

3940/02

KÖZZÉTÉTELI PÉLDÁNY



ELJÁRÁS ANYAG SZEMCSÉINEK ELŐÁLLÍTÁSÁRA, VALAMINT AZ ELJÁRÁSSAL NYERT ANYAGSZEMCSÉK

KIVONAT

A találmány tárgya eljárás egy, például aromaanyag, illatanyag, színezőanyag, festék, biológiailag aktív vegyület vagy műanyag közül választott anyag szemcséinek előállítására, amelynek során az anyagot vagy egy (az anyagot valamilyen második oldószerrel együtt tartalmazó) készítményt valamilyen 1-4 szénatomos fluor-szénhidrogént, speciálisan tetrafluor-etánt tartalmazó első oldószerrel érintkeztetnek, majd az eredményül kapott keveréket szétválasztási folyamatnak vetik alá, például oly módon, hogy a keveréket első tartályban (2) fennálló magas nyomású környezetből második tartályban (8) fennálló alacsony nyomású környezetbe hagyják köd (14) formájában porlasztódni, miáltal legalább az anyag egy részének az első oldószertől való elválását, továbbá az anyag finom szemcséinek (20) kialakulását váltják ki (1. ábra).

hale.

3340/02



AI

KÖZZÉTÉTELI PÉLDÁNY

ELJÁRÁS ANYAG SZEMCSÉINEK ELŐÁLLÍTÁSÁRA, VALAMINT AZ ELJÁRÁSSAL NYERT ANYAGSZEMCSÉK

A találmány szemcsék előállítására, továbbá speciálisan, de nem kizárólag, szabályozott méretű és/vagy meghatározott kristályszerkezetű szemcsék előállítására szolgáló eljáráshoz kapcsolódik. A találmány tárgyát képezik emellett az eljárással előállított anyagszemcsék is.

Számos iparág megköveteli, hogy az általa felhasználni szándékozott szemcsés nyersanyagok a méret és az alak tekintetében szigorú követelményeket elégítsenek ki. Néhány iparág a méret és az alak változási tartományát illetően szigorúan meghatározott korlátokon belül eső, rendkívül kicsiny szemcséket vagy kristályokat kíván meg.

Az élelmiszeripar számára az előállított élelmiszertermékek aromaanyagainak egyenletesebben történő eloszlata céljából előnyös lenne, ha a nyersanyagokat rendkívül kicsi, finoman eloszló szemnagyságú szilárd szemcsés porok formájában tudná beszerezni.

A festőanyagok és színezékek formájában színhez kapcsolódó iparágaknak az említett festőanyagoknak és színezékeknek az általuk gyártott festékek, nyomda-festékek, valamint textílfestékek szuszpenziójában vagy oldatában való jobb és egyenletesebb eloszlata céljából apró, egyforma, szigorúan meghatározott méretű szemcsés anyagokra van szükségük.

A műanyagiparnak a polimer anyagok, például polisztirol, polivinil-klorid, poliakril-amid és ezekhez hasonló anyagok széles választékánál az említett anyagok ugyancsak rendkívül apró szemcséire van szüksége.

A kristályos anyagok allotrópiaként ismert tulajdonsága teszi lehetővé, hogy a kristályos anyagok különféle formákban vagy szerkezetekkel létezzenek annak ellenére, hogy ezek egymástól kémiaiilag megkülönböztethetetlenek. A kristályforma vagy -szerkezet befolyásolhatja az anyag tulajdonságait. Ennek fényében bizonyos iparágak az általuk felhasználni szándékozott nyersanyagok szemcseméretének (szemnagyságának) szabályozásán túlmenően jól meghatározott alakú kristályokat igényelnek az azonos méretű, de eltérő alakú kristályok szigorú kizárása mellett.



A vegyipar és a gyógyszeripar az alkalmazások széles tartományánál különleges igényt támaszt az apró szemcsékkel szemben. Példának okáért, a kis szemcseméretű nyersanyagok és intermedierek rendkívül előnyösek fokozott oldódási készségük, megnövelt kémiai reaktivitásuk, valamint fokozott száradási képességük miatt.

Speciálisan, a gyógyszeripar különleges követelményeket ír elő a szabályozott méretű szemcsék gyógyszerkészítményekben való felhasználásánál. A szabályozott hatóanyag-kibocsátó összeállításokkal kapcsolatos rendelkezések kielégítésére több eljárás áll rendelkezésre. A szemcseméret és a kristályforma a gyomorból felszívódó készítmények – legyenek azok tabletták, porok, vagy szuszpenziók – hatóképességét és hatékonyságát befolyásoló fontos jellemzők. A mikrokristályos formájú apró szemcsék óriási felületüknek köszönhetően a nagyobb szemcsékhez képest sokkal gyorsabban felszívódnak, ennél fogva gyorsabban fejtik ki hatásukat. Ennek az ellenkezője is igaz. Ily módon a hatóanyag-kibocsátási sebességet a gyógyhatású készítmény gyártására használt szemcsék méretének a szabályozásán keresztül szabályozni lehet.

A szemcseméret szabályozása szintén fontos olyan esetekben is, ahol valamilyen hatóanyagot a bőrön keresztül juttatnak be, például fájdalomcsillapítók és értágítószeres formájában, tekintve itt például a paprikakivonatokat, amelyeket ficamok és izomkárosodás gyógyulásának kezelésére és felgyorsítására alkalmaznak.

