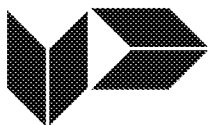


(19)



URZĄD
PATENTOWY
RZECZYPOSPOLITEJ
POLSKIEJ

(10)

PL 439071 A1

(12)

Opis zgłoszeniowy wynalazku

(z daty zgłoszenia)

(21) Numer zgłoszenia: **439071**(22) Data zgłoszenia: **2021.09.28**(43) Data publikacji o zgłoszeniu: **2023.04.03 BUP 14/2023**

(51) MKP:

C08L 91/08 (2006.01)**B01F 23/41** (2022.01)**D21H 17/60** (2006.01)

(71) Zgłaszający:

**SIEĆ BADAWCZA ŁUKASIEWICZ
– INSTYTUT CIĘŻKIEJ SYNTEZY
ORGANICZNEJ BLACHOWNIA,
Kędzierzyn-Koźle, PL**

(72) Twórca(-y):

**JULIA WOCH, Gliwice, PL
JOLANTA IŁOWSKA, Kędzierzyn-Koźle, PL
KAMIL KORASIAK, Rozkochów, PL
RAFAŁ GRABOWSKI, Gliwice, PL
RENATA FISZER, Kędzierzyn-Koźle, PL
JUSTYNA CHROBAK, Kędzierzyn-Koźle, PL
ILONA SCUDŁO, Dobieszowice, PL
JOANNA FLESZER, Kędzierzyn-Koźle, PL
HALINA MITKA, Radziejów, PL
BRONISŁAW DEJNEGA, Kędzierzyn-Koźle, PL**

(74) Pełnomocnik:

Renata Fiszer, Kędzierzyn-Koźle, PL

(54) Tytuł:

Sposób wytwarzania emulsji parafinowo - poliolefinowej

(57) Skróć opisu:

Przedmiotem zgłoszenia jest sposób wytwarzania emulsji parafinowo-poliolefinowej, który polega na tym, że w temperaturze 80 - 99°C miesza się aż do uzyskania jednorodnej mieszaniny 680 części wagowych rafinowanej parafiny z przeróbki ropy naftowej będącej mieszaniną stałych, wysokocząsteczkowych węglowodorów, przede wszystkim n-parafinowych i/lub parafiny syntetycznej z syntezy Fischera-Tropscha, z 15 - 85 częściami wagowymi monostearynianu gliceryny, z 10 - 60 częściami wagowymi stearynianu sodu oraz z 4 - 22 częściami wagowymi glikolu oksyetylenowanego ośmioma cząsteczkami tlenku etylenu, po czym stopniowo wprowadza się wodę o temperaturze 85 - 95°C tak, aby temperatura zawartości reaktora nie obniżyła się poniżej 88°C, zawartość reaktora miesza się jeszcze w temperaturze 90 - 99°C przez 10 - 60 minut, po czym poddaje się dwukrotnie dwustopniowej homogenizacji, przepuszczając zawartość reaktora przez wysokociśnieniowy homogenizator przy ciśnieniu 5 - 60 MPa na pierwszym stopniu homogenizacji oraz przy ciśnieniu 0,1 - 10,0 MPa na drugim stopniu homogenizacji.

Sposób wytwarzania emulsji parafinowo – poliolefinowej

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania emulsji parafinowo – poliolefinowej przeznaczonej przede wszystkim do powlekania papieru przeznaczonego do produkcji opakowań do przechowywania nasion i do impregnacji papieru przeznaczonego do kontaktu z żywnością.

Emulsje wykorzystywane są w wielu gałęziach przemysłu takich jak przemysł kosmetyczny, farmaceutyczny, rolniczy, spożywczy, środków ochrony roślin, tekstylny, budowniczy, farb i lakierów, papierniczy, przetwórstwa skór, górniczy, galwanotechniczny, petrochemiczny i środków czystości. Wodne emulsje wosków wykorzystywane są przy produkcji kosmetyków, farmaceutyków, przemyśle spożywczym, przemyśle tekstylnym, w budownictwie, przemyśle papierniczym i środków ochronnych.

