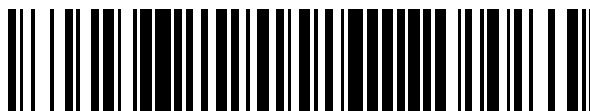


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 728 247**

51 Int. Cl.:

C07C 309/14 (2006.01)

C07C 303/02 (2006.01)

C07C 303/32 (2006.01)

C07C 303/44 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **03.04.2015 PCT/CN2015/000232**

87 Fecha y número de publicación internacional: **22.10.2015 WO15158157**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **03.04.2015 E 15779956 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **13.03.2019 EP 3133060**

54 Título: **Método para la preparación cíclica de taurina a partir de una sal de metal alcalino de ácido hidroxietil sulfónico y una sal de metal alcalino de ácido vinil sulfónico**

30 Prioridad:

18.04.2014 US 201414120046

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

23.10.2019

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

HU, SONGZHOU

74 Agente/Representante:

TEMIÑO CENICEROS, Ignacio

ES 2 728 247 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

Método para la preparación cíclica de taurina a partir de una sal de metal alcalino de ácido hidroxietil sulfónico y una sal de metal alcalino de ácido vinil sulfónico

5

Campo técnico

La presente invención se refiere a un proceso cíclico para la producción de taurina partir de isetionato alcalino y a partir de vinil sulfonato alcalino con un alto rendimiento global, es decir, mayor de un 90 %, en particular, mayor de un 95 %, por conversión continua de los productos secundarios de la reacción de amonolisis, ditaurinato alcalino y tritaurinato alcalino, en taurinato alcalino.

10

Antecedentes de la invención

La taurina se puede denominar ácido 2-aminoetanosulfónico y es uno de los aminoácidos sulfónicos que se encuentran en los tejidos de numerosos animales. La taurina es un compuesto extremadamente útil debido a que tiene unos efectos farmacológicos tales como efecto de detoxificación, efecto de alivio de fatiga y efecto nutritivo y tonificante. Como resultado, la taurina encuentra amplias aplicaciones como ingrediente esencial para la nutrición humana y animal.

15

20

La taurina se produce en la actualidad en una cantidad de más de 50.000 toneladas al año a partir de óxido de etileno y monoetanolamina. En la actualidad, la mayoría de la taurina se produce a partir de óxido de etileno, siguiendo un proceso de tres etapas: (1) la reacción de adición de óxido de etileno con bisulfito de sodio para producir isetionato de sodio; (2) la amonolisis del isetionato de sodio para producir taurinato de sodio; (3) la neutralización con un ácido, es decir, ácido clorhídrico y, preferentemente, ácido sulfúrico, para generar taurina y sales inorgánicas.

25

Aunque el proceso de óxido de etileno está bien establecido y se practica ampliamente en la producción comercial, el rendimiento global no es muy elevado, menos de un 80 %. Además, el proceso genera una gran cantidad de corriente de residuos que cada vez es más difícil desechar.

30

La primera etapa del proceso de óxido de etileno, la reacción de adición de óxido de etileno con bisulfito de sodio, se conoce que produce isetionato de sodio con un rendimiento elevado, prácticamente cuantitativo, como se desvela en el documento de Patente de Estados Unidos n.º 2.820.818 en condiciones especificadas.

35

Por lo tanto, los problemas que se encuentran en la producción de taurina partir del proceso de óxido de etileno surgen de la amonolisis del isetionato de sodio y de la separación de la taurina del sulfato de sodio.

De acuerdo con los documentos de solicitud de patente relacionada US 13/999.203 y US 13/999.439, también se encuentran estos mismos problemas en la producción de taurina a partir de etanol y etileno, respectivamente. El isetionato de sodio es un compuesto intermedio común clave y la amonolisis de isetionato de sodio es una etapa importante en los procesos de etanol y etileno.

40

El documento de Patente de Estados Unidos n.º 1.932.907 desvela que se obtiene taurinato de sodio con un rendimiento de un 80 % cuando el isetionato de sodio experimenta una reacción de amonolisis en una proporción molar de 1:6,8 durante 2 h de 240 a 250 °C. El documento de Patente de Estados Unidos 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 amonolisis. Se obtiene una mezcla de taurinato de sodio y ditaurinato de sodio con un rendimiento tan alto como un 97 %. Sin embargo, el porcentaje de taurinato de sodio y ditaurinato de sodio en la mezcla no se especifica.