A végbélkúpok, amelyek hatékonysága a hatóanyagnak a végbél nyálkahártyáján való áthatolási képességétől függ, a hatóanyagok bejuttatása szempontjából értékes eszközöknek bizonyultak. Azon nézet, miszerint a gyógyászatilag aktív vegyületeket tartalmazó vagy azokkal átitatott "bőrtapaszkok" jelentős előnyökkel bírnak, az utóbbi években egyre nagyobb népszerűségnek örvend. A hormonpótló terápiás tapaszok, valamint a nikotinos tapaszok napjainkban széles körben alkalmazott és hatékony eszközöknek számítanak a hatóanyag-molekulák epidermiszen keresztüli szervezetbe juttatásánál.

Néhány olyan alkalmazásnál, ahol hosszantartó hatóanyag-kibocsátás szükséges, például bizonyos általában hideg készítmények esetében, különböző méretű szemcsék keverékét használják, hogy ezáltal a kezelési előnyök hosszabb időtartamig álljanak fenn.



A szilárdanyag szemcseméretének finomítása vagy csökkentése kiváltására a szilárdanyag őrlése vagy darálása hagyományosan megfelelő eszköznek volt tekintendő. Ezen technikát a mikronizálás, még kisebb szemcséket eredményezve, tovább javította.

Sajnálatos módon a szilárd anyagok porokká történő mechanikai darálásának, őrlésének, mikronizálásának vagy koptatásának bármelyik változata a kristályforma szétrombolását, valamint hőenergia porba táplálását és ezzel együtt a szilárdanyag hőmérsékletének elkerülhetetlen emelkedését eredményezi. Ennek a gyógyászatilag aktív hatóanyagra (legjobb esetben) nincs hatása, bár bizonyos esetekben a hatóanyagot tartalmazó készítmény hatékonyságának csökkenését okozhatja.

A daráló felületekhez folyékony nitrogén vagy szilárd széndioxid bevezetését magában foglaló, összefoglalóan "hűtési darálásként" ismert eljárások a hőmérsékletben bekövetkező ilyenfajta növekedések csökkentését és elkerülését bizonyos mértékben lehetővé teszik azáltal, hogy a hőt annak keletkezésével majdnem egyidejűleg eltávolítják. Azonban még ezen eljárások sem hajthatók végre az anyag kristályformájának roncsolása nélkül.

Egy vegyület oldatából apró szemcsék előállítására szolgáló újabb módszert képvisel a "porlasztós szárítás". Ezen eljárást már több, mint 40 éve alkalmazzák széles körben az "instant kávéként" ismert termék gyártásánál abból a célból, hogy kávélé vízben oldható szilárdanyag-tartalmának apró szemcsét állítsák elő.

Ezen módszer értelmében egy, a vegyületet tartalmazó forró (rendszerint túlhevített) vizes oldatot nagy sebességgel "porlasztón" vagy nyíláson keresztül egy óriási kamrába fecskendeznek rendkívül apró cseppecskék előállítási szándékával. A cseppecskék a gravitáció hatására aláhullanak, miközben egy, a kamrába annak aljánál bevezetett spirális és emelkedő meleg száraz légárammal ütköznek. Amint a meleg levegő a kamrán keresztül az oldat aláhulló cseppecskéivel ellentétes irányban felfelé halad, hőcsere történik és a cseppecskék kiszáradnak. Az eredményül kapott száraz port a további feldolgozás céljából a kamra padozatáról gyűjtik össze.

Ezen eljárásnak olyan hátrányai vannak, amelyek lehetetlenné teszik annak széleskörű alkalmazását bizonyos vegyületek, például gyógyászati hatóanyagok apró szemcséinek általános előállítására. A befecskendezett lé felmelegedése a gyógyászati hatóanyag bomlását okozhatja. A levegőnek való kitétel valamelyik összetete-

vő oxidációjához vezethet. Továbbmenve, valamennyi ilyen eljárással előállítani szándékozott összetevőt vizes oldatban szükséges biztosítani, ami bizonyos összetevők esetében nehéz lehet, ha nem éppen lehetetlen. Ráadásul a készítmény melegítéssel és gyors szárítással kombinált porlasztása gyakran a szemcsék belső energiájának a megemelkedését eredményezi, ezáltal megnövelve a tűzveszélyt és kiáltva a szemcsék higroszkópikusságát.

Az utóbbi években egy, a porlasztásos szárítással analóg, oldószerként azonban szuperkritikus állapotú széndioxid folyadékot alkalmazó módszer számos iparág által intenzív kutatás tárgyát képezi.

A szóban forgó módszer a széndioxidnak a (31°C nagyságú) kritikus hőmérséklete feletti hőmérsékleteken és rendkívül magas (1×10^7 Pa és 4×10^7 Pa közé eső) nyomáson jelentkező azon különös tulajdonságán alapszik, miszerint az ilyen állapotban lévő széndioxid bizonyos gyógyászati készítményeket, valamint egyéb anyagokat, például illóolajokat, illatanyagokat és aromaanyagokat képes "feloldani". Ahhoz, hogy ezen módszert rendkívül kicsiny méretű szemcsék előállítására alkalmassák, valamilyen oldott anyagot (például a gyógyászati készítmény hatóanyagát) egy 3×10^7 Pa és 5×10^7 Pa közé eső nagyságú túlnyomást kibíró kamrában helyeznek el. A kamrát és annak tartalmát jellemzően $30-40^{\circ}\text{C}$ hőmérsékletre melegítik, majd az oldott anyagot jellemzően 1×10^7 Pa és 4×10^7 Pa közé eső nyomáson széndioxid-árammal érintkeztetik és a széndioxid-áram hatásának teszik ki. A tekintett szuperkritikus állapotú folyadékáramban az oldott anyag egy része úgy tűnik, hogy "oldódik".

