



(51) МПК
C07C 277/08 (2006.01)
C07C 279/14 (2006.01)
C07C 279/12 (2006.01)

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
 ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21)(22) Заявка: 2012130348/04, 14.12.2010

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
 14.12.2010

Приоритет(ы):

(30) Конвенционный приоритет:
 18.12.2009 US 61/287,843

(43) Дата публикации заявки: 10.02.2014 Бюл. № 4

(45) Опубликовано: 10.09.2014 Бюл. № 25

(56) Список документов, цитированных в отчете о
 поиске: WO 2009/100267 A1, 13.08.2009US
 6217851 B1, 17.04.2001

(85) Дата начала рассмотрения заявки РСТ на
 национальной фазе: 18.07.2012

(86) Заявка РСТ:
 US 2010/060266 (14.12.2010)

(87) Публикация заявки РСТ:
 WO 2011/075472 (23.06.2011)

Адрес для переписки:

129090, Москва, ул. Большая Спасская, 25, стр.
 3, ООО "Юридическая фирма "Городисский и
 Партнеры"

(72) Автор(ы):

ГАРСИЯ Хоакин Баутиста (US),
 КАБАНАС Робин С. (US)

(73) Патентообладатель(и):

КОЛГЕЙТ-ПАЛМОЛИВ КОМПАНИ (US)

(54) СПОСОБЫ ПОЛУЧЕНИЯ БИКАРБОНАТА АРГИНИНА ПРИ НИЗКОМ ДАВЛЕНИИ

(57) Реферат:

Изобретение относится к области химии, конкретно к способу получения бикарбоната аргинина. Способ включает контактирование углекислого газа, имеющего давление от 6895 Па (1 psi) до 68947 Па (10 psi), с исходной суспензией, содержащей аргинин, при температуре от 60 до 80°C и pH от 10 до 14 для образования суспензии или раствора, включающего аргинин и анион бикарбоната, в условиях турбулентности, которые создаются путем рециркуляции

углекислого газа. Затем осуществляют контактирование суспензии или раствора с диоксидом углерода, пока суспензия или раствор не образует раствор, имеющий pH ниже 9, и извлечение бикарбоната аргинина из раствора. Изобретение относится также к варианту предлагаемого способа. Способы позволяют более быстро получать бикарбонат аргинина с высокими концентрациями в растворе. 2 н. и 14 з.п. ф-лы, 1 ил., 4 пр.



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(51) Int. Cl.
C07C 277/08 (2006.01)
C07C 279/14 (2006.01)
C07C 279/12 (2006.01)

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21)(22) Application: **2012130348/04, 14.12.2010**

(24) Effective date for property rights:
14.12.2010

Priority:

(30) Convention priority:
18.12.2009 US 61/287,843

(43) Application published: **10.02.2014** Bull. № 4

(45) Date of publication: **10.09.2014** Bull. № 25

(85) Commencement of national phase: **18.07.2012**

(86) PCT application:
US 2010/060266 (14.12.2010)

(87) PCT publication:
WO 2011/075472 (23.06.2011)

Mail address:

**129090, Moskva, ul. Bol'shaja Spasskaja, 25, str. 3,
OOO "Juridicheskaja firma "Gorodisskij i Partnery"**

(72) Inventor(s):

**GARSIJa Khoakin Bautista (US),
KABANAS Robin S. (US)**

(73) Proprietor(s):

KOLGEJT-PALMOLIV KOMPANI (US)

(54) **METHODS OF PRODUCING ARGININE BICARBONATE AT LOW PRESSURE**

(57) Abstract:

FIELD: chemistry.

SUBSTANCE: invention relates to the field of chemistry, namely to a method of producing arginine bicarbonate. The method includes contact of carbon dioxide, which has pressure from 6895 Pa (1 psi) to 68947 Pa (10 psi), with an initial arginine-containing suspension at a temperature from 60 to 80°C and pH from 10 to 14 to form a suspension or a solution, including arginine and anion of bicarbonate under conditions of turbulence, created by carbon dioxide

recirculation. After that, a contact of the suspension or the solution with carbon dioxide is realised until the suspension or the solution form a solution with pH lower than 9, and extraction of arginine bicarbonate from the solution is carried out.

EFFECT: methods make it possible to obtain arginine bicarbonate with high concentrations in the solution in a faster way.

16 cl, 1 dwg, 4 ex

RU 2 528 051 C 2

RU 2 528 051 C 2

ПЕРЕКРЕСТНАЯ ССЫЛКА НА БЛИЗКИЕ ЗАЯВКИ

Эта заявка претендует на приоритет по отношению к временной патентной заявке США № 61/287843, зарегистрированной 18 декабря 2009 года, которая здесь дана в ссылках.

