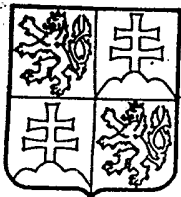


ČESKÁ A SLOVENSKÁ
FEDERATIVNÍ
REPUBLIKA
(19)



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

269 353

(11)

(13) B1

(51) Int. Cl.⁴
C 11 B 9/02
A 61 K 7/46

(21) PV 4240 - 88.E

(22) Přihlášeno 20 06 88

(40) Zveřejněno 12 09 89

(45) Vydáno 02 01 91

(75)

Autor vynálezu

HESSLER JIŘÍ ing.,

JANEŠ KAREL ing., PRAHA

(54)

Způsob získávání vonné hmoty ze
včeliho vosku

(57) Řešení se týká způsobu získávání vonné hmoty ze včeliho vosku, které je založeno na extrakci roztaveného včeliho vosku rozpouštědly, jako je ethylalkohol, isopropanol, benzen nebo toluen. Získané extrakty se rafinují, aby se zbavily doprovodných látek, které se vrací zpět do extrakce. Vonné hmoty podle postupu získané, jsou dokonale rozpustné v ethylalkoholu a jsou vhodné pro přípravu potravinářských aromat a pro parfumérské kompozice.

Vynález se týká způsobu získávání vonné látky ze včelího vosku. Tato vonná látka je složitou směsí nejrůznějších typů látek a používá se hlavně pro přípravu kompozic určených k aromatizaci potravin a při tvorbě parfumerských kompozic.

Podstatou způsobů získávání vonných hmot ze včelího vosku podle vynálezu je extrakce včelího vosku organickými rozpouštědly. Výchozí včelí vosk by měl být v přírodním stavu a neměl by být nijak upravován. Extrakce se provádí tak, že se včelí vosk roztaví v duplikátorovém kotli nebo kotli jinak vyhříváném, opatřeném míchadlem a zpětným chladičem. K roztavenému včelímu vosku se do kotle přidá extrakční činidlo, kterým může být např. ethylalkohol, izopropanol nebo méně polární rozpouštědla jako benzen nebo toluen. Množství použitého rozpouštědla je nutno volit tak, aby po ochlazení vznikla dobře filtrovatelná, tekoucí suspenze včelího vosku v extrahentu. Po přidání rozpouštědla se směs míchá tak dlouho, dokud nedojde k ohřátí obsahu kotle nad bod tání včelího vosku a k ustavení rovnovážné koncentrace vonných látek mezi včelím voskem a extrahentem, což trvá cca 30 minut. Po této době se přestane směs zahřívát a obsah kotle se začne pomalu za míchání chladit. Vznikne tekutá, dobře filtrovatelná suspenze včelího vosku z extrahentu, ve kterém jsou rozpuštěny převážně vonné látky a částečně i některé další složky včelího vosku. Po ochlazení na teplotu cca 20°C se směs zfiltruje. Protože je ve včelím vosku obsaženo ještě značné množství vonných látek, vrací se odfiltrovaný včelí vosk zpět do extrakčního zařízení, kde se extrakce opakuje za stejných podmínek jako při první extrakci. Celkem je nutné extrakci včelího vosku 4x až 6x opakovat. Vyextrahovaný včelí vosk se potom zbaví zbytku rozpouštědla a dále se zpracuje např. bělením.

Filtráty z extrakcí se zbaví odpařením extrakčního rozpouštědla, které se použije znovu k další extrakci. Odpařený zbytek, tj. surová vonná látka ze včelího vosku, se dále rafinuje rozpuštěním v ethylalkoholu, vymražením, odfiltrováním vyloučených voskovitých látek. Z ethylalkoholického roztoku se vonná látka získá odpařením ethylalkoholu.

Odfiltrované voskovité látky je nejlépe přidat do včelího vosku, určeného k extrakci.

Vonná látka ze včelího vosku získaná tímto způsobem se vyznačuje vedle velmi dobrých senzorických vlastností i dobrou rozpustností v ethylalkoholu a je vhodná pro aplikaci v aromatech a vonných kompozicích.

Použití vynálezu vyplývá z následujících příkladů.

Příklad 1

V duplikátorovém kotli o objemu 500 l opatřeném míchadlem a zpětným chladičem se při 70 až 75°C roztaví 100kg surového včelího vosku. Roztavený včelí vosk se ponechá několik hodin stát k odсаzení nečistot, které se stáhnou z hladiny, event. opatrně odpustí spodní výpusti kotle. Po odstranění nečistot se spustí míchadlo a k roztavenému včelímu vosku se přidá 300 kg 96 procentního ethylalkoholu. Ochlazená směs se za míchání zahřívá do dosažení teploty 70 až 75°C. Při této teplotě se v míchání pokračuje ještě 30 minut. Vypne se topení a směs se pomalu za míchání chladí až k dosažení teploty cca 20°C. Získaná suspenze se filtruje, filtrační koláč, tvořený včelím voskem, se vrátí zpět do extrakčního kotle, přidá se 200 kg 96ti procentního ethylalkoholu a zahřívá se k dosažení teploty 70 až 75°C. Dále se postupuje jako při první extrakci. Extrakce se opakuje 6krát. Vyextrahovaný včelí vosk se zbaví zbytků rozpouštědel jejich oddestilováním za vakua. Filtráty získané z jednotlivých extrakcí se spojí a odpaří na objem cca 70 l. Koncentrovaný roztok surové vonné látky v ethylalkoholu se dále rafinuje vymražením při -15°C po dobu 12 hodin. Po této době se vzniklá suspenze zfiltruje při teplotě -15°C. Filtrační koláč se přidá ke včelímu vosku, určenému k další extrakci. Filtrát z rafinace se odpaří na zbytkový obsah ethylalkoholu max. 5 %. Získá se 1,96 kg vonné látky ze včelího vosku, která má neomezenou rozpustnost v 96ti procentním ethylalkoholu a velmi dobrou rozpustnost ve zředěném ethylalkoholu. Rovněž senzorické vlastnosti jsou velmi dobré.