Ha ezt követően a szuperkritikus oldatáramot egy olyan második kamrába hagyják távozni, amelyben alacsonyabb nyomás vagy akár légköri nyomás áll fenn, a széndioxid oldóképessége csökken vagy megszűnik, és az oldott anyag rendkívül finom szemcséinek felhője alakul ki egy köd formájában. Az így nyert köd bizonyos esetekben összegyűjthető, így a módszerrel egy rendkívül finom eloszlású oldott anyag előállítására van mód.

A szóban forgó módszer egyik legnagyobb hátránya annak bekerülési költsége; a különféle kamrák, szivattyúk, fúvókák, hőcserélők és ezekhez hasonló eszközök, amelyek mindegyike nagyon magas nyomással szemben kell ellenálló legyen és ilyen körülmények között kell működnie, beruházási költsége irdatlanul magas.



Továbbmenve, a széndioxid savas jellege miatt az oldott anyag pH-értékének elfogadhatatlanul alacsony szintre történő csökkenését okozhatja víz jelenlétében.

A jelen találmánnyal célunk a szilárd szemcsék előállításához kapcsolódó problémák mérsékelése vagy kiküszöbölése.

Kitűzött célunkat anyag szemcséinek előállítására szolgáló olyan eljárással valósítottuk meg, amelynek során az anyagot, vagy az anyagot tartalmazó készítményt 1-4 szénatomos fluor-szénhidrogént tartalmazó első oldószerrel érintkeztetjük és az eredményül kapott keveréket szétválasztási folyamatnak vetjük alá, amelynek során az anyag legalább egy részét az első oldószertől elválasztjuk.

A találmány szerinti megoldásnál az 1-4 szénatomos fluor-szénhidrogént előnyösen klóratomoktól mentesnek, továbbá előnyösen kizárólag egy vagy több szénatomot, fluoratomot és hidrogénatomot tartalmazónak választjuk. Ennél előnyösebben a fluor-szénhidrogént 1-3 szénatomos fluor-szénhidrogénnek, még előnyösebben pedig 1-2 szénatomos fluor-szénhidrogénnek választjuk. A találmány szerinti megoldás szempontjából valamilyen két szénatomos fluor-szénhidrogént különösen előnyösen alkalmazhatunk.

A szóban forgó fluor-szénhidrogén legfeljebb tíz, előnyösen legfeljebb nyolc, ennél előnyösebben legfeljebb hat, speciálisan pedig legfeljebb négy fluoratomot tartalmaz. A szóban forgó fluor-szénhidrogén előnyösen legalább két, ennél előnyösebben pedig legalább három fluoratomot tartalmaz.

Továbbmenve, a szóban forgó fluor-szénhidrogén előnyösen alifás, továbbá előnyösen telített.

Továbbmenve, a szóban forgó fluor-szénhidrogén légköri nyomáson tekintett forráspontja legfeljebb 20°C, előnyösen legfeljebb 10°C, ennél előnyösebben legfeljebb 0°C, speciálisan pedig legfeljebb -10°C. Ezzel egyidejűleg a szóban forgó forráspont -90°C-nál, előnyösen -70°C-nál, még előnyösebben pedig -50°C-nál magasabb.

A találmány szerinti eljárásnál a fluor-szénhidrogént előnyösen tetrafluor-etánnak, különösen előnyösen pedig 1,1,1,2-tetrafluor-etánnak (amit a szakirodalomban HFC 134A-ként is ismernek) választjuk. A HFC 134A légköri nyomáson -26°C hőmérsékleten forr, gőznyomása 20°C-on 0,5 MPa. Kémiaiilag inert, sem nem savas, sem nem lúgos, nem-gyúlékony, nem-toxikus és nem-ózonkárosító. A HFC



134A viszkozitása rendkívül kicsi (0,00022 Pa.s), így mérsékelt nyomások mellett, rendkívül kicsiny nyílásokon keresztül is rendkívül erős örvénylés kíséretében nagy sebességgel és vékonyan lehet szivattyúzni. A gáz halmazállapotba került oldószert könnyedén folyadék halmazállapotúvá komprimálhatjuk vissza, és újrahasznosítás céljából lényegében teljes egészében visszanyerhető.

Annak ellenére, hogy bizonyos alkalmazásoknál használhatunk lényegében tiszta HFC 134A-t, oldatba vivő tulajdonságainak beállítása végett – rendkívül alacsony oldóképessége okán – további társoldószerek kis mennyiségeivel elegyíthetjük.

Ennélfogva az első oldószerhez előnyösen valamilyen társoldószert adunk, amely szintén lehet az előzőekben ismertetett típusú fluor-szénhidrogén, bár előnyösen nem az. Az említett társoldószert alkalmasan úgy választjuk meg, hogy az a tekintett hatóanyag és/vagy a tekintett hatóanyagot tartalmazó készítmény esetén az 1-4 szénatomos fluor-szénhidrogén forráspontját és/vagy oldóképességeit módosítsa.

A társoldószert előnyösen 2-6 szénatomos, aliciklusos vagy alifás szénhidrogének közül választjuk. A 2-6 szénatomos szénhidrogének előnyösen alkánok vagy cikloalkánok, például etán, n-propán, i-propán, n-bután vagy i-bután.

A társoldószert előnyösen valamilyen szénhidrogén-éter, különösen valamilyen dialkil-éter, például dimetil-éter, metil-etil-éter vagy dietil-éter is képezheti.

A társoldószert emellett előnyösen valamilyen poláris tulajdonsággal rendelkező szénhidrogén is képezheti, például egy olyan szénhidrogén, amelynek a dielektromos állandója legalább öt. A találmány szerinti megoldás szempontjából alkalmas dielektromos szénhidrogén társoldószerek közé tartoznak az alkoholok, például a metil-, etil- és izobutil-alkoholok, továbbá a ketonok, például az aceton.

