



Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 09. 04. 79 (P. 214 809)

Pierwszeństwo _____

Zgłoszenie ogłoszono: 03. 11. 80

Opis patentowy opublikowano: 30. 11. 1983

Int. Cl.³ B01F 17/34
C11B 11/00

Twórcy wynalazku: Władysław Rapicki, Janusz Bołtrukiewicz, Maria Przyszczypkowska, Tadeusz Korobacz, Aleksander Nowicki, Zygmunt Stachowiak, Jerzy Kalinowski

Uprawniony z patentu: Gdańskie Zakłady Chemii Gospodarczej „Pollena”,
Gdańsk (Polska)

Sposób otrzymywania emulgatora typu w/o

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania emulgatora typu w/o z frakcji alkoholi tłuszczopłatowych i z alkoholu cetylowego.

Według znanego stanu techniki emulgatory w/o typu alkoholi lanolinowych otrzymuje się w wyniku hydrolizy tłuszczopłatów względnie lanoliny w celu uwolnienia ich z połączeń estrowych, a następnie wyodrębnienia ich na drodze ekstrakcji.

Powyższe procesy prowadzi się według dwóch schematów:

1. hydroliza wodnym roztworem środka alkalicznego, a następnie płatkowanie i suszenie mieszaniny, po czym wysuszone płatki lub granulki poddaje się ekstrakcji w układzie ciecz-ciepła stała przy pomocy benzyny ekstrakcyjnej lub chlorowcopochodnych. Otrzymane surowe alkohole lanolinowe zawierają do 10% wagowych mydeł lanolinowych. Są one niepożądanym składnikiem, utrudniającym proces oczyszczania alkoholi przez destylację czy też krystalizację lub na etapie odmywania, ze względu na emulgowanie mieszaniny. Proces ten wymaga dodatkowo operacji suszenia.
2. rozdział surowych alkoholi lanolinowych z mieszaniny po hydrolizie prowadzi się w układzie ciecz-ciecz po rozcieńczeniu hydrolizatu wodą i po wprowadzeniu alkoholu etylowego jako czynnika likwidującego emulsję. Z reguły ekstrakcję prowadzi się przy pomocy benzyny ekstrakcyjnej lub eteru naftowego. Wymagany

2

jest duży nadmiar alkaliów ze względu na umożliwienie rozdziału faz. Metoda ta posiada kilka niedogodności:

- w celu całkowitego wyekstrahowania alkoholi lanolinowych z mieszaniny wymaganych jest 5 do 7 ekstrakcji,
- wymagane jest stałe uzupełnianie ubytków alkoholu etylowego w mieszaninie poddawanej ekstrakcji,
- operację ekstrakcji prowadzi się w podwyższonej temperaturze, w około 50°C, co stwarza trudności ze względu na lotność rozpuszczalników,
- zagrożenie pożarowe spowodowane użyciem lotnych rozpuszczalników w podwyższonej temperaturze,
- straty rozpuszczalników podczas ekstrakcji w podwyższonej temperaturze,
- konieczność rozdziału rozpuszczalników odzyskiwanych z ekstrakcji.

Następnie otrzymane surowe alkohole lanolinowe poddaje się oczyszczaniu albo poprzez destylację molekularną, w wyniku której uzyskiwany jest produkt pod nazwą „Hartolan Super”, albo na drodze krystalizacji przy użyciu alkoholu etylowego, w wyniku której uzyskiwany jest produkt pod nazwą „Amerhol”.

Przy produkcji tych emulgatorów występują ograniczenia, ponieważ jest wymagany surowiec nie zawierający niejonowych detergentów lub innych

substancji powierzchniowo-czynnych, które współdestylują lub współkrystalizują z oczyszczanym produktem, co dyskwalifikuje produkt lub pogarsza jego własności. Otrzymane produkty posiadają zmienne własności, ponieważ produkt końcowy jest w pewnym stopniu uzależniony od składu materiału wyjściowego. Zależność ta warunkuje konieczność prania mydłem wełny, z której uzyskuje się tłuszczopoty lub ekstrakcji ich rozpuszczalnikiem. Ze względu na lepszą jakość wełny pranej detergentami, użycie ich staje się coraz powszechniejsze. Uzyskane taką metodą tłuszczopoty nie nadają się jednak do przerobu według znanych metod.

