



УКРАЇНА

(19) UA

(11) 77112

(13) C2

(51) МПК

C07C 209/12 (2006.01)

C07C 211/63 (2006.01)

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ  
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ  
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ  
ВЛАСНОСТІОПИС  
ДО ПАТЕНТУ НА ВИНАХІД

## (54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ ХЛОРИСТОГО ХОЛІНУ

1

2

(21) a200503232

(22) 07.04.2005

(24) 16.10.2006

(46) 16.10.2006, Бюл. № 10, 2006 р.

(72) Іллічов Станіслав Миколайович, Ревенко Людмила Олександрівна, Хаконова Світлана Володимирівна, Кузнецова Світлана Юріївна

(73) ВІДКРИТЕ АКЦІОНЕРНЕ ТОВАРИСТВО "АЗОТ"

(56) GB 1 060 256, A, 01.03.1967

US 3 872 170, A, 18.03.1975

US 2 655 541, A, 14.10.1948

US 2 457 226, A, 07.05.1946

US 2 623 901, A, 28.01.1950

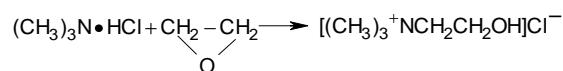
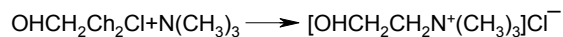
US 3 373 201, A, 12.03.1968

(57) 1. Спосіб одержання хлористого холіну в рідкій фазі, який відрізняється тим, що хлористий холін одержують з водного розчину хлорхолінхлориду шляхом його термогідролізу в лужному середовищі при температурі 40-70°C.

2. Спосіб за п.1, який відрізняється тим, що як лужний реагент використовують їдкий натр або високоосновні аніоніти, які містять четвертинні амонійні основи.

Винахід відноситься до хімічної галузі і спрямований на удосконалення способу одержання хлористого холіну (вітаміну В-4).

Усі існуючі зараз промислові методи одержання холіну і його солей засновані на взаємодії триметиламіну (ТМА) з етиленхлоргідрином (ЕХГ) або з окисом етилену (ОЕ).



Основним недоліком цих методів одержання хлористого холіну є для реакції ТМА з ЕХГ неприємний запах і токсичність цих продуктів, внаслідок чого промисловий процес потребує спеціального обладнання і приміщення.

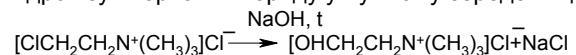
Робота з ОЕ, у зв'язку з вибухонебезпечністю останньої, пов'язана з дотриманням особливих заходів, які ускладнюють технологію.

Високі вимоги, пред'явлені до чистоти цільового продукту, як компоненту кормів, вказують на необхідність додаткового очищення продукту реакції від токсичних домішок.

Проте згідно з англійським патентом [1], готовий продукт містить сумарно ЕХГ, ТМА · HCl і ОЕ після додаткового очищення в кількості 0,06%, а за німецьким патентом [2] домішки ОЕ, етиленгліко-

лю, ТМА у сумі містяться у готовому продукті в кількості до 0,2%.

Для усунення цих недоліків пропонується новий спосіб одержання хлористого холіну шляхом гідролізу хлорхолінхлориду у лужному середовищі

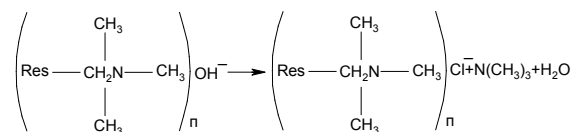


Як лужний реагент використовували їдкий натр або аніонообмінні смоли (високоосновні аніоніти містили четвертинні амонійні основи).

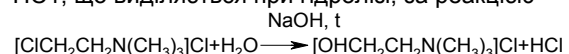
Водний розчин хлорхолінхлориду нагрівають до температури 70°C і порційно дозують в цей розчин 40-42% лугу (водний розчин NaOH).

Процес гідролізу супроводжується утворенням NaCl.

У разі використання високоосновних аніонітів лужне середовище утворюється за рахунок ТМА, який одержується при взаємодії з солянокислим триметиламіном, (що знаходиться у хлорхолінхлориді у вигляді незначної домішки).



HCl, що виділяється при гідролізі, за реакцією



(13) C2

(11) 77112

(19) UA

взаємодії з ТМА або гідроксильною формою аніоніту. Цикл повторюється поетапно до здійснення гідролізу.

Одержаний хлористий холін не містить токсичних домішок. Розчин упарюють до сироподібного стану, охолоджують і, при необхідності, кристалізують. У випадку необхідності виведення Nad з реакційного середовища розчин хлористого холіну змішують з ізопропанолом з наступним розділенням шарів і відгоном фракцій на водяній бані при атмосферному тиску або під вакуумом.

Враховуючи, що в раціон годівлі тварин входить Nad, наявність його у вигляді незначної домішки припустима.

#### Приклад 1

У скляний реактор ємкістю 200см<sup>3</sup> завантажили 60см<sup>3</sup> 67,3% водного розчину хлорхолінхлориду такого складу:

хлорхолінхлорид	64,5%
холінхлорид	2,8%
хлоргідрат триметиламіну	0,2%
триметиламін	відс.
дихлоретан	<0,001%

Вміст реактора нагріли до 70°C, потім при перемішуванні через крапельну лійку повільно, для підтримки рН 8-9,5 увели 23г 40% водного розчину NaOH і витримали при цій температурі 3 години.

Отримали 45% водно-сольовий розчин хлористого холіну з вмістом NaCl - 14,8%, який після обробки ізопропиловим спиртом, відокремлювання осаду NaCl і відгону азеотропу ізопропилового спирту з водою мав такий склад:

хлористий холін	69,5%
хлористий натрій	0,8%
вода	29,7%

хлорхолінхлорид, хлоргідрат триметиламіну, триметиламін, дихлоретан відс.

#### Приклад 2

Так, як і в прикладі 1, у реактор завантажують 20см<sup>3</sup> 67,3% водного розчину хлорхолінхлориду та 65г суспензії високоосновного аніоніту в гідроксильній формі.

Включають мішалку і вміст реактора нагрівають до 40°C і витримують при цій температурі протягом 5 годин. Потім охолоджують і аніоніт фільтрацією відокремлюють від реакційного середовища. Промивають 100см знесоленої води і після з'єднання з реакційним розчином упарюють під залишковим тиском 200мм рт.ст. Одержаний розчин хлористого холіну має такі показники:

хлористий холін	69,7%
хлорхолінхлорид	0,15%
триметиламін	0,02%

#### Приклад 3

Те ж, що і в прикладі 2, тільки водний розчин хлорхолінхлориду безперервно пропускали через дві послідовно працюючі колонки, заповнені високоосновним аніонітом в гідроксильній формі при температурі 40±5°C.

Перша колонка працює до повного насичення іонами хлору або до проскоку хлорхолінхлориду на другій колонці.

Після упарення розчин хлористого холіну не вміщував домішок хлорхолінхлориду та триметиламіну.

Експертиза проб водних розчинів №233-235, виконана державною лабораторією ветеринарної медицини згідно з ТУ 6-02-569-80, встановила їх нешкідливість.