Opakowanie stanowi barierę między produktem a czynnikami zewnętrznymi, której główną funkcją jest zachowanie odpowiedniej ochrony zawartości. W celu polepszenia właściwości ochronnych opakowań, zalecana jest ich impregnacja. Impregnaty powinny cechować się odpowiednią wodoodpornością, prostotą nakładania, możliwie niską ceną i przede wszystkim bezpieczeństwem stosowania. Środek powlekający papier do opakowań powinien zapewnić odpowiednie właściwości barierowe przeciwko przenikaniu niepożądanych substancji z samego opakowania oraz otoczenia do materiału przechowywanego.

Obecnie, jako impregnaty do opakowań stosowane są lakiery, woski i warstwy termoplastycznych polimerów. Wysoka hydrofobowość tych powłok uniemożliwia efektywny recykling pokrytych nimi opakowań z uwagi na trudności w usunięciu impregnatu. Inne rodzaje powłok ochronnych to dyspersje polimerowe (BASF), charakteryzujące się dobrymi właściwościami ochronnymi, jednak ich koszt jest zbyt wysoki.

W polskim patencie 196969 ujawniono sposób wytwarzania emulsji węglowodorowej z gaczu parafinowego i/lub parafiny znamienny tym, że wodę, korzystnie zdemineralizowaną, w ilości 300 - 660 części wagowych, boraks dziesięciowodny w ilości 0,1 - 20 części wagowych, dietanoloaminę i/lub monoetanoloaminę i/lub trietanoloaminę w ilości 0,1-4 części wagowych oraz olej napędowy i/lub olej parafinowy i/lub olej wazelinowy w ilości 0-20 części wagowych ogrzewa

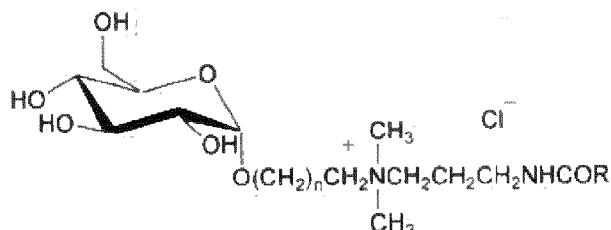
się w temperaturze 60 - 100°C i miesza się do uzyskania jednorodnej mieszaniny, po czym stopniowo wprowadza się do reaktora, w którym w temperaturze 65-100°C znajduje się 700-900 części wagowych gączy parafinowego i/lub parafiny z dodatkiem 15-75 części wagowych stearyny, całość mieszając ogrzewa się do temperatury 65-100°C do uzyskania jednorodnej mieszaniny, po czym wprowadza się wodny roztwór amoniaku w ilości 0-10 części wagowych w przeliczeniu na amoniak 100% oraz olej napędowy i /lub olej parafinowy i /lub olej wazelinowy w ilości 0-20 części wagowych, całość miesza się w temperaturze 60 - 100°C przez 5-120 minut, po czym otrzymaną mieszaninę kieruje się do pompy, którą mieszaninę przetłacza się przez zawór homogenizujący pracujący pod ciśnieniem 2-30 MPa, następnie mieszaninę rozpręża się i chłodzi.

W polskim zgłoszeniu P.411776 przedstawiono sposób otrzymywania emulsji parafinowej znamienny tym, że w temperaturze 80 - 99°C 80 części wagowych parafiny, 3-10 części wagowych stearyny i 0-15 części wagowych monostearynianu gliceryny miesza się aż do uzyskania jednorodnej mieszaniny, następnie stopniowo dozuje się roztwór zawierający 0,1 - 5 części wagowych monoetanolaminy i/lub dietanolaminy i/lub trietanolaminy, 0,1 - 0,8 części wagowych wodorotlenku sodu w 50 - 200 częściach wagowych wody tak, aby temperatura w reaktorze nie obniżyła się poniżej 85 - 90°C, zawartość reaktora miesza się w temperaturze 90 - 99°C i miesza się jeszcze przez 10-60 minut, po czym wyłącza się mieszanie, całość pozostawia na kilkanaście minut w celu wstępnego odpowietrzenia, następnie poddaje się dwustopniowej homogenizacji, przepuszczając ją przez wysokociśnieniowy homogenizator przy ciśnieniu 5 - 60 MPa na pierwszym stopniu homogenizacji oraz ciśnieniu 0,1 - 10,0 MPa na drugim stopniu homogenizacji.

