



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(11)



1-0043148

(51)^{2020.01} C07C 29/149; C11B 3/12

(13) B

(21) 1-2020-03375

(22) 16/10/2018

(86) PCT/IN2018/050667 16/10/2018

(87) WO2019/097535 23/05/2019

(30) 201721041439 20/11/2017 IN

(45) 25/02/2025 443

(43) 25/08/2020 389

(73) PRAJ INDUSTRIES LIMITED (IN)

PRAJ Tower, 274-275 Bhumkar Chowk -Hinjewadi Road Hinjewadi Pune 411057 (IN)

(72) KULKARNI, Mangesh Ganesh (IN); CHARHATE, Prajakt Subhash (IN); PAL, Siddhartha (IN); DIVEKAR, Sagar Shivaji (IN); KASHID, Mohan Ganapat (IN); PALLINTI, Ravikumar Rao (IN); KUMBHAR, Pramod Shankar (IN).

(74) Công ty TNHH ASL LAW (ASL LAW CO.,LTD)

(54) PHƯƠNG PHÁP TÍNH CHẾ SÁP DƯỚI ĐIỀU KIỆN ÁP SUẤT CAO VÀ SẢN PHẨM SÁP ĐƯỢC TÍNH CHẾ THEO PHƯƠNG PHÁP NÀY

(21) 1-2020-03375

(57) Sáng chế đề cập đến phương pháp tinh chế sếp cám gạo thô sử dụng cồn làm dung môi tinh khiết dưới điều kiện áp suất cao. Cụ thể là đề cập đến việc sử dụng cồn etylic làm dung môi đã nêu để tinh chế hiệu quả và kinh tế sếp cám gạo thô thành các sản phẩm sếp tinh chế có giá trị kinh tế cao.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến phương pháp tinh chế sáp cám gạo thô sử dụng cồn làm dung môi tinh chế dưới các điều kiện áp suất cao. Cụ thể đề cập đến việc sử dụng cồn etylic làm dung môi đã nêu để tinh chế hiệu quả và kinh tế sáp cám gạo thô thành các sản phẩm sáp tinh chế có giá trị kinh tế cao.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Gạo là một trong những thành phần mùa màng quan trọng nhất trên thế giới và Ấn Độ là một trong những nhà sản xuất gạo lớn thứ hai trên thế giới. Cám gạo là sản phẩm phụ có giá trị của ngành công nghiệp xay xát gạo. Ngành công nghiệp này gần đây được sử dụng để làm dầu cám gạo có thể ăn được, trở thành sản phẩm có giá trị. Cám chứa khoảng 12% đến 25% thành phần dầu. Bên cạnh dầu, cám cũng chứa khoảng 5% nguyên liệu sáp được gọi là sáp cám gạo, là sản phẩm phụ của quá trình tinh lọc dầu cám gạo. Sáp thô có ứng dụng giá trị thấp nhất định; tuy nhiên nếu được tinh chế ở mức độ cao nhất định nào đó, thì sáp thô tạo thành một sản phẩm có giá trị như được sử dụng trong ngành mỹ phẩm, chế phẩm đánh bóng và thực phẩm.

Về mặt hóa học, sáp cám gạo là sản phẩm không đồng nhất được tạo thành từ các đơn chất bão hòa của axit béo chuỗi dài [C-22 đến C-26] và cồn béo chuỗi dài [C26 đến C30]. Sau khi tinh chế hoặc tinh lọc, sáp trở thành hỗn hợp tương đối đồng nhất có đặc tính vật lý như điểm nóng chảy trong khoảng từ 78°C đến 82°C, giá trị xà phòng hóa trong khoảng 70 đến 120 đơn vị và giá trị iot trong khoảng từ 4 đơn vị đến 20 đơn vị. Sáp cám gạo được tinh chế này sau đó có nhiều ứng dụng trong ngành công nghiệp như đánh bóng giày da, bút màu, nến, kem đánh răng, lớp phủ giấy, giấy than, chất bôi trơn,... Các ứng dụng lớn khác trong ngành công nghiệp thực phẩm như lớp phủ sô cô la, lớp phủ thực vật và nhũ tương sáp để bảo quản hoa quả. Hơn nữa, sáp cám gạo tiếp tục được sử dụng trong các sản phẩm dược phẩm như thuốc viên, thuốc mỡ, thuốc đạn và các sản phẩm mỹ phẩm như kem dưỡng ẩm, son môi, kem dưỡng da,...