Sposób według wynalazku pozwala uzyskać dobry produkt niezależnie od jakości tłuszczopotów i zawartych w nich zanieczyszczeń. Metoda pozwala wyodrębnić frakcję odpowiedzialną za dobre własności emulgujące alkoholi lanolinowych i oddzielić pozostałe składniki stanowiące zanieczyszczenia.

Sposób według wynalazku przedstawia się następująco: surowe tłuszczopoty lub lanolinę poddaje się zmydleniu przy nadmiarze 20 do 50% wagowych czynnika zmydlającego, korzystnie wodorotlenku wapniowego, sodowego lub ich mieszaniny, to znaczy wodorotlenków, których mydła kwasów lanolinowych są trudno rozpuszczalne w acetonie. Zmydlenie prowadzi się przez około cztery godziny wodnoalkoholowym roztworem wodorotlenku o stężeniu 30 do 40% wagowych w przeliczeniu na roztwór wodny. Pierwszy etap zmydlenia prowadzi się wodnym roztworem, po czym dodaje się alkohol korzystnie izopropylowy w takiej ilości, aby otrzymać płynne mydła w temperaturze wrzenia alkoholu. Po całkowitym zmydleniu płynną masę przelewa się do acetonu. Wytrącone mydła dekantuje się i ekstrahuje się następną porcją acetonu. Ekstrakcję prowadzi się dwu- lub trzykrotnie używając sumarycznie taką ilość acetonu w stosunku do użytych tłuszczopotów jak 10 : 1.

Połączone ekstrakty odparowuje się, a uzyskane alkohole lanolinowe poddaje się bieleniu przy pomocy stężonego roztworu nadboranu sodu lub perhydrolu w temperaturze 80—90°C dodanego w ilości 1% wagowego frakcji alkoholowej. Odbarwione alkohole poddaje się przemyciu w temperaturze 60—80°C wodno-izopropanolowym roztworem o stężeniu 5 do 15% wagowych alkoholu izopropylowego w celu usunięcia pozostałości mydeł kwasów lanolinowych.

Po oddzieleniu przez rozwarstwienie wodnego roztworu, pozostałość poddaje się krystalizacji z metanolem, używając go w stosunku objętościowym do alkoholi jak 2 : 1. Po wyziębieniu, odsączeniu zawiesiny kryształy stapia się w temperaturze od 80 do 100°C i odpędza resztki metanolu pod próżnią. Do powstałego stopu dodaje się alkohol cetylowy z dodatkiem oleju parafinowego (1—5% wag.). W zależności od poziomu cholesterolu w alkoholach lanolinowych ilość alkoholu cetylowego wynosi 20 do 40% wagowych. Otrzymany w ten sposób stop stanowi emulgator typu w/o zawiera 30 do 35% cholesterolu.

Poniższy przykład flustruje sposób wykonania emulgatora.

Przykład I. W kolbie trój szyjnej o pojemności 1000 ml, z chłodnicą zwrotną, wkraplaczem i z mieszałem umieszcza się 500 g tłuszczopotów o liczbie zmydlenia 96. Zawartość kolby ogrzewa się do temperatury 80°C, po czym przerywa się ogrzewanie i wdozowuje się jednorazowo wodny roztwór wodorotlenku sodu, uzyskany z rozтворzenia 50 g NaOH w 80 ml wody. Po całkowitym wymieszaniu zawartości i zakończeniu silnie egzotermicznej reakcji do kolby dodaje się 100 ml izopropanolu, a mieszaninę ogrzewa się w ciągu czterech godzin.

