redukáló gyűrűs dextrinek, melyek általában 6–8 glükózanhidrid-egységet tartalmaznak molekulánként. A hattagú gyűrű hagyományos α -ciklodextrin néven, a héttagú gyűrű β -ciklodextrin és a nyolctagú gyűrű γ -ciklodextrin néven vált ismertté. A ciklodextrineket a megfelelő pH-értéken és hőmérsékleten ciklodextrin-transz-glikozidázzal kezelve állítják elő keményítőszuszpenzióból vagy cseppfolyósított keményítőtöbblől (DE 1–5).

Ismeretes, hogy a ciklodextrinek, a módosított ciklodextrinek és a ciklodextrin polimerek más molekulákkal zárványkomplexeket képezhetnek. A ciklodextrin befogadóként számos vendégmolekula számára lehetővé teszi, hogy az részben vagy teljesen fizikailag beépüljön a ciklodextrin gyűrűs szerkezetének belsejébe. A zárványjelenség mind fizikai, mind kémiai értelemben értendő. A policiklodextrin gyöngyök alkalmazhatók például kromatográfiás oszlopokban és poliklórozott fenilbenzil-származékok környezetéből való eltávolítása során (4 726 905 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírás, 1988. február 23.).

Az 1 244 990 számú angol szabadalmi leírás [Wiedenhof, N., Lammers, J. N. J. és Van Panthaleon, C. L. Die Starke, 21, 119 (1969)] ciklodextrin polimer gyöngyök előállítását mutatja be többfunkciós komponensek, mint az epiklórhidrin, és a ciklodextrin cseppecskék vagy egy nempoláris oldószerben, mint például metil-izobutil-ketonban oldott ciklodextrin reagáltatásával. Ez utóbbi esetben a cseppecskéket a nempoláris oldószerben nemionos detergenssel stabilizálják. Ez az eljárás, bár kedvezőnek tűnik a nagyipari előállítás szempontjából, alkalmatlannak bizonyult gömbölyű gyöngyök nagy mennyiségben történő előállítására (1. és 2. összehasonlító példa és 1. és 2. ábra).

Az 57/54 553 számú japán szabadalmi bejelentés (1982) egy kétlépcsős eljárást mutat be, ahol első lépésben az oldható ciklodextrin gyöngyöket ciklodextrin és epiklórhidrin reagáltatásával állítják elő, majd az oldható gyöngyöket 40–50 °C hőmérsékleten folyékony paraffinba és epiklórhidrinbe diszpergálják, így oldhatatlan ciklodextrin polimer gyöngyöket nyernek.

A 4 274 985 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírás tárgya ciklodextrin és poli(vinil-alkohol) kopolimerjének előállítása. Emulgeálóanyagként poli(vinil-acetát)-ot alkalmaznak.

Kidolgoztunk egy kereskedelmi és nagyipari előállítási eljárást gömbölyű ciklodextrin polimerek előállítására. A találmány szerinti eljárással előállított gömbölyű gyöngy térhálós ciklodextrinből álló háromdimenziós gyöngy, amelynek felülete alapján véve mentes kémiaiilag kötött emulgeálóanyagoktól.

Az 1. és 2. ábra az eddig ismert eljárások alapján előállított ciklodextrin polimer gyöngyöket szemlélteti, míg a 3–7. ábrák a jelen találmány szerint előállított ciklodextrin polimer gyöngyöket mutatják be.

A találmányunk szerinti eljárással lényegében ciklodextrint tartalmazó poláris oldószerből cseppeket ál-

lítunk elő, amelyeket legalább részben nempoláris oldószerben oldott emulgeálószert, azaz poli(vinil-butirál) vesz körül, majd térhálósító szert adunk a nempoláris oldószerhez, így a térhálósító szer reakcióba lép a ciklodextrinnel, és gömbölyű ciklodextrin gyöngyöket kapunk. Ezt követően a gömbölyű gyöngyöket a nempoláris oldószerből kiszűrjük.