5 УРОВЕНЬ ТЕХНИКИ ПО ИЗОБРЕТЕНИЮ

Бикарбонат аргинина имеет применение в различных отраслях промышленности, включая использование в композициях для личного обихода, например в композициях для ухода за полостью рта. Например, в патенте США № 5424558 описывается применение аргинина бикарбоната и карбоната кальция для предотвращения или
10 лечения сверхчувствительности зубов. Так как промышленный спрос на бикарбонат аргинина растет, то потребность в усовершенствованных процессах и способах его получения также растет.

В опубликованной РСТ заявке WO 2009/100267 описываются способы получения бикарбоната аргинина.

15 Бикарбонат аргинина может быть получен посредством барботирования углекислого газа через насыщенный водный раствор аргинина при комнатных температуре и давлении. В патенте США № 6217851 описывается получение бикарбоната аргинина из гидрата окиси аргинина барботированием углекислого газа или добавлением избытка сухого льда в раствор аргинина в виде нейтрального основания. Однако эффективность
20 существующего процесса требует улучшения. Существующий процесс медленный, требующий от 24 до 48 часов для завершения реакции. Диоксид углерода имеет очень ограниченную растворимость в воде, и освобождение газа в раствор дает максимальную концентрацию $1,2 \times 10^{-5}$ М при комнатной температуре и его природном парциальном
25 давлении ($3,5 \times 10^{-4}$ атмосферы). Растворимость аргинина в воде составляет только 15% масс. от массы аргинина при комнатной температуре. Получение концентрированного раствора бикарбоната аргинина (например, 40%) требует непрерывного добавления аргинина к раствору, чтобы тем самым увеличить время получения, и требует постоянного мониторинга реакции. Таким образом имеется потребность в улучшенных
30 способах для получения бикарбоната аргинина.

СУЩНОСТЬ ИЗОБРЕТЕНИЯ

Способы получения бикарбоната аргинина. Эти способы представляют собой значительное улучшение в сравнении с существующими технологиями, так как могут быть получены концентрированные растворы около 50% и в некоторых воплощениях
35 70% массовых от массы аргинина и могут быть получены анионы бикарбоната в течение малого времени от около 90 до около 120 минут (ср., от 24 до 48 часов для получения бикарбоната аргинина с меньшей концентрацией при использовании известных способов в области этой техники), с последующими более быстрыми и легкими процессами извлечения соли бикарбоната аргинина из раствора.

40 В одном воплощении раскрывается способ получения бикарбоната аргинина, включающий в себя контактирование углекислого газа, имеющего давление от 6895 Па ($1 \text{ psi} = 0,07 \text{ кг/см}^2$) до 68947 Па ($10 \text{ psi} = 0,7 \text{ кг/см}^2$), с исходной суспензией, содержащей аргинин, при температуре от 60 до 80°C, чтобы получить суспензию или раствор, включающий в себя аргинин и анион бикарбоната; контактирование раствора
45 или суспензии аргинина с диоксидом углерода, пока суспензия или раствор не будут иметь концентрацию бикарбоната аргинина выше 50% и рН ниже 9, и извлечение бикарбоната аргинина из раствора.

В другом воплощении раскрывается процесс получения бикарбоната аргинина,

который включает в себя контактирование водной суспензии аргинина с отношением аргинина к воде 60:40 с диоксидом углерода, имеющим давление от 6895 Па (1 psi) до 68947 Па (10 psi), нагревание суспензии аргинина до температуры от 60 до 80°C в течение времени реакции, пока не будет получена суспензия или раствор, содержащий по меньшей мере 50% бикарбоната аргинина и имеющий рН меньше 9; охлаждение полученной суспензии или раствора до 25°C для получения раствора бикарбоната аргинина, имеющего концентрацию бикарбоната аргинина около 50% масс.

КРАТКОЕ ОПИСАНИЕ ЧЕРТЕЖЕЙ

Некоторые воплощения описаны в нижеследующих примерах и иллюстрируются приложенной к ним фигурой.

Фиг. 1 иллюстрирует опытную установку для получения бикарбоната аргинина при низких давлениях.