45

50

El documento de Patente DD 219 023 describe resultados detallados de la distribución de producción de la reacción de amonolisis de isetionato de sodio. Cuando el isetionato de sodio experimenta la reacción de amonolisis con amoniaco 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 la reacción comprenden un 71 % de taurinato de sodio y un 29 % de di y tritaurinato de sodio.

55

El documento de Patente WO 01/77071 se refiere a un proceso para la preparación de ditaurina por calentamiento de 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.

60

A partir de estos documentos de la técnica anterior, se concluye por lo tanto que la amonolisis del isetionato de sodio produce de forma invariable una mezcla de taurinato de sodio, ditaurinato de sodio, y tritaurinato de sodio. El porcentaje de rendimiento de taurinato de sodio no fue más de un 80 %.

Con el fin de obtener taurina a partir de taurinato de sodio, el documento de Patente de Estados Unidos n.º 2.693.488 desvela un método de uso de resinas de intercambio iónico, en primer lugar una resina de intercambio

65

iónico fuertemente ácida en forma hidrogenada, y a continuación una resina de intercambio aniónico en forma básica. Este proceso 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.

5 Por otra parte, los documentos de Patente CN101508657, CN101508658, CN101508659, y CN101486669 describen un método de uso de ácido sulfúrico para neutralizar taurinato de sodio para obtener una solución de taurina y sulfato de sodio. La taurina en bruto se obtiene con facilidad por filtración a partir de una suspensión cristalina de taurina después de enfriamiento. Sin embargo, el licor madre de desecho todavía contiene taurina, sulfato de sodio, y otras impurezas orgánicas sin especificar. Es deseable tener disponible un proceso para la separación adicional de
10 estos componentes para conseguir un proceso económico y para reducir la cantidad de la corriente de desechos.

Liu (China Chemical Trade, 2013, n.º 8, pág. 120) describe un proceso para la reacción de amonolisis de isetionato de sodio en presencia de licor madre de reciclado. El rendimiento de producción de la reacción de amonolisis sigue siendo un 70-80 % durante un periodo prolongado del tiempo de producción. Liu sugiere que el rendimiento de la
15 reacción de amonolisis se puede aumentar de un 70-80 % a un 85-95 % mediante el reciclado del isetionato de sodio que no ha reaccionado del licor madre en cada reacción sucesiva de amonolisis. Liu propone además que el porcentaje de contenido de isetionato de sodio entre los reactivos se puede aumentar si se recicla el producto secundario de ditaurinato de sodio en el licor madre a la etapa de amonolisis, para aumentar de ese modo el rendimiento. Sin embargo, este alto rendimiento de más de un 85 % no se podría obtener en la producción de
20 taurina durante una operación a largo plazo de la reacción de amonolisis y el rendimiento de producción industrial de la taurina seguiría siendo de aproximadamente un 75 %. El documento de Patente US 8.609.890 B1 se refiere a un proceso cíclico para la producción de taurina en el que el ácido sulfúrico en la etapa de neutralización se reemplaza con dióxido de azufre o ácido sulfuroso. El proceso cíclico supera algunas de las desventajas del proceso de óxido de etileno conocido mediante la regeneración de bisulfito de sodio para su reutilización en la reacción de adición con
25 el óxido de etileno, para eliminar de ese modo la formación de una gran cantidad de sulfato de sodio como producto secundario. Cuando el proceso cíclico se usa durante varios ciclos, se descubre que las impurezas se acumulan hasta el extremo de que se ha de iniciar un nuevo ciclo. El rendimiento global para el proceso cíclico es menos de un 85 %. Las impurezas se identifican ahora como ditaurinato de sodio y tritaurinato de sodio.

30 Por lo tanto, un objetivo de la presente invención es desvelar un proceso cíclico para la producción de taurina a partir de isetionato alcalino y a partir de vinil sulfonato alcalino con un rendimiento global elevado, es decir, mayor de un 90 %, en particular, mayor de un 95 %.

Este objetivo se consigue mediante el proceso de la reivindicación 1. Se definen realizaciones ventajosas de la
35 invención en las reivindicaciones dependientes.