A ciklodextrint tartalmazó poláris oldószer cseppecskéit, amelyeket legalább részben egy nempoláris oldószerben lévő emulgeálószert, azaz poli(vinil-butirál) vesz körül, előnyösen úgy állítjuk elő, hogy a ciklodextrint összekeverjük a poláris oldószerrel, az emulgeálószert hozzáadjuk a nempoláris oldószerhez, majd hozzákeverjük a poláris oldószer és a ciklodextrin elegyét a nempoláris oldószerben lévő emulgeálószert. Szintén lehetséges megoldás, hogy a poláris oldószerből és a ciklodextrinből álló keveréket hozzáadjuk a nempoláris oldószerhez, majd ezt követően adjuk és keverjük az emulgeálószert a nempoláris oldószerhez.

A térhálósító szert a nempoláris oldószerhez keverés közben adagoljuk.

A ciklodextrint és a térhálósító szert tartalmazó edényt a környezetnek megfelelő nyomáson és előnyösen magas hőmérsékleten, körülbelül 50–90 °C-on tartjuk. Jó eredményeket értünk el a hozzávetőleg 80 °C-os hőmérsékleten. A ciklodextrin gyöngyöket hagyományos úton, például szűrőssel nyerjük ki a folyamat végén. Általánosságban a gyöngyök a reakcióedény fenekére ülepednek le.

Szükséges, hogy a reakcióedény keverővel legyen látva, hogy a szuszpendált poláris oldószer cseppeket szuszpendálva tartsa a nempoláris oldószerben. Úgy tűnik, hogy a keverés sebessége kihatással van a cseppecskék méretére. Nagy sebességen kisebb cseppek és így kisebb gyöngyök, míg kisebb sebesség esetén nagyobb cseppek és nagyobb gyöngyök alakulnak ki. A reakcióedény előnyösen hűtővel van felszerelve.

A találmány szerinti eljárásban megfelelő nempoláris oldószer például a metil-izobutil-keton (MIBK), o-xilol és toluol. Jó eredményeket értünk el a MIBK felhasználásával.

Poláris oldószerként használhatók a jelen találmány szerinti eljárás során a víz és vizes alkálifém-hidroxid-oldatok, mint például a vizes nátrium-hidroxid-oldat. Jó eredményeket értünk el a víz és vizes nátrium-hidroxid felhasználásával. A poláris oldószer nem elegyedő, illetve alapvetően nem elegyedő kell legyen a nempoláris oldószerrel, ugyanakkor megfelelő mértékben oldania kell a ciklodextrint vagy a ciklodextrin keveréket.

Amennyiben vizet használunk fel, a cseppecskékhez bázist kell adagolnunk. A bázis segíti az oldódást, ugyanakkor a reakció során katalizátorként viselkedik. A találmány szerinti eljárás során bázisként felhasználható például a nátrium-hidroxid, a nátrium-hidrogénkarbonát vagy a lítium-hidroxid. Jó eredményeket értünk el nátrium-hidroxid alkalmazásával.

Az emulgeálószert poli(vinil-butirál). Jó eredményeket értünk el a körülbelül 100 000–150 000 molekula-

tömegű, 19 tömeg%-os hidroxitartalmú poli(vinil-butirál)-al.

A ciklodextrin meghatározáson az olyan ciklodextrineket értjük, mint α -, β -, γ -ciklodextrin, illetve ezek közül kettőnek vagy háromnak a keveréke. A meghatározás magában foglalja az elágazó láncú ciklodextrineket is.

Előnyös, ha a ciklodextrin vagy a ciklodextrin keverék a lehető legtisztább, hogy a gyöngyök ne szennyeződjenek.

Térhálósító szerként felhasználható az epiklórhidrin, formaldehid, diepoxi-bután vagy foszforoxi-klorid. Jó eredményeket értünk el epiklórhidrin felhasználásával.