Theo phương pháp được mô tả trước đây của sáng chế, sáp cám gạo được tinh chế hoặc tinh lọc bằng cách loại bỏ dầu dư ra khỏi nó bằng cách ép thủy lực đến mức lớn tối đa có thể, tiếp theo đó được chiết xuất trong dung môi như isobutanol hoặc isopropylic với nước. Những chiết xuất này rất tốn kém chi phí để phục hồi isobutanol hoặc isopropylic và hiệu quả của quá trình này bị giới hạn. Ngoài ra một vài bước liên quan đến sự tinh chế khiến nó trở nên phức tạp. Sáp cũng cần được tẩy trắng sau khi chiết xuất isobutanol hoặc isopropylic. Vì sáp cám gạo thô chứa khoảng 10% đến 20% nguyên liệu nhựa ngoài dầu, việc loại bỏ nó làm tăng đáng kể giá trị và khả năng ứng dụng của các sản phẩm cuối cùng được tinh chế. Sáng chế đề cập đến phương pháp mới tinh chế sáp cám gạo thô đến sáp có độ tinh khiết cao bằng các bước chiết xuất tối thiểu sử dụng ít lượng dung môi.

Mô tả chi tiết sáng chế

Sáp cám gạo là một sản phẩm của quá trình tinh chế dầu cám gạo. Dầu cám gạo đã nêu chứa khoảng 5% sáp. Để tinh chế sáp này thì cần thiết loại bỏ dầu và chất nhựa từ sáp. Có phương pháp được báo cáo trong tài liệu nơi sáp được tinh chế bằng dung môi. Trong tài liệu này, một phương thức mới và kinh tế để tinh chế sáp cám gạo là sử dụng etanol làm dung môi được bộc lộ. Trong đó, có thể tinh chế sáp cám gạo với các tính chất phù hợp với các tiêu chuẩn được đặt ra bởi các FDA. Etanol là dung môi có tính kinh tế vì được so sánh với các dung môi khác như là IPA, axeton, ... mà đã được bộc lộ trong tài liệu.

Theo phương án của sáng chế, sáp cám gạo thô thu được làm thành một sản phẩm phụ của quá trình tinh chế dầu cám gạo được hòa tan trong cồn etylic tuyệt đối. Trong bước đầu tiên, 05 phần của etanol được trộn với một phần sáp trong lò phản ứng áp suất cao để tạo thành một hỗn hợp phản ứng. Lò phản ứng áp suất cao đã nêu sau đó được tăng áp đến khoảng từ 2 vạch đến 3 vạch bằng nitơ hoặc cacbon đioxit và hỗn hợp đã nêu được phép hồi lưu dưới áp suất giữa nhiệt độ khoảng 90 đến 110°C trong khoảng một giờ để hòa tan phần sáp để lại các tạp chất nhựa không bị hòa tan, sau đó hỗn hợp được phép đứng yên trong khoảng 30 phút ở nhiệt độ từ 70°C đến 75°C để xử lý các chất nhựa dưới đáy lò phản ứng. Ngoài ra, lò phản ứng áp suất cao đã nêu sau đó được tăng áp đến khoảng 2 vạch bằng nitơ hoặc cacbon đioxit và các hỗn hợp đã nêu được phép hồi lưu dưới áp suất có nhiệt độ khoảng 70°C đến 75°C trong khoảng một giờ để hòa tan phần sáp để lại các tạp chất nhựa không bị hòa tan, sau đó hỗn hợp được phép đứng yên trong khoảng 30 phút để xử lý các chất nhựa dưới đáy lò phản ứng. Tiếp theo, các chất nhựa đã xử lý được loại bỏ khỏi van đáy và phần chất lỏng đầu tiên chứa sáp đã được hòa tan và dầu được thu trong thùng chứa riêng biệt. Các chất nhựa thu được tiếp tục bị hồi lưu etanol để thu hồi sáp còn lại trong suốt chu kỳ thứ hai. Trung bình, sáp cám gạo thô chứa đến 40% dầu được lấy làm sản phẩm phụ của quá trình được bộc lộ trong tài liệu này. Thêm nữa các chất nhựa còn lại của bước thứ hai cũng có thể chứa nguyên liệu sáp thô trong đó và tiếp tục được hồi lưu nếu cần. Tiếp theo, phần chất lỏng đã nêu được tích và được làm mát ở nhiệt độ phòng, sau đó được xử lý ở nhiệt độ khoảng 10°C trong khoảng một giờ để kết tinh sáp từ dầu và các tạp chất khác và được tách bằng cách lọc chân không. Sáp được kết tinh đã nêu một lần nữa được rửa với khoảng 1:1 (w/v) etanol và được sấy khô dưới chân không để tạo thành sản phẩm sáp cuối cùng [sáp cám gạo tinh chế]. Sáp cuối cùng đã nêu có màu trắng tinh đến màu vàng nhạt.

