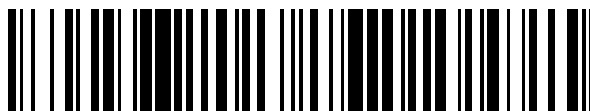


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 575 079**

51 Int. Cl.:

C07D 233/76 (2006.01)

C07D 233/72 (2006.01)

B01F 5/00 (2006.01)

B01D 3/00 (2006.01)

B01J 19/24 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **27.04.2013 E 13781304 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **09.03.2016 EP 2759537**

54 Título: **Dispositivo y método para preparar 5-(2-(metiltio)etil)hidantoína**

30 Prioridad:

28.04.2012 CN 201210130404

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

24.06.2016

73 Titular/es:

**CHONGQING UNISPLENDOR TIANHUA
METHIONINE CO., LTD (100.0%)
Du Jiaba Village, Zhenjiang Town
Fengdu County, Chongqing 408200, CN**

72 Inventor/es:

**LUO, YUCHENG;
HUANG, BAOYU;
YANG, PING;
YANG, YONG;
CHANG, KERANG;
WEI, TIANLU;
LIU, YALING;
LIU, DAOWEI y
ZHU, NENGJUN**

74 Agente/Representante:

ARIAS SANZ, Juan

ES 2 575 079 T3

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

Dispositivo y método para preparar 5-(2-(metiltio)etil)hidantoína

Campo de la invención

5 La presente invención pertenece al campo de la industria química, y se refiere a un método y dispositivo mejorados para preparar un producto químico.

Antecedentes de la invención

10 La metionina es una de las unidades básicas para constituir una proteína y el único aminoácido que contiene azufre entre los aminoácidos esenciales. Es una materia prima para la síntesis de una proteína y cistina además de participar en la transmetilación, el metabolismo del fósforo y la síntesis de adrenalina, colina y creatina en cuerpos animales. La metionina se aplica ampliamente en los campos de la medicina, los alimentos, piensos, cosméticos y similares, y se consume mayoritariamente como aditivo para piensos. Sin embargo, actualmente casi toda la metionina en nuestro país se importa. La producción nacional es muy baja y está lejos de satisfacer las necesidades.

15 La hidantoína, con el nombre químico de 5-(2-(metiltio)etil)hidantoína, es un producto intermedio clave para preparar DL-metionina. La 5-(2-(metiltio)etil)hidantoína se hidroliza con un álcali para generar sal de DL-metionina que se neutraliza posteriormente con un ácido para obtener DL-metionina. En la actualidad, los métodos para preparar 5-(2-(metiltio)etil)hidantoína a nivel nacional y en el extranjero comprenden un método en una etapa y un método en dos etapas. El método en una etapa se refiere a alimentar reactivos de acraldehído, metilmercaptano, cianuro y de formación de hidantoína juntos para preparar 5-(2-(metiltio)etil)hidantoína, y es una reacción heterogénea, con baja velocidad de reacción y propensa a reacciones secundarias tales como polimerización. El método en dos etapas comprende preparar en primer lugar 3-(metiltio)propionaldehído (TPMA) a partir de acraldehído y metilmercaptano, y hacer reaccionar 3-(metiltio)propionaldehído, cianuro, dióxido de carbono y amoníaco para obtener 5-(2-(metiltio)etil)hidantoína. En la producción industrial usando el método en dos etapas, puede controlarse bien la calidad de síntesis de 3-(metiltio)propionaldehído en la primera etapa, sin embargo, en la segunda etapa, la reacción para la síntesis de 5-(2-(metiltio)etil)hidantoína se realiza a alta temperatura y alta presión, por tanto es difícil controlar las condiciones de reacción y tiene propensión a provocar reacciones secundarias tales como degradación de materias primas orgánicas y polimerización, de modo que se induce una disminución en el rendimiento de 5-(2-(metiltio)etil)hidantoína e inestabilidad del procedimiento.

Descripción de la invención

30 En vista de esto, el objeto de la presente invención es proporcionar un método para preparar 5-(2-(metiltio)etil)hidantoína, que permite un fácil control sobre la temperatura de reacción, un buen control de la generación de subproductos y una mejora en la calidad y el rendimiento de 5-(2-(metiltio)etil)hidantoína.