A poláris oldószerben a ciklodextrin szárazanyag-tartalma körülbelül 1–40 tömeg%-os tartományban kell mozogjon. Jó eredményeket értünk el, ha a szuszpenzió szárazanyag-tartalma 25–30 tömeg% körül volt.

A poláris fázisban felhasznált bázis mennyisége az adagolt ciklodextrin mennyiségétől függ. Jó eredményeket értünk el, ha az oldat össztömegéhez képest a nátrium-hidroxid körülbelül 12–20 tömeg%-ban volt jelen.

A felhasznált emulgeálószer mennyiségét a felhasznált ciklodextrin mennyiség és a nempoláris oldószerben lévő poláris oldószer mennyisége határozza meg. Előnyös, ha az emulgeálószer a nempoláris oldószerhez viszonyított aránya a következő tartományba esik: 1 liter nempoláris oldószerhez 0,5 g emulgeálószer, illetve 1 liter nempoláris oldószerhez 20 g emulgeálószer közötti, azaz hozzávetőleg 0,5–20 g/l. Még előnyösebben az emulgeálószer a nempoláris oldószerhez viszonyított aránya körülbelül 3,0 g/l-től 0,75 g/l-ig terjed. Jó eredményeket értünk el az 1 g/l arány kialakításával.

A találmány szerinti megoldást a következő, nem korlátozó példákkal szemléltetjük.

1. összehasonlító példa

Ez a példa Wiedenhof és munkatársai által a Die Starke fent hivatkozott számában 1969-ben a 120. oldalon közzétett gyártási eljárás alapján készült ciklodextrin gyöngyök előállítását mutatja be.

Egy 220 literes reakcióedénybe 11,4 kg MIBK-t helyezünk, és felforrósítjuk 80 °C-ra. Egy másik edényben ciklodextrin szuszpenziót készítünk 360 g β -ciklodextrin, 400 g víz és 0,8 g nátrium-bór-hidrid (NaBH_4) összekeverésével.

A ciklodextrin szuszpenziót addig keverjük, amíg homogén nem lesz, majd ezt követően 640 g 30 tömeg%-os nátrium-hidroxid- (NaOH) oldatot adagolunk a keverékhez, és addig keverjük, amíg fel nem oldódik. Mikor a MIBK hőmérséklete eléri a 80 °C-ot, 80 ml Nonident P40 nemionos detergenst (forgalmazza a Shell) keverünk bele körülbelül 2 perc alatt. Ezt követően a ciklodextrin szuszpenziót a MIBK-hoz adagoljuk, majd 140–150 fordulat/percen 5 perccig keverjük. A következő lépésben 1000 g epiklórhidrint adagolunk, miközben a keverési sebességet 100 fordulat/percre csökkentjük. 5 óra eltelté után a reakcióedényt hagyjuk lehűlni, a MIBK-t dekantáljuk, a gyöngyöket kinyerjük, mossuk és mikroszkóp alatt megvizsgáljuk.

Az 1. és 2. ábra a reakció során nyert két különböző méretű gyöngyöknek a fényképe. Az 1. ábra a 0,84–0,35 mm (20–40 mesh) méretű gyöngyöket, míg a 2. ábra a 0,84 mm (20 mesh) méret alatti gyöngyöket ábrázolja.

Miként az 1. és 2. ábrán látjuk, a gyöngyök nem gömbölyűek.

2. összehasonlító példa

Az 1. összehasonlító példa eljárását ismételtük meg azzal a különbséggel, hogy a keverő fordulatszáma kisebb, mint 120 fordulat/perc az epiklórhidrin hozzáadását megelőzően. Az epiklórhidrin adagolását követően a keverő fordulatszáma 80 fordulat/perc. Ismét nem gömbölyű gyöngyöket kaptunk.

Ez a két összehasonlító példa mutatja, hogy az eddig alkalmazott eljárások nem eredményeznek gömbölyű gyöngyöket.