Az első oldószer döntő hányadát előnyösen az említett 1-4 szénatomos fluor-szénhidrogén teszi ki; az említett első oldószernek előnyösen legalább 90 tömeg%-a, ennél előnyösebben legalább 93 tömeg%-a, speciálisan legalább 97 tömeg%-a a szóban forgó 1-4 szénatomos fluor-szénhidrogén. A fennmaradó részt a fentiek szerinti egy vagy több társoldószer teheti ki. Abban az esetben, ha az említett első oldószer valamilyen társoldószert tartalmaz, annak társoldószer-tartalma 1-50 tömeg%, előnyösen 2-30 tömeg%, még előnyösebben pedig 2-20 tömeg%.



A társoldószer az 1-4 szénatomos fluor-szénhidrogénnel előnyösen egy állandó forrpontú (vagyis azeotrop) keveréket képez, így a társoldószer első oldószerbeli mennyisége akkor is állandó marad, ha az első oldószert egymás után sokszor újradesztilláljuk.

Olyan esetben, amikor az eljárás során anyagot tartalmazó készítményt érintkeztetünk, a készítményt előnyösen egy, az első anyagot tartalmazó oldat formájában is biztosíthatjuk. Az oldat lehet valamilyen valódi, vagy valamilyen kolloidális oldat. A kolloid-oldatot képezheti valamilyen szol, emulzió, gél vagy egyéb kolloid-mátrix.

A szóban forgó készítmény előnyösen egy második oldószert is tartalmaz, amely előnyösen egy szerves oldószer. Az anyag előnyösen a második oldószerben oldható.

A találmány szerinti megoldás szempontjából alkalmas második oldószerek közé tartoznak az alkoholok, speciálisan az alifás alkoholok, például a metanol, az etanol, az 1-propanol vagy a 2-propanol; a ketonok, speciálisan az alifás ketonok és a dialkil ketonok, előnyösen például az aceton vagy a metil-izobutil-keton; a szerves savak, előnyösen az ecetsav; az amidok, például az N,N'-dialkil-amid vagy alkilamid; a karboxilsav származékai, például annak anhidridjei, úgy mint az ecetsav-anhidrid; a cianid-származékok, például a hidrogén-cianid vagy bármilyen alkil-cianid; az ammónia; a kéntartalmú molekulák; az acetátok, előnyösen a metil-acetát, az etil-acetát és a butil-acetát; az éterek, előnyösen a dimetil-éter és a dietil-éter; az alkánok vagy az alkán-származékok, előnyösen a diklór-metán és a diklór-etán; a tetrahidrofurán; a metil-benzol (toluol); a hexán; a heptán és a petroléter keverékek.

A második oldószert a fenti anyagok közül kettőnek vagy többnek bármilyen, tetszőleges arányú kombinációja képezheti.

A második oldószer előnyösen az első oldószerrel elegyedő.

A találmány szerinti eljárás egyik előnyös változatánál az eredményül kapott keveréket a szétválasztási folyamat során cseppecskéire bontjuk.

Egy további változatnál előnyösen az eredményül kapott keveréket a szétválasztási folyamat során egy P_1 nyomású első tartományból egy P_2 nyomású második tartományba vezetjük, ahol a P_1 nyomást a P_2 nyomásnál nagyobbak választjuk.



Továbbmenve, az eredményül kapott keveréket a szétválasztási folyamat során előnyösen a második tartományban bontjuk cseppecskéire.

Az anyag vagy a készítmény és az első oldószer érintkezését valamilyen keverőkamrában, vagy anyagot tartalmazó készítmény esetén előnyösen valamilyen soros mechanikai vagy elektrosztatikus keverőben hozzuk létre. Egy, a célnak megfelelő soros keverő két koncentrikus cső alakú elemből áll, a készítményt az egyik csövön, míg az első oldószer a másik csövön tápláljuk keresztül. A készítményt előnyösen a külső csövön, míg az első oldószer a belső csövön tápláljuk keresztül. A soros keverő kiömlési végét oly módon képezzük ki, hogy az a készítmény és az első oldószer érintkezését elősegítse.

A keveréknek a második kamrába vezetésére szolgáló eljárást a végeredményül kapott szemcsés anyag szemcseméretének a szabályozására használhatjuk.

A keveréket előnyösen a második tartományba porlasztjuk, például valamilyen fúvóka vagy porlasztó segítségével. A keveréket apró cseppecskék második tartománybeli ködjének létrehozása céljából finom fúvókán keresztül porlasztjuk. Az így nyert cseppecskék méretét – egyéb paraméterekkel együtt – a létrehozott szemcsék méretének szabályozására használhatjuk fel.

A második tartomány célszerűen egy P_2 nyomású kamra része. Ilyen esetben a keveréket célszerűen a kamra felső felébe juttatjuk be.

Az eredményül kapott keveréknek az első tartományhoz képest alacsonyabb nyomáson üzemelő második tartományba porlasztása az 1-4 szénatomos fluor-szénhidrogén elpárolgását, és ezáltal az anyag legalább egy részének az 1-4 szénatomos fluor-szénhidrogéntől való elválását okozza.

Ha az anyag egy második oldószer tartalmazó készítményben van jelen, a második oldószer az anyagtól célszerűen az első oldószer segítségével választjuk el. Előnyösen, az 1-4 szénatomos fluor-szénhidrogén elősegíti a második oldószer ebbe irányuló tömegáramát. Ennélfogva az 1-4 szénatomos fluor-szénhidrogén anyagtól való elválásakor a második oldószer az összetevőtől azzal egyidejűleg választjuk el. Ily módon az anyag az oldatból szilárd szemcsék létrehozása céljából kiválik.