35 Con el fin de lograr el propósito anterior, la presente invención describe un dispositivo para preparar 5-(2-(metiltio)etil)hidantoína, que comprende tres fases de reactores de mezclado estático conectados en serie y una columna de separación, en el que un puerto de descarga de un reactor de mezclado estático de primera fase está en comunicación con un puerto de alimentación de un reactor de mezclado estático de segunda fase, un puerto de descarga del reactor de mezclado estático de segunda fase está en comunicación con un puerto de alimentación de un reactor de mezclado estático de tercera fase, y un puerto de descarga del reactor de mezclado estático de tercera fase está en comunicación con un puerto de alimentación de la columna de separación.

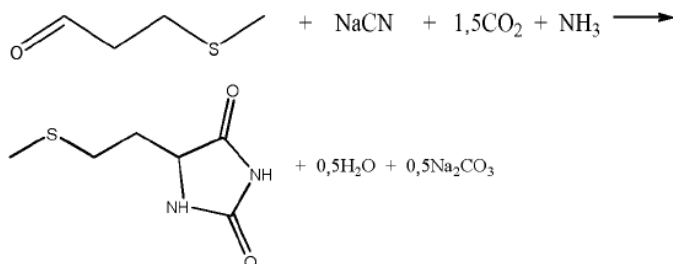
40 Preferiblemente, la parte superior de la columna de separación está dotada de un separador gas-líquido, tal como un separador ciclónico. El dispositivo puede eliminar bien el líquido portado en el gas recirculado.

45 Preferiblemente, se dispone además una válvula de descarga en el conducto desde el puerto de descarga del reactor de mezclado estático de tercera fase hasta el puerto de alimentación de la columna de separación. La presión del fluido de alta presión que fluye fuera del puerto de descarga del reactor de mezclado estático de tercera fase puede liberarse convenientemente en un cierto grado usando el dispositivo, y entonces se alimenta a la columna de separación.

50 La solución técnica proporcionada por la presente invención es un método para preparar 5-(2-(metiltio)etil)hidantoína usando el dispositivo descrito anteriormente, que comprende las siguientes etapas: alimentar 3-(metiltio)propionaldehído, cianuro de sodio y una disolución acuosa de dióxido de carbono y amoníaco en exceso a las tres fases de reactores de mezclado estático conectados en serie para someterse a una reacción de tres fases continua, controlándose la presión en las tres fases de reactores de mezclado estático conectados en serie para que sea de 1,4-2,6 MPa, en el que la temperatura en el reactor de mezclado estático de primera fase aumenta con un gradiente de desde 40°C hasta 80°C, la temperatura en el reactor de mezclado estático de segunda fase aumenta con un gradiente de desde 80°C hasta 120°C y la temperatura en el reactor de mezclado estático de tercera fase aumenta con un gradiente de desde 120°C hasta 160°C; y alimentar el efluente del puerto de descarga del reactor

de mezclado estático de tercera fase a la columna de separación con vapor a presión atmosférica para separar y recuperar dióxido de carbono y amoniaco reaccionados, siendo el efluente del fondo de la columna una disolución acuosa de 5-(2-(metiltio)etil)hidantoína, y usándose el gas mezclado descargado de la parte superior de la columna para recuperar y preparar la disolución acuosa de dióxido de carbono y amoniaco, recirculándose éste a la preparación de 5-(2-(metiltio)etil)hidantoína.

La ecuación de reacción implicada es



Preferiblemente, la presión en las tres fases de reactores de mezclado estático conectados en serie se controla para que sea de 1,6-1,8 MPa, y el tiempo de residencia total de la reacción es de 16-20 min. En las condiciones preferidas, pueden lograrse una velocidad de reacción alta, un periodo corto, menos subproductos y un alto rendimiento de 5-(2-(metiltio)etil)hidantoína, y los requisitos para los materiales del dispositivo y las piezas de conexión no son altos.

Preferiblemente, se alimentan secuencialmente la disolución acuosa de dióxido de carbono y amoniaco, cianuro de sodio, y 3-(metiltio)propionaldehído, es decir, se añade en primer lugar cianuro de sodio a la disolución acuosa de dióxido de carbono y amoniaco, y entonces se añade 3-(metiltio)propionaldehído. Si se añade en primer lugar 3-(metiltio)propionaldehído a la disolución acuosa de dióxido de carbono y amoniaco, la mezcla obtenida corre el riesgo de experimentar polimerización y tiene propensión a provocar disminución en el rendimiento de 5-(2-(metiltio)etil)hidantoína o fluctuación en el procedimiento e introducción de impurezas en el producto.