Theo phương án khác của sáng chế, etanol được sử dụng làm dung môi để hồi lưu cám gạo thô là etanol tuyệt đối hoặc etanol ít nhất 95% nguyên chất theo khối lượng. Bất kỳ sự giảm nguyên chất etanol đều dẫn đến giảm sản lượng cuối cùng của sáp được tinh chế vì sự hiện diện của nước trong etanol dẫn đến giảm sự hòa tan của sáp trong etanol.

Theo phương án khác nữa của sáng chế, sự hồi lưu sáp đã nêu và hỗn hợp etanol được thực hiện trong ít nhất một giờ ở nhiệt độ khoảng 100°C với một bình ngưng hiệu quả để tránh mất dung môi.

Theo phương án khác nữa của sáng chế, sản phẩm cuối cùng được tẩy trắng một cách tùy ý sử dụng chất oxy hóa như hydro peroxit hoặc natri clorit.

Theo phương án nữa của sáng chế, sáp tinh chế đã nêu được sử dụng trong chế phẩm được phẩm, sản phẩm đánh bóng hoặc mỹ phẩm yêu cầu các đặc điểm duy nhất của sáp như nhiệt độ nóng chảy, kết cấu, màu sắc, ...

Những lợi ích sáng chế đạt được

Quá trình được bộc lộ đơn giản và do đó có thể thay đổi các ứng dụng có khối lượng lớn.

Các bước sử dụng để phục hồi là dưới nhiệt độ và áp suất cao mà sáp được chiết xuất có chọn lọc trong etanol hiệu quả hơn.

Quá trình được bộc lộ có tính kinh tế đáng kể hơn so với các quá trình trước vì sử dụng etanol trong quá trình trước là 1:18 giảm xuống còn khoảng 1:11.

Etanol được tái chế trong quá trình sau khi chưng cất đơn giản.

Ví dụ 1

Các ví dụ cung cấp dưới đây đưa ra lợi ích mở rộng hơn của sáng chế mà không có bất kỳ giới hạn về sự khác biệt có thể được đánh giá bởi người có trình độ hiểu biết trung bình. Một bản tóm tắt không giới hạn về các kết quả thử nghiệm khác nhau được đưa ra trong các ví dụ để chứng minh những khía cạnh mới và có lợi của quá trình được bộc lộ trong tài liệu này.