Az első oldószer döntő hányada előnyösen elpárolog. A szétválasztási folyamat során az anyagtól előnyösen az első oldószer lényegében teljes mennyiségét el-



választjuk. Ha az anyag valamilyen készítményben van jelen, akkor a szétválasztási folyamat során az anyagtól a második oldószer célszerűen döntő hányadát, és előnyösen lényegében teljes egészét elválasztjuk.

Célszerűen a második tartományt, vagy a keverék második tartományba porlasztására alkalmazott fúvókát melegítjük és ezáltal az első oldószer elpárolgását elősegítjük. A melegítéssel betáplált hő mennyisége megegyezik az első oldószer latens párolgási hőjével.

Az anyag szemcséi előnyösen a második tartomány kamrájának padozatán gyűlnek össze.

Az elpárolgott első oldószert a második tartományból előnyösen első kivezetésen keresztül távolítjuk el. Amennyiben a második tartomány egy kamrának képezi részét, az első kivezetés előnyösen a kamra felső része felé helyezkedik el.

Ha az anyag egy második oldószert tartalmazó készítményben van jelen, a második oldószert a második tartományból előnyösen ugyanazon kivezetésen keresztül távolítjuk el, mint az első oldószert. Egy lehetséges másik megoldás szerint a második oldószert a második tartományból az első oldószer eltávolítására szolgáló kivezetéstől különböző kivezetésen keresztül távolítjuk el.

Az anyag az első oldószerben nem-oldódó vagy nehezen oldódó lehet. Az anyag első oldószerben tekintett oldékonysága előnyösen legfeljebb 20 tömeg%, ennél előnyösebben legfeljebb 10 tömeg%, speciálisan legfeljebb 5 tömeg%, legelőnyösebben pedig legfeljebb 2 tömeg%. Az anyagnak az első oldószerben tekintett oldékonysága előnyösen csupán legfeljebb 1%-os, ennél előnyösebben csupán legfeljebb 0,5%-os, speciálisan csupán legfeljebb 0,3%-os, legelőnyösebben pedig min-dössze legfeljebb 0,1%-os.

Ha az anyag a második és/vagy az első oldószerben csupán nehezen oldódó, a második tartományba porlasztott keverék minden egyes cseppecskéje csupán korlátozott mennyiségű anyagot fog tartalmazni. Ennélfogva az egyes cseppecskék-ből kivált anyag szemcséi kis mérettel fognak rendelkezni.

Az elválasztott anyagnak az első oldószer további mennyiségeivel való átmo-sása és az anyag ezt követő szárítása az eredményezi, hogy az anyag rendkívül szűk szemcseméret-tartományba eső kristályok pora formájában, továbbá egy speci-ális, morfológiailag diszkrét szerkezettel, formával és alakkal jön létre.



A találmány szerinti eljárás számos különféle anyag szemcséinek előállításánál rendelkezik széles körű alkalmazhatósággal. Az anyagot előnyösen aromaanyagok, illatanyagok, műanyagok, színezőanyagok, festékek és biológiailag aktív vegyületek közül választjuk. Továbbmenve, az anyagnak egy hatóanyagot választunk, ami valamilyen gyógyszerkészítmény, szintetikus és/vagy fél-szintetikus drog vagy egy peszticid.

A találmány szerinti eljárás ugyancsak elősegíti mind a kristályos termékből, mind pedig annak mosóoldataiból a teljes fluor-szénhidrogén mennyiségnek és/vagy a szóban forgó első oldószer társoldószerének az egyszerű, hatékony és teljes eltávolítását a visszanyerés céljából, és visszakeringtetését az újrafelhasználás céljából. Továbbmenve, az eredetileg az anyag oldatba vitelére alkalmazott második oldószer teljes mennyiségét visszanyerhetjük az eredeti felső fázisból vagy szűrletből és a mosóoldatokból, amelyekből a kristályokat a rákövetkező újrafelhasználás céljából összegyűjtjük. Az anyag elválasztása történhet egyetlen lépésben vagy több, érintkeztetési és szétválasztási lépésben. Adott esetben az említett lépések bármelyikénél vagy akár mindegyikénél alkalmazhatjuk a fizikai paraméterek, például a hőmérséklet, a vékonyság, az első oldószer mennyisége, az oldószer és az oldott anyag relatív koncentrációja, az oldószer-keverék relatív összetétele és a második oldószernek az első oldószerhez viszonyított aránya módosításának a módszerét.

A találmány szerinti eljárással egészen 2 μm -es méretig lemenő szemcsemérettel rendelkező szemcséket állíthatunk elő. Mindazonáltal tetszőleges kívánt méretű szemcsék előállítása céljából a találmány szerinti eljárással előállított szemcsék mérete például az alább felsorolt paraméterek változtatásával vagy szabályozásával befolyásolható. Ezen paraméterek a következők:

1. az anyag készítményben fennálló koncentrációja;
2. az első oldószer összetétele;
3. az anyag vagy a készítmény első oldószerhez viszonyított aránya;
4. az első oldószer párolgási sebessége;
5. a hőmérséklet;
6. az első és a második tartományok közötti nyomáskülönbség;
7. a folyadékáramlási sebesség(ek);
8. a fúvókák vagy a porlasztók kiképzése, továbbá a kamra alakja.



A kristálytípust, a méretet, valamint az egyenletességet az alábbi paraméterek szabályozásával befolyásolhatjuk:

1. a hőmérséklet;
2. a keverési eljárás és annak hatékonysága;
3. az anyag készítményben fennálló koncentrációja;
4. a társoldószer típusa és koncentrációja;
5. az áramlási sebességek;
6. az áramlási arányok.

