



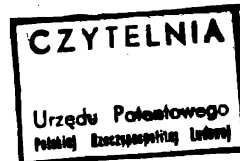
Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 07.09.78 (P. 209500)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 12.02.79

Opis patentowy opublikowano: 23.06.1981



Int. Cl.² C01B 25/32

Twórcy wynalazku: Andrzej Krajewski, Mieczysław Łada, Romuald Pawlęty,
Stanisław Szematowicz, Stanisław Witkowski

Uprawniony z patentu: Zakład Doświadczalny Produktów Nieorganicznych
„Sulfochem” w Instytucie Chemii Nieorganicznej,
Luboń k/Poznań (Polska)

Sposób wytwarzania fosforanu dwuwapniowego dla celów kosmetycznych

1
Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania fosforanu dwuwapniowego dla celów kosmetycznych w szczególności do produkcji pasty do zębów. Znane są sposoby otrzymywania fosforanu dwuwapniowego polegające na jego wytrącaniu z roztworów kwasu fosforowego względnie jego soli za pomocą soli wapniowych w odpowiednich warunkach technologicznych. Do takich sposobów należy sposób wytwarzania sypkiego fosforanu dwuwapniowego przedstawiony w polskim opisie patentowym nr 56573. Znany jest także sposób wytwarzania fosforanu dwuwapniowego o niskiej zawartości fluoru, według polskiego opisu patentowego nr 59956, polegający na traktowaniu fosforytu kwasem azotowym i zobojętnianiu powstałego roztworu amoniakiem do pH około 3. Otrzymany produkt ma niejednorodne uziarnienie w ilości 80% poniżej 50 μm i 20% powyżej 50 μm.

Za pomocą tych metod nie otrzymuje się produktu o wymaganej wielkości kryształu poniżej 45 μm bezpośrednio w procesie strącania soli. Poza tym produkt nie jest odporny na działanie bakterii, co jest szczególnie ważne w przemyśle kosmetycznym.

W sposobie według wynalazku stwierdzono, że w przypadku zastosowania organicznego stabilizatora w procesie wytwarzania fosforanu dwuwapniowego w formie soli amoniowych, najkorzystniej preparatu Kaminox 05RB stanowiącego roztwór chlorku benzylopolioksyetyloamoniowego, zamiast dotychczas używanych stabilizatorów nieorganicznych, istnieje możliwość bezpośredniego uzyskania produktu o odpowiednim uziarnieniu, wynoszącym w 90% poniżej 45 μm, a jednocześnie

2
sterylnego i odpornego na wtórne skażenie bakteriami.

W tym celu do roztworu kwasu fosforowego o stężeniu 50% wagowych dodaje się 5% wodnego roztworu soli amoniowej, najkorzystniej preparatu Kaminox 05RB, stanowiącego roztwór chlorku benzylopolioksyetyloamoniowego i poddaje się go reakcji z solą wapniową, najlepiej z węglanem wapniowym w postaci stałej, przy równoczesnym intensywnym mieszaniu i chłodzeniu mieszaniny reakcyjnej. Temperatura w reaktorze winna być utrzymywana w granicach 20–30°C. Wytrącony osad fosforanu dwuwapniowego oddziela się od ługu macierzystego i suszy w znany sposób.

W przykładzie 1 przedstawiono sposób wytwarzania żądanego produktu według dotychczasowego stanu techniki, a w przykładzie 2 i 3 przebieg otrzymywania i właściwości otrzymanego produktu według sposobu opisanego wynalazku.

15
20
Przykład I. Do 106 kg 50% kwasu fosforowego o temperaturze 25°C wprowadza się przy intensywnym mieszaniu 42 kg węglanu wapnia w postaci stałej. Podczas procesu strącania fosforanu dwuwapniowego temperatura mieszaniny reakcyjnej utrzymywana jest na poziomie 25°C.

25
Wytrącony fosforan dwuwapniowy, po wysuszeniu znanymi metodami, posiada uziarnienie powyżej 100 μm, oraz zawiera 60 tysięcy jednostek bakterii/gram, co dyskwalifikuje go dla celów kosmetycznych.

30
Przykład II. Do 106 kg kwasu fosforowego o temperaturze 25°C dodaje się 0,5 kg stabilizatora stanowiącego 5% roztwór chlorku benzylopolioksyetyloamoniowego

3

amoniowego. Następnie przy intensywnym mieszaniu i chłodzeniu wprowadza się 62 kg węgla wapniowego, w postaci stałej. Temperaturę mieszaniny reakcyjnej w czasie wytrącania fosforanu dwuwapniowego utrzymuje się na poziomie 25°C. Wytrącony w ten sposób fosforan dwuwapniowy, po wysuszeniu znanymi metodami posiada uziarnienie powyżej 48 μm (90% poniżej 45 μm), oraz zawiera poniżej 100 jednostek bakterii/gram, co kwalifikuje go dla celów kosmetycznych, w szczególności do wyrobu pasty do zębów.

Przykład III. Do 106 kg kwasu fosforowego o temperaturze 25°C dodaje się 0,5 kg stabilizatora stanowiącego 5% roztwór octanu dwupolioksyetyloalkilaminy. Do przygotowanego w ten sposób kwasu wprowadza się przy intensywnym mieszaniu 62 kg węgla wapniowego w postaci stałej. W czasie wytrącania fosforanu dwuwapniowego temperaturę mieszaniny reakcyjnej utrzymuje się na poziomie 28°C. Otrzymany pro-

4

dukt zawiera 30% kryształów o wielkości 45–60 μm , natomiast pozostała ilość mieści się poniżej 45 μm , przy zawartości bakterii poniżej 60 szt/gram.

5

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania fosforanu dwuwapniowego dla celów kosmetycznych, przez reakcję kwasu fosforowego z solami wapniowymi, **znamienny tym**, że do roztworu kwasu fosforowego wprowadza się stabilizator organiczny w postaci 5% wodnego roztworu czwartorzędowej soli amoniowej, najkorzystniej roztworu chlorku benzylopolioksyetyloalkiloamoniowego I poddaje się go reakcji z solą wapniową, najlepiej z węglanem wapniowym, utrzymując temperaturę mieszaniny reakcyjnej w granicach 20–30°C, wytrąca osad fosforanu dwuwapniowego, który oddziela się od ługu macierzystego i suszy.