ПОДРОБНОЕ ОПИСАНИЕ

Во всем описании используются диапазоны, как скоропись для описания каждой величины, которая находится в пределах диапазона. Любая величина в пределах диапазона может быть выбрана как конечная точка диапазона. Кроме того, все упомянутые здесь ссылки приведены во всей своей полноте. В случае конфликта определений в настоящем описании и в приведенной ссылке, определяющим является настоящее описание. Помимо этого композиции и способы могут включать в себя, состоять по существу из, или состоять из элементов, описанных здесь.

Если не определено иначе, все проценты и количества, приведенные здесь и в других местах описания, должны пониматься как выраженные в процентах массовых. Количества, приведенные здесь, основаны на активной массе материала.

Приведение здесь конкретной величины предназначено для обозначения, что в этой величине следует учитывать плюс или минус степень изменения, объяснимую ошибками в измерениях. Например, величина в 10% может включать в себя 9,5% или 10,5%, учитывая степень ошибки в измерениях, что должно учитываться и пониматься специалистами в этой области. Способ включает в себя удивительно простую реакцию для получения соли бикарбоната аргинина с высокой концентрацией путем реакции между источником углекислого газа и суспензией аргинина при повышенных температурах и низком давлении для получения раствора аргинина и аниона бикарбоната, из которого затем извлекается соль. Начальная реакция протекает более быстро, чем в существующих способах: в течение 90 минут в сравнении с 24 часами, и дает более концентрированный раствор аргинина и аниона бикарбоната (больше 50%, и в некоторых воплощениях 70% или больше, в сравнении с 40%).

В одном воплощении раскрывается способ получения бикарбоната аргинина, включающий в себя контактирование углекислого газа при давлении от 6894 Па (1 psi) до 68947 Па (10 psi) с исходной суспензией, содержащей аргинин, при температуре от 60 до 80°C для образования суспензии или раствора, содержащего аргинин и анион бикарбоната; контактирование раствора или суспензии с диоксидом углерода, пока суспензия или раствор не будут иметь концентрацию бикарбоната аргинина выше 50% и рН ниже 9, и извлечение бикарбоната аргинина из раствора. Выражение «раствор или суспензия» используется здесь в связи с тем, что по мере протекания реакции суспензия постепенно становится раствором, так как все больше и больше аргинина растворяется и образуется бикарбонат аргинина. Как более подробно описано ниже, реакция завершается, когда в суспензии остается мало аргинина или вообще не остается аргинина в суспензии, и раствор становится прозрачным или бесцветным. Поэтому во время процесса получения бикарбоната аргинина суспензия, содержащая аргинин, в

конец концов станет раствором, содержащим бикарбонат аргинина.

В другом воплощении раскрывается процесс получения бикарбоната аргинина, который включает в себя контактирование водной суспензии аргинина с отношением аргинина к воде 60:40 с диоксидом углерода при давлении от 6895 Па (1 psi) до 68947 Па (10 psi), нагревание суспензии аргинина до температуры от 60 до 80°C в течение времени протекания реакции, пока не будет образована суспензия или раствор с концентрацией по меньшей мере 50% бикарбоната аргинина и с рН меньше 9, охлаждение полученной суспензии или раствора до 25°C для получения раствора бикарбоната аргинина, имеющего концентрацию бикарбоната аргинина около 50% массовых.

В одном воплощении суспензия аргинина включает в себя аргинин и растворитель, в некоторых воплощениях - воду, при этом суспензия содержит от 10 до 90% массовых аргинина в виде нейтрального основания или в виде соли. В некотором воплощении водная суспензия аргинина имеет массовое отношение аргинина к воде 60:40. В некоторых случаях последовательные порции аргинина могут добавляться, но не обязательно, пока отношение аргинина к воде не станет больше 1,8:1, в некоторых воплощениях больше 1,9:1 и в других воплощениях больше 2,5:1.

Аргинин, используемый в некоторых воплощениях, выбирается из L-аргинина, D-аргинина или из их смеси. Аргинин также может обеспечиваться гидратом окиси аргинина, гидрохлоридом аргинина или их смесью.

В способах диоксид углерода может обеспечиваться в реакции как газ под давлением от 6895 Па (1 psi) до 68947 Па (10 psi), в некоторых воплощениях от 34474 Па (5 psi) до 68947 Па (10 psi).

В другом воплощении ион бикарбоната может создаваться введением бикарбоната натрия в суспензию. В другом воплощении суспензия аргинина и углекислый газ поддерживаются при повышенной температуре в течение от 90 до 120 минут. Специалисты в этой области поймут, что хотя реакция может протекать всего 90 минут для лабораторного или опытного производства бикарбоната аргинина, производство бикарбоната аргинина в коммерческих масштабах обычно занимает больше времени, до 5 часов. Суспензия аргинина и диоксид углерода поэтому могут поддерживаться при повышенной температуре в течение от 90 минут до 5 часов, в некоторых воплощениях от 90 минут до 4 часов, и в других воплощениях от 90 минут до 2-4 часов для производства в коммерческих объемах.