1. példa

Ez a példa a találmányunk szerinti eljárást szemlélteti ciklodextrin polimer gyöngyök előállítására.

Keverőlapáttal ellátott, 3 literes reakcióedénybe 2 l (1,540 g) MIBK-t öntünk, és vízfürdőn 80 °C-ra hevítjük. A reakcióedény tetején hűtő van, a keverést 300 fordulat/perc gyorsasággal végezzük. A reakcióedénybe 6 g 19 tömeg%-os hidroxiltartalmú, körülbelül 125 000 molekulatömegű poli(vinil-butirál)-t keverünk és feloldjuk. Ezt a típusú poli(vinil-butirál)-t a Monsanto Plastic and Resin Co. forgalmazza Butvar B-74 kereskedelmi néven.

Egy másik reakcióedényben szuszpenziót készítünk 45 g β -ciklodextrin, 54,5 g víz, majd 87,3 g 30 tömeg%-os NaOH -oldat felhasználásával. A keverést mindaddig folytatjuk, míg az oldat sűrűvé és áttetszővé nem válik.

Ezután a ciklodextrin szuszpenziót beadagoljuk a MIBK-t, illetve poli(vinil-butirál)-t tartalmazó reakcióedénybe. 5 percen át tartó keverést követően 136 g epiklórhidrint adagolunk keverékünkhöz, miközben a keverőlapát még mindig 300 fordulat/perccel forog. A reakció alatt a hőmérsékletet 80 °C-on tartjuk.

4 óra elteltét követően a gyöngyöket kiszűrjük, megmossuk és mikroszkóp alatt megvizsgáljuk. A részecskék átmérője 30–170 μm .

Összehasonlítás céljából a reakcióedénybe adagolt komponenseket és a reakció során tapasztalható körülményeket az alábbiakban összegezzük:

alkotórészek	tömeg (g)
MIBK	1,540 (2 l)
50 poli(vinil-butirál)	6
β -ciklodextrin	49
víz	54,5
30 tömeg%-os NaOH	87,3
epiklórhidrin	136

A 3. ábra világosan mutatja, hogy a kapott ciklodextrin polimer gyöngyök mérete 0,84–0,35 mm (20–40 mesh) tartományban mozog. A 4. ábra a jelen példa során nyert ciklodextrin polimer gyöngyök méretét mutatja be, mely alapján azok 0,35–0,25 mm (40–60 mesh) méretűek.

A 2., illetve 3. ábra összehasonlítása során kiderül, hogy a jelen találmány alapján nyert gyöngyök sokkal gömbölyűbbek, mint az eddigi gyakorlat során előállított gyöngyök.

2. példa

Az 1. példa eljárását ismétljük meg azzal a különbséggel, hogy az alkotórészek aránya a következőképpen alakul:

alkotórészek	tömeg (g)
MIBK	1,540 (2 l)
poli(vinil-butirál)	5
β-ciklodextrin	100
víz	110
30 tömeg%-os NaOH	175
epiklórhidrin	272

A fenti alkotórészek, illetve arányok felhasználásával nyert gyöngyök gömbölyűek, átmérőjük 50–250 µm.

3. példa

Megismétljük az 1. példa eljárását azzal a különbséggel, hogy a reakcióidő 4 óra helyett 6 óra, és az alkotórészek aránya az alábbiak szerinti alakul:

alkotórészek	tömeg (g)
MIBK	1,540 (2 l)
poli(vinil-butirál)	5
β-ci klodextrin	100
víz	110
30 tömeg%-os NaOH	175
epiklórhidrin	272

Az előállított gyöngyök szilárdabbak és tartósabbak, mint a rövidebb, 4 órás reakcióidő során előállítottak.

4. példa

Az 1. példa eljárását ismétljük meg azzal a különbséggel, hogy a keverőlapát 250 fordulat/percen forog, a reakcióidő 5 óra, és a felhasznált poli(vinil-butirál) MIBK-hoz viszonyított aránya kisebb.

