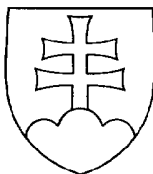


SLOVENSKÁ REPUBLIKA

(19) **SK**



ÚRAD
PRIEMYSELNÉHO
VLASTNÍCTVA
SLOVENSKEJ REPUBLIKY

PATENTOVÝ SPIS

(11) Číslo dokumentu:

278 580

(13) Druh dokumentu: **B6**

(51) Int. Cl.⁶ :

C 07C 35/44
C 07J 9/00

(21) Číslo prihlášky: 5438-90

(22) Dátum podania: 06.11.90

(31) Číslo prioritnej prihlášky:

(32) Dátum priority:

(33) Krajina priority:

(40) Dátum zverejnenia: 08.10.97

(45) Dátum zverejnenia udelenia vo Vestníku: 08.10.97

(86) Číslo PCT:

(73) Majiteľ patentu: Chemickotechnologická fakulta STU, Bratislava, SK;

(72) Pôvodca vynálezu: Cvengroš Ján, Ing., CSc., Bratislava, SK;
Lutišan Juraj, Ing., Púchov, SK;

(54) Názov vynálezu: **Spôsob prípravy sterolových alkoholov z lanolínu**

(57) Anotácia:

Organická fáza, získaná alkalickou hydrolýzou lanolínu, následným okyslením zmesi a izoláciou, obsahujúca sterolové alkoholy, voľné lanolíny a estery n-lanolínalkoholov, a ďalšie organické látky vzniknuté hydrolýzou lanolínu, sa podrobí molekulovej destilácii so stieraným filmom pri teplote 200 až 280°C a tlaku neskondenzovateľných plynov 10^{-1} až 10^2 Pa, pričom podiel destilátu z nástreku činí 60 až 75 % hmotn. a podiel zvyšku činí 25 až 40 % hmotn., a číslo kyslosti je 65 až 80 mg KOH/g, na získaný destilát sa pôsobí práškovým oxidom vápenatým a sterolové alkoholy sa získajú bežnou extrakciou a odparením acetónu alebo benzínu.

Oblasť techniky

Vynález sa týka spôsobu prípravy sterolových alkoholov z lanolínu. Tieto sterolové alkoholy pozostávajú hlavne z cholesterolu a lanosterolov. Zmes týchto alkoholov sa využíva vo farmaceutickom priemysle na syntézu steroidov a v kozmetike ako účinný emulgátor. Východisková látka lanolín, ktorá sa získava práním ovčej vlny, obsahuje najmä estery vyšších mastných kyselín s alkoholmi sterolového typu, najmä n-alkoholmi, prípadne s diolmi. Alkoholy, viazané v lanolíne, sa označujú spoločným názvom ako lanolínalkoholy a vyššie mastné kyseliny, viazané v lanolíne, spoločným názvom lanolínkyseliny.

Doterajší stav techniky

Podľa doteraz známych postupov prípravy lanolínalkoholov sa lanolín podrobuje hydrolyze v prostredí alkalického lúhu a nižšieho alkoholu pri normálnom alebo zvýšenom tlaku. Pri hydrolyze vznikne zmes alkalických mydiel lanolínkyselín a voľné lanolínalkoholy, najmä cholesterol a alnolisteroly, popri zvyšku esterov, najmä n-alkoholov, ktoré sa hydrolyzujú obtiažne. Na izoláciu lanolínalkoholov zo zmesi po hydrolyze sa používa extrakcia vhodným rozpúšťadlom, napríklad podľa U.S. Pat. 2 619 495 a čs. autorského osvedčenia č. 231 912 benzínom, pričom sa využíva nízka rozpustnosť alkalických mydiel v extrakčnom činidle. Nevýhodou týchto postupov je vysoká spotreba rozpúšťadiel pri viacnásobnej extrakcii a nutnosť vykonávať extrakciu pri zvýšených teplotách okolo teploty varu extrakčného činidla. Je známy tiež postup podľa č. pat. 88 805, pri ktorom sa alkalické mydlá lanolínkyselín rozložia minerálnou kyselinou a voľné lanolínkyseliny sa potom prevedú na vápenaté alebo horečnaté soli, ktoré sú v rozpúšťadlách nerozpustné, a vzniknutá zmes sa podrobí extrakcii. Jeho nevýhodou je to, že prítomné nezhydrolyzované estery a ďalšie látky uhlíkovodíkového typu prechádzajú do roztoku spolu s lanolínalkoholmi, znečisťujú ich, zriedňujú a sfarbuju. Svojou prítomnosťou aj sťažujú oddelenie vápenatých solí, keďže vznikajú slizovité ťažko filtrovateľné suspenzie.

