(19) OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 706 532**

(51) Int. CI.:

C07C 303/02 (2006.01)
C07C 303/32 (2006.01)
C07C 303/44 (2006.01)
C07C 303/22 (2006.01)
C07C 309/14 (2006.01)
C07C 309/08 (2006.01)

(12) TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA T3

(96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **25.08.2017 E 17187912 (5)**

(97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: **14.11.2018 EP 3296290**

(54) Título: **Procedimiento cíclico para producir taurina**

(30) Prioridad:

16.09.2016 US 201615268071

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
29.03.2019

(73) Titular/es:

VITAWORKS IP, LLC (100.0%)
195 Blackhorse Lane
North Brunswick, NJ 08902, US

(72) Inventor/es:

HU, SONGZHOU

(74) Agente/Representante:

RIERA BLANCO, Juan Carlos

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Procedimiento cíclico para producir taurina

La presente solicitud reivindica la prioridad de la solicitud de patente no provisional de EE. UU. con n.º de serie 15/268.071, presentada el 16 de septiembre de 2016.

CAMPO TÉCNICO

La presente invención se refiere a un procedimiento cíclico para la producción de taurina a partir de isetionato de amonio con un alto rendimiento global (es decir, más de un 90 % a prácticamente cuantitativo) llevando a cabo la reacción de amoniacólisis de isetionato de álcali en taurinato de álcali en presencia de una mezcla de ditaurinato de álcali y tritaurinato de álcali, seguido de reacción con isetionato de amonio.

ANTECEDENTES DE LA INVENCIÓN

La taurina se puede denominar ácido 2-aminoetanosulfónico y es uno de los ácidos aminosulfónicos encontrados en los tejidos de muchos animales. La taurina es un compuesto extremadamente útil con efectos farmacológicos beneficiosos, tales como destoxificación, alivio de la fatiga, y efectos nutritivos y tonificantes. Como resultado, la taurina encuentra amplias aplicaciones como ingrediente esencial en la nutrición humana y animal.

La taurina se produce actualmente en una cantidad de más de 50.000 toneladas por año a partir de óxido de etileno o bien monoetanolamina. En la actualidad, la mayoría de la taurina se produce a partir de óxido de etileno, siguiendo un procedimiento en tres pasos: (1) la reacción de adición de óxido de etileno con bisulfito de sodio para proporcionar isetionato de sodio; (2) la amoniacólisis de isetionato de sodio para proporcionar taurinato de sodio; (3) la neutralización con un ácido, es decir, ácido clorhídrico y, preferentemente, ácido sulfúrico, para generar taurina y sales inorgánicas.

Aunque el procedimiento con óxido de etileno está bien establecido y se pone en práctica ampliamente en la producción comercial, el rendimiento global no es muy alto, menos de un 80 %. Además, el procedimiento genera un gran flujo de residuos que cada vez es más difícil de desechar.

Se sabe que la primera etapa del procedimiento con óxido de etileno, la reacción de adición de óxido de etileno con bisulfito de sodio, proporciona isetionato de sodio con alto rendimiento, casi cuantitativo, como se divulga en la pat. de EE. UU. n.º 2.820.818 en las condiciones descritas.

Por lo tanto, los problemas encontrados en la producción de taurina a partir del procedimiento con óxido de etileno surgen de la amoniacólisis de isetionato de sodio y de la separación de taurina de sulfato de sodio.

La pat. de EE. UU. n.º 1.932.907 divulga que se obtiene taurinato de sodio con un rendimiento de un 80 %, cuando se somete isetionato de sodio a una reacción de amoniacólisis en una proporción molar de 1:6,8 durante 2 horas a de 240 a 250 °C. La pat. de EE. UU. n.º 1.999.614 describe el uso de catalizadores, es decir, sulfato de sodio, sulfito de sodio y carbonato de sodio, en la reacción de amoniacólisis. Se obtiene una mezcla de taurinato de sodio y ditaurinato de sodio con un rendimiento tan alto como de un 97 %. Sin embargo, no se especifica el porcentaje de taurinato de sodio y ditaurinato de sodio en la mezcla.