De acuerdo con el proceso de la presente invención, el ditaurinato de sodio y el tritaurinato de sodio, los productos secundarios de la amonolisis del isetionato de sodio o el vinil sulfonato de sodio, se convierten de forma continua en taurinato de sodio en la etapa de amonolisis.
40

En otro aspecto se desvela un proceso para la preparación de ditaurinato de sodio puro y tritaurinato de sodio puro, y su conversión en taurinato de sodio. Cuando el ditaurinato de sodio y el tritaurinato de sodio se hacen reaccionar con amoniaco acuoso en condiciones de reacción de amonolisis, se forma una mezcla de composiciones similares de taurinato, ditaurinato y tritaurinato de sodio en un estado de equilibrio. Este nuevo descubrimiento hace posible el
45 proceso cíclico.

Un aspecto adicional es desvelar un proceso para la separación completa de taurina y sulfato de sodio el uno del otro y de los productos secundarios, es decir, el ditaurinato de sodio y el tritaurinato de sodio. De acuerdo con el
50 proceso de la invención, la taurina residual y el sulfato de sodio se separan del ditaurinato de sodio y el tritaurinato de sodio mediante un proceso de cristalización conjunta de taurina y sal de Glauber a una temperatura de 0 a 20 °C. La mezcla cristalina de la taurina y el sulfato de sodio se separa a continuación entre sí, mientras que el licor madre, que consiste en taurina, ditaurinato de monosodio y tritaurinato de monosodio, es adecuado para reciclar a la etapa de amonolisis para preparar taurinato de sodio.

55 Descripción de las figuras

Figura 1. Diagrama de flujo esquemático de la producción cíclica de taurina a partir de isetionato de sodio y vinil sulfato de sodio.

60 **Figura 2.** Curvas de solubilidad de taurina y sulfato de sodio en agua.

Descripción de la invención

La presente invención se refiere a un proceso cíclico para la producción de taurina a partir de isetionato alcalino, que es un compuesto intermedio clave para los procesos de óxido de etileno, etanol, y etileno. Este proceso cíclico
65 también se aplica a la producción de taurina a partir de vinil sulfonato alcalino, otro compuesto intermedio para los

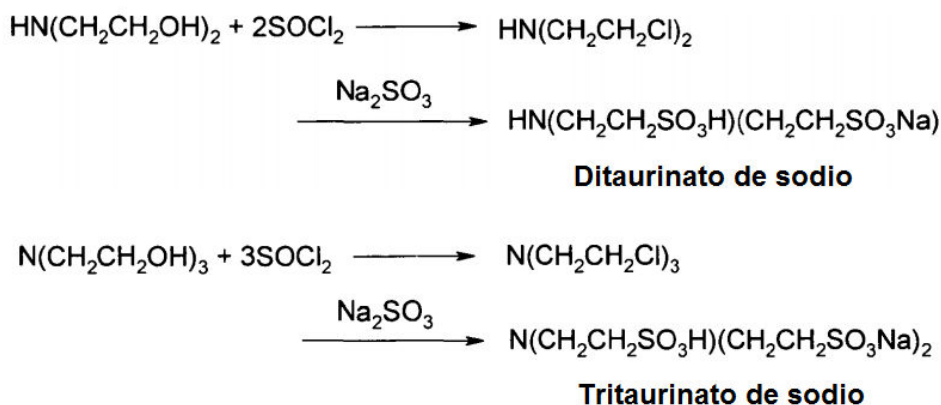
procesos de etanol y etileno.

Para la producción de taurina, se usan preferentemente isetionato de sodio y vinil sulfonato de sodio, pero son igualmente adecuados otros metales alcalinos, es decir, litio, potasio, y cesio. En las figuras y la siguiente descripción, solo se usa sodio en representación de los metales alcalinos para describir el proceso.

Con el fin de conseguir el proceso cíclico, la presente invención desvela un nuevo descubrimiento y un nuevo proceso para convertir ditaurinato de sodio y tritaurinato de sodio, los productos secundarios de la amonólisis del isetionato de sodio, en taurinato de sodio en las condiciones de amonólisis. De acuerdo con el proceso cíclico de la presente invención, el isetionato de sodio y el vinil sulfonato de sodio se convierten en taurinato de sodio con un rendimiento casi cuantitativo. Una separación completa de la taurina con sulfato de sodio de acuerdo con el proceso de la presente invención asegura que se obtenga la taurina con un rendimiento elevado, es decir, mayor de un 90 %, en particular mayor de un 95 % basado en el isetionato de sodio o el vinil sulfonato de sodio.

Aunque se mencionan el ditaurinato de sodio y el tritaurinato de sodio en los documentos de la técnica anterior, no se conoce la preparación de los productos puros. La presente invención describe un método para la preparación de ditaurinato de sodio puro y tritaurinato de sodio puro a partir de dietanolamina y trietanolamina, respectivamente.

