

17-1-67



380591

SECCION TECNICA	
CLASIFICACION C. C.	
CLASE C.07	A-23
SUBCLASE C	K

380591

P A T E N T E
 D E
 I N V E N C I O N

380591

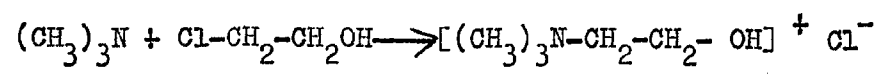
por "UN PROCESO PARA LA PRODUCCION DE CLORURO DE COLINA",
 a favor de la firma española HOUGHTON HISPANIA, S.A., re-
 sidente en BARCELONA, P^o Zona Franca, 61-67.

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención se refiere a un proceso de obtención de cloruro de colina. Actualmente, y dejando aparte métodos de interés puramente académico, el cloruro de colina puede obtenerse básicamente por tres procedimientos:

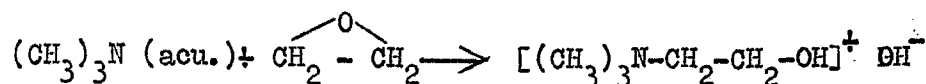
5. 1) Partiendo de clorhidrina etilénica y trimetilamina, según la reacción:



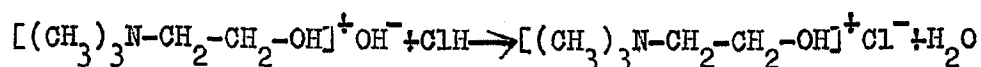


380591

2) Partiendo de trimetilamina en solución acuosa y óxido de etileno, con posterior neutralización:

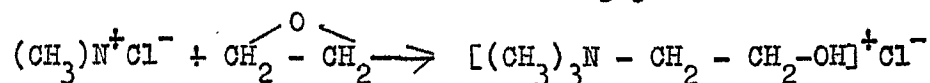
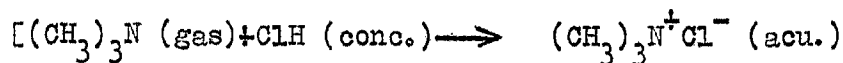


5.



3) Por formación de clorhidrato de trimetilamina, a base de trimetilamina gaseosa o en solución y ácido clorhídrico concentrado o gas, con posterior oxietilenación:

10.



15.

En la presente invención se hace uso de esta última reacción, habiéndose encontrado que la neutralización del ácido clorhídrico con trimetilamina puede llevarse a cabo ventajosamente en continuo en una columna de absorción, de vidrio, con las peculiaridades que serán descritas a lo largo de la presente memoria.

20.

La neutralización del ácido clorhídrico con trimetilamina es una reacción muy exotérmica (unas 24 Kcal/mol) lo que exige la eliminación en un corto espacio de tiempo del calor desprendido durante la reacción. La solución propuesta por esta invención consiste en absorber uno de los compuestos reaccionantes, en fase gaseosa, sobre el otro que, en fase líquida, ocupa todo el espacio disponible en una columna como se describirá a continuación. Preferentemente,

25.



380591

en esta invención se realiza la absorción de trimetilamina gaseosa sobre ácido clorhídrico concentrado, pero es perfectamente posible sin alterar de forma fundamental los dispositivos descritos, llevar a cabo la absorción de ácido clorhídrico gaseoso sobre trimetilamina en solución acuosa.

5. La operación de absorción se realiza en una columna de altura y diámetros apropiados a la capacidad de producción deseada (vease ejemplo más adelante). La columna (Figura 1) donde se realiza la reacción va refrigerada interiormente por un serpentín -1- de vidrio a través del cual circula el agua de refrigeración pero, opcionalmente, puede construirse también la columna con doble camisa, para refrigeración adicional, o alternando serpentines con relleno. El espacio vacío va relleno con anillos raschig o material de relleno equivalente. La columna trabaja inundada y los anillos de relleno tienen la misma misión de dispersar las burbujas de la fase gaseosa y no, como es lo corriente en el arte, aumentar la superficie de contacto gas líquido. Por la parte superior de la columna, se va introduciendo la fase líquida preferentemente ácido clorhídrico concentrado -2- y por la parte inferior entra la fase gaseosa, preferentemente trimetilamina -3-, ambos caudales controlados mediante rotámetros intercalados en las líneas de conducción (4). Por la parte inferior de la columna se va vaciando continuamente la solución de clorhidrato de trimetilamina. La amina puede extraerse del depósito bien de la fase líquida bien de la fase gaseosa. La mejor solución es extraerla de la fase líquida y evaporarla en un evaporador adecuado.