Preferiblemente, se alimentan 3-(metiltio)propionaldehído y cianuro de sodio en una razón molar de 1:1,02-1,03; en la disolución acuosa de dióxido de carbono y amoniaco, el dióxido de carbono no es inferior al 12% p/v, el amoniaco no es inferior al 8% p/v, la razón molar de dióxido de carbono con respecto a amoniaco es de 1:1,5-1,9; y se alimentan dióxido de carbono y 3-(metiltio)propionaldehído en una razón molar de 1,8-2,2:1. En las condiciones preferidas anteriores, el 3-(metiltio)propionaldehído reacciona completamente y no es propenso a la formación de polímero, de modo que se permiten menos subproductos y un alto rendimiento de 5-(2-(metiltio)etil)hidantoína.

Preferiblemente, el ratio de alimentación de 3-(metiltio)propionaldehído con respecto a cianuro de sodio se controla usando un medidor de flujo másico. El ratio de alimentación de 3-(metiltio)propionaldehído con respecto a cianuro de sodio tiene una gran influencia sobre la calidad y el rendimiento de 5-(2-(metiltio)etil)hidantoína. La tecnología existente adopta un medidor de flujo volumétrico para controlar el ratio de alimentación de ambos, lo que ocasiona fácilmente un error de alimentación debido al cambio de volumen inducido por el cambio de temperatura. Una fluctuación importante del ratio de alimentación en la producción industrial conduciría a una interrupción frecuente de la producción y a un bajo nivel de producción continua. Reemplazando el medidor de flujo volumétrico por un medidor de flujo másico, el ratio de alimentación de 3-(metiltio)propionaldehído con respecto a cianuro de sodio puede controlarse con exactitud, para reducir la generación de subproductos en la medida de lo posible, aumentar el rendimiento de 5-(2-(metiltio)etil)hidantoína, mejorar el nivel de producción continua y reducir los costes de producción.

Preferiblemente, se introduce vapor a una presión de 0,2-0,8 Mpa en la columna de separación con vapor. Si la presión del vapor de agua es demasiado alta, el gas recirculado de la parte superior de la columna portará mucho líquido, lo que daría como resultado la pérdida de 5-(2-(metiltio)etil)hidantoína parcial y una disminución en el rendimiento de 5-(2-(metiltio)etil)hidantoína; además, conducirá a una mala calidad de la disolución acuosa de dióxido de carbono y amoniaco que se prepara a partir del gas recirculado, afectando de ese modo a la posterior preparación de 5-(2-(metiltio)etil)hidantoína. Por otro lado, si la presión del vapor de agua es demasiado baja, el amonio disuelto en la disolución no puede recircularse suficientemente. En las condiciones preferidas, pueden recircularse suficientemente dióxido de carbono y amoniaco y se evita sustancialmente la pérdida de 5-(2-(metiltio)etil)hidantoína.

Preferiblemente, el efluente del puerto de descarga del reactor de mezclado estático de tercera fase se somete a liberación de presión con la válvula de descarga hasta 0,8-1,0 MPa y se alimenta a la columna de separación. Si la

mezcla de reacción se alimenta a la columna de separación a presión atmosférica en una forma de alta temperatura y alta presión, se producirá fácilmente corrosión en el cuerpo de columna. Por otro lado, si la mezcla de reacción se alimenta a la columna de separación a presión atmosférica tras la liberación de presión adecuada, puede permitir no sólo que la operación de separación con vapor de agua se realice bien, sino también que se reduzca la corrosión del cuerpo de columna y se prolongue la vida útil del equipo.

Los efectos ventajosos de la presente invención comprenden: al usar las tres fases de reactores de mezclado estático conectados en serie en lugar del único reactor en la técnica anterior para sintetizar 5-(2-(metiltio)etil)hidantoína, la presente invención puede lograr fácilmente un aumento de temperatura en gradiente, un mezclado de alta eficacia y una reacción completa, y no sólo produce una alta velocidad de reacción sino que también controla bien la generación de subproductos y mejora la calidad y el rendimiento de 5-(2-(metiltio)etil)hidantoína. Además, la presente invención emplea una columna de separación con vapor de agua a presión atmosférica para separar y recircular dióxido de carbono y amoníaco sin reaccionar contenidos en la mezcla de reacción, sin introducir nuevas impurezas, de modo que no sólo se logra un refinamiento conveniente y eficaz de 5-(2-(metiltio)etil)hidantoína, sino que también el gas mezclado de vapor de agua, gas de dióxido de carbono y amoníaco descargado de la parte superior de la columna puede usarse para recuperar y preparar la disolución acuosa de dióxido de carbono y amoníaco y recircularse a la preparación de 5-(2-(metiltio)etil)hidantoína. El método de preparación de la presente invención puede aplicarse a la producción industrial continua a gran escala, y tiene buenas perspectivas de aplicación.