A találmány szerinti megoldás előnyösen szabályozott kristálytulajdonsággal rendelkező szemcsék előállítását teszi lehetővé. Emellett ugyancsak lehetőséget nyújt kicsiny anyagszemcsék előállítására szolgáló eljárásra is.

Kitűzött célunkat másrészt olyan anyagszemcsék létrehozásával értük el, melyeket a találmány szerinti eljárással állítunk elő. Az ilyen szemcsék az első oldószer nyomokban visszamaradt mennyiségeit tartalmazhatják. Ennélfogva a jelen találmány olyan anyagszemcsékre is kiterjed, amelyek az előzőekben ismertetett első oldószert nyomokban tartalmazzák.

A találmány szerinti eljárást, valamint az azzal nyert anyagszemcséket a továbbiakban a csatolt rajzra hivatkozással ismertetjük részletesen, ahol az

- 1. ábra a találmány szerinti eljárás fogantatására szolgáló berendezés egyik lehetséges példakénti kiviteli alakját szemlélteti vázlatosan; és a
- 2. ábra a találmány szerinti eljárás fogantatására szolgáló berendezés egy lehetséges másik példakénti kiviteli alakját ábrázolja vázlatosan.

Az 1. ábra felső részén 4 bevezetéssel és alsó részén 6 kivezetéssel ellátott első 2 tartályt szemléltet. A 6 kivezetés felett előnyösen (rajzon fel nem tüntetett) szűrőrács van elrendezve. A 2 tartály egy (a rajzon nem ábrázolt) motoros hajtású keverőelemmel vagy egyéb, arra alkalmas keverőszerkezettel ugyancsak fel van szerelve.

A 2 tartály 6 kivezetése második 8 tartály 9 bevezetéséhez van csatlakoztatva, amely 9 bevezetés 10 fúvókával van ellátva.

A második 8 tartály 18 kivezetéséhez 16 kompresszor bevezetése van csatlakoztatva; a 18 kivezetés a második 8 tartály felső tartományában helyezkedik el. A 16 kompresszor kivezetése az első 2 tartály 4 bevezetéséhez van csatlakoztatva.



Az 1. ábrán vázolt berendezés csövek, nyomás- és hőmérsékletmérők, áramlás- és nyomásszabályozó szelepek, továbbá a berendezés egyes részeiben az áramlás, a hőmérséklet és a nyomás optimális kritikus paraméterei kiválasztásának és fenntartásának elősegítésére szolgáló kondenzátor hálózatán keresztül van egybekapcsolva.

Az 1. ábrán szemléltetett berendezést anyag kicsiny szemcséinek előállítására használhatjuk. Az anyagot ebből a célból a 2 tartályba töltjük és oldat vagy zagy készítése céljából valamilyen fluor-szénhidrogénnel keverjük össze. A keveréket ezt követően a 2 tartályból a 6 kivezetésen keresztüli távozása közben megsűrjűk. A keverék ezután a 10 fúvókán halad keresztül, ahol cseppecskék finom 14 ködének formájában a második 8 tartály 12 terébe porlasztódik.

A második 8 tartályban fennálló alacsonyabb nyomás eredményeként a fluor-szénhidrogén az egyes cseppecskékből kipárologva kivált anyag finom 20 szemcséit hagyja maga után, amelyek a 8 tartály padozatára hullanak és ott összegyűlnek.

A második 8 tartályból az elpárolgott fluor-szénhidrogént a 18 kivezetésen keresztül távolítjuk el, majd újrakeringtetés céljából komprimáljuk.

A folyamatot félfolyamatosan vagy ikertartályok alkalmazásával teljesen folyamatosan hajthatjuk végre.

Adott esetben a második 8 tartályba annak falain történő keresztülvezetéssel vagy a 10 fúvókán keresztül hőt táplálhatunk be. Egy lehetséges másik kiviteli alaknál a 12 teret mikrohullámú energia betáplálásával, vagy kis mennyiségű túlhevített gázáramnak a 12 térbe történő közvetlen befecskendezésével melegíthetjük. Egy, a célnak megfelelő forró gázáram a 16 kompresszor kivezetéséről könnyedén rendelkezésre áll.

Az első 2 és a második 8 tartályok a hőmérséklet szabályozásának biztosítása céljából egyaránt burkolattal vannak ellátva.

A 2. ábra 106 kompresszoron és 108 soros keverőn keresztül második 104 tartályhoz csatlakoztatott első 102 tartályt szemléltet.

A 2. ábrán vázolt berendezés működése közben az első 102 tartályba fluor-szénhidrogént adagolunk, amit a későbbiekben a 106 kompresszor segítségével megvalósított elpárolgotatással folyamatosan újrakeringtetünk. Vagyis a cseppfolyós fluor-szénhidrogén a 108 soros keverő 100 fúvókáján keresztül a 104 tartályba lép,



majd egy folyamatos ciklus megvalósítása céljából a 104 tartály 112 kivezetésén keresztül visszajut a 102 tartályba.

Valamilyen anyagot tartalmazó és apró szemcsék formájában előállítani szándékozott készítmény szerves oldószerral képzett oldatát 114 szivattyún keresztül a 108 soros keverőbe juttatjuk. A fluor-szénhidrogént és a készítményt a 108 soros keverőben érintkeztetjük, közvetlenül a 100 fúvókán keresztüli ürítést megelőzően. Vizsgálataink során azt találtuk, hogy a fluor-szénhidrogén a szerves oldószerekhez nagy affinitással bír. Ennélfogva a két anyagban azok érintkezésekor azonnal megindul a készítmény szerves oldószereinek a fluor-szénhidrogénbe irányuló tömegárama.