380591

5. La dosificación de las fases gaseosas y líquida puede llevarse a cabo de distintos modos, al alcance de cualquier técnico conocedor, del arte. Para pequeñas instalaciones puede recurrirse, por ejemplo, a una bomba peristáltica calibrada para la adición de la fase líquida -5-.

10. La solución de clorhidrato de trimetilamina procedente de la columna descrita debe tener un pH comprendido entre 1,5 y 7,5, con preferencia entre 5,0 y 6,5 antes de proceder a la oxietilación. No obstante en general será necesario hacer un ajuste de pH se llevará a cabo en los depósitos de almacenamiento de trimetilamina, o bien, previamente a la entrada en los depósitos mediante electrodos y dosificador de ácido clorhídrico. Los depósitos mencionados serán de un material que no pueda afectar a la pureza del producto final.

15.

20. La oxietilación de la solución de clorhidrato de trimetilamina, debidamente ajustada en cuanto a su pH, se lleva a cabo en un reactor convencional de oxietilación, ya sea este de caracter continuo o discontinuo. En cualquier caso, la cantidad de óxido de etileno a introducir, debe estar ligeramente en exceso (1-2%) con respecto a la cantidad estequiométrica, para asegurar la completa transformación de clorhidrato de trimetilamina en cloruro de colina.

25. La reacción es exotérmica por lo que deben instalarse dispositivos de refrigeración que aseguren que la reacción se mantendrá siempre por debajo de 95, con prefe-



380591

rencia por debajo de 65°C. La forma práctica de llevar a cabo la reacción en reactor discontinuo, consiste en incorporar la cantidad equimolecular de óxido de etileno acabado lo cual, se observará en que la presión del reactor no disminuye, señal de que no progresa la absorción de óxido de etileno.

5. Se incorporará entonces un 2% aproximadamente de exceso de óxido de etileno.

10. Se ha encontrado que una condición importante para obtener soluciones límpidas de cloruro de colina, que no amarilleen con el paso del tiempo, es proceder a la inmediata extracción del óxido de etileno que pueda hallarse presente en la solución de cloruro de colina. Esta extracción puede llevarse a cabo en el mismo reactor de oxietilenación o en cualquier otro recipiente, aplicando un vacío de 40-60 m/m de columna de mercurio. Es esencial que la temperatura no exceda a los 70°C, ya que temperaturas superiores entrañan peligro de descomposición.

15. La aplicación de vacío puede continuar si se desea durante el tiempo necesario para que la solución de cloruro de colina pase, de una concentración de 60-65% en peso que tiene después de la oxietilenación, a 70%, forma en que es comercializada corrientemente. No es conveniente pasar de una concentración de 75-80% ya que se provocarían precipitaciones por sobresaturación.

20. El siguiente ejemplo ilustra el proceso de obtención de cloruro de colina según la presente invención, pero



380591

de ningún modo limita su alcance a lo escrito en el mismo.