Příklad 2

V duplikátorovém kotli opatřeném míchadlem a zpětným chladičem se roztaví 100 kg surového včelího vosku. Po odstátí a odstranění nečistot z hladiny a ode dna se za míchání k vosku přidá 200 kg toluenu. Směs se za míchání zahřívá k dosažení teploty 70 až 75°C a dále pak ještě 30 minut. Potom se za míchání pomalu chladí, až směs dosáhne teplotu cca 20°C a zfiltruje se. Filtrační koláč se znovu extrahuje 200 kg toluenu stejným postupem jako u první extrakce. Filtrační koláč z druhé extrakce se zbaví zbytku toluenu jeho oddestilováním za vakua. Filtráty z obou extrakcí byly spojeny a toluen odstraněn destilací. Získá se 57,7 kg extraktu. K tomuto extraktu se v duplikátorovém kotli se zpětným chladičem přidá 115,4 kg 96ti procentního ethylalkoholu a směs se zahřeje na 70 až 75°C a při této teplotě se míchá 30 minut. Pak se směs za míchání pomalu ochladí na teplotu 20°C a filtruje. Extrakce filtračního koláče se opakuje. Vyextrahovaný zbytek po druhé extrakci se zbaví ethylalkoholu jeho oddestilováním za vakua a spojí s voskem po extrakci toluenem. Ethylalkoholové extrakty se spojí a odpaří na 25 kg. Koncentrovaný extrakt se ochladí na teplotu -15°C a při této teplotě se ponechá cca 24 hodin, při teplotě -15°C se zfiltruje. Filtrační koláč se přidá do surového včelího vosku určeného k extrakci. Filtrát se odpaří na obsah ethylalkoholu max 5 %. Získá se 2,41 kg vonné látky ze včelího vosku velmi dobré rozpustnosti v ethylalkoholu i v toluenu.

Příklad 3

Postupuje se podle příkladu 1 s tím, že místo ethylalkoholu se použije stejné množství izopropylalkoholu. Získá se 2,04 kg vonné látky ze včelího vosku s velmi dobrými senzorickými vlastnostmi a dobrou rozpustností v ethylalkoholu a izopropylalkoholu.

Příklad 4

Postupuje se podle příkladu 2 s tím, že místo toluenu se použije stejné množství benzenu. Získá se 2,48 kg vonné látky ze včelího vosku s velmi dobrými senzorickými vlastnostmi a s dobrou rozpustností v ethylalkoholu, izopropylalkoholu, benzenu a toluenu.

Příklad 5

Postupuje se podle příkladu 1 s tím, že místo ethylalkoholu se použije směs 150 kg ethylalkoholu a 150 kg izopropylalkoholu. Získá se 2,0 kg vonné látky ze včelího vosku s velmi dobrými senzorickými vlastnostmi a dobrou rozpustností v ethylalkoholu a izopropylalkoholu.

Příklad 6

Postupuje se podle příkladu 2 s tím, že místo toluenu se použije směs 150 kg benzenu a 150 kg toluenu. Získá se 2,44 kg vonné látky ze včelího vosku s velmi dobrými senzorickými vlastnostmi a s dobrou rozpustností v ethylalkoholu, izopropylalkoholu, benzenu, toluenu a jiných organických rozpouštědlech.

Uvedené postupy dávají možnost získání kvalitní vonné hmoty ze včelího vosku, vhodné pro tvorbu potravinářských aromat a parfumerských kompozic.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob získávání vonné hmoty ze včelího vosku, vyznačující se tím, že se včelí vosk extrahuje organickými rozpouštědly, s výhodou ethylalkoholem, izopropanolem, benzenem toluenem a/nebo jejich směsí při teplotě nad jeho bodem tání 62 až 66° C po dobu 10 až 80 minut, potom se směs za míchání chladí na teplotu 15 až 30° C, oddělí se vosk od extraktu a postup extrakce jedné násady včelího vosku se až 8krát, nejlépe 4 až 6krát opakuje.
2. Způsob podle bodu 1, kdy extrahentem je ethylalkohol, izopropylalkohol a/nebo jejich směs, vyznačující se tím, že roztok extrahovaných látek z extrahentu se zahustí oddestilováním extrahentu na koncentraci 5 až 20 % hmot. extrahovaných látek, chladí na teplotu -10 až -20° C, nejlépe - 15° C po dobu 8 až 24 hodin, po této době se oddělí vyloučené, za chladu nerozpustné podíly od roztoku vonných hmot v extrahentu, který se odpařením zahustí.
3. Způsob podle bodu 1 a 2, kdy extrahentem je benzen, toluen a/nebo jejich směs, vyznačující se tím, že po provedení extrakce se extrakt zbaví extrahentu jeho oddestilováním a získaný extrakt se dále zpracuje podle postupu uvedeného v bodu 1, vyextrahovaný vosk se přidá k vosku vyextrahovanému benzenem, toluenem a/nebo jejich směsí a extrakt se dále zpracuje podle postupu uvedeného v bodu 2.
4. Způsob vyznačující se tím, že vyloučené, za chladu nerozpustné podíly podle bodu 2 se přidají k vyextrahovanému vosku a nebo k další šarži včelího vosku.