Descripciones de las figuras

Con el fin de aclarar el objeto, las soluciones técnicas y las ventajas de la presente invención, se describe adicionalmente la presente invención en detalle en combinación con la siguiente figura, en la que:

la figura 1 muestra un diagrama esquemático del dispositivo usado y del flujo de procedimiento del método de la presente invención.

Descripción de las realizaciones preferidas

Con referencia a la figura, se elaboran ejemplos preferidos de la presente invención.

La figura 1 muestra un diagrama esquemático del dispositivo descrito en la presente invención. El dispositivo para preparar 5-(2-(metiltio)etil)hidantoína comprende tres fases de reactores de mezclado estático conectados en serie y una columna de separación, en el que un puerto de descarga de un reactor de mezclado estático de primera fase está en comunicación con un puerto de alimentación de un reactor de mezclado estático de segunda fase, un puerto de descarga del reactor de mezclado estático de segunda fase está en comunicación con un puerto de alimentación de un reactor de mezclado estático de tercera fase, y un puerto de descarga del reactor de mezclado estático de tercera fase está en comunicación con un puerto de alimentación de la columna de separación.

Como ejemplo preferido del dispositivo descrito en la presente invención, se dispone además un separador gas-líquido sobre la parte superior de la columna de separación; y se dispone además una válvula de descarga en el conducto desde el puerto de descarga del reactor de mezclado estático de tercera fase hasta el puerto de alimentación de la columna de separación.

La figura 1 muestra un diagrama esquemático para el flujo de procedimiento del método de la presente invención. Se añaden de manera continua una disolución acuosa de dióxido de carbono y amoníaco (que contiene el 13% en masa de dióxido de carbono y el 8% en masa de amoníaco), una disolución de cianuro de sodio y 3-(metiltio)propionaldehído al reactor de mezclado estático de primera fase, en el que la disolución acuosa de dióxido de carbono y amoníaco se bombea directamente mediante una bomba centrífuga, la razón molar de dióxido de carbono con respecto a 3-(metiltio)propionaldehído es de 2:1, se suministran la disolución de cianuro de sodio y 3-(metiltio)propionaldehído con una bomba de dosificación de alta precisión, y el ratio de alimentación de cianuro de sodio con respecto a 3-(metiltio)propionaldehído se controla con exactitud con un medidor de flujo másico. Se mezclan los materiales con alta eficacia en las tres fases de reactores de mezclado estático conectados en serie y se someten a una reacción de tres fases continua a una cierta presión y una temperatura que aumenta con un gradiente, en el que la temperatura en el reactor de mezclado estático de primera fase aumenta con un gradiente de desde 40°C hasta 80°C, la temperatura en el reactor de mezclado estático de segunda fase aumenta con un gradiente de desde 80°C hasta 120°C y la temperatura en el reactor de mezclado estático de tercera fase aumenta con un gradiente de desde 120°C hasta 160°C. El efluente del puerto de descarga del reactor de mezclado estático de tercera fase se somete a liberación de presión con la válvula de descarga hasta 0,8-1,0 MPa y entonces se alimenta a la columna de separación para separar y recircular dióxido de carbono y amoníaco sin reaccionar. La parte superior de la columna de separación está dotada de un separador gas-líquido. La parte superior de la columna tiene una presión de presión atmosférica y una temperatura de 101°C, y en el interior de la columna se introduce vapor de agua a una presión de 0,5 MPa. El gas mezclado descargado de la parte superior de la columna se usa para recuperar y preparar la disolución acuosa de dióxido de carbono y amoníaco y se recircula a la preparación de 5-(2-(metiltio)etil)hidantoína. El efluente del fondo de la columna es una disolución acuosa de 5-(2-(metiltio)etil)hidantoína. El producto calificado es una disolución clara y transparente, de color amarillo claro. La

disolución contiene adicionalmente carbonato de sodio como subproducto, y puede hidrolizarse directamente con un álcali para preparar sal de DL-metionina. La tabla 1 muestra las condiciones específicas y los resultados de los ejemplos.