В одном воплощении суспензия аргинина включает в себя аргинин и растворитель, в некоторых воплощениях воду, при этом суспензия содержит от 10 до 90% массовых аргинина в виде свободного основания или в виде соли. В некотором воплощении водная суспензия аргинина имеет массовое отношение аргинина к воде 60:40. В некоторых случаях последовательные порции аргинина могут добавляться, но не обязательно, пока отношение аргинина к воде не станет больше 1,8:1, в некоторых воплощениях больше 1,9:1 и в других воплощениях больше 2,5:1.

Аргинин, используемый в некоторых воплощениях, выбирается из L-аргинина, D-аргинина или из их смеси. Аргинин также может обеспечиваться гидратом окиси аргинина, гидрохлоридом аргинина или их смесью.

В способах диоксид углерода может обеспечиваться в реакции как газ под давлением от 6895 Па (1 psi) до 68947 Па (10 psi), в некоторых воплощениях от 34474 Па (5 psi) до 68947 Па (10 psi).

В другом воплощении ион бикарбоната может создаваться введением бикарбоната натрия в суспензию. В другом воплощении суспензия аргинина и углекислый газ поддерживаются при повышенной температуре в течение от 90 до 120 минут.

Специалисты в этой области поймут, что хотя реакция может протекать всего 90 минут для лабораторного или опытного производства бикарбоната аргинина, производство бикарбоната аргинина в коммерческих масштабах обычно занимает больше времени, до 5 часов. Суспензия аргинина и диоксид углерода поэтому могут поддерживаться при повышенной температуре в течение от 90 минут до 5 часов, в некоторых воплощениях от 90 минут до 4 часов, и в других воплощениях от 90 минут до 2-4 часов для производства в коммерческом объеме.

Также здесь описан способ, в котором суспензия аргинина может нагреваться сначала до температуры в пределах диапазона от 30 до 80°C, в некоторых воплощениях от 60 до 80°C в течение всей реакции, затем она охлаждается до температуры в диапазоне от 0 до 40°C, в некоторых воплощениях от 0 до 25°C после завершения реакции. Суспензия аргинина, используемая в некоторых воплощениях, имеет рН от 10 до 14. Благодаря использованию этих способов обеспечиваются растворы бикарбоната аргинина, имеющие рН от 7 до 10, в некоторых воплощениях от 8,3 до 8,5 (или от 7,0 до 9,0). То есть, реакция по существу завершается, как считают, когда рН полученного раствора, содержащего бикарбонат аргинина, будет меньше 9,0. В одном воплощении бикарбонат аргинина может быть извлечен из раствора выпариванием или осаждением.

Настоящий способ в некоторых воплощениях начинается с получения суспензии аргинина, содержащей аргинин и растворитель, в некоторых воплощениях - воду. Так как аргинин в виде нейтрального основания только слегка растворим в воде при комнатной температуре, добавление аргинина к воде образует суспензию, в которой большая часть аргинина нерастворима. Любая форма аргинина может быть использована для получения суспензии, например, аргинин в виде нейтрального основания (в D или L форме, обычно в L форме) или аргининовая соль. Считается, что различные аргининовые соли, например, гидрохлорид аргинина и фармацевтически разрешенные соли, могут быть существенно более растворимы в воде, чем аргинин в виде нейтрального основания, и таким образом могут обеспечивать получение более концентрированного раствора аргинина и аниона бикарбоната. Таким образом, могут использоваться соли или могут использоваться смеси аргинина в виде нейтрального основания и солей аргинина в комбинации для получения суспензии.

Суспензию получают добавлением от 10 до 90% массовых аргинина к растворителю, например, от 20 до 80%, от 30 до 70%, от 40 до 60%. Суспензию можно затем перемешивать для получения гомогенной смеси. Начальное рН суспензии обычно равно 12 для аргинина в виде нейтрального основания, например, от 10 до 13.

В одном воплощении водная суспензия аргинина имеет отношение масс 60:40. Также здесь описан способ, в котором суспензия может быть нагрета до 30-80°C, например, до 40-50°C, до 55°C, до 60°C, до 65°C или до 70°C, чтобы увеличить растворимость аргинина в растворителе, которым является в некоторых воплощениях вода. В одном воплощении водная суспензия аргинина сначала нагревается до температуры от 60 до 80°C.