Para preparar ditaurinato de sodio, se hace reaccionar en primer lugar dietanolamina con cloruro de tionilo en exceso para formar clorhidrato de bis(2-cloroetil)amina con un rendimiento cuantitativo, que experimenta sulfonación con sulfito de sodio para producir el producto esperado. Cuando se usa trietanolamina en la misma secuencia de reacciones, se obtiene clorhidrato de tris(2-cloroetil)amina como compuesto intermedio, se obtiene tritaurinato de disodio en forma de una solución acuosa, junto con cloruro de sodio. Los esquemas de reacción son los que siguen a continuación:



Cuando se someten el ditaurinato de sodio y el tritaurinato de sodio a la reacción de amonólisis en amoníaco acuoso en las mismas condiciones a una temperatura de 220 °C durante 2 horas, se obtiene una mezcla de composiciones similares, es decir, taurinato de sodio (74 %), ditaurinato de sodio (23 %) y tritaurinato de sodio (3 %). De forma evidente, se alcanza un estado de equilibrio entre los tres taurinatos, independientemente de los materiales de partida.

Este nuevo descubrimiento hace posible el proceso cíclico para la preparación de taurina a partir de isetionato de sodio y a partir de vinil sulfonato de sodio, debido a que los productos secundarios inevitables de la etapa de amonólisis, es decir, ditaurinato de sodio y tritaurinato de sodio, se pueden convertir de forma continua en taurinato de sodio en cada ciclo sucesivo.

La Figura 1 describe las operaciones unitarias detalladas para el proceso cíclico para la producción y el aislamiento de taurina a partir de isetionato de sodio. El ciclo es igualmente aplicable para la producción de taurina a partir de vinil sulfonato de sodio.

El proceso cíclico se inicia con la amonólisis del isetionato de sodio o el vinil sulfonato de sodio en amoníaco acuoso a una temperatura de 150 a 270 °C a una presión de la autógena a 260 bar y, opcionalmente, en presencia de catalizadores. Habitualmente, los catalizadores son sales alcalinas de sodio, potasio y litio. Tales sales son hidróxido de sodio, hidróxido de potasio, hidróxido de litio, carbonato de sodio, carbonato de potasio, carbonato de litio, sulfato de sodio, sulfato de potasio, sulfato de litio. Se puede usar una cualquiera o una combinación de dos o más de estas sales como catalizador para influir en la reacción.

Después de la reacción de amonólisis, el exceso de amoníaco se disipa de la solución de reacción y se recupera

para su reutilización. Se obtiene taurinato de sodio, junto con ditaurinato de sodio, tritaurinato de sodio, e isetionato de sodio sin reaccionar.

5 La solución fuertemente básica se neutraliza con ácido sulfúrico hasta pH 5-7 para producir principalmente taurina, sulfato de sodio, ditaurinato de sodio, y tritaurinato de sodio. El contenido de taurina y de sulfato de sodio se encuentra en una proporción molar de 1:0,5 a 1:0,6, y casi igual en términos de peso.

10 La solución inicial se concentra opcionalmente, y a continuación se enfría de 28 a 35 °C, para cristalizar la taurina. El primer lote de taurina en bruto se obtiene por filtración, mientras que el sulfato de sodio permanece en solución. Se ha de evitar una temperatura inferior para evitar la cristalización del sulfato de sodio.

15 Es importante señalar que el sulfato de sodio tiene la solubilidad máxima a una temperatura de 33 °C, como se muestra en la Figura 2. La solubilidad del sulfato de sodio disminuye ligeramente de 33 a 100 °C, pero drásticamente de 33 a 0 °C. Además, el sulfato de sodio cristaliza en una forma anhidra por debajo de 40 °C, pero como sal de Glauber, es decir, decahidrato de sulfato de sodio a una temperatura por debajo de 30 °C.

20 El licor madre consta ahora de aproximadamente un 30 % de sulfato de sodio y aproximadamente un 10 % de taurina, junto con diversos porcentajes de ditaurinato de sodio y tritaurinato de sodio. Esta solución se concentra hasta aproximadamente la mitad a la tercera parte de su volumen original en un cristizador por evaporación, a una temperatura de 70 a 95 °C, preferentemente de 75 a 85 °C, para producir una suspensión de sulfato de sodio, que se retira por filtración a la misma temperatura. La temperatura se mantiene lo suficientemente elevada para evitar la cristalización de la taurina en esta etapa.