Tabla 1: Condiciones para la preparación de 5-(2-(metiltio)etil)hidantoína y resultados

Ejemplos	Razón molar de NaCN/TPMA	Presión de reacción (Mpa)	Tiempo de residencia total de la reacción (min)	Contenido de 5-(2-(metiltio)etil)hidantoína en el producto (%)	Rendimiento (%)	Aspecto del producto
1	1,055	1,6	16	10,36	73,25	Material aceitoso, amarillo depositado
2	1,050	1,6	16	11,43	80,63	Naranja, claro y transparente
3	1,030	1,6	16	12,82	90,68	Claro y transparente, de color amarillo claro
4	1,025	1,6	16	12,99	93,72	Claro y transparente, de color amarillo claro
5	1,020	1,6	16	12,65	89,44	Claro y transparente, de color amarillo claro
6	1,000	1,6	16	11,41	80,63	Amarillo limón, turbio
7	0,980	1,6	16	9,74	68,85	Amarillo limón, turbio
8	1,021	1,6	6	9,59	69,44	Material aceitoso, de color amarillo claro depositado
9	1,023	1,6	8	10,38	75,14	Material aceitoso, de color amarillo claro depositado
10	1,022	1,6	10	11,31	81,89	Material aceitoso, de color amarillo claro depositado
11	1,024	1,6	12	12,18	88,15	Claro y transparente, de color amarillo claro
12	1,025	1,6	16	13,01	94,20	Claro y transparente, de color amarillo claro
13	1,026	1,6	18	12,96	93,84	Claro y

ES 2 575 079 T3

						transparente, de color amarillo claro
14	1,027	1,6	20	12,86	93,10	Claro y transparente, de color amarillo claro
15	1,028	0,6	16	9,47	68,35	Material aceitoso, de color amarillo claro depositado
16	1,028	0,9	16	10,38	74,93	Material aceitoso, de color amarillo claro depositado
17	1,029	1,2	16	11,26	81,27	Material aceitoso, de color amarillo claro depositado
18	1,030	1,4	16	12,25	88,45	Claro y transparente, de color amarillo claro
19	1,024	1,6	16	12,97	93,66	Claro y transparente, de color amarillo claro
20	1,025	2,0	16	13,11	94,65	Claro y transparente, de color amarillo claro
21	1,020	2,3	16	12,89	93,10	Claro y transparente, de color amarillo claro
22	1,025	2,6	16	13,09	94,52	Claro y transparente, de color amarillo claro
23	1,032	1,6	16	12,66	90,12	Claro y transparente, de color amarillo claro
24	1,025	1,6	16	13,17	93,74	Claro y transparente, de color amarillo claro
25	1,024	1,6	16	13,06	93,02	Claro y transparente, de color

ES 2 575 079 T3

						amarillo claro
26	1,022	1,6	16	12,90	91,82	Claro y transparente, de color amarillo claro
27	1,027	1,6	16	13,27	94,49	Claro y transparente, de color amarillo claro
28	1,025	1,6	16	13,02	92,69	Claro y transparente, de color amarillo claro
29	1,030	1,6	16	12,73	90,64	Claro y transparente, de color amarillo claro
30	1,028	1,6	16	13,09	93,23	Claro y transparente, de color amarillo claro
31	1,022	1,8	20	12,31	88,02	Claro y transparente, de color amarillo claro
32	1,024	1,8	20	12,48	89,25	Claro y transparente, de color amarillo claro
33	1,025	1,8	20	13,01	94,25	Claro y transparente, de color amarillo claro
34	1,026	1,8	20	12,96	93,92	Claro y transparente, de color amarillo claro
35	1,027	1,8	20	12,86	93,28	Claro y transparente, de color amarillo claro
36*	1,023	1,6	16	11,52	82,1	Material aceitoso, de color amarillo claro depositado

Nota: * se refiere a una reacción realizada simplemente usando un reactor de mezclado estático de una fase aumentando la temperatura de reacción con un gradiente de desde 40°C hasta 160°C.