A keveréket apró cseppecskék 118 kódének létrehozása céljából a 100 fúvókán keresztül a 104 tartály 116 kamrájába porlasztjuk. A 116 kamrában fennálló alacsonyabb nyomású környezetbe lépést követően a fluor-szénhidrogén és a szerves oldószert elpárolog, és az anyag az oldatból kiválik.

Az anyag szemcséi 120 szűrőelemen összegyűlnek, míg a fluor-szénhidrogén és/vagy a szerves oldószert a 120 szűrőelemen áthalad.

A fluor-szénhidrogént a fentiekben elmondottak szerint újrakeringtetjük, a szerves oldószert pedig a 102 tartályban összegyűjtjük.

A ciklus végén az összegyűjtött szilárd anyag átmosásának elősegítése céljából a fluor-szénhidrogén visszakeringtetését meghatározott ideig végezzük, hogy ezáltal a készítmény hordozó szerves oldószere nyomnyi mennyiségű szennyezését eltávolítsuk.

A továbbiakban a találmány szerinti eljárásnak az 1. és a 2. ábrán szemléltetett berendezésekkel történő foganatosítását az 1. és a 2. példával kívánjuk illusztrálni.

1. PÉLDA

Keverőszerkezettel és alsó kivezetéséhez csatlakoztatott frittüveggel ellátott első tartályba 10 g fenilecetsavat töltöttünk.

Az első tartály alsó kivezetésének zárva tartása mellett az első tartályba 2 kg 1,1,1,2-tetrafluor-etánt töltöttünk. Az így képződött zagyot a fenilecetsav tetrafluor-etánban való oldódásának elérése céljából keverésnek vetettük alá.



Gázkompresszor bevezetését második (párolgási) tartályhoz, a kivezetését pedig egy hűtő hőcserélőn keresztül tetrafluor-etánt tartalmazó tartályhoz csatlakoztattuk. Ezt követően a gázkompresszort működésbe hoztuk.

A tetrafluor-etánban lévő fenilecetsav keveréket az első tartályból egy áramláskorlátozó eszközön, például egy finomfuratú fúvókán keresztül a második tartályba hagytuk átáramlani. Az oldat áramlását és hőmérsékletét az első és a második tartályok mindegyikében úgy szabályoztuk, hogy az első tartályban a nyomást körülbelül 6×10^5 Pa értéken, míg a második tartályban körülbelül $7,5 \times 10^4$ Pa értéken tartottuk.

A finomfuratú fúvóka a fenilecetsav és a tetrafluor-etán keveréknek a második tartályba történő porlasztását eredményezi finom köd formájában. Miközben a keverék a magasabb nyomású első tartományból az alacsonyabb nyomású második tartományba áthalad, a folyékony halmazállapotú tetrafluor-etán elpárolog, és a fenilecetsav apró szemcséinek a második tartály padozatára hullását okozza, amelyek onnan összegyűjthetők.

2. PÉLDA

Rozsdamentes acélból készített 5 literes első tartályt gázkompresszoron keresztül folyadék/folyadék keverő áramlási cellához csatlakoztattunk. Egy, ugyancsak rozsdamentes acélból készített 5 literes második tartályt kivezetésénél lemezes frittüvegből kialakított szűrőelemmel láttunk el. A tartály bevezetését a folyadék/folyadék keverő áramlási cellához csatlakoztattuk.

Az első tartályba 2 kg HFC 134A anyagot töltöttünk. Ezt követően a gázkompresszort működésbe hoztuk, így a HFC 134A folyamatosan visszakeringtetésre került. A HFC 134A visszakeringtetési sebességét 300 g/perc értéken tartottuk.

Egy harmadik tartályban (1 liter) acetonban oldott (50 g) laurinsavas oldatot készítettünk. A laurinsavas oldatot fogaskerék-szivattyú alkalmazásával 30 ml/perc átömléssel a keverő áramlási cellába tápláltuk.

A HFC 134A a laurinsavas oldattal a keverő áramlási cellából való távozás közben érintkezett. A keveréket a keverő áramlási cella segítségével a második tartályba porlasztottuk. A laurinsavas oldattal való érintkezés során az aceton tömegárammal a HFC 134A-ba ment át. A második (az első tartály nyomásánál alacsonyabb nyomású) tartályba való belépéskor a HFC 134A és az aceton keveréke elpá-



rolgott apró laurinsav szemcséket létrehozva, amelyek ezt követően a második tartály padozatára hulltak alá, hogy onnan összegyűjthessük azokat.

A kísérlet során a hőmérséklet, a nyomás és az átömlések kritikus paramétereit állandó értéken tartottuk.

A laurinsavas oldat teljes mennyiségének a második tartályba adagolását követően a HFC 134A áramoltatását további 5 percig folytattuk. Ezt követően az áramtároló hengerbe terelésével a HFC 134A-t visszanyertük. Az acetont külön nyertük vissza. Ezt követően a berendezést a második tartály padozatán száraz, finom, egyenletes méretű szemcsék formájában összegyűlt laurinsav kinyerése céljából szétszereltük.

Az olvasó szíves figyelmébe ajánljuk valamennyi olyan cikket és tanulmányt, amely a jelen alkalmazással kapcsolatban a jelen bejelentéssel egyidejűleg vagy azt megelőzően lett benyújtva, és amely a jelen bejelentéssel a nyilvánosság elé került; az összes ilyen cikk és tanulmány tartalmát a jelen bejelentés részét képezőnek tekintjük.