El documento DD219023 describe los resultados detallados sobre la distribución del producto de la reacción de amoniacólisis de isetionato de sodio. Cuando se somete isetionato de sodio a la reacción de amoniacólisis con amoníaco acuoso al 25 % en una proporción molar de 1:9 a aproximadamente 280 °C durante 45 minutos en presencia de sulfato de sodio e hidróxido de sodio como catalizador, los productos de reacción comprenden un 71 % de taurinato de sodio y un 29 % de di- y tritaurinato de sodio.

El documento WO01/77071se dirige a un procedimiento para la preparación de ditaurina calentando una solución acuosa de taurinato de sodio a una temperatura de 210 °C en presencia de un medio de reacción. Se obtiene una mezcla de taurinato de sodio y ditaurinato de sodio.

Por lo tanto, a partir de las referencias anteriores se deduce que la amoniacólisis de isetionato de sodio proporciona invariablemente una mezcla de taurinato de sodio, ditaurinato de sodio y tritaurinato de sodio. El rendimiento en porcentaje de taurinato de sodio no ha sido de más de un 80 %.

A fin de obtener taurina a partir de taurinato de sodio, la pat. de EE. UU. 2.693.488 divulga un procedimiento de uso de resinas de intercambio iónico que implica una resina de intercambio iónico fuertemente ácida en forma hidrogenada, y, a continuación, una resina de intercambio aniónico en forma básica. Este procedimiento es complicado y requiere el uso de una gran cantidad de ácido y base para regenerar las resinas de intercambio iónico en cada ciclo de producción.

Por otra parte, los documentos CN101508657, CN101508658, CN101508659 y CN101486669 describen un procedimiento de uso de ácido sulfúrico para neutralizar taurinato de sodio para obtener una solución de taurina y sulfato de sodio. Se obtiene fácilmente taurina en bruto mediante filtración a partir de una suspensión cristalina de

taurina después del enfriamiento. Sin embargo, el licor madre residual todavía contiene taurina, sulfato de sodio y otras impurezas orgánicas no especificadas, que se identifican como una mezcla de ditaurinato de sodio y tritaurinato de sodio.

La pat. de EE. UU. n.º 9.428.450 y la pat. de EE. UU. n.º 9.428.451 supera algunos de los problemas en el procedimiento con óxido de etileno conocido convirtiendo los subproductos de la reacción de amoniacólisis de isetionato de álcali, ditaurinato de álcali y tritaurinato de álcali en taurinato de álcali. El rendimiento global del procedimiento cíclico para producir taurina a partir de isetionato de sodio se incrementa a desde un 85 % a prácticamente cuantitativo.

La pat. de EE. UU. n.º 8.609.890 divulga un procedimiento de uso de ácido isetiónico o dióxido de azufre para neutralizar taurinato de álcali para producir taurina y para regenerar el isetionato de álcali. La pat. de EE. UU. n.º 9.108.907 divulga además un procedimiento de uso de ácido isetiónico preparado a partir de etanol para neutralizar taurinato de álcali para regenerar el isetionato de álcali. El objetivo es reducir o eliminar el uso de ácido sulfúrico como agente ácido en la producción de taurina.

La pat. de EE. UU. n.º 9.061.976 divulga un esquema de producción integrado que usa dióxido de azufre como ácido y que convierte los subproductos de la reacción de amoniacólisis, ditaurinato de álcali y tritaurinato de álcali, en taurinato de álcali. El rendimiento de producción global se incrementa a más de un 90 % y se elimina el sulfato de álcali del procedimiento de producción. Un inconveniente de este procedimiento es el uso de dióxido de azufre gaseoso, que confiere un ligero olor al producto. Otro inconveniente significativo es que el producto de taurina de este procedimiento puede contener cantidades mínimas de sulfito de álcali que podrían ser un alérgeno para determinadas personas.

El documento de EE. UU. con n.º de serie 15/238.621 (solicitud de pat. de EE. UU. 2016/0355470) divulga un procedimiento cíclico para producir taurina a partir de ácido isetiónico con un alto rendimiento global de más de un 90 % a prácticamente cuantitativo, a la par que no genera ninguna sal inorgánica como subproducto. Sin embargo, el material de partida, ácido isetiónico, es difícil de obtener comercialmente y se produce mediante un costoso procedimiento de electrodiálisis con membrana bipolar de isetionato de álcali.