A reakcióban a következő komponenseket használjuk fel:

alkotórészek	tömeg (g)
MIBK	1,540 (2 l)
poli(vinil-butirál)	4
β-ciklodextrin	100
víz	110
30 tömeg%-os NaOH	175
epiklórhidrin	272

A folyamat során nyert gyöngyök gömbölyűek, átmérőjük 10–250 µm.

5. példa

Az 1. példa eljárását alkalmazzuk, azonban a poli(vinil-butirál) MIBK-hoz viszonyított aránya alacsonyabb, a reakcióidő 5 óra 4 óra helyett és a keverőlapát forgási sebessége 250 fordulat/perc.

A következő komponenseket használjuk fel:

alkotórészek	tömeg (g)
MIBK	1,540 (2 l)
poli(vinil-butirál)	3

alkotórészek	tömeg (g)
β-ciklodextrin	100
víz	110
30 tömeg%-os NaOH	175
5 epiklórhidrin	272

Az 5. ábrának megfelelően a példa során előállított gyöngyök mérete 0,8–0,4 mm (20–40 mesh) körül alakult. A 6. ábra a példa során előállított 0,35–0,25 mm (40–60 mesh) méretű gyöngyöket mutatja be, míg a 7. ábrán látható gyöngyök mérete 0,15–0,07 mm (100–200 mesh). Világosan látható, hogy a jelen találmánynak megfelelően előállított gyöngyök rendkívül gömbölyűek.

15 6. példa

A példa során nagyobb méretű reakcióedényt használunk fel, 3 literes helyett 22 literest, és a ciklodextrin szuszpenziót a poli(vinil-butirál) adagolását megelőzően adjuk a MIBK-hoz. A ciklodextrin szuszpenzió és a poli(vinil-butirál) alapanyagok felcserélt adagolása nincs kihatással a végső termékre. A reakcióedénybe adagolt komponensek a következőképpen alakultak:

alkotórészek	tömeg (g)
MIBK	11,000 (14 l)
25 poli(vinil-butirál)	14
β-ciklodextrin	1,440
víz	1,584
30 tömeg%-os NaOH	2,540
epiklórhidrin	3,915

30 Az 1. példa során alkalmazott eljárást ismétljük meg a fentebb jelzett változtatásokkal. A nagyobb méretű skálabeosztású reakcióedénybe a komponenseket nagyobb mennyiségben adagoljuk, az epiklórhidrint lassan öntjük, mivel a reakció exoterm.

35

7. példa

A jelen példa találmányunk nagyipari felhasználását mutatja be 72 literes reakcióedény alkalmazásával. Ezt a megnövelt mennyiséget 35 alkalommal állítjuk elő. Az 1. példa során alkalmazott eljárást ismétljük meg azzal a különbséggel, hogy az epiklórhidrint minden alkalommal azonos mennyiségben adagoljuk. A példa során felhasznált komponensek a következőképpen alakulnak:

alkotórészek	tömeg (g)
45 MIBK	26,200 (32,75 l)
poli(vinil-butirál)	30
β-ciklodextrin	3,400
víz	6,100
50 50 tömeg%-os NaOH	3,600
epiklórhidrin	7,000

A reakcióedényt 75 °C-on tartjuk. Az epiklórhidrint 1000 g-os mennyiségben adagoljuk félóránként, a reakcióidő több mint 22 óra. Ezt követően a gyöngyöket leszűrjük, acetonban és vízben megmossuk. A gyöngyök gömbölyűek, és 50, illetve 100 µ méretűek. Poli(vinil-butirál) helyett felhasználhatunk formaldehidet is.

Találmányunk anyagösszetételének összes változata, illetve az összes változtatás csupán szemléltető jellegű, és nem korlátozza a találmány felhasználási területét és oltalmi körét semmilyen téren.

