



Patent dodatkowy
do patentu

Zgłoszono: 19.II.1965 (P 107 529)

Pierwszeństwo:

Opublikowano: 22.VIII.1966

Kl. 12 s

MKP B 01 f

17/52
BIBLIOTEKA

UKD

Urzędu Patentowego
(Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej)

Współtwórcy wynalazku: inż. Roman Zarzycki, mgr Tadeusz Żyżniewski

Właściciel patentu: Łódzkie Zakłady Chemiczne, Łódź (Polska)

Sposób wytwarzania emulgatora cholesterolowego

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania emulgatora cholesterolowego z wosku wełny.

Z wosku wełny wytwarza się dotychczas emulgatory cholesterolowe przez zmydlanie tego wosku w podwyższonej temperaturze wodorotlenkami potasowcowymi lub wapniowcowymi w środowisku alkoholowym lub wodnym, ekstrakcję produktów zmydlenia selektywnym rozpuszczalnikiem organicznym, np. benzenem lub acetonem i wreszcie odpędzenie rozpuszczalnika. Traktowanie wosku wełny wodorotlenkami powoduje zmydlanie zawartych w nim estrów, przy czym tworzą się sole kwasów wosku wełny, a wydzielają się wolne alkohole wosku wełny, które są następnie ekstrahowane z produktów zmydlenia rozpuszczalnikiem selektywnym.

Tak otrzymywane alkohole wosku wełny stanowią mieszaninę trzech grup składników, które rozdziela się na poszczególne grupy przez ekstrakcję metanolem, w którym jedna z tych trzech grup składników jest nierozpuszczalna. Z wyciągu metanolowego wykryształizowuje grupa druga, a w metanolu pozostaje nierozpuszczona trzecia grupa składników. Kryształy otrzymywane przez wykryształizowanie wyciągu metanolowego stanowią właśnie emulgator cholesterolowy, który jest następnie używany do wyrobu kremów kosmetycznych lub maści farmaceutycznych.

Podczas zmydlenia wosku wełny wodorotlenkami w środowisku alkoholowym następuje rozpuszczenie

2

w tym alkoholu wszystkich produktów reakcji, których rozdzielenie wymaga uprzedniego oddestylowania alkoholu i następnie ekstrakcji pozostałości selektywnym rozpuszczalnikiem.

5 Przy zmydłaniu wosku wełny wodorotlenkami potasowcowymi lub wapniowcowymi w środowisku wodnym, używa się zwykle pewnego nadmiaru wodorotlenków, które silnie alkalizują produkty reakcji. Wobec tego do dalszej ekstrakcji można stosować tylko taki selektywny rozpuszczalnik organiczny, 10 który nie ulega żadnym przemianom pod wpływem alkaliów, np. benzen.

Benzen rozpuszcza jednak częściowo również mydła potasowcowe i wapniowcowe, tworząc z nimi 15 żele trudne następnie do oddzielenia od alkoholów wosku wełny, Lepszym selektywnym rozpuszczalnikiem jest aceton, który jednak jest stosowany wyłącznie do ekstrakcji produktów reakcji otrzymywanych przez zmydlanie, wosku wełny wodorotlenkami wapniowcowymi. Jednakże przy stosowaniu acetonu 20 do oddzielania alkoholi wosku wełny od wapniowcowych mydeł wosku wełny, tworzy się w warunkach ekstrakcji pod wpływem działania nadmiaru użytych do zmydlenia wodorotlenków wapniowcowych alkohol dwuacetonowy, którego następne wydzielanie z wyekstrahowanych alkoholi wosku wełny jest 25 rzeczą konieczną ze względu na to, że posiada on bardzo przenikliwy odrażający zapach. Poza tym następuje pokaźna strata acetonu, który krążąc w obiegu kołowym podczas procesu ekstrakcji zmyd-

lanego wosku wełny ulega przemianie na alkohol dwuacetonowy.

Usuwanie alkoholu dwuacetonowego z wyekstrahowanych alkoholi wosku wełny przeprowadza się przez wielogodzinne ogrzewanie tych alkoholi pod zmniejszonym ciśnieniem. Wpływa to jednak ujemnie na barwę otrzymanych alkoholi. Również nie udało się dotychczas otrzymanie zupełnie bezwonných alkoholi. Zapach ten pozostaje również i w emulgatorze cholesterolowym, co obniża jego wartość użytkową w zastosowaniu zarówno do celów kosmetycznych, jak i farmaceutycznych.

Przewodnią myślą wynalazku jest wytworzenie z wosku wełny emulgatora cholesterolowego, całkowicie pozbawionego przykrego zapachu, przez ekstrakcję produktów zmydlenia wosku wełny acetonem w warunkach uniemożliwiających powstawanie alkoholu dwuacetonowego.