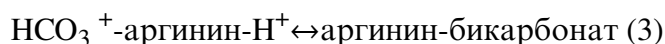
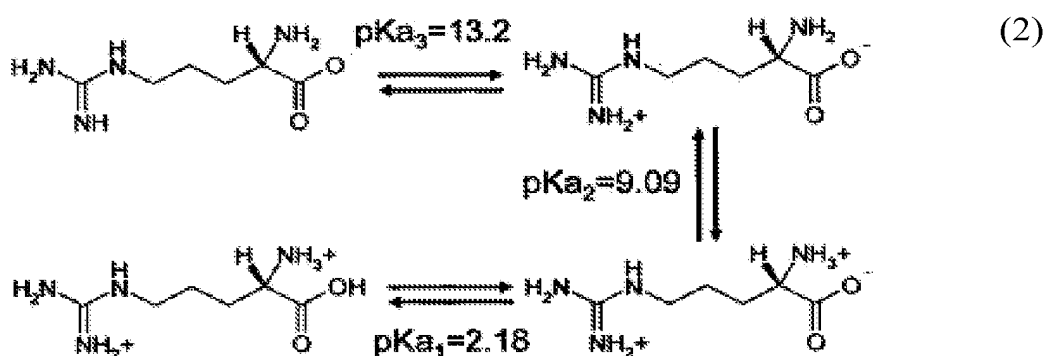
Реакция между диоксидом углерода в газообразном виде и водой хорошо известна в этой области техники, в результате которой сначала образуется угольная кислота, диссоциирующая на ионы бикарбоната и водорода. Бикарбонат затем дальше диссоциирует на карбонат и на ион водорода. К суспензии аргинина добавляется диоксид углерода в емкости под давлением для образования анионов бикарбоната, что приводит к получению протонированного раствора катиона аргинина и аниона бикарбоната.

Равновесие между диоксидом углерода/угольной кислотой и аргинином устанавливается соответственно в нижеприведенных реакциях 1 и 2. Когда диоксид углерода удаляется

водой, он образует уголекислоту и бикарбонат и затем реагирует с основной молекулой аргинина с образованием бикарбоната аргинина, как показано в реакции 3.



$$pK_{a1} \approx 3,60 \quad pK_{a2} \approx 10,25$$



Растворимость диоксида углерода в суспензии может быть увеличена при понижении температуры раствора, однако это уменьшает растворимость аргинина. Таким образом, желательно поддерживать тщательный баланс между растворимостью обоих компонентов. Таким образом, в одном воплощении резервуар под давлением может иметь регулятор температуры. Один способ повышения растворимости диоксида углерода в суспензии состоит в обеспечении диоксида углерода при более низкой температуре, чем температура суспензии, например, посредством ввода диоксида углерода в виде сухого льда или охлажденного газа. В некоторых воплощениях используется уголекислый газ. Дополнительно, может проводиться охлаждение суспензии.

Также здесь описывается способ, в котором растворимость диоксида углерода в суспензии может быть повышена увеличением парциального давления диоксида углерода в реакционной емкости. Таким образом реакция между диоксидом углерода и суспензией аргинина может происходить при более высоких давлениях вне объема этого изобретения, хотя более высокие давления не выбираются для всех воплощений. Если используются более высокие давления, то реакция может протекать при давлении от 34474 Па (5 psi) до 1034214 Па (150 psi), например, при 344738 Па (50 psi), при 413685 Па (60 psi), при 482633 Па (70 psi), при 551580 Па (80 psi), при 620528 Па (90 psi), при 689476 Па (100 psi), при 758423 Па (110 psi), при 827371 Па (120 psi) или при 965266 Па (140 psi).

В одном воплощении реакция между суспензией аргинина и газообразным диоксидом углерода проводилась при давлении от 6895 Па (1 psi) до не более 68947 Па (10 psi), чтобы соответствовать условиям безопасности проведения хороших производственных процессов и использовать оборудование, которое не требовало разрешения на высокие давления. В некоторых воплощениях давление составляет от 34473 Па (5 psi) до 68947 Па (10 psi).

Реакцию между суспензией аргинина и диоксидом углерода в некоторых воплощениях разрешается проводить в течение от 10 до 120 минут. Завершение реакции может быть зарегистрировано мониторингом присутствия нерастворенного аргинина в суспензии, так как аргинин в присутствии анионов бикарбоната очень хорошо растворяется в сравнении с суспензией. Другой способ мониторинга реакции заключается в непосредственном измерении pH раствора реакционной емкости или в отборе пробы раствора и измерении ее pH в открытом резервуаре при комнатной температуре.