Az alábbiakban ismertetjük az ábrákat, az

1. ábra – az eddig alkalmazott eljárások alapján előállított gyöngyök, amelyeknek mérete 0,84, illetve 0,35 mm (20, illetve 40 mesh), a
2. ábra – az eddig alkalmazott eljárás alapján előállított gyöngyök képe, amelyeknek mérete 0,84 mm (20 mesh) alatt van, a
3. ábra – a jelen találmány 1. példája során előállított gyöngyök képe, amelyeknek mérete 0,84–0,35 mm (20, illetve 40 mesh) között mozog, a
4. ábra – a jelen találmány 1. példája alapján előállított gyöngyök képe, amelyeknek mérete 0,35–0,25 mm (40, illetve 60 mesh) között mozog, az
5. ábra – a jelen találmány 5. példájának során előállított gyöngyök képe, amelyeknek mérete 0,84–0,35 mm (20, illetve 40 mesh) között mozog, a
6. ábra – a jelen találmány 5. példája során előállított gyöngyök képe, amelyeknek mérete 0,35–0,25 mm (40, illetve 60 mesh) között mozog, a
7. ábra – a jelen találmány 5. példája során előállított gyöngyök képe, amelyeknek mérete 0,15–0,07 mm (100, illetve 200 mesh) között mozog.

SZABADALMI IGÉNYPONTOK

1. Eljárás gömbölyű ciklodextrin polimer gyöngyök előállítására, *azzal jellemezve*, hogy

a) ciklodextrint tartalmazó poláris oldószerből és poli(vinil-butirál) emulgeálószer nempoláris oldószeres oldatából cseppemulziót készítünk, ahol a cseppekben a ciklodextrint legalább részben körülveszi a poli(vinil-butirál) emulgeálószer,

b) majd a ciklodextrin emulzióhoz térhálósító szert adunk, amely a ciklodextrinnel reagálva gömb alakú ciklodextrin polimert képez,

c) majd az így nyert gömb alakú ciklodextrin polimer gyöngyöket – melyek ciklodextrin háromdimenziós, térhálós mátrixai és lényegében poli(vinil-butirál) emulgeálószerből mentesek – kiszűrjük az oldatból.

2. Az 1. igénypont szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy nempoláris oldószerként metil-izobutil-ketont, o-xilolt vagy toluolt alkalmazunk.

3. Az 1. igénypont szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy poláris oldószerként vizes alkálifém-hidroxid-oldatot alkalmazunk.

4. Az 1. igénypont szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy poláris oldószerként vizet alkalmazunk, amelyhez katalitikus hatású bázisként nátrium-hidroxidot, nátrium-hidrogén-karbonátot vagy lítium-hidroxidot adagolunk.

5. Az 1. igénypont szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy térhálósító szerként epiklórhidrint, formaldehidet, diepoxi-butánt vagy foszfor-oxi-kloridot alkalmazunk.

6. Az 1. igénypont szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy nempoláris oldószerként metil-izobutil-ketont, poláris oldószerként vizes nátrium-hidroxid-oldatot, térhálósító szerként epiklórhidrint alkalmazunk.

7. Az 1. igénypont szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy emulgeálószerként 100 000–150 000 molekula-tömegű és hozzávetőleg 19 tömeg%-os hidroxitartalmú poli(vinil-butirál)-t alkalmazunk.

8. Az 1. igénypont szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy az a) eljárási lépésben az emulziót a következőképpen állítjuk elő:

a₁) a ciklodextrint összekeverjük a poláris oldószerrel, a₂) ezt követően összekeverjük a poli(vinil-butirál) emulgeálószerrel a ciklodextrinnel és a poláris oldószerrel,

a₃) végül az emulgeálószer, a ciklodextrin és a poláris oldószer keverékét a nempoláris oldószerhez keverve emulziót képezünk.