25 El licor madre de la filtración, ahora saturado con sulfato de sodio y rico en taurina, se enfría a 33-35 °C en el primer enfriamiento del cristizador para cristalizar la segunda cosecha de taurina en bruto.

30 El ciclo de cristalización por evaporación a mayor temperatura, preferentemente de 75 a 85 °C, para retirar sulfato de sodio, y la primera cristalización por enfriamiento a temperatura inferior, preferentemente a 33-35 °C, se puede continuar hasta que el contenido sólido de impurezas, principalmente ditaurinato de sodio y tritaurinato de sodio, se acumule hasta aproximadamente un 30 % del contenido de sólidos en el licor madre.

35 El licor madre de la primera etapa de cristalización por enfriamiento se puede devolver a la etapa de amonolisis. Preferentemente, el licor madre se enfría de 10 a 15 °C en el segundo cristizador de enfriamiento para cristalizar conjuntamente la taurina y el decahidrato de sulfato de sodio, es decir, la sal de Glauber. La mezcla cristalina conjunta se retira del licor madre mediante una centrífuga y se devuelve a una unidad de disolución y calentamiento previo para la etapa de cristalización por evaporación. Resulta evidente a partir de la Figura 2 que se puede usar una temperatura inferior, pero se requiere un enfriamiento excesivo para que sea económica. A mayor temperatura, la retirada del sulfato de sodio no es completa.

40 El licor madre de la segunda etapa de cristalización por enfriamiento está comprendido habitualmente por un 25-30 % de ditaurinato y tritaurinato de sodio, un 5-7 % de taurina, y un 7-8 % de sulfato de sodio. A continuación se añade hidróxido de sodio en una cantidad suficiente para convertir la taurina en taurinato de sodio, el ditaurinato de sodio en ditaurinato de disodio, y el tritaurinato de disodio en tritaurinato de trisodio. En otras palabras, la cantidad molar de hidróxido de sodio es igual, o ligeramente mayor que, la cantidad molar de los taurinatos totales en la solución. A
45 continuación, esta solución se satura con amoníaco de un 15 a un 28 % y se devuelve a la etapa de amonolisis. Opcionalmente, esta solución se puede combinar con un nuevo lote de isetionato de sodio o vinil sulfonato de sodio para la etapa de amonolisis.

50 Cierta cantidad del licor madre de la segunda cristalización por enfriamiento necesita purgarse del ciclo, cuando las impurezas no caracterizadas empiezan a influir de forma adversa en la calidad del producto. La cantidad de la solución de purga en cada ciclo depende de la calidad de los materiales de partida, en particular, isetionato de sodio y vinil sulfonato de sodio. Si se usa isetionato de sodio en bruto en el proceso de óxido de etileno, se requiere una purga aproximadamente cada cinco a ocho ciclos, debido a que empieza a acumularse etilenglicol, un producto secundario de la reacción de óxido de etileno con agua. Si se prepara isetionato de sodio a partir de etanol y etileno,
55 no es necesaria ninguna purga en absoluto.

60 La taurina en bruto obtenida en el proceso cíclico se recristaliza en agua desionizada una o más veces para producir un producto de calidad farmacéutica. El licor madre de recristalización se puede reutilizar varias veces hasta que afecte a la calidad del producto obtenido. Este licor madre, que consiste en taurina residual, sulfato de sodio, e impurezas, se envía a continuación a la unidad de disolución y calentamiento previo para la cristalización por evaporación.

65 Se ha de entender que no se genera ningún residuo en el proceso cíclico de acuerdo con la presente invención para la producción de taurina a partir de etanol y etileno, debido a que el sulfato de sodio, que se descarga en el proceso cíclico, se recicla de forma continua para preparar isetionato de sodio y vinil sulfonato de sodio.

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

Ejemplos

5

Los siguientes ejemplos ilustrarán la práctica de la presente invención pero no se pretende que limiten su ámbito.

Ejemplo 1

10 Este ejemplo se refiere a la preparación de ditaurinato de sodio y su reacción con amoníaco acuoso en condiciones de reacción de amonólisis.