Sposób według wynalazku polega na tym, że po zmydleniu wosku wełny wodorotlenkiem wapniowcowym w środowisku wodnym, produkt zmydlenia ekstrahuje się acetonem w obecności siarczanu magnezowego, glinowego lub cynkowego albo ich mieszaniny, po czym ekstrakt acetonowy przerabia się dalej znaną metodą.

Należy na wstępie zaznaczyć, że aczkolwiek proces zmydlenia przeprowadza się w środowisku wodnym, jednak ilość użytej do tego celu wody jest bardzo mała i przeważająca jej część ulega odparowaniu podczas procesu zmydlenia w temperaturze podwyższonej, tak, że produkty zmydlenia mają postać stałą, a zawartość wody jest w nich minimalna. Podczas ekstrakcji acetonu dodaje się siarczanów wapniowego, glinowego, lub cynkowego, albo ich mieszaniny w ilości dwukrotnie większej wagowo w stosunku do nadmiaru czynnika zmydlającego.

Aceton stosowany do ekstrakcji produktów zmydlenia w obiegu kołowym rozpuszcza częściowo siarczany magnezu, glinu lub cynku, które tworzą z nadmiarem użytych do zmydlenia wodorotlenków nierozpuszczalne w acetonie siarczany wapniowcowe i wodorotlenki magnezowe, glinowe lub cynkowe, zobojętniając środowisko ekstrakcji, dzięki czemu nie tworzy się przy tym alkohol dwuacetonowy.

Przykład. 100 kg wosku wełny ogrzewa się z 10 kg sproszkowanego wapna palonego zwilżonego 2,5 l wody w temperaturze 130–150 °C pod ciśnieniem 3–5 atn w ciągu 10-ciu godzin. Po ostudzeniu produktu reakcji otrzymuje się twardą, łatwo łupliwą masę, którą kruszy się na drobne kawałki, i umieszcza w ekstraktorze wraz z 2 kg siarczanu magnezowego i poddaje ekstrakcji acetonem. Z otrzymanego wyciągu acetonowego oddestylowuje

się aceton, a pozostałość ogrzewa się w temperaturze 85 °C w ciągu 0,5 godziny pod ciśnieniem zmniejszonym do 4 mm słupa rtęci.

Otrzymuje się 40 kg alkoholi wosku wełny, które ochłodzone do temperatury 45 °C wlewa się do 280 l alkoholu metylowego również o temperaturze 45 °C. Tak otrzymaną mieszaninę podgrzewa się do temperatury 49 °C i pozostawia się do odstania w tej temperaturze, dekantuje z nad osadu, a otrzymany roztwór zatęża do połowy objętości i oziębia do temperatury 4 °C, przy czym z roztworu wydzielają się kryształki emulgatora cholesterolowego, które odsącza się i suszy. Otrzymuje się 20 kg krystalicznego, bezwonnego, jasno żółtego emulgatora cholesterolowego, nadającego się do zastosowania zarówno do otrzymywania środków kosmetycznych, jak i farmaceutycznych.

Tak otrzymany krystaliczny emulgator cholesterolowy stapia się następnie z 2 kg alkoholu stearylowego. Po ostygnięciu stopu otrzymuje się jednolitą masę o przełomie muszlowym, co wpływa na znaczne zwiększenie odporności emulgatora cholesterolowego na samoutlenianie się podczas składowania.

W tym samym celu do stopu dodaje się również znanych w przemyśle tłuszczowym przeciwutleniaczy w ilości 0,2% w stosunku do wagi emulgatora.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania emulgatora cholesterolowego z wosku wełny przez zmydlenie wosku wełny wodorotlenkiem wapniowcowym, ekstrakcję produktu zmydlenia acetonem, oddestylowanie acetonu, ekstrakcję pozostałości alkoholem metylowym w podwyższonej temperaturze, zdekantowanie ekstraktu z nad nierozpuszczalnego w nim osadu, częściowe oddestylowanie alkoholu, wykrystalizowanie emulgatora cholesterolowego i odsączenie, **znamienny tym**, że po zmydleniu wosku wełny wodorotlenkiem wapniowcowym w środowisku wodnym, produkt zmydlenia ekstrahuje się acetonem w obecności siarczanu magnezowego, glinowego lub cynkowego, albo ich mieszaniny, po czym ekstrakt acetonowy przerabia się dalej znaną metodą.
2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że ekstrakcję acetonem produktu zmydlenia wosku wełny przeprowadza się w obecności siarczanu magnezowego, glinowego, lub cynkowego, albo ich mieszaniny, wziętej w ilości dwukrotnie większej wagowo w stosunku do nadmiaru czynnika zmydlającego.