9. Az 1. igénypont szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy az a) eljárási lépésben az emulziót a következőképpen állítjuk elő:

a₁) a ciklodextrint összekeverjük a poláris oldószerrel, a₂) ezt követően a nempoláris oldószerrel összekeverjük a ciklodextrinnel és a poláris oldószerből álló keverékkel, majd

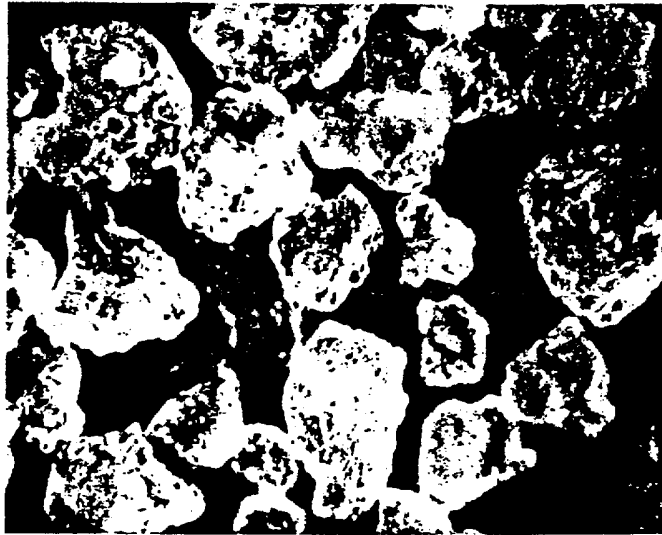
a₃) végül a poli(vinil-butirál) emulgeálószerrel hozzákeverve a ciklodextrin, a poláris oldószer és nempoláris oldószer keverékéhez emulziót képezünk.

10. Az 1. igénypont szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy a b) eljárási lépésben a térhálósító szer és a ciklodextrin reakciója során a hőmérsékletet 50–90 °C-on tartjuk, miközben a keveréket folyamatosan keverjük.

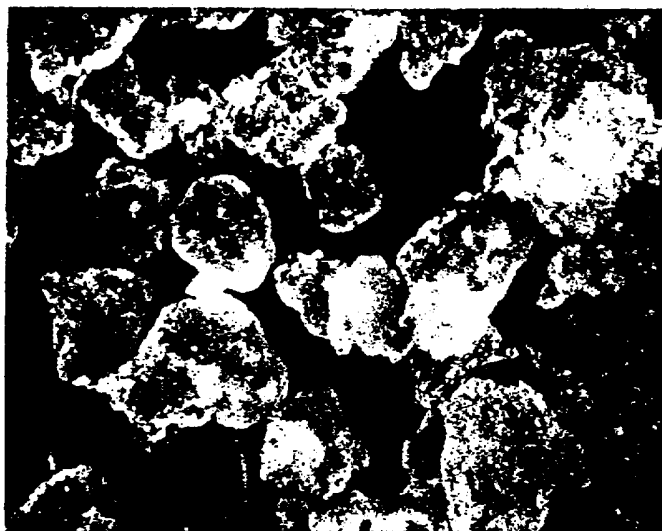
11. Az 1. igénypont szerinti eljárással előállított gömbölyű ciklodextrin polimer gyöngyök.

12. A 11. igénypont szerinti gömbölyű ciklodextrin polimer gyöngyök, *azzal jellemezve*, hogy előállításuk során ciklodextrinként β-ciklodextrint alkalmazunk.