El documento CN 101717353A describe un procedimiento de preparación de taurina mediante (1) reacción de óxido de etileno con sulfito de amonio para proporcionar isetionato de amonio y amoníaco; (2) amoniacólisis del producto obtenido en taurinato de amonio; (3) acidificación con ácido sulfúrico para generar taurina. Sin embargo, los intentos repetidos no consiguen producir ninguna taurina en las condiciones divulgadas.

Es un objetivo de la presente invención superar la desventaja de los procedimientos conocidos para la producción de taurina y proporcionar, además, ventajas, que serán evidentes a partir de la siguiente descripción.

Otro objetivo de la presente invención es divulgar un procedimiento para la producción de taurina a partir de isetionato de amonio con un alto rendimiento global (es decir, de más de un 90 % a prácticamente cuantitativo) sin generar ninguna sal inorgánica como subproducto.

El material de partida, isetionato de amonio, se puede producir fácil y económicamente haciendo reaccionar óxido de etileno con bisulfito de amonio de acuerdo con las técnicas anteriores, por ejemplo, la pat. de EE. UU. n.º 5.646.320 y la pat. de EE. UU. n.º 5.739.365.

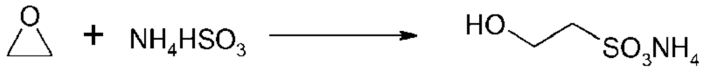
De acuerdo con el procedimiento de la presente invención, se mezcla una solución de isetionato de álcali o isetionato de álcali regenerado, ditaurinato de álcali y tritaurinato de álcali con un amoníaco en exceso y se somete de forma continua a una reacción de amoniacólisis para formar una mezcla de taurinato de álcali, ditaurinato de álcali y tritaurinato de álcali, en presencia de uno o más catalizadores. Después de que se añada isetionato de amonio a la solución de amoniacólisis, se retira el amoníaco en exceso para obtener una suspensión cristalina de taurina en una solución de isetionato de álcali, ditaurinato de álcali y tritaurinato de álcali. Tras la separación sólido-líquido de taurina, el licor madre se recicla directamente al paso de amoniacólisis.

La ventaja del uso de isetionato de amonio como material de partida se hace evidente en tanto que no es necesario ningún aislamiento de la sal de álcali como subproducto después de la separación de la taurina cristalina del licor madre que contiene isetionato de álcali, ditaurinato de álcali y tritaurinato de álcali.

DESCRIPCIÓN DE LA INVENCIÓN

La presente invención se refiere a un procedimiento cíclico para la producción de taurina a partir de isetionato de amonio con un alto rendimiento global de más de un 90 % a prácticamente cuantitativo sin generar ninguna sal inorgánica como subproducto.

El material de partida, el isetionato de amonio, se produce haciendo reaccionar óxido de etileno con bisulfito de amonio de acuerdo con la siguiente ecuación:



Se puede usar directamente isetionato de amonio, producido en una solución, para la producción de taurina. Preferentemente, se purifica el isetionato de amonio concentrando la solución para obtener materiales cristalinos. Cuando se usa isetionato de amonio sólido en la producción de taurina, se mejora la calidad de la taurina producida y casi no se requiere ninguna purga del licor madre del procedimiento cíclico.

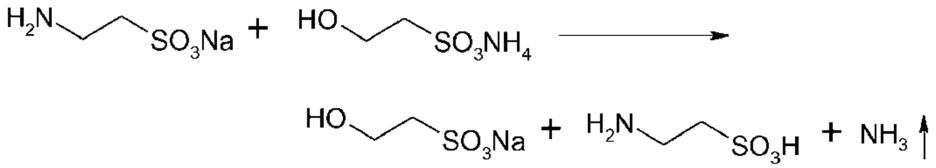
El procedimiento de acuerdo con la presente invención comienza con la mezcla de una solución de isetionato de álcali o isetionato de álcali regenerado, ditaurinato de álcali y tritaurinato de álcali, con un exceso de amoníaco. La presencia de ditaurinato de álcali y tritaurinato de álcali en la solución de reacción inhibe la formación de subproductos, incrementa el rendimiento de producción y reduce o elimina en gran medida la descarga de residuos del procedimiento de producción. Los metales de álcali son litio, sodio o potasio.