W zgłoszeniu P.414098 opisano sposób polegający na tym, że w temperaturze 80 - 99°C 100 części wagowych parafiny z ropy naftowej i/lub syntetycznej, 2 - 10 części wagowych stearyny, 5 - 15 części wagowych monostearynianu gliceryny oraz 0 - 5 części wagowych etoksyłowanego monostearynianu sorbitanu, 0 - 5 części wagowych monostearynianu sorbitanu, 0 - 5 części wagowych etoksyłowanego monooleinianu sorbitanu i 0 - 5 części wagowych monooleinianu sorbitanu miesza się aż do uzyskania jednorodnej mieszaniny, następnie stopniowo dozuje się roztwór zawierający 0,2 - 1,0 części wagowych wodorotlenku sodu w 60 - 250 częściach wagowych wody tak, aby temperatura w reaktorze nie obniżyła się poniżej 85 - 90°C, następnie zawartość reaktora miesza się w temperaturze 90 - 99°C jeszcze przez 10 - 60 minut, po czym wyłącza się mieszanie, całość pozostawia na kilkanaście minut w celu wstępnego odpowietrzenia, poddaje się co najmniej raz dwustopniowej homogenizacji, przepuszczając zawartość reaktora

przez wysokociśnieniowy homogenizator przy ciśnieniu 5 - 60 MPa na pierwszym stopniu homogenizacji oraz przy ciśnieniu 0,1 - 10,0 MPa na drugim stopniu homogenizacji.

Z polskiego zgłoszenia P.421939 znany jest sposób otrzymywania emulsji parafinowej znamienny tym, że w temperaturze 80 - 99°C 50-100 części wagowych parafiny z ropy naftowej i 0-50 części wagowych parafiny syntetycznej, 2 - 10 części wagowych stearyny i 5-15 części wagowych monostearynianu gliceryny oraz 1-5 części wagowych emulgatora o wzorze:



gdzie $n=2$ lub 3 , a $R=\text{C}_{15}\text{H}_{31}$.

miesza się aż do uzyskania jednorodnej mieszaniny, następnie stopniowo dozuje się taką ilość roztworu zawierającego 0,2 - 1,0 części wagowych wodorotlenku sodu w 60 - 250 częściach wagowych wody, aby uzyskać pH emulsji na poziomie nie mniejszym niż 9, przy czym szybkość dozowania roztworu wodorotlenku sodu dobiera się tak, aby temperatura w reaktorze nie obniżyła się poniżej 85 - 90°C, następnie zawartość reaktora miesza się w temperaturze 90 - 99°C jeszcze przez 10 - 60 minut, po czym wylacza się mieszanie, całość pozostawia w celu wstępnego odpowietrzenia, po czym poddaje się co najmniej raz dwustopniowej homogenizacji, przepuszczając zawartość reaktora przez wysokociśnieniowy homogenizator przy ciśnieniu 5-60 MPa na pierwszym stopniu homogenizacji oraz przy ciśnieniu 0,1 - 10,0 MPa na drugim stopniu homogenizacji.

Z polskiego opisu P.423356 znany jest sposób wytwarzania emulsji parafinowo- polietylenowej polegający tym, że w temperaturze 80 - 99°C 100 części wagowych parafiny z ropy naftowej i ewentualnie syntetycznej, 0,1 - 12 części wagowych syntetycznego wosku polialfaolefinowego o liczbie atomów węgla w monomerze 10 lub więcej, i/lub wosku polietylenowego o gęstości 0,92-0,94 g/cm³ i rozkładzie mas cząsteczkowych w zakresie 800-1500, 5,1 - 15 części wagowych monostearynianu gliceryny oraz 5 - 15 części wagowych monostearynianu polioksyetylenosorbitanu, miesza się aż do uzyskania jednorodnej mieszaniny, po czym stopniowo wprowadza się 150-210 części wagowych wody o temperaturze 85-95°C, tak aby temperatura zawartości reaktora nie obniżyła się poniżej 88°C, zawartość reaktora miesza się w temperaturze 90 - 99°C jeszcze przez 10 - 60 minut, całość pozostawia się do wstępnego odpowietrzenia, po czym poddaje się co najmniej raz dwustopniowej homogenizacji, przepuszczając zawartość

reaktora przez wysokociśnieniowy homogenizator przy ciśnieniu 5 - 60 MPa na pierwszym stopniu homogenizacji oraz przy ciśnieniu 0,1 - 10,0 MPa na drugim stopniu homogenizacji.