EJEMPLO

5. En una columna como la descrita anteriormente, de una altura de 2 m. y 20 cm. de diámetro, con serpentín interior y doble camisa de refrigeración, rellena de anillos raschig, se graduó un caudal de 13.7 m³/h. de gases de trimetilamina (condiciones normales) y 52.7 l/h. de ácido clorhídrico de una concentración de 36% en peso.
10. Se hizo circular una corriente de agua de unos 1000 l/h. a través de la camisa y el serpentín para evacuar las calorías producidas durante la reacción.
15. La alimentación de ClH se realizó mediante una bomba peristáltica previamente calibrada, y la de trimetilamina evaporando ésta directamente desde los depósitos de almacenamiento a presión y controlando un caudal con un rotámetro calibrado.
20. La producción obtenida a la salida de la columna de absorción fue de unos 100 l/h. de solución de clorhidrato de trimetilamina. La solución obtenida quedó a un pH alcalino que se llevó mediante la adición de ácido clorhídrico concentrado, hasta un pH de 5,5 medido en pH metro.
25. La solución de clorhidrato de trimetilamina así ajustada, está preparada para su oxietilenación. 150 Kg. de la misma se introdujeron entonces en un reactor convencional de oxietilenación, de acero inoxidable, incorporando entonces



380591

- óxido de etileno y dejando aumentar la temperatura hasta 60-65°C. Una vez que se hubo introducido la cantidad estequiométrica de óxido de etileno, se observó que no disminuía la presión dentro del reactor. Se mantuvo no obstante,
5. la alimentación de óxido de etileno hasta que el contenido en clorhidrato de trimetilamina libre fue inferior a 0,4% en peso, y se continuó la agitación durante 30 minutos para asegurar que se había completado la reacción. La cantidad de óxido de etileno consumida fue de 39 Kg. A continuación se aplicó al reactor un vacío de 50 m/m, de mercurio y manteniendo la masa de reacción a 60°C se concentró la solución de cloruro de colina hasta que su contenido fue de 70% en peso.

- El producto así obtenido era límpido, sin coloración amarilla y reuniendo las características exigidas para su empleo en alimentación animal.
- 15.

= . =





380591

N O T A

Descrito el objeto del presente invento, se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones:

5. 1.- Un proceso para la producción de cloruro de colina en solución acuosa caracterizado por la reacción entre trimetilamina y ácido clorhídrico y posterior oxietilación del producto resultante.
19. 2.- Un proceso para la producción del cloruro de colina, según especificado en 1, caracterizado por la absorción de trimetilamina gaseosa sobre ácido clorhídrico concentrado.
15. 3.- Un proceso para la producción del cloruro de colina, según 2, caracterizado porque la absorción de la trimetilamina gaseosa se lleva a cabo, de manera continua, en una columna inundada de ácido clorhídrico, rellena de anillos Raschig o material equivalente, convenientemente refrigerada.
20. 4.- Un proceso según 3, caracterizado porque el ácido clorhídrico tiene una concentración comprendida entre 1 y 40% en peso, con preferencia 30 y 40%.



380591

5.- Un proceso según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el producto de la reacción entre trimetilamina y ácido clorhídrico concentrado, es ajustado a un pH comprendido entre 1,5 y 7, con preferencia 5 y 6,5, empleando asimismo ácido clorhídrico.

10. 6.- Un proceso según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el clorhidrato de trimetilamina, producto resultante de la reacción de ácido clorhídrico y trimetilamina es tratado con una cantidad de óxido de etileno que suponga un exceso de un 1 ó 2% sobre la necesaria estequiométricamente para fijar un mol de óxido de etileno sobre cada mol de clorhidrato de trimetilamina, realizando la operación en un reactor convencional continuo o discontinuo, de oxietilenación, provisto de los accesorios comunes para la evacuación del calor producido durante la reacción.

7.- Un proceso según la reivindicación anterior, en el que la adición de óxido de etileno se inicia a una temperatura comprendida entre 0 y 100°C, con preferencia 10 y 65°C.

20. 8.- Un proceso según las reivindicaciones 6 y 7, caracterizado porque la temperatura de reacción no se deja sobrepasar en ningún momento por encima de los 95, con preferencia 65°C.

25. 9.- Un proceso según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el cloruro de colina obtenido

= 10 =

380591



es sometido, inmediatamente a un vacío inferior a 100 m/m. de columna de mercurio y concentrado, si se desea hasta un 70% en peso.

5. 10.- Un proceso para la producción de cloruro de colina.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 10 páginas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 10 JUN. 1970

p. a.

M.^a LUISA ISERN CUYAS
p. p.

Firmado: LUIS REY PADILLA

mpc.