Khoảng 100g sáp cám gạo thô được đưa vào lò phản ứng áp suất cao với 500mL etanol [99,9% nguyên chất theo khối lượng] tạo thành một hỗn hợp phản ứng. Lò phản ứng áp suất cao đã nêu được tăng áp bằng nitơ đến khoảng từ 2 vạch đến 3 vạch và hỗn hợp phản ứng đã nêu được khuấy ở nhiệt độ khoảng 100°C trong khoảng một giờ. Sau khi chiết xuất, hỗn hợp phản ứng được phép đứng yên khoảng 30 phút ở nhiệt độ khoảng 74°C để xử lý các chất nhựa dưới đáy lò phản ứng. Tiếp theo, các chất nhựa đã xử lý được loại khỏi van đáy và phần chất lỏng đầu tiên chứa hầu hết sáp và dầu được thu hồi trong thùng chứa riêng biệt. Các chất nhựa một lần nữa thực hiện các bước hồi lưu với 500mL để loại bỏ sáp không bị hòa tan còn lại. Phần chất lỏng chứa dầu và sáp sau hai bước chiết xuất được thu lại. Tiếp theo, hồ chứa chất lỏng đã nêu được làm mát ở nhiệt độ phòng và sau đó ở nhiệt độ 10°C trong khoảng một giờ để kết tinh sáp từ dầu và các tạp chất khác, và được tách bằng cách lọc chân không. Sáp được kết tinh đã nêu một lần nữa được rửa với 100 mL etanol và được sấy khô dưới chân không để tạo thành sản phẩm sáp cuối cùng [sáp cám gạo được tinh chế]. Các bước này đã cho khoảng 45g sản phẩm sáp cuối cùng tinh khiết cao với giá trị axit khoảng 15,2 đơn vị, giá trị xà phòng hóa khoảng 70,4 đơn vị và giá trị iot khoảng 20 đơn vị có màu trắng đến màu vàng nhạt. Thêm nữa, khoảng 30g dầu và khoảng 24g chất nhựa rắn được thu hồi dưới dạng sản phẩm phụ.

Ví dụ 2

Khoảng 100g sáp cám gạo thô được đưa vào lò phản ứng áp suất cao với 400mL etanol [99,9% nguyên chất theo khối lượng] tạo thành hỗn hợp phản ứng. Lò phản ứng áp suất cao đã nêu được tăng áp bằng nitơ đến khoảng từ 2 vạch đến 3 vạch và hỗn hợp lò phản ứng đã nêu được khuấy ở nhiệt độ 100°C trong khoảng một giờ. Sau khi chiết xuất, hỗn hợp phản ứng được phép đứng yên khoảng 30 phút ở nhiệt độ 74°C để xử lý các chất nhựa dưới đáy lò phản ứng. Tiếp theo, chất nhựa đã xử lý được loại khỏi đáy van và phần chất lỏng đầu tiên chứa hầu hết dầu và sáp được thu hồi trong thùng chứa riêng biệt. Chất nhựa một lần nữa tiếp tục thực hiện các bước hồi lưu trên với 400mL để loại bỏ sáp không bị hòa tan còn lại. Phần chất lỏng chứa dầu và sáp sau hai bước chiết xuất được thu lại và tạo hồ. Tiếp theo, hồ chứa chất lỏng đã nêu được làm mát ở nhiệt độ phòng và sau đó ở nhiệt độ 10°C trong khoảng một giờ để kết tinh sáp từ dầu và các tạp chất khác, và được tách bằng cách lọc chân không. Sáp được kết tinh đã nêu một lần nữa được rửa với 100mL etanol và được sấy khô dưới chân không để tạo thành sản phẩm sáp cuối cùng [sáp cám gạo được tinh chế]. Các bước này đã cho khoảng 39.7g sản phẩm sáp cuối cùng tinh khiết cao với giá trị axit khoảng 12.59 đơn vị, giá trị xà phòng hóa khoảng 78.52 đơn vị và giá trị iot khoảng 21.48 đơn vị có màu trắng đến màu vàng nhạt. Thêm nữa, khoảng 30.6g dầu và khoảng 27.7g chất nhựa rắn được thu hồi dưới dạng sản phẩm phụ.