La reacción de amoniacólisis se lleva a cabo a una temperatura desde 160 °C a 260 °C a la presión desde autógena a 260 bar durante 1 a 6 horas.

Después de la reacción de amoniacólisis, se añade isetionato de amonio a la solución de amoniacólisis para que reaccione con los taurinatos de álcali. El amoníaco en exceso se disipa de la solución de reacción y se recupera para su reutilización. Tras concentrar y enfriar, se obtiene una suspensión cristalina de taurina en una solución de ditaurinato de álcali, tritaurinato de álcali y una cantidad mínima de isetionato de álcali sin reaccionar.

La cantidad de isetionato de amonio en relación con taurinato de álcali en la solución de amoniacólisis puede ser desde 0,1 a 10 en una base molar. Preferentemente, la proporción molar es desde 0,5 a 1,5, más preferentemente desde 0,9 a 1,1 y lo más preferentemente desde 0,95 a 1,05. Cuando la proporción es más baja que el equivalente, el pH final después de la retirada del amoníaco tiende a ser más alto de 7 y permanecerá más taurina en la solución. Cuando la proporción es mayor que el equivalente, el pH final está en el intervalo deseable de 5 a 6, pero se consumirá hidróxido de álcali adicional durante la etapa de amoniacólisis.

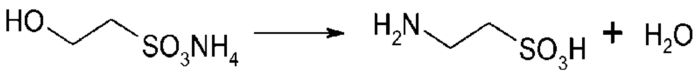
La reacción de taurinato de álcali formado en la etapa de amoniacólisis con isetionato de amonio transcurre de acuerdo con la siguiente ecuación:



La retirada del amoníaco en exceso y del amoníaco liberado de la reacción anterior se puede efectuar calentando o separando con vapor. Después de la retirada completa del amoníaco, la solución fuertemente básica se vuelve neutra para proporcionar una suspensión cristalina de taurina en una solución de isetionato de álcali, ditaurinato de álcali, tritaurinato de álcali y una pequeña cantidad de isetionato de álcali sin reaccionar. La suspensión inicial se concentra opcionalmente, a continuación, se enfría para cristalizar la taurina. Se obtiene taurina mediante separación sólido-líquido.

Después de la separación de taurina, el licor madre, que contiene isetionato de álcali regenerado, ditaurinato de álcali y tritaurinato de álcali, se satura con amoníaco y se somete a la reacción de amoniacólisis.

Se hace evidente que se recicla de forma continua el álcali en el sistema de reacción en el procedimiento y solo se transforma el isetionato de amonio en taurina. La reacción neta del procedimiento cíclico es:



Los catalizadores útiles y eficaces para la reacción de amoniacólisis se encuentran entre las sales de álcali de hidróxido, carbonato, bicarbonato, hidrogenosulfato, sulfato, bisulfito, sulfito, nitrato, fosfato, clorato y perclorato. Dichas sales son hidróxido de sodio, hidróxido de litio, hidróxido de potasio, carbonato de litio, bicarbonato de litio, bicarbonato de sodio, bicarbonato de sodio, bicarbonato de potasio, carbonato de litio, carbonato de sodio, carbonato de potasio, sulfato de litio, sulfato de sodio, sulfato de potasio, fosfato de litio, fosfato de sodio, fosfato de potasio, sulfito de litio, sulfito de sodio y sulfito de potasio.

El catalizador para la reacción de amoniacólisis de isetionato de álcali en presencia de ditaurinato de álcali y tritaurinato de álcali puede ser un componente o una combinación de dos o más componentes. Los catalizadores preferentes son hidróxido de álcali y el catalizador más preferente es hidróxido de sodio.