Puede observarse a partir de los ejemplos 1-7 que, aunque la razón molar de cianuro de sodio con respecto a 3-(metiltilio)propionaldehído en la reacción es de 1, el ratio de alimentación de cianuro de sodio con respecto a 3-(metiltilio)propionaldehído debe ser mayor de 1 ya que el cianuro de sodio se descompone en amoniaco y formiato de sodio a alta temperatura. Sin embargo, si el cianuro de sodio está en un gran exceso, el 3-(metiltilio)propionaldehído

tiende a formar dímeros y trímeros en disolución de bicarbonato de amonio alcalino de modo que el producto contiene materiales aceitosos depositados. Por tanto, la razón molar de carga de cianuro de sodio con respecto a 3-(metiltio)propionaldehído es preferiblemente de 1,02-1,03. Refiriéndose a los ejemplos 8-14, si el tiempo de residencia de la reacción es demasiado corto, el aumento de temperatura del material del puerto de alimentación del reactor con respecto a la salida del mismo es demasiado rápido, e induce fácilmente la polimerización de 3-(metiltio)propionaldehído y la descomposición de cianuro de sodio disminuyendo el rendimiento de 5-(2-(metiltio)etil)hidantoína. Por tanto, el tiempo de residencia de la reacción es preferiblemente de 12-20 min, y más preferiblemente de 16-20 min. La presión de reacción en la síntesis de 5-(2-(metiltio)etil)hidantoína se controla para el propósito de garantizar que toda la reacción se realiza en fase líquida para aumentar la velocidad de reacción. Con referencia a los ejemplos 15-22, si la presión es excesivamente baja, pueden estar presentes dióxido de carbono y amoniaco en forma gaseosa, de modo que la velocidad de reacción es baja, la reacción no se completa en el tiempo de residencia, el rendimiento de 5-(2-(metiltio)etil)hidantoína se ve afectado y el 3-(metiltio)propionaldehído tiende a formar dímeros y trímeros haciendo que el producto contenga materiales aceitosos depositados; y una presión excesivamente alta supondrá altos requisitos para los materiales de la válvula de regulación y similares en la producción industrial. Por consiguiente, la presión de reacción es preferiblemente de 1,4-2,6 MPa, y más preferiblemente de 1,6-1,8 MPa. A partir de los ejemplos 23-35, puede observarse que, cuando se lleva a cabo la producción de manera continua durante 8 veces y 5 veces usando un medidor de flujo másico en las condiciones preferidas de ratio de alimentación, tiempo de residencia de la reacción y presión de reacción, se logra un ratio de alimentación estable de cianuro de sodio con respecto a 3-(metiltio)propionaldehído, una alta velocidad de reacción, menos subproductos, un alto rendimiento de 5-(2-(metiltio)etil)hidantoína, una buena estabilidad del procedimiento y un alto nivel de producción continua.

La presente invención compara los efectos de reacciones de las tres fases de reactores de mezclado estático conectados en serie y un reactor de mezclado estático de una fase en las mismas condiciones (ejemplo 36). El resultado muestra que la reacción realizada usando un único reactor de mezclado estático a una temperatura que aumenta con un gradiente de desde 40 hasta 160°C tiene propensión a provocar reacciones secundarias tales como degradación de materias primas orgánicas y polimerización debido a la temperatura que aumenta con un mayor gradiente y la temperatura no es fácil de controlar. Además, un único reactor de mezclado estático no puede garantizar un tiempo de residencia adecuado de la reacción, conduciendo a una reacción incompleta, un menor rendimiento de 5-(2-(metiltio)etil)hidantoína (82,1%) y que aparezca 3-(metiltio)propionaldehído aceitoso sin reaccionar en el producto.

El efluente de alta presión del puerto de descarga del reactor de mezclado estático de tercera fase se somete a liberación de presión con la válvula de descarga hasta 0,8-1,0 MPa y entonces se alimenta a la columna de separación. El gas de dióxido de carbono y el gas de amoniaco sin reaccionar contenidos en la mezcla de reacción se recirculan mediante evaporación instantánea con vapor de agua a baja presión de diferentes presiones para producir el refinamiento de 5-(2-(metiltio)etil)hidantoína, con los efectos mostrados en las tablas 2-4.