В зависимости от завершения реакции в некоторых воплощениях не остается твердого аргинина, и раствор аргинина и аниона бикарбоната является прозрачным и бесцветным и его рН меньше 9,0. Возможно добавление дополнительного диоксида углерода в реакционную емкость. После получения раствора бикарбоната аргинина эта соль может
5 быть извлечена из раствора любым средством, известным специалистам в этой области. В одном воплощении растворитель выпаривают, например, нагреванием, высушивают распылением или вымораживанием. В другом воплощении эту соль осаждают из раствора добавлением спирта. Альтернативно, раствор бикарбоната аргинина может
10 быть использован сам по себе, как концентрированный раствор, без извлечения бикарбоната аргинина. После завершения реакции раствор бикарбоната аргинина в некоторых воплощениях имеет конечную концентрацию выше 50%, в некоторых воплощениях выше 60%, в других воплощениях выше 65%, в других воплощениях выше 70% массовых от общей массы.

Настоящие способы могут быть использованы для получения бикарбоната аргинина
15 отдельными партиями, или могут быть применены в непрерывном процессе, например, в копусных реакторах с мешалками, в реакторах с сжиженным слоем и в реакторах с вытеснением. Специалисты в этой области смогут осуществлять эти описанные здесь в виде периодического процесса для получения одной партии продукта или в виде непрерывных процессов, используя предлагаемые здесь принципы.

20 В одном воплощении, чтобы обеспечить условия турбулентности, которые облегчают и увеличивают скорость реакции, может быть использована воздуходувка с компрессором для рециркуляции углекислого газа, присутствующего в реакционной емкости.

Как это используется повсеместно, диапазоны применяются, как сокращение для
25 описания каждой величины, которая находится в пределах диапазона. Любая величина в пределах диапазона может быть выбрана в качестве конечной величины этого диапазона. Кроме того, все указанные здесь в описании ссылки приведены во всей своей полноте. В случае конфликта между определением в описании и в приведенной ссылке, основным является определение в описании. Считается, что при описании композиций
30 следует использовать их ингредиенты, как это принято в данной области техники, несмотря на то что ингредиенты могут реагировать между собой в реальной композиции, когда ее получают, хранят или используют, и такие продукты, как положено, должны охватываться описываемыми композициями.

Следующие примеры дополнительно описывают и демонстрируют иллюстративно
35 способы. Эти примеры и другие воплощения, описанные здесь, являются только примерами и не предназначены быть ограничивающими при описании полного объема композиций и способов по этому изобретению. Эквивалентные замены, модификации и изменения в конкретных воплощениях, материалах, композициях и способах могут делаться в пределах объема настоящего изобретения с существенно аналогичными
40 результатами.

КОНКРЕТНЫЕ ВОПЛОЩЕНИЯ

ПРИМЕР 1 (вне объема этого изобретения)

Суспензия с рН 12, содержащая 50% массовых L-аргинина и 50% массовых воды
45 приготавливается смешиванием 85 г L-аргинина с 85 г воды при комнатной температуре. Суспензия нагревается до 55°C при умеренном размешивании. Приблизительно путем визуального наблюдения определяется, что 50% L-аргинина растворилось.

ПРИМЕР 2 (вне объема этого изобретения)

Двадцать пять (25) граммов частиц сухого льда добавляют к суспензии, полученной

в примере 1, и смесь переносят в емкость под давлением. Сухому льду дают сублимировать, чтобы удалить атмосферный воздух из емкости и затем емкость запаивают. Давлению в емкости дают повыситься до 551580 Па (80 psi) и раствор выдерживают под этим давлением в течение 3 минут. Емкость вскрывают и на дне ее замечают малое количество непрореагировавшего аргинина.

ПРИМЕР 3 (вне объема этого изобретения)

Раствор, как в примере 2, размешивают лопаточкой для получения суспензии. Десять (10) граммов сухого льда добавляют в емкость и емкость запаивают. Давлению в ней дают повыситься до 620528 Па (90 psi) и суспензию выдерживают при этом давлении. Емкость вскрывают через 3 минуты и в ней наблюдают густой прозрачный бесцветный раствор без осадка. Раствор охлаждают до 12°C для получения раствора бикарбоната аргинина с концентрацией 60%, и с конечной величиной pH 8,8. Соль бикарбоната аргинина извлекают сушкой вымораживанием.