Z polskiego opisu P.423347 znana jest emulsja parafinowo- polietylenowa zawierająca 5-30 części wagowych fosforanu 2-etyloheksylu, 50-90 części wagowych wody charakteryzującej się przewodnictwem właściwym nieprzekraczającym 2,0 $\mu\text{S}/\text{cm}$, 0-10 części wagowych polioksyetylenoglikolu, 0-10 części wagowych oleiny roślinnej, 0-10 części wagowych butyldiglikolu, 0,5-20 części wagowych ługu sodowego lub potasowego.

W patencie CN 109594422 przedstawiono opakowanie papierowe składające się z materiału na bazie papieru i powłoki na bazie wosku. Materiał papierowy wytworzony jest z papieru, żywicy poliamido-epichlorohydrynowej, kalafonii i siarczanu glinu. Powłoka wytworzona jest z wosku, emulsji tłuszczoodpornej oraz emulsji lateksowej. Opakowanie takie wykorzystywane jest do przechowywania żywności.

Celem wynalazku było opracowanie nieskomplikowanego i ekonomicznego sposobu otrzymywania emulsji parafinowo – poliolefinowej przeznaczonej przede wszystkim do powlekania papieru przeznaczonego do produkcji opakowań do przechowywania nasion i do impregnacji papieru przeznaczonego do kontaktu z żywnością.

Okazało się, że na bazie rafinowanej parafiny z przeróbki ropy naftowej będącej mieszaniną stałych, wysokocząsteczkowych węglowodorów, przede wszystkim n-parafinowych i/lub parafiny syntetycznej z syntezy Fischera-Tropscha, monostearynianu gliceryny, stearynianu sodu oraz glikolu oksyetylenowanego ośmioma cząsteczkami tlenu etylenu możliwe jest opracowanie nieskomplikowanego i ekonomicznego sposobu wytwarzania bardzo trwałej emulsji parafinowej do impregnacji papieru przeznaczonego do produkcji opakowań do przechowywania nasion.

Istota sposobu wytwarzania emulsji parafinowo-poliolefinowej polega na tym, że w temperaturze 80 - 99°C miesza się aż do uzyskania jednorodnej mieszaniny 680 części wagowych rafinowanej parafiny z przeróbki ropy naftowej będącej mieszaniną stałych, wysokocząsteczkowych węglowodorów, przede wszystkim n-parafinowych i/lub parafiny syntetycznej z syntezy Fischera-Tropscha, z 15-85 częściami wagowymi monostearynianu gliceryny, z 10-60 częściami wagowymi stearynianu sodu oraz z 4-22 częściami wagowymi glikolu oksyetylenowanego ośmioma cząsteczkami tlenu etylenu, po czym stopniowo wprowadza się wodę o temperaturze 85-95°C tak, aby temperatura zawartości reaktora nie obniżyła się poniżej

88°C, zawartość reaktora miesza się jeszcze w temperaturze 90 - 99°C przez 10 - 60 minut, po czym poddaje się dwukrotnie dwustopniowej homogenizacji, przepuszczając zawartość reaktora przez wysokociśnieniowy homogenizator przy ciśnieniu 5 - 60 MPa na pierwszym stopniu homogenizacji oraz przy ciśnieniu 0,1 - 10,0 MPa na drugim stopniu homogenizacji.

Korzystnie jest, jeżeli zawartość reaktora przed homogenizacją pozostawia się do wstępnego odpowietrzenia.

Korzystnie jest, jeżeli na drugim stopniu homogenizacji stosuje się ciśnienie kilkakrotnie niższe, niż na pierwszym stopniu homogenizacji.

Emulsje otrzymane sposobem według wynalazku, charakteryzują się wyjątkową stabilnością, w których praktycznie nie zachodzą żadne zmiany makroskopowe w okresie do 90 dni przechowywania w temperaturze 25 °C. Dodatkowo dzięki zastosowaniu glikolu oksyetylenowanego ośmioma cząsteczkami tlenu etylenu powłoka powstała w wyniku naniesienia emulsji tym sposobem na papier charakteryzuje się wysoką elastycznością.