A jelen bejelentésben ismertetett valamennyi jellemzőt (beleértve a csatolt igénypontokat, kivonatot és rajzot is) és/vagy bármely ily módon ismertetésre került eljárás vagy folyamat valamennyi lépését bármilyen kombinációban egyesíthetjük, kivéve azokat a kombinációkat, amelyeknél az ilyen jellemzők és/vagy lépések közül legalább néhány egymást kölcsönösen kizárja.

Továbbmenve, a jelen kitanítás keretében (beleértve a csatolt igénypontokat, kivonatot és rajzot) ismertetett minden egyes jellemzőt ugyanolyan, ekvivalens vagy hasonló célt szolgáló alternatív jellemzővel helyettesíthetjük, hacsak másként nem említjük. Ennélfogva, hacsak külön nem hangsúlyozzuk, minden egyes ismertetett jellemző csupán egy példája egy általános ekvivalens vagy hasonló jellemzők sorzatának.

A találmány nem korlátozódik az előzőekben részletesen bemutatott kiviteli alakokra. A találmányra igényelt oltalmi kör kiterjed a jelen bejelentésben (beleértve a csatolt igénypontokat, kivonatot és rajzot is) ismertetett jellemzőre vagy jellemzők bármely új kombinációjára, vagy az itt ismertetett bármely eljárás vagy folyamat bármilyen új lépésére vagy lépések bármilyen új kombinációjára is.

SZABADALMI IGÉNYPONTOK

1. Eljárás anyag szemcséinek előállítására, *azzal jellemezve*, hogy az anyagot, vagy az anyagot tartalmazó készítményt 1-4 szénatomos fluor-szénhidrogént tartalmazó első oldószerrel érintkeztetjük és az eredményül kapott keveréket szétválasztási folyamatnak vetjük alá, amelynek során az anyag legalább egy részét az első oldószertől elválasztjuk.
2. Az 1. igénypont szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy az 1-4 szénatomos fluor-szénhidrogént klóratomoktól mentesnek választjuk.
3. Az 1. vagy a 2. igénypont szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy az 1-4 szénatomos fluor-szénhidrogént kizárólag egy vagy több szénatomot, fluoratomot és hidrogénatomot tartalmazónak választjuk.
4. Az 1-3. igénypontok bármelyike szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy a fluor-szénhidrogént 1-3 szénatomos fluor-szénhidrogénnek választjuk.
5. Az 1-4. igénypontok bármelyike szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy a fluor-szénhidrogént légköri nyomáson 20°C-nál alacsonyabb és -90°C-nál magasabb forráspontúnak választjuk.
6. Az 1-5. igénypontok bármelyike szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy a fluor-szénhidrogént tetrafluor-etánnak választjuk.
7. Az 1-6. igénypontok bármelyike szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy a fluor-szénhidrogént 1,1,1,2-tetrafluor-etánnak választjuk.
8. Az 1-7. igénypontok bármelyike szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy az első oldószerhez társoldószert adunk.
9. A 8. igénypont szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy a társoldószert 2-6 szénatomos szénhidrogének, szénhidrogén-éterek és poláris tulajdonságokkal rendelkező szénhidrogének közül választjuk.
10. A 8. vagy a 9. igénypont szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy a társoldószert használva az 1-4 szénatomos fluor-szénhidrogénnel egy azeotrop keveréket képezünk.
11. Az 1-10. igénypontok bármelyike szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy az anyagot tartalmazó készítményt egy, az első anyagot tartalmazó oldat formájában állítjuk elő.
12. A 11. igénypont szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy a készítményt egy második, szerves oldószert tartalmazónak választjuk.



13. Az 1-12. igénypontok bármelyike szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy az eredményül kapott keveréket a szétválasztási folyamat során cseppecskéire bontjuk.

14. Az 1-13. igénypontok bármelyike szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy az eredményül kapott keveréket a szétválasztási folyamat során egy P_1 nyomású első tartományból egy P_2 nyomású második tartományba vezetjük, ahol a P_1 nyomást a P_2 nyomásnál nagyobboknak választjuk.

15. A 14. igénypont szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy az eredményül kapott keveréket a szétválasztási folyamat során a második tartományban bontjuk cseppecskéire.

16. A 14. vagy a 15. igénypont szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy a keveréket a második tartományba porlasztjuk.

17. A 14-16. igénypontok bármelyike szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy a második tartományt, vagy a keverék második tartományba porlasztására alkalmazott fúvókát (10, 100) melegítjük és ezáltal az első oldószer elpárolgását elősegítjük.

18. Az 1-17. igénypontok bármelyike szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy az első oldószert az anyagot nem oldónak, vagy gyengén oldónak választjuk.

19. Az 1-18. igénypontok bármelyike szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy az anyagot aromaanyagok, illatanyagok, műanyagok, színezőanyagok, festékek és biológiaiilag aktív vegyületek közül választjuk.

20. Az 1-19. igénypontok bármelyike szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy az anyagnak egy hatóanyagot választunk, amit gyógyszerkészítmények, szintetikus és fél-szintetikus drogok és peszticidek közül választunk.

21. Anyagszemcsék, *azzal jellemezve*, hogy azok az 1-20. igénypontok bármelyike szerinti eljárással vannak előállítva.

22. Anyagszemcsék, *azzal jellemezve*, hogy nyomnyi mennyiségben 1-4 szénatomos fluor-szénhidrogént tartalmaznak.

— Ilap nap —
Hath.

A bejelentő helyett
a meghatalmazott

DANUBIA

Szabadalmi és Védjegy Iroda Kft.

3940/02

KÖZZÉTÉTELI PÉLDÁNY