15 A un matraz de 1 l, equipado con un condensador de reflujo, se añaden 31,5 g (0,30 moles) de dietanolamina y 300 ml de diclorometano, y a continuación 51,0 ml de cloruro de tionilo. Se forma inmediatamente una suspensión sólida después de la adición del cloruro de tionilo y a continuación se disuelve tras calentar a 50 °C. Durante el reflujo, la suspensión sólida se disuelve y a continuación aparece el sólido cristalino. La suspensión cristalina se calienta a reflujo mientras se agita durante 3 h. La reacción se interrumpe por adición de 20 ml de metanol y los disolventes se retiran al vacío. Se obtiene un material cristalino de color blanco, clorhidrato de bis(2-cloroetil)amina, que pesa 53,0 g, con un rendimiento cuantitativo.

20

Se añaden 500 ml de agua desionizada al matraz, y 100 g de sulfito de sodio. La solución se agita en primer lugar a una temperatura de 50-60 °C durante 3 h, y a continuación a 95 °C durante 4 h. Los análisis por HPLC y LC-MS muestran la conversión completa del material de partida en el ditaurinato de sodio deseado.

25 El sulfito de sodio en exceso se destruye por adición de 40 ml de ácido clorhídrico al 30 %, seguido de ajuste cuidadoso del pH a 6-7 con carbonato de sodio. La solución consiste en ditaurinato de sodio casi puro y cloruro de sodio. La solución se puede usar directamente en la reacción de amonólisis.

30 Para obtener ditaurinato de sodio puro, la solución acuosa se seca al vacío para dar un sólido de color blanco. Se añaden al matraz se 600 ml de metanol anhidro, y la suspensión se calienta a reflujo durante 30 minutos para disolver el ditaurinato de sodio en metanol. Después de filtración para retirar el cloruro de sodio, la solución de metanol se enfría a temperatura ambiente para cristalizar el ditaurinato de sodio puro, que se usa como estándar analítico.

35 El ditaurinato de sodio en bruto, preparado a partir de 0,30 moles de dietanolamina, se disuelve en 300 ml de agua que contiene 26,0 g de hidróxido de sodio. La solución se mezcla a continuación con 600 ml de amoníaco acuoso al 25 % y se calienta en una autoclave a 220 °C durante 2 h.

40 El análisis por HPLC de la solución de reacción muestra la formación de taurinato de sodio (74 %), ditaurinato de sodio (24 %) y tritaurinato de sodio (2 %), basado en moles.

Ejemplo 2

45 Este ejemplo se refiere a la preparación de tritaurinato de sodio y su reacción con amoníaco acuoso en condiciones de reacción de amonólisis.

50 A un matraz de 1 l, equipado con un condensador de reflujo, se añaden 29,8 g (0,20 moles) de trietanolamina, 300 ml de diclorometano, y a continuación 51,0 ml de cloruro de tionilo. La mezcla se calienta a reflujo durante 4 h. La reacción se interrumpe por adición de 20 ml de metanol. La retirada del disolvente da una masa cristalina de color blanco, clorhidrato de tris(2-cloroetil)amina con un rendimiento cuantitativo.

55 Se añaden 500 ml de agua desionizada al matraz, y 100 g de sulfito de sodio. En primer lugar se separa una fase de aceite. Después de calentar a 60 °C durante 2 h y a 98 °C durante 5 h, la fase de aceite desaparece y se obtiene una solución transparente. Los análisis por HPLC y LC-MS muestran la conversión completa del material de partida en el tritaurinato de sodio deseado.

60 La solución de reacción en bruto se transfiere a una autoclave de 2 l, a la que se añaden 26 g de hidróxido de sodio y 600 ml de amoníaco acuoso al 25 %. La autoclave se calienta a 220 °C durante 2 h para llevar a cabo la reacción de amonólisis.

El análisis por HPLC y LC-MS muestran que el tritaurinato de sodio se convierte en una mezcla de taurinato de sodio (72 %), ditaurinato de sodio (23 %) y tritaurinato de sodio (5 %), basado en moles.

Ejemplo 3

65

Este ejemplo demuestra la conversión del ditaurinato de sodio y el tritaurinato de sodio en el licor madre de

recristalización en taurinato de sodio.

5 A 200 ml del licor madre de la segunda etapa de cristalización por enfriamiento, compuesto por ditaurinato de sodio (25 % en peso), tritaurinato de sodio (3 % en peso), taurina (5 % en peso) y sulfato de sodio (6 % en peso), se añaden 15 g de hidróxido de sodio, y 500 ml de amoníaco acuoso al 25 %. La solución se calienta en una autoclave de 2 l a 220 °C durante 2 h para llevar a cabo la reacción de amonólisis.