Przykłady

W emulsjach otrzymanych sposobem według wynalazku w przykładach 1-4 oznacza się indeks TSI oraz lepkość pozorną.

Indeks TSI – Turbiscan Stability Index odzwierciedla zmiany destabilizacyjne zachodzące w emulsjach otrzymanych w przykładach. Indeks pozwala ilościowo oszacować stopień występowania tych zmian w próbce. Zmianami takimi może być na przykład smietankowanie, koagulacja, koalescencja kropeł lub sedymentacja.

Pomiar prowadzi się urządzeniem Turbiscan. Pomiar polega na skanowaniu próbki pulsującym źródłem światła w bliskiej podczerwieni (długość fali 880 nm). Wyniki, to jest wartość transmitancji (T) oraz natężenia światła wstecznie rozproszonego (RW) zbierane są za pomocą dwóch detektorów, odpowiednio oraz transmitancji i natężenia światła rozproszonego, w zależności od wysokości naczynia pomiarowego co 40 µm. Dane, zbierane z zaprogramowaną częstotliwością, pozwalają zobrazować kolejno występujące stany badanej substancji, charakteryzując stabilność produktu. Zgodnie z teorią rozpraszania światła (teoria Mie [Hahn, David W. (July 2009). "Light Scattering Theory" University of Florida]), wartość natężenia światła wstecznie rozproszonego zależy od rozmiaru i stężenia cząstek w dyspersji.

Im większe zmiany zachodzą w próbce tym większe różnice w porównaniu z wyjściowym materiałem oznaczane są w badaniu, tym wyższe uzyskuje się wartości TSI. Indeks stabilności

TSI jest wyznaczany z porównania danych otrzymanych w określonym czasie z określoną częstotliwością pomiarów:

$$TSI = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - x_{RW})^2}{n - 1}}$$

gdzie: x_i jest średnią wartością natężenia światła rozproszonego w danej chwili, x_{RW} jest średnią x_i a n jest całkowitą liczbą pomiarów, RW – natężenie rozproszonego światła,

Im niższa wartość TSI, tym mniej zmian zachodzi w próbce.

Lepkości pozorna

Oznaczenie lepkości pozomej emulsji metodą Brookfielda wykonuje się według normy PN-ISO 2555 za pomocą lepkościomierza Brookfield RVDV-II+. Temperaturę próbek (23°C) w trakcie pomiaru utrzymuje się za pomocą termostatu Brookfield. Pomiar wykonuje się umieszczając w badanej próbce końcówkę pomiarową (wrzeciono), która następnie wykonuje ruch obrotowy z zadaną prędkością. Wrzeciono sprzężone jest ze skalibrowaną sprężyną. Mierzone jest odkształcenie sprężyny spowodowane siłą oporu hamującą ruch obrotowy wrzeciona, która wynika z lepkości próbki. Pomiar przeprowadza się w temperaturze 23°C, przy użyciu wrzeciona nr 28 i prędkości 100 obrotów/minutę.

Wysoka lepkość w przykładach 2 i 6, w których stosuje się ester kwasu laurynowego kopolimeru EO-PO-EO może być spowodowana większym niż w przypadku pozostałych emulgatorów oddziaływaniem pomiędzy sobą zemulgowanych cząsteczek emulsji, co prowadzi do wzrostu naprężeń ścinających w emulsji, a tym samym do wyższej lepkości pozornej i w konsekwencji wyższej stabilności otrzymanej na jego podstawie emulsji. Jest to również zgodne z wnioskami jakie uzyskano dla innych emulgatorów typu estrowego, spośród których estry kwasu laurynowego wykazywały najlepsze własności emulsyjne.