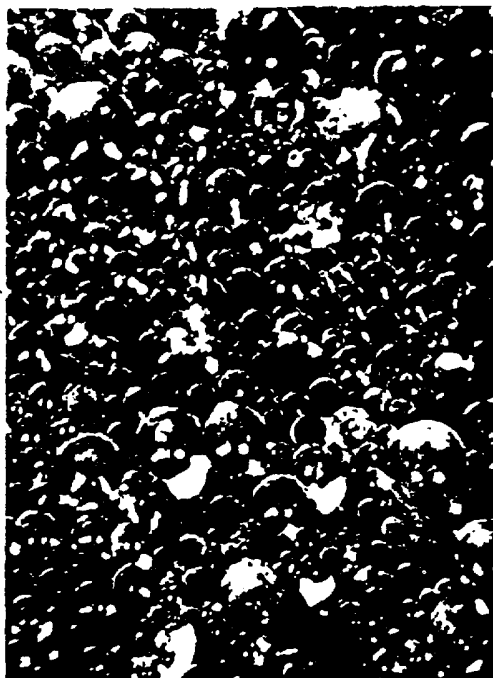
1. ábra



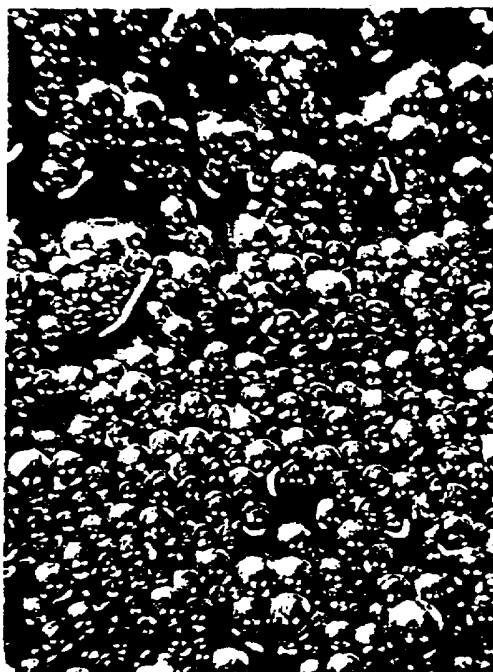
2. ábra



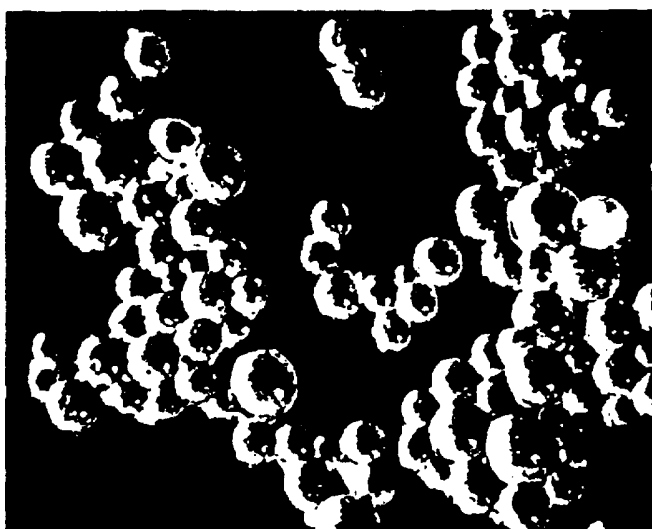
3. ábra



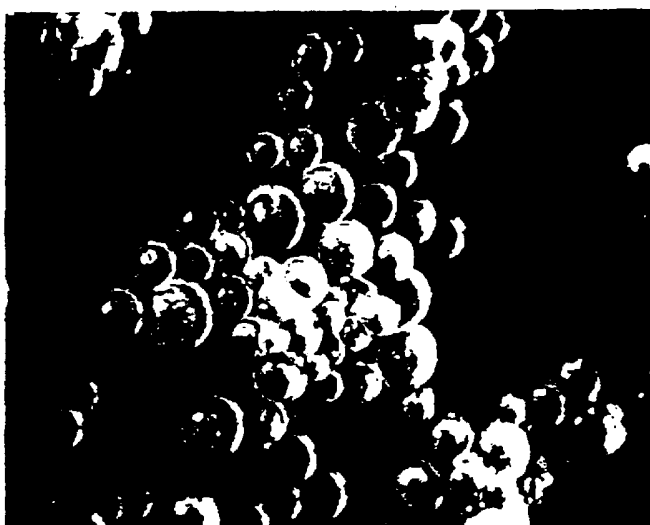
4. ábra



5. ábra



6. ábra



7. ábra