Ví dụ 3

Khoảng 100g sáp cám gạo được tách dầu được đưa vào lò phản ứng áp suất cao với 500mL etanol [99,9% nguyên chất theo khối lượng] tạo thành hỗn hợp phản ứng. Lò phản ứng áp suất cao đã nêu được tăng áp bằng nitơ đến khoảng từ 2 vạch đến 3 vạch và hỗn hợp phản ứng đã nêu được khuấy ở nhiệt độ khoảng 100°C trong khoảng một giờ để hòa tan phần sáp và sau đó cho phép nó đứng yên trong khoảng 30 phút ở nhiệt độ 74°C để xử lý các chất nhựa dưới đáy lò phản ứng. Tiếp theo, các chất nhựa đã xử lý đã bị loại bỏ khỏi đáy van và chất lỏng đầu tiên chứa hầu hết sáp và dầu được thu hồi trong thùng chứa riêng biệt. Các chất nhựa một lần nữa tiếp tục thực hiện các bước hồi lưu với 500mL để loại bỏ sáp không bị hòa tan còn lại. Chất lỏng chứa dầu và sáp sau hai bước chiết xuất được thu hồi. Tiếp theo, hồ chất lỏng đã nêu được làm mát ở nhiệt độ phòng và sau đó ở nhiệt độ 10°C trong khoảng một giờ để kết tinh sáp từ dầu và các tạp chất khác, được tách riêng bằng bộ lọc chân không. Sáp kết tinh đã nêu một lần nữa được rửa với 100 mL etanol và được sấy khô dưới chân không để tạo thành sản phẩm sáp cuối cùng [sáp cám gạo tinh chế]. Các bước trên cho 34g sản phẩm sáp cuối cùng tinh khiết cao với giá trị axit khoảng 12,9 đơn vị, giá trị xà phòng hóa khoảng 87,3 đơn vị và giá trị iot khoảng 11,25 đơn vị có màu trắng đến màu vàng nhạt. Thêm vào đó, khoảng 5g dầu và khoảng 60g chất nhựa rắn được thu hồi dưới dạng sản phẩm phụ.

Ví dụ 4

Khoảng 100g sáp cám gạo thô được đưa vào lò phản ứng áp suất cao với 500mL etanol [99,9% nguyên chất theo khối lượng] tạo thành hỗn hợp phản ứng. Lò phản ứng áp suất cao đã nêu được tăng áp bằng cacbon đioxit đến khoảng từ 2 vạch đến 3 vạch và hỗn

hợp phản ứng đã nêu được khuấy ở nhiệt độ 100°C trong khoảng một giờ để hòa tan phần sáp và sau đó cho phép nó đứng yên trong khoảng 30 phút ở nhiệt độ 74°C để xử lý các chất nhựa ở dưới đáy lò phản ứng. Tiếp theo, chất nhựa đã được xử lý đã bị loại bỏ khỏi đáy van và phần chất lỏng đầu tiên chứa hầu hết sáp và dầu được thu hồi trong thùng chứa riêng biệt. Chất nhựa một lần nữa tiếp tục thực hiện các bước hồi lưu với 500mL để loại bỏ sáp không bị hòa tan còn lại. Các chất lỏng chứa dầu và sáp sau hai bước chiết xuất được thu hồi. Tiếp theo, hồ chất lỏng đã nêu được làm mát ở nhiệt độ phòng và sau đó ở nhiệt độ 10°C trong khoảng một giờ để kết tinh sáp từ dầu và các tạp chất khác, được tách riêng bằng bộ lọc chân không. Sáp được kết tinh đã nêu một lần nữa được rửa với 100mL etanol và được sấy khô dưới chân không để tạo thành sản phẩm sáp cuối cùng [sáp cám gạo tinh chế]. Những bước này cho khoảng 42,6g sản phẩm sáp cuối cùng tinh khiết cao với giá trị axit khoảng 12,32 đơn vị, giá trị xà phòng hóa khoảng 71,2g đơn vị và giá trị iot khoảng 21,13 đơn vị có màu trắng đến màu vàng nhạt. Hơn nữa, khoảng 31,2g dầu và 23g chất nhựa rắn được thu hồi dưới dạng sản phẩm phụ.