Przykład 1

Do szklanego reaktora o pojemności nominalnej 2,5 l zaopatrzonego w płaszcz grzejny, termoparę, chłodnicę zwrotną, mieszadło z regulacją obrotów wprowadza się 340 g rafinowanej parafiny z przeróbki ropy naftowej będącej mieszaniną stałych, wysokocząsteczkowych węglowodorów, przede wszystkim n-parafinowych, 340 g parafiny syntetycznej z syntezy Fischera-Tropscha, 68 g monostearynianu gliceryny, 39 g stearynianu sodu oraz 13,6 g glikolu oksyetylenowanego ośmioma cząsteczkami tlenu etylenu. Mieszaninę ogrzewa się do temperatury 95°C z jednoczesnym mieszaniem składników z szybkością 300 obrotów na minutę, aż do uzyskania jednorodnej mieszaniny przez 20 minut. Do uzyskanej mieszaniny stopniowo wprowadza się

1200 g wody o temperaturze 95°C tak, aby temperatura zawartości reaktora nie obniżyła się poniżej 88 °C. Mieszaninę miesza się (300 obrotów na minutę) w temperaturze 95°C przez 25 minut. Po tym czasie mieszaninę pozostawia się na 5 minut, po czym uzyskaną emulsję poddaje się dwukrotnie dwustopniowej homogenizacji, przepuszczając przez homogenizator z prędkością 9 litrów/godzinę, przy ciśnieniu 13 MPa na pierwszym stopniu homogenizacji oraz ciśnieniu 4 MPa na drugim stopniu homogenizacji. Po zakończeniu homogenizacji próbkę chłodzi się do temperatury 50 °C.

Uzyskuje się jednorodną, płynną emulsję o odczynie pH = 9,9, zawierającą 41,0% suchej masy. Lepkość pozorna w temperaturze 23°C wynosi 21,5 mPa·s. Wartość TSI (po 90 dniach przechowywania w 25 °C) wynosi 3,8.

Przykład 2

Do szklanego reaktora o pojemności nominalnej 2,5 l zaopatrzonego w płaszcz grzejny, termoparę, chłodnicę zwrotną, mieszadło z regulacją obrotów wprowadza się 640 g rafinowanej parafiny z przeróbki ropy naftowej będącej mieszaniną stałych, wysokocząsteczkowych węglowodorów, przede wszystkim n-parafinowych, 40 g parafiny syntetycznej z syntezy Fischera-Tropscha, 40 g monostearynianu gliceryny, 52 g stearynianu sodu oraz 20 g glikolu oksyetylenowanego ośmioma cząsteczkami tlenu etylenu. Mieszaninę ogrzewa się do temperatury 95°C z jednoczesnym mieszaniem składników z szybkością 300 obrotów na minutę, aż do uzyskania jednorodnej mieszaniny przez 20 minut. Do uzyskanej mieszaniny stopniowo wprowadza się 1200 g wody o temperaturze 95°C, tak aby temperatura zawartości reaktora nie obniżyła się poniżej 88°C. Mieszaninę miesza się (300 obrotów na minutę) w temperaturze 92°C przez 50 minut. Po tym czasie mieszaninę pozostawia się na 5 minut, po czym uzyskaną emulsję poddaje się dwukrotnie dwustopniowej homogenizacji przepuszczając przez homogenizator z prędkością 9 litrów/godzinę, przy ciśnieniu 25 MPa na pierwszym stopniu homogenizacji oraz ciśnieniu 6 MPa na drugim stopniu homogenizacji. Po zakończeniu homogenizacji próbkę chłodzi się do temperatury 50°C.

Uzyskuje się jednorodną, płynną emulsję o odczynie pH = 10,30, zawierającą 39,50% suchej masy. Lepkość pozornej 41,5 mPa·s w temperaturze 23°C. Wartość TSI (po 90 dniach przechowywania w 25°C) wynosi 3,9.