Tabla 2: Cada componente y contenido del mismo antes y después de la separación con vapor de agua a 0,5 MPa (kg/h)

Componentes	Vapor de agua a 0,5 MPa	Presión de alimentación	Materiales alimentados a la columna	Líquido del fondo de la columna	Gas de la parte superior de la columna
CO ₂	-	0,8 MPa	315,6	-	315,6
NH ₃	-	0,8 MPa	352,1	48,4	303,7
5-(2-(metiltio)etil)hidantoína	-	0,8 MPa	1511,5	1511,5	-
Na ₂ CO ₃	-	0,8 MPa	516,0	516,0	-
H ₂ O	976,3	-	7253,3	7620	609,6
Flujo másico total	976,3	-	9948,5	9695,9	1228,9

Tabla 3: Cada componente y contenido del mismo antes y después de la separación con vapor de agua a 0,2 MPa (kg/h)

Componentes	Vapor de agua a 0,2 MPa	Presión de alimentación	Materiales alimentados a la columna	Líquido del fondo de la columna	Gas de la parte superior de la columna
CO ₂	-	0,8 MPa	315,6	-	315,6
NH ₃	-	0,8 MPa	352,1	68,4	283,7
5-(2-(metiltio)etil)hidantoína	-	0,8 MPa	1511,5	1511,5	-
Na ₂ CO ₃	-	0,8 MPa	516,0	516,0	-
H ₂ O	976,3	-	7253,3	7670,2	559,4
Flujo másico total	976,3	-	9948,5	9766,1	1158,7

Tabla 4: Cada componente y contenido del mismo antes y después de la separación con vapor de agua a 0,8 MPa (kg/h)

Componentes	Vapor de agua a 0,8 MPa	Presión de alimentación	Materiales alimentados a la columna	Líquido del fondo de la columna	Gas de la parte superior de la columna
CO ₂	-	1,0 MPa	315,6	-	315,6
NH ₃	-	1,0 MPa	352,1	48,4	303,7
5-(2-(metiltio)etil)hidantoína	-	1,0 MPa	1511,5	1503,3	8,2
Na ₂ CO ₃	-	1,0 MPa	516,0	509,2	6,8
H ₂ O	976,3	-	7253,3	7521,1	708,5
Flujo másico total	976,3	-	9948,5	9582	1342,8

5 Finalmente, es necesario indicar que los ejemplos anteriores son simplemente para explicar más que para limitar las soluciones técnicas de la presente invención. Aunque la presente invención se ha descrito con referencia a los ejemplos preferidos de la presente invención, un experto en la técnica debe entender que existe una variedad de variantes de la invención en forma y detalle que se encuentran dentro del alcance definido por las reivindicaciones adjuntas.

REIVINDICACIONES

1. Un método para preparar 5-(2-(metiltio)etil)hidantoína usando un dispositivo, comprendiendo dicho dispositivo tres fases de reactores de mezclado estático conectados en serie y una columna de separación, en el que un puerto de descarga de un reactor de mezclado estático de primera fase está en comunicación con un puerto de alimentación de un reactor de mezclado estático de segunda fase, un puerto de descarga del reactor de mezclado estático de segunda fase está en comunicación con un puerto de alimentación de un reactor de mezclado estático de tercera fase, y un puerto de descarga del reactor de mezclado estático de tercera fase está en comunicación con un puerto de alimentación de la columna de separación,