Trong khi sáng chế đề cập cụ thể và mô tả tham chiếu đến các phương án đã được liệt kê trong các ví dụ, điều này sẽ được đánh giá một vài đặc điểm và chức năng đã bộc lộ trên đây, hoặc thay vào đó, có thể kết hợp như mong muốn đến các hệ thống hoặc các ứng dụng khác nhau. Hơn nữa sự cải tiến, thay thế, sửa đổi, biến đổi không dự kiến được và không nhìn thấy trước được hiện tại khác nhau có thể được thực hiện sau đó bởi những người có trình độ hiểu biết trung bình mà dự định hoàn thiện bởi các yêu cầu bảo hộ sau. Mặc dù sáng chế được mô tả phù hợp với các phương án cụ thể, nhưng nó không có ý định bao gồm giới hạn các phương án; mà những người có trình độ hiểu biết trung bình sẽ công nhận rằng sự khác biệt và thay đổi có thể được thực hiện trong đó là nằm trong tinh thần của sáng chế và trong phạm vi các yêu cầu bảo hộ.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp tinh chế sáp cám gạo thô bao gồm:

a) trộn sáp đã nêu với etanol dưới áp suất cao từ 2 vạch đến 3 vạch tạo thành hỗn hợp phản ứng;

b) hồi lưu hỗn hợp đã nêu trong khoảng 90 đến 100°C trong ít nhất một giờ hòa tan sáp đã nêu;

c) cho phép hỗn hợp đã nêu đứng yên trong khoảng 70 đến 75° C trong khoảng 30 phút;

d) tách riêng các chất không bị hòa tan của hỗn hợp nêu trên từ phần chất lỏng;

e) các bước lặp lại (a) đến (d) lần 2 với các chất không bị hòa tan đã nêu để hòa tan sáp còn lại trong phần chất lỏng thứ hai;

f) thu hồi và tạo hồ phần chất lỏng đã nêu và phần chất lỏng thứ hai đã nêu trong thùng chứa riêng biệt;

g) làm mát phần chất lỏng được tạo hồ đã nêu cho phép sáp hòa tan đã nêu được kết tinh;

h) loại bỏ sáp được kết tinh đã nêu bằng cách lọc;

i) rửa sáp được kết tinh đã nêu với etanol; và

j) sấy khô sáp đã nêu dưới chân không tạo thành sản phẩm cuối cùng.

2. Phương pháp theo điểm 1, trong đó etanol tinh khiết là trên 95% khối lượng

3. Phương pháp theo điểm 1, trong đó hỗn hợp đã nêu bao gồm tỉ lệ khối lượng sáp thô đối với etanol trong khoảng 1:4 đến khoảng 1:5.

4. Phương pháp theo điểm 1, trong đó hỗn hợp đã nêu được tăng áp bằng nitơ hoặc cacbon đioxit.

5. Phương pháp theo điểm 1, trong đó hồi lưu đã nêu được thực hiện ở nhiệt độ trong khoảng 100°C trong một giờ.

6. Phương pháp theo điểm 1, trong đó hỗn hợp đã nêu cho phép đứng yên trong khoảng 74°C.

7. Phương pháp theo điểm 1, trong đó phần chất lỏng đã nêu được làm mát đến 10°C trong khoảng một giờ để sáp kết tinh.

8. Phương pháp theo điểm 1, trong đó sáp được kết tinh đã nêu được lọc bằng cách lọc chân không.

9. Phương pháp theo điểm 1, trong đó sản phẩm cuối cùng đã nêu được làm sạch có màu trắng đến màu vàng nhạt.

10. Sản phẩm sáp theo điểm 1, được sử dụng trong mỹ phẩm, dược phẩm, chế phẩm thực phẩm và chất đánh bóng.