Podstata vynálezu

Táto nevýhoda je odstránená pri postupe podľa vynálezu, ktorého podstatou je, že na prípravu vápenatých solí lanolínkyselín reakciou s práškovým oxidom vápenatým sa použije destilát získaný zo zmesi voľných lanolínalkoholov, voľných lanolínkyselín, esterov a ďalších látok uhlíkovodíkového typu destiláciou v krátkocestnej odparke so stieraným filmom pri teplote 200 až 280 °C a tlaku neskondenzovateľných plynov 10^{-1} až 10^2 Pa, pričom hmotnostný podiel destilátu z nástreku je 60 až 75 % a jeho číslo kyslosti je 65 až 80 mg KOH/g.

Postup podľa vynálezu má niekoľko výhod. Destilačnou úpravou zmesi po hydrolyze a rozklade alkalických mydiel sa v destiláte oddeľujú prchavejšie lanolínalkoholy a lanolínkyseliny, kým nezhydrolyzované estery, najmä obtiažne rozložiteľné estery lanolínkyselín s n-alkoholmi, ostávajú spolu so živíčovými a farebnými produktmi v destilačnom zvyšku. Na druhej strane tieto estery ostávajú neporušené a chemicky nezmenené k dispozícii na

prípadnú izoláciu ďalších fyziologicky účinných zložiek. Číslo kyslosti destilátu po odstránení neutrálneho destilačného zvyšku sa voči pôvodnému materiálu zvyší, čo je významné z hľadiska delenia suspenzie vápenatých mydiel do roztoku. Toto rozdeľovanie fáz je výrazne lepšie v prípade vyšších čísel kyslosti, kedy sa netvorí ťažko filtrovateľné gélovité štruktúry. Koncentrát lanolínalkoholov, pripravený postupom podľa vynálezu, je svetložltej farby a nevyžaduje dodatočné dočisťovanie. Pri podmienkach molekulovej destilácie v krátkocestnej odparke, pri šetrnom spracovaní termolabilných látok, nedochádza k vedľajším rozkladným reakciám účinkom zvýšených teplôt. Keďže pri miernych podmienkach hydrolyzy prakticky nedochádza k hydrolyze esterov lanolínkyselín s n-alkoholmi a vo vode rozpustné dioly do organickej vrstvy neprechádzajú, na konci procesu získané lanolínalkoholy sú prakticky čisté sterolové alkoholy.

Do roztoku alkalického hydroxidu sodného NaOH alebo draselného KOH v zmesi malého množstva vody s nižším alkoholom, napríklad etanolom alebo izopropanolom, sa prileje roztavený lanolín a pod spätným chladičom pri miešaní sa nechá reagovať dostatočne dlhý čas. Reakčná zmes sa potom okyslí zriedenou minerálnou kyselinou, napríklad chlorovodíkovou HCl alebo sírovou H_2SO_4 , vylúčená organická vrstva sa dvakrát premyje vodou a odstráni sa z nej zvyšky vody a nižšieho alkoholu, najvýhodnejšie v odparke so stieraným filmom pri nižšom tlaku. Takto upravená zmes voľných lanolínkyselín, voľných lanolínalkoholov, esterov a ďalších organických látok sa podrobí destilácii na krátkocestnej odparke so stieraným filmom pri teplote 200 až 280 °C a tlaku neskondenzovateľných plynov 10^{-1} až 10^2 Pa, výhodne na viacstupňovej odparke so stúpajúcou teplotou v jednotlivých stupňoch. Získa sa takto destilát s podielom 60 až 75 % hmotn. vzhľadom na východiskové množstvo na destiláciu. Destilát sa po roztavení zmieša s práškovým oxidom vápenatým v množstve zodpovedajúcom 1,5 až 2,5 násobku ekvivalentného množstva podľa čísla kyslosti destilátu a udržuje sa pri zvýšenej teplote a miešaní, kým z prítomných lanolínkyselín nevzniknú vápenaté mydlá. Do zmesi sa po schladení prileje vhodné rozpúšťadlo, napríklad acetón alebo benzín, zmes sa premieša a vzniknutá suspenzia sa oddelí usadením alebo filtráciou. Po odstránení rozpúšťadla z kvapalnej fázy sa získa zmes lanolínalkoholov sterolového typu.