La cantidad del catalizador usado no se limita, pero normalmente es desde 0,01 a 10 en una proporción molar del catalizador con respecto al isetionato de álcali. La proporción está preferentemente en el intervalo de 0,01 a 1, más

preferentemente de 0,1 a 0,5, lo más preferentemente de 0,2 a 0,3. Se puede seleccionar una cantidad adecuada de catalizador por los expertos en la técnica para que la reacción de amoniacólisis se complete en el tiempo deseado.

Como catalizador, se introduce hidróxido de álcali en el sistema de reacción y se requiere isetionato de amonio adicional para neutralizar la base fuerte. El resultado es una acumulación incrementada de álcali en el procedimiento cíclico. Por tanto, es preferente generar el hidróxido de álcali en la unidad de producción. Una manera conveniente es dividir el ditaurinato de álcali en el licor madre en un componente ácido, ditaurina y un componente de hidróxido de álcali, usando electrodiálisis con membrana bipolar. Se usa la solución de ditaurina como ácido después de la amoniacólisis, mientras que se usa hidróxido de álcali como catalizador para la reacción de amoniacólisis.

El procedimiento cíclico de acuerdo con la presente invención genera taurina con un rendimiento de más de un 90 % a prácticamente cuantitativo, y no genera ningún residuo distinto de una pequeña cantidad de purga del sistema cíclico.

El procedimiento de acuerdo con la presente invención se puede llevar a cabo de forma discontinua, semicontinua y continua.

DESCRIPCIÓN DEL DIBUJO

La FIG. 1 ilustra un modo de realización de un diagrama de flujo para producir taurina a partir de isetionato de amonio.

EJEMPLOS

Los siguientes ejemplos ilustran la práctica de la presente invención, pero no pretenden limitar su alcance.

Ejemplo 1

A una autoclave de 2 l se añaden 1200 ml de solución de amoníaco al 24 %, 296 g de isetionato de sodio y 2 g de hidróxido de sodio. La solución se calienta a 260 °C durante 2 horas a presión autógena. Después del enfriamiento, se añaden 286,2 g de isetionato de amonio y se retira el amoníaco hirviendo para llevar el pH de la solución a pH 6,5. Después del calentamiento para retirar el amoníaco en exceso, concentrando y enfriando a temperatura ambiente, se obtiene una suspensión de taurina cristalina. Se recupera taurina mediante filtración y se seca hasta 189,3 g. Se recupera taurina con un rendimiento de un 75,7 %.

Ejemplo 2

Al licor madre del ejemplo 1 se añaden 340 g de amoníaco gaseoso y el volumen total se ajusta a 1500 ml con agua desionizada, seguido de la adición de 12,4 g de hidróxido de sodio. La solución se dispone en una autoclave de 2 l y se somete a una reacción de amoniacólisis y tratamiento con isetionato de amonio como se describe en el ejemplo 1.

Se obtiene taurina, 241,2 g, después del secado, con un rendimiento de un 96,2 % en base al isetionato de amonio usado.

Ejemplos 3 a 8

Después del aislamiento de taurina, el licor madre después de saturarse con amoníaco, se somete repetidamente a la reacción de amoniacólisis en presencia de 15 g de hidróxido de sodio 5 veces para un rendimiento global de taurina de un 96,4 % en base al isetionato de amonio usado.

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para producir taurina a partir de taurinato de álcali o una mezcla de taurinato de álcali, ditaurinato de álcali y tritaurinato de álcali, que comprende:

(a) añadir isetionato de amonio a una solución de taurinato de álcali o una mezcla de taurinato de álcali, ditaurinato de álcali y tritaurinato de álcali para proporcionar isetionato de álcali y taurinato de amonio;

(b) descomponer el taurinato de amonio calentando y retirando el amoníaco para proporcionar taurina;

(c) separar la taurina por medio de separación sólido-líquido.

2. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que se produce una mezcla de taurinato de álcali, ditaurinato de álcali y tritaurinato de álcali mediante una reacción de amoniacólisis de isetionato de álcali.

3. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que los metales de álcali son litio, sodio o potasio.

Fig. 1 Diagrama de flujo de producción esquemático