10 El análisis por HPLC y LC-MS muestra que la solución de reacción está comprendida por los siguientes taurinatos: taurinato de sodio (76 %), ditaurinato de sodio (21 %) y tritaurinato de sodio (3 %), basado en moles.

10 Ejemplo 4

15 Este ejemplo se refiere a un proceso para la separación de taurina a partir de sulfato de sodio y de ditaurinato de sodio y tritaurinato de sodio.

Se prepara una solución de partida en primer lugar por ebullición de la solución de la reacción de amonólisis para retirar el exceso de amoníaco, y a continuación por adición de suficiente ácido sulfúrico hasta pH 5-7. La solución consiste en un 30 % de taurina, un 26 % de sulfato de sodio y un 7 % de di y tritaurinatos de sodio.

20 Se enfrían 2000 g de la solución de partida de 80 °C a 33 °C para formar una suspensión que consiste básicamente en la primera cosecha de taurina cristalizada, que se separa por filtración a 33 °C y se lava con 100 g de agua fría. La taurina recuperada se seca y pesa 398 g.

25 El licor madre separado, que pesa 1580 g, se hierve para evaporar hasta 900 g para formar una suspensión de sulfato de sodio. Esta suspensión se enfría a 80 °C y se filtra para recuperar el sulfato de sodio, que pesa 304 g.

El licor madre, que contiene 202 g de taurina y 216 g de sulfato de sodio, se enfría a 33 °C para formar una segunda suspensión de taurina. Después de la filtración y el lavado con agua fría, se obtienen 124 g de taurina.

30 El licor madre de la etapa previa, que contiene ahora 78 g de taurina y 216 g de sulfato de sodio, se enfría a 10 °C en 2 h para obtener una suspensión de taurina y sal de Glauber. El sólido cristalino se obtiene en forma de una mezcla de taurina y decahidrato de sulfato de sodio.

35 Este licor madre final, aproximadamente 500 g, consiste en ditaurinato y tritaurinato de sodio (28 %, 140 g), taurina (24 g, 4,8 %), y sulfato de sodio (35 g, 7 %). Esta solución se usa para la reacción de amonólisis.

REIVINDICACIONES

1. Un proceso cíclico para la producción de taurina a partir de isetionato alcalino y de vinil sulfonato alcalino, que comprende,
- 5
- (a) Amonólisis de isetionato alcalino o vinil sulfonato alcalino en presencia de catalizadores para producir una mezcla en equilibrio de taurinato de sodio, ditaurinato de sodio, y tritaurinato de sodio, siendo los catalizadores al menos una de las sales alcalinas de sodio, potasio, cesio y litio, en el que las sales son una de hidróxido de sodio, hidróxido de potasio, hidróxido de litio, carbonato de sodio, carbonato de potasio, carbonato de litio, sulfato de sodio, sulfito de sodio, sulfato de potasio, sulfito de potasio;
- 10
- (b) Neutralización con ácido sulfúrico para obtener una solución de taurina, sulfato de sodio, y ditaurinato y tritaurinato de sodio;
- (c) Cristalización a una temperatura de 30-35 °C y filtración para obtener el primer lote de taurina en bruto;
- (d) Cristalización por evaporación del licor madre de (c) para separar sulfato de sodio anhidro a una temperatura de 75-95 °C para evitar la cristalización de la taurina;
- 15
- (e) 1ª cristalización por enfriamiento del licor madre de (d) a una temperatura de 33 a 35 °C para obtener un segundo lote de taurina en bruto, y para evitar la cristalización del sulfato de sodio;
- (f) 2ª cristalización por enfriamiento del licor madre (e) a una temperatura de 0 a 20 °C, preferentemente de 10-15 °C para producir una mezcla de taurina y sal de Glauber, que se devuelve a la unidad de disolución y precalentamiento para la cristalización por evaporación (d);
- 20
- (g) El licor madre de (f), que contiene una mezcla de taurina, ditaurinato de sodio, tritaurinato de sodio, y sulfato de sodio, se enriquece en hidróxido de sodio y se devuelve a (a) para la reacción de amonólisis.
2. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1 en el que el rendimiento global es mayor de un 90 %, en particular, mayor de un 95 %.
- 25
3. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1 en el que la taurina en bruto se recristaliza en agua desionizada y el licor madre se devuelve a la etapa (d) para cristalización por evaporación.
- 30
4. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1 en el que en la etapa (g) la cantidad de hidróxido de sodio está presente en una cantidad equimolar o en una cantidad superior a la cantidad molar de la totalidad de taurinatos.
5. El proceso de acuerdo con la reivindicación 3 en el que en la etapa (g) la solución se mezcla con un nuevo lote de isetionato de sodio o vinil sulfonato de sodio para 3(a).
- 35