ПРИМЕР 4

Масштабированный процесс в установке, показанной на Фигуре 1, предназначен для получения бикарбоната аргинина. Определены условия процесса, чтобы получить бикарбонат аргинина при низких капиталовложениях на основе доступности подходящего оборудования для установки и условий техники безопасности, которое не требует разрешения на высокое давление.

L-аргинин чистотой 85% и деионизованная вода добавляются соответственно по трубопроводам 25 и 30 в емкость 100 объемом 50 галлонов (1 галлон = 3,738 л), снабженную мешалкой. Газообразный CO₂ добавляют к суспензии по трубопроводу 20, и дают им прореагировать. Начальную температуру реакционной емкости повышают от около 60-65°C до около 70-75°C и затем емкость охлаждают до конечной температуры около 25-30°C. Давление в реакционной емкости поддерживается при 68947 Па (10 psi) на основе более низкого впускного давления. Воздуходувка, подсоединенная к трубопроводу 10, используется для рециркуляции газообразного диоксида углерода, чтобы повысить скорость реакции. Также имеется выпуск 40.

Реакции дают осуществиться и оценочное время завершения партии продукта составляет около 89-91 минут. Конечная величина pH раствора бикарбоната аргинина составляет от около 8,3 до около 8,5. Количество газообразного диоксида углерода, требующееся для полного 1:1 превращения 60 кг водной суспензии L-аргинина, составляет около 15,15 кг. По трубопроводу 50 для продукта получают 70,65% масс. раствор бикарбоната аргинина.

Этот пример иллюстрирует высокотемпературный экономичный процесс при низком давлении для получения раствора бикарбоната аргинина с выходом 70%, благодаря использованию оборудования, которое не требует разрешения на высокое давление.

Формула изобретения

1. Способ получения бикарбоната аргинина, включающий:
 контактирование углекислого газа, имеющего давление от 6895 Па (1 psi) до 68947 Па (10 psi), с исходной суспензией, содержащей аргинин, при температуре от 60 до 80°C и pH от 10 до 14 для образования суспензии или раствора, включающего аргинин и анион бикарбоната, в условиях турбулентности, которые создаются путем рециркуляции углекислого газа;

контактирование суспензии или раствора с диоксидом углерода, пока суспензия или раствор не образует раствор, имеющий pH ниже 9; и
 извлечение бикарбоната аргинина из раствора.

2. Способ по п.1, в котором суспензия аргинина содержит аргинин и растворитель, где суспензия содержит от 10 до 90 мас.% аргинина в виде нейтрального основания или соли.

3. Способ по п.1, в котором растворителем является вода.

5 4. Способ по п.1, в котором водная суспензия аргинина имеет отношение масс аргинина и воды 60:40.

5. Способ по п.1, в котором аргинин выбирается из группы, состоящей из L-аргинина, D-аргинина и их смесей.

10 6. Способ по п.1, в котором аргинин выбирается из группы, состоящей из гидрата окиси аргинина, гидрохлорида аргинина и их смесей.

7. Способ по п.1, в котором углекислый газ имеет давление от 34474 Па (5 psi) до около 68947 Па (10 psi).

8. Способ по п.1, в котором суспензия аргинина и диоксид углерода поддерживаются под давлением в течение от 90 мин до 5 ч.

15 9. Способ по п.1, в котором суспензию аргинина сначала нагревают до температуры от 60 до 80°C в течение всей реакции, затем охлаждают до температуры от 0 до 40°C, после того как суспензия или раствор будет иметь pH ниже 9,0.

10. Способ по п.1, в котором суспензию аргинина сначала нагревают до температуры от 60 до 80°C в течение всей реакции, затем охлаждают до температуры от 40 до 25°C.

20 11. Способ по п.1, в котором раствор, имеющий pH ниже 9, суспензии аргинина и диоксид углерода поддерживают под давлением в течение от 90 мин до 5 ч и имеет концентрацию бикарбоната аргинина 50-70 мас.%.

12. Способ по п.1, в котором раствор бикарбоната аргинина имеет pH от 7 до 9.

13. Способ по п.1, в котором раствор бикарбоната аргинина имеет pH от 8,3 до 8,5.

25 14. Способ по п.1, в котором бикарбонат аргинина извлекается из раствора выпариванием или осаждением.

15. Способ по п.1, в котором бикарбонат натрия обеспечивается в суспензию.