Przykład 3

Do szklanego reaktora o pojemności nominalnej 2,5 l zaopatrzonego w płaszcz grzejny, termoparę, chłodnicę zwrotną, mieszadło z regulacją obrotów wprowadza się 40 g rafinowanej parafiny z przeróbki ropy naftowej będącej mieszaniną stałych, wysokocząsteczkowych węglowodorów, przede wszystkim n-parafinowych, 640 g parafiny syntetycznej z syntezy Fischera-Tropscha, 75 g monostearynianu gliceryny, 25 g stearynianu sodu oraz 5 g glikolu oksyetylenowanego ośmioma cząsteczkami tlenu etylenu. Mieszaninę ogrzewa się do temperatury 95°C z jednoczesnym mieszaniem składników z szybkością 300 obrotów na minutę, aż do uzyskania jednorodnej mieszaniny przez 20 minut. Do uzyskanej mieszaniny stopniowo wprowadza się 1200 g wody o temperaturze 88°C tak, aby temperatura zawartości reaktora nie obniżyła się poniżej 88°C. Mieszaninę miesza się (300 obrotów na minutę) w temperaturze 95°C przez 15 minut. Po tym czasie mieszaninę pozostawia się na 5 minut, po czym uzyskaną emulsję poddaje się dwukrotnie dwustopniowej homogenizacji, przepuszczając przez homogenizator z prędkością 9 litrów/godzinę, przy ciśnieniu 8 MPa na pierwszym stopniu homogenizacji oraz ciśnieniu 1 MPa na drugim stopniu homogenizacji. Po zakończeniu homogenizacji próbkę chłodzi się do temperatury 50 °C. Uzyskuje się jednorodną, płynną emulsję o odczynie pH = 9,6 zawierającą 40,34% suchej masy. Lepkość pozorna w temperaturze 23°C wynosi 55,5 mPa·s. Wartość TSI (po 90 dniach przechowywania w 25°C) wynosi 4,0.

Przykład 4

Do szklanego reaktora o pojemności nominalnej 2,5 l zaopatrzonego w płaszcz grzejny, termoparę, chłodnicę zwrotną, mieszadło z regulacją obrotów wprowadza się 250 g rafinowanej parafiny z przeróbki ropy naftowej będącej mieszaniną stałych, wysokocząsteczkowych węglowodorów, przede wszystkim n-parafinowych, 430 g parafiny syntetycznej z syntezy Fischera-Tropscha, 20 g monostearynianu gliceryny, 15 g stearynianu sodu oraz 17,5 g glikolu oksyetylenowanego ośmioma cząsteczkami tlenu etylenu. Mieszaninę ogrzewa się do temperatury 95 °C z jednoczesnym mieszaniem składników z szybkością 300 obrotów na minutę, aż do uzyskania jednorodnej mieszaniny przez 20 minut. Do uzyskanej mieszaniny stopniowo wprowadza się 1200 g wody o temperaturze 90 °C, tak aby temperatura zawartości reaktora nie obniżyła się poniżej 88 °C. Mieszaninę miesza się (300 obrotów na minutę) w temperaturze 98 °C przez 35 minut. Po tym czasie mieszaninę pozostawia się na 5 minut, po czym uzyskaną emulsję poddaje się dwukrotnie dwustopniowej homogenizacji, przepuszczając przez homogenizator z prędkością 9 litrów/godzinę, przy ciśnieniu 50 MPa na pierwszym stopniu homogenizacji oraz ciśnieniu 8 MPa

na drugim stopniu homogenizacji. Po zakończeniu homogenizacji próbkę chłodzi się do temperatury 50 °C.

Uzyskuje się jednorodną, płynną emulsję o odczynie pH = 9,7, zawierającą 39,8% suchej masy, lepkość pozornej 40,0 mPa·s w temperaturze 23 °C. Wartość TSI (po 90 dniach przechowywania w 25 °C) wynosi 3,8.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania emulsji parafinowo-poliolefinowej znamienny tym, że w temperaturze 80 - 99°C miesza się aż do uzyskania jednorodnej mieszaniny 680 części wagowych rafinowanej parafiny z przeróbki ropy naftowej będącej mieszaniną stałych, wysokocząsteczkowych węglowodorów, przede wszystkim n-parafinowych i/lub parafiny syntetycznej z syntezy Fischera-Tropscha, z 15-85 częściami wagowymi monostearynianu gliceryny, z 10-60 częściami wagowymi stearynianu sodu oraz z 4-22 częściami wagowymi glikolu oksyetylenowanego ośmioma cząsteczkami tlenu etylenu, po czym stopniowo wprowadza się wodę o temperaturze 85-95°C tak, aby temperatura zawartości reaktora nie obniżyła się poniżej 88°C, zawartość reaktora miesza się jeszcze w temperaturze 90 - 99°C przez 10 - 60 minut, po czym poddaje się dwukrotnie dwustopniowej homogenizacji, przepuszczając zawartość reaktora przez wysokociśnieniowy homogenizator przy ciśnieniu 5 - 60 MPa na pierwszym stopniu homogenizacji oraz przy ciśnieniu 0,1 - 10,0 MPa na drugim stopniu homogenizacji.
2. Sposób według zastrz. 1 znamienny tym, że zawartość reaktora przed homogenizacją pozostawia się do wstępnego odpowietrzenia.
3. Sposób według zastrz. 1 znamienny tym, że na drugim stopniu homogenizacji stosuje się ciśnienie kilkakrotnie niższe, niż na pierwszym stopniu homogenizacji.