Príklad uskutočnenia vynálezu

V 1 litri 90 % roztoku etanolu vo vode sa pridá 40 g NaOH a pri zvýšenej teplote pod spätným chladičom za miešania sa nechá rozpustiť. K vzniknutému roztoku sa pridá 400 g roztaveného lanolínu a nechá sa reagovať 5 hodín. Do reaktora sa po čiastkách prileje kyselina solná v miernom prebytku voči použitému lúhu na hydrolyzu. Zmes po intenzívnom premiešaní sa preleje do deliaceho lievika a pri teplote 75 °C sa dvakrát premyje vodou. Vylúčená organická fáza sa potom pri prechode odparkou so stieraným filmom pri teplote 100 °C a tlaku 10^4 Pa zbaví zvyškov vody a etanolu. Organická fáza je tmavohnedá hmota, pri laboratórnej teplote tuhá, jej číslo kyslosti je 58 mg KOH/g. Zmes sa podrobí destilácii na krátkocestnej odparke so stieraným filmom pri teplote ohrevného oleja 240 °C a tlaku neskondenzovateľných plynov 12 Pa, pričom sa získa destilátová frakcia s podielom

72 % a destilačný zvyšok 28 % z hmotnosti východiskového materiálu na destiláciu. Číslo kyslosti destilátu je 72 mg KOH/g, destilát má svetložltú farbu. 250 g destilátu sa zmieša s 20 g práškoveho oxidu vápenatého, vyhreje sa na teplotu 90 až 120 °C a za miešania sa nechá zrea-
govať počas 15 min. Po schladení na teplotu 50 °C sa
prileje 200 ml acetónu a po dôkladnom premiešaní sa
teplá suspenzia prefiltruje. Po odstránení rozpúšťadla z
filtrátu sa získa zmes cholesterolu a lanosterolov.

5

10

Priemyselná využiteľnosť

Vynález je využiteľný v chemickom a farmaceutic-
kom priemysle.

15

PATENTOVÉ NÁROKY

Spôsob prípravy sterolových alkoholov z lanolínu
hydrolýzou v alkalickom prostredí, rozložením alkalic-
kých mydiel lanolínkyselín minerálnou kyselinou, izolá-
ciou organickej fázy obsahujúcej sterolové alkoholy,
voľné lanolínkyseliny a estery n-lanolínalkoholov a ďal-
šie organické látky vzniknuté hydrolýzou lanolínu a prí-
pravou vápenatých solí lanolínkyselín a extrakciou
vzniknutej zmesi acetónom alebo benzínom, oddelením
vápenatých solí lanolínkyselín a izoláciou sterolových al-
koholov odparením acetónu alebo benzínu, **v y z n a ě u -**
j ú c i s a t ý m, že sa organická fáza, získaná alkalic-
kou hydrolýzou lanolínu, následným okyslením zmesi a
izoláciou, obsahujúca sterolové alkoholy, voľné lanolín-
kyseliny a estery n-lanolínalkoholov a ďalšie organické
látky, vzniknuté hydrolýzou lanolínu, podrobí molekulo-
vej destilácii so stieraným filmom pri teplote 200 až 280
°C a tlaku neskondenzovateľných plynov 10^{-1} až 10^2 Pa,
pričom podiel destilátu z nástreku činí 60 až 75 % hmotn.
a podiel zvyšku činí 25 až 40 % hmotn. a číslo kyslosti je
65 až 80 mg KOH/g, na získaný destilát sa pôsobí práš-
kovým oxidom vápenatým a sterolové alkoholy sa získajú
extrakciou a odparením acetónu alebo benzínu.

20

25

30

35

40

Koniec dokumentu