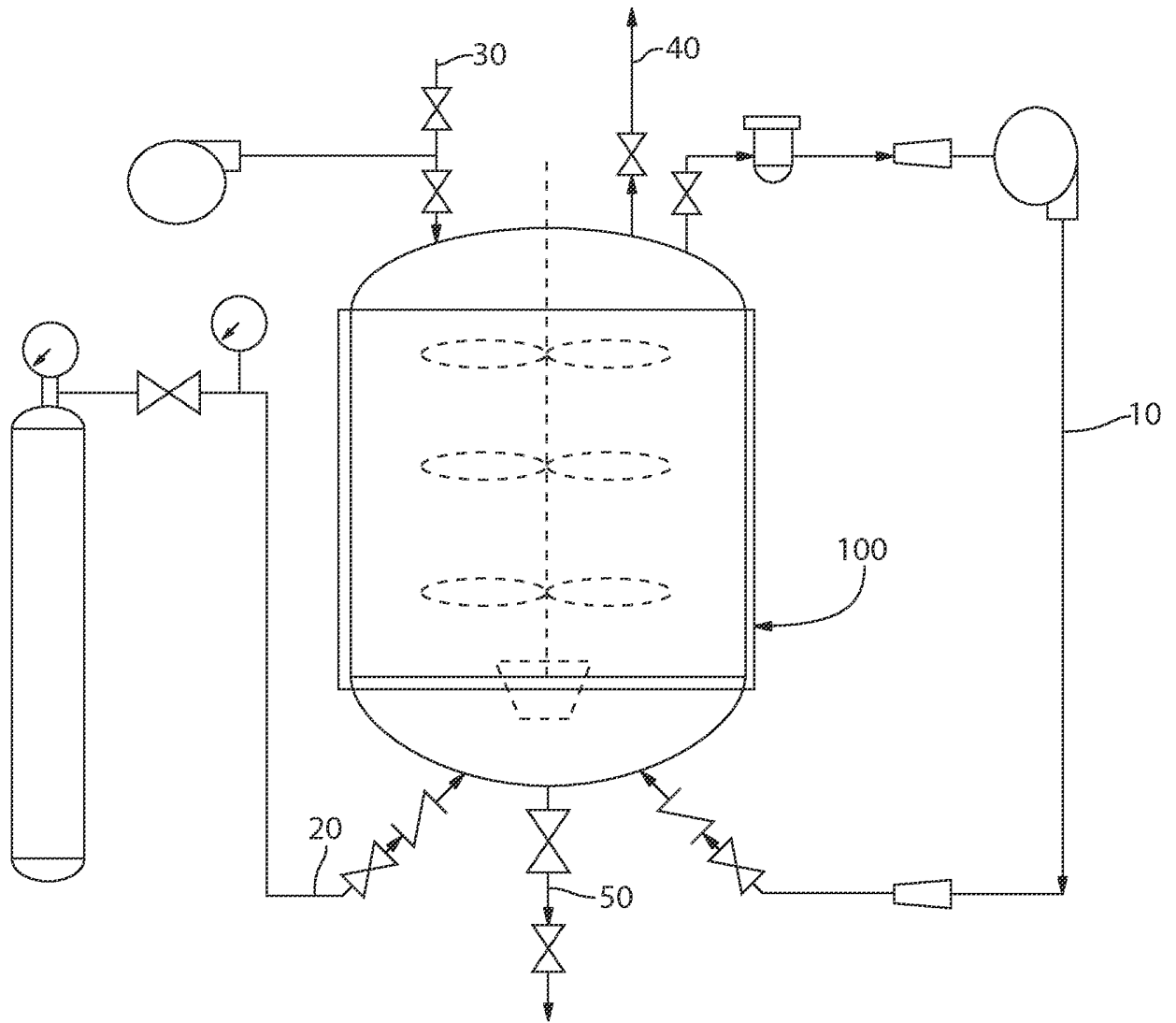
16. Способ для получения бикарбоната аргинина, включающий:

30 контактирование водной суспензии аргинина при отношении аргинина к воде 60:40 с диоксидом углерода, имеющим давление от 6895 Па (1 psi) до 68947 Па (10 psi), в условиях турбулентности, которые создаются путем рециркуляции углекислого газа; нагревание суспензии аргинина до температуры от 60 до 80°C в течение времени протекания реакции, пока не образуется суспензия или раствор, содержащий по меньшей мере 50% бикарбоната аргинина и имеющий pH меньше 9; и

35 охлаждение полученной суспензии или раствора до 25°C для получения раствора бикарбоната аргинина, имеющего концентрацию бикарбоната аргинина 50-70 мас.%.

40

45



ФИГ. 1