Fig. 1. Diagrama de flujo esquemático para la producción cíclica de taurina

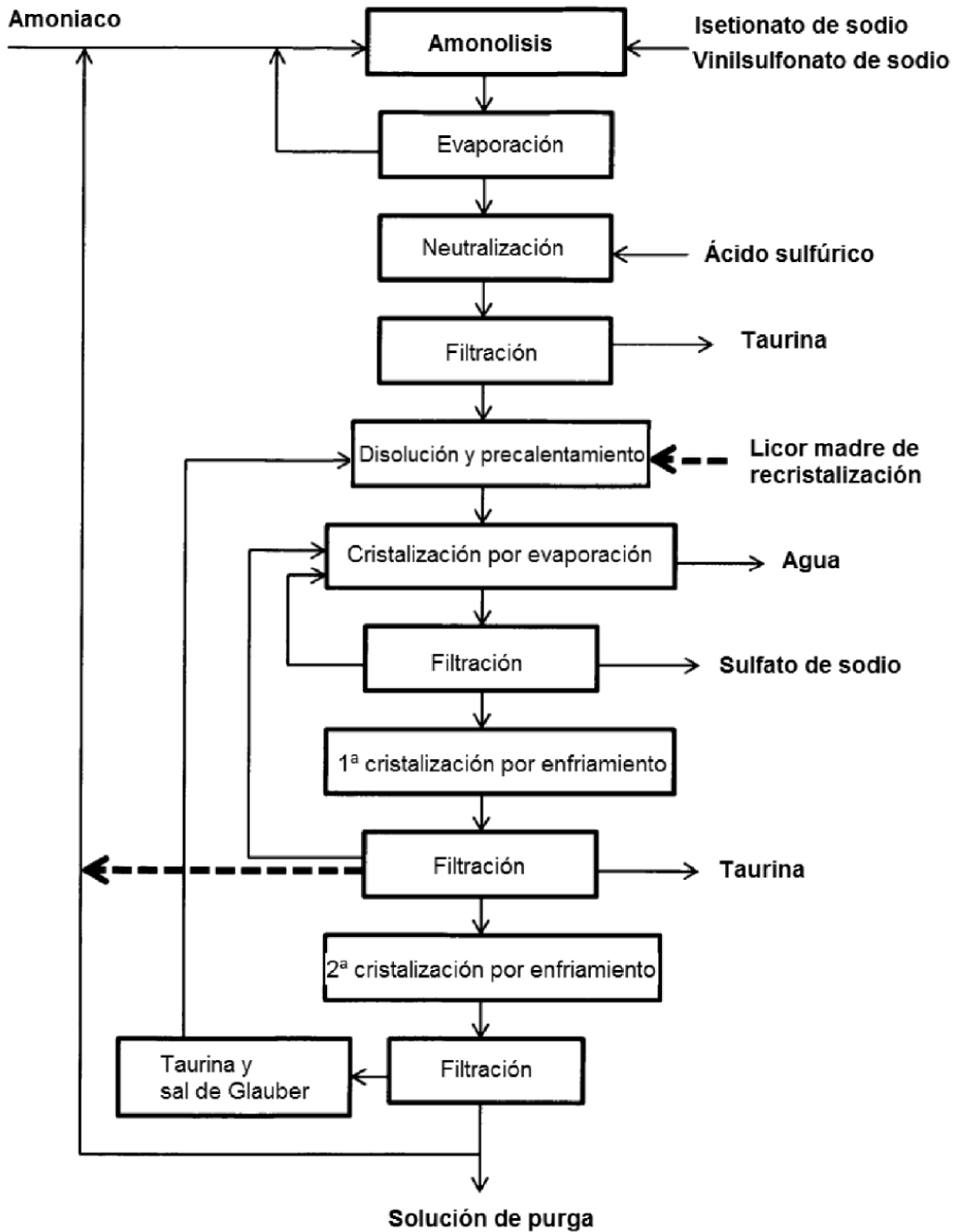


Fig. 2. Curva de solubilidad de taurina y sulfato de sodio en agua