5

10

15

20

y comprendiendo dicho método alimentar 3-(metiltio)propionaldehído, cianuro de sodio y una disolución acuosa de dióxido de carbono y amoniaco en exceso a las tres fases de reactores de mezclado estático conectados en serie para someterse a una reacción de tres fases continua, controlándose la presión en las tres fases de reactores de mezclado estático conectados en serie para que sea de 1,4-2,6 MPa, donde la temperatura en el reactor de mezclado estático de primera fase aumenta con un gradiente de desde 40°C hasta 80°C, la temperatura en el reactor de mezclado estático de segunda fase aumenta con un gradiente de desde 80°C hasta 120°C y la temperatura en el reactor de mezclado estático de tercera fase aumenta con un gradiente de desde 120°C hasta 160°C; alimentándose el efluente desde el puerto de descarga del reactor de mezclado estático de tercera fase hasta la columna de separación con vapor a presión atmosférica para separar y recuperar dióxido de carbono y amoniaco sin reaccionar, siendo el efluente del fondo de la columna una disolución acuosa de 5-(2-(metiltio)etil)hidantoína, y usándose el gas mezclado descargado de la parte superior de la columna para recuperar y preparar la disolución acuosa de dióxido de carbono y amoniaco y recirculándose éste a la preparación de 5-(2-(metiltio)etil)hidantoína.
2. El método según la reivindicación 1, en el que la presión en las tres fases de reactores de mezclado estático conectados en serie se controla para que sea de 1,6-1,8 MPa, y el tiempo de residencia total de la reacción es de 16-20 min.
3. El método según la reivindicación 1, en el que se alimentan secuencialmente la disolución acuosa de dióxido de carbono y amoniaco, cianuro de sodio y 3-(metiltio)propionaldehído.
4. El método según la reivindicación 1, en el que se alimentan 3-(metiltio)propionaldehído y cianuro de sodio en una razón molar de 1:1,02-1,03; en la disolución acuosa de dióxido de carbono y amoniaco, el dióxido de carbono no es inferior al 12% p/v, el amoniaco no es inferior al 8% p/v, la razón molar de dióxido de carbono con respecto a amoniaco es de 1:1,5-1,9; y se alimentan dióxido de carbono y 3-(metiltio)propionaldehído en una razón molar de 1,8-2,2:1.

30
5. El método según la reivindicación 1 ó 4, en el que el ratio de alimentación de 3-(metiltio)propionaldehído con respecto a cianuro de sodio se controla usando un medidor de flujo másico.
6. El método según la reivindicación 1, en el que se introduce vapor a una presión de 0,2-0,8 MPa en la columna de separación con vapor.

35
7. El método según la reivindicación 1 ó 6, en el que el efluente del puerto de descarga del reactor de mezclado estático de tercera fase se somete a liberación de presión con la válvula de descarga a 0,8-1,0 MPa y seguidamente se alimenta a la columna de separación.

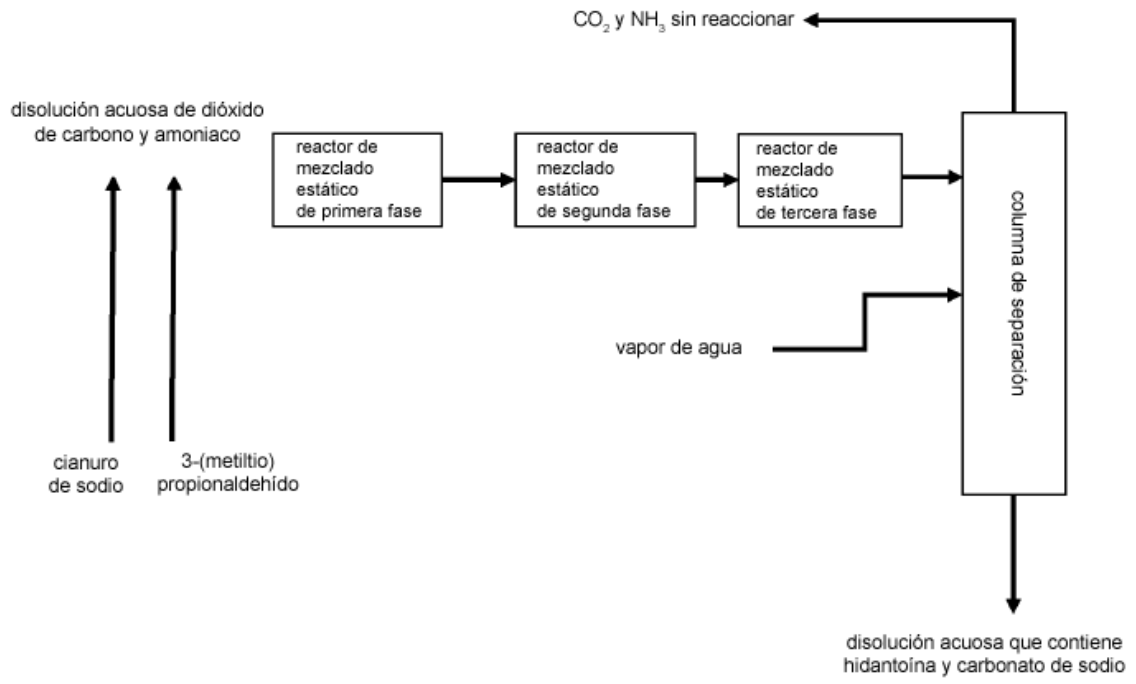


Figura 1