URZĄD PATENTOWY
RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

al. Niepodległości 188/192
00-950 Warszawa, skr. poczt. 203
tel.: (+48) 22 579 05 55 | fax: (+48) 22 579 00 01
e-mail: kontakt@uprp.gov.pl | www.uprp.gov.pl

SPRAWOZDANIE O STANIE TECHNIKI ZGŁOSZENIA NR P.439071

Klasyfikacja zgłoszenia: C08L91/08(2006.01), B01F23/41 (2022.01), D21H17/60 (2006.01)		
Poszukiwania prowadzone w klasach: C08L, B01F, D21H		
Bazy komputerowe, w których prowadzono poszukiwania: EPDOC, WPI, bazy UPRP, Esp@cenet, Google Scholar		
Kategoria dokumentu	Dokumenty – z podaną identyfikacją	Odniesienie do zastrz.
A	J. Drabik i inni, Przemysł Chemiczny, 2017, T. 96, nr 12, str. 2573-2578; "Impregnaty parafinowe do papierowych i tekturowych opakowań do żywności", DOI 10.15199/62.2017.12.37	1-3
A	PL421939 A1 (Instytut Ciężkiej Syntezy Organicznej "BLACHOWNIA" Kędzierzyn-Koźle, PL; Przybysz Kazimierz, Łódź, PL), 02.01.2019r.	1-3
A	PL423356 A1 (Instytut Ciężkiej Syntezy Organicznej "BLACHOWNIA" Kędzierzyn-Koźle, PL, POLWAX SPÓŁKA AKCYJNA, Jasło, PL), 06.05.2019r.	1-3
A	PL414098 A1 ((Instytut Ciężkiej Syntezy Organicznej "BLACHOWNIA" Kędzierzyn-Koźle, PL, POLWAX SPÓŁKA AKCYJNA, Jasło, PL), 27.03.2017r.	1-3
☐ Dalszy ciąg wykazu dokumentów na następnej stronie		
A – dokument określający ogólny stan techniki, który nie jest uważany za posiadający szczególne znaczenie, E – dokument stanowiący wcześniejsze zgłoszenie lub patent, ale opublikowany w lub po dacie zgłoszenia, L – dokument, który może poddawać w wątpliwość zastrzegane pierwszeństwo(-wa), lub przytoczony w celu ustalenia daty publikacji innego cytowanego dokumentu lub z innego szczególnego powodu, O – dokument odnoszący się do ujawnienia ustnego przez zastosowanie, wystawienie lub ujawnienie w inny sposób, P – dokument opublikowany przed datą zgłoszenia, ale później niż zastrzegana data pierwszeństwa, T – dokument późniejszy, opublikowany po dacie zgłoszenia lub w dacie pierwszeństwa i niebędący w konflikcie ze zgłoszeniem, ale cytowany w celu zrozumienia zasad lub teorii leżących u podstaw wynalazku, X – dokument o szczególnym znaczeniu; zastrzegany wynalazek nie może być uważany za nowy lub nie może być uważany za posiadający poziom wynalazczy, jeżeli ten dokument brany jest pod uwagę samodzielnie, Y – dokument o szczególnym znaczeniu; zastrzegany wynalazek nie może być uważany za posiadający poziom wynalazczy, jeżeli ten dokument zostanie połączony z jednym lub kilkoma tego typu dokumentami, a takie połączenie będzie oczywiste dla znawcy, & – dokument należący do tej samej rodziny patentowej.		

Sprawozdanie wykonał/-a: Marzena Ulanowska

data 29.03.2022r.

Ekspert

/-podpisano kwalifikowanym podpisem elektronicznym-/
Pismo wydane w formie dokumentu elektronicznego

Uwagi do zgłoszenia
Sprawozdanie zostało wykonane w oparciu o wersję zastrzeżeń patentowych z dnia 28.09.2021r.