W wypadku bardzo płynnej masy część izopropanolu oddestylowuje się do uzyskania syropowatej cieczy. Tak uzyskaną zmydloną gorącą masę wlewa się do 3 litrowego naczynia z mieszałem, w którym znajduje się 1500 ml acetonu. Zawartość naczynia miesza się co pewien czas, aby wyrównać stężenie ekstraktu. Po około 6 godzinach oddziela się klarowny roztwór przez dekantację lub sączenie, a osad zalewa się jeszcze dwukrotnie porcjami po około 1500 ml acetonu. Z otrzymanych połączonych ekstraktów, z dwu lub trzech ekstrakcji, oddestylowuje się całkowicie aceton.

Do pozostałości mieszając dodaje się 2 g nadboranu sodu w 4 g wody, w temperaturze 60—80°C. Po zakończeniu wywiązywania się tlenu, co następuje w ciągu 1 do 2 godzin, do mieszaniny dodaje się około 200 ml wody z dodatkiem 5% wagowych izopropanolu — po wymieszaniu w temperaturze 70—80°C rozwarstwa się fazy. Warstwę dolną odpuszcza się, a górną ponownie przemywa wodą z dodatkiem izopropanolu. Przemycanie prowadzi się do uzyskania jasnych ługów przemysłowych. Oddzieloną fazę organiczną osusza się pod próżnią w temperaturze do 120°C, po czym schładza się i dodaje 400 ml metanolu. Całość ogrzewa się do wrzenia, następnie schładza się do 10°C. Po 6 godzinach schłodzoną zawiesinę kryształów sączy się. Otrzymany osad przemywa się niewielką ilością metanolu, stapia w temperaturze 80—100°C i usuwa pod próżnią ślady metanolu. W otrzymanej frakcji alkoholi lanolinowych oznacza się cholesterol, którego zawartość wynosi około 50% wagowych.

Do otrzymanej frakcji, w temperaturze 80°C, wprowadza się stopiony alkohol cetylowy w takiej ilości, by zawartość końcowa cholesterolu w mieszaninie wynosiła 30 do 35% wagowych. Dodaje się również olej parafinowy w ilości 1 do 5% wagowych w stosunku do alkoholu cetylowego, tak aby uzyskać temperaturę kroplenia stopu wynoszącą 84—87°C. Otrzymuje się około 200 g stopu wykazującego własności dobrego emulgatora typu w/o.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania emulgatora typu w/o z tłuszczopotów lub z lanoliny na drodze ich alkalicznego rozszczepiania i ekstrakcji surowych alkoholi lanolinowych oraz ich oczyszczania i dodatkowego korygowania składu końcowego kompozycji, **znamienny tym**, że zmydlenie tłuszczopotów lub korzystnie lanoliny prowadzi się przy pomocy mieszaniny izopropanol, woda, wodorotlenek metalu alkalicznego lub ziem alkalicznych, korzystnie wodorotlenku sodu, dodanego w nadmiarze 20 do 50%

Wagowych, po czym zmydloną mieszaninę poddaje się ekstrakcji w układzie ciec-ciało stałe acetonem, a otrzymany ekstrakt alkoholi lanolinowych poddaje się zagęszczeniu do całkowitego odparowania rozpuszczalnika, po czym otrzymane surowe alkohole poddaje się bieleniu nadboranem sodu lub perhydrolem, a następnie odmywa się powstały boran

sodu oraz ślady mydeł wodą z dodatkiem 5 do 15% wagowych izopropanolu, po czym frakcję organiczną poddaje się krystalizacji z metanolu, a otrzymane kryształy po osuszeniu stapia się z alkoholem cetylowym zawierającym 1 do 5% wagowych oleju parafinowego w takiej ilości, ażeby uzyskać stop zawierający 30 do 35% wagowych cholesterolu.