

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl<sup>7</sup>

C07C309/21

C07C303/02 C01B 17/96



# [12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 02141724.5

[43] 公开日 2003年3月19日

[11] 公开号 CN 1403443A

[22] 申请日 2002.8.30 [21] 申请号 02141724.5

[71] 申请人 中国科学院兰州化学物理研究所  
地址 730000 甘肃省兰州市城关区天水路342号

[72] 发明人 邓友全 顾彦龙 石峰 杨宏洲  
郭术 彭家建 乔昆

[74] 专利代理机构 兰州中科华西专利代理有限公司  
代理人 方晓佳

权利要求书1页 说明书4页

[54] 发明名称 从硫酸钠中提取牛磺酸的方法

[57] 摘要

本发明涉及一种简便、高效的牛磺酸与硫酸钠分离方法。其特征是采用由含氮杂环化合物烷基吡啶或1,3-二烷基咪唑阳离子与无机或有机阴离子构成的室温下呈液化状态的离子液体为浸取剂,以极性有机溶剂为离析剂,经两步处理从牛磺酸与硫酸钠的固体混合物中,分离出牛磺酸。与传统的水溶液重结晶方法和电渗析方法相比,具有分离速率快(1至5小时)、操作温度相对较低(40至100℃),且分离得到的牛磺酸纯度高,离子液体与极性有机溶剂可以重复使用,具有很强的工业应用前景。

I S S N 1 0 0 8 - 4 2 7 4

1. 一种从牛磺酸与硫酸钠固体混合物中获取牛磺酸的方法，其特征在于第一步使用含氮杂环化合物阳离子与无机或有机阴离子构成的室温离子液体为浸取剂，第二步以极性有机溶剂为离析剂，经两步处理实现从硫酸钠中选择提取牛磺酸及从离子液体中离析获取牛磺酸。
2. 如权利要求 1 所述的方法，其特征在于含氮杂环化合物阳离子是烷基吡啶或 1, 3-二烷基咪唑，烷基链长为  $C_1$  至  $C_8$ 。
3. 如权利要求 1 所述的方法，其特征在于无机或有机阴离子为氯离子、溴离子、碘离子、四氟合硼酸根、六氟合磷酸根、氯铝酸根、三氟醋酸根、醋酸根。
4. 如权利要求 1 所述的方法，其特征在于所使用的极性有机溶剂为甲醇、乙醇、丙醇、异丙醇、丁醇、乙二醇、丙酮、乙腈、丙腈、N,N-二甲基甲酰胺、乙酸、甲酸。
5. 如权利要求 1 所述的方法，离子液体与所分离牛磺酸和硫酸钠混合物的质量比须大于或等于 1: 1。
6. 如权利要求 1 所述的方法，极性有机溶剂与离子液体的体积比为 3: 1 至 10: 1。
7. 如权利要求 1 所述的方法，其特征在于第一步离子液体浸取过程的温度为 40 至 100℃，萃取时间 1 至 5 小时，第二步极性有机溶剂的离析过程在室温下进行。

## 从硫酸钠中提取牛磺酸的方法

### 技术领域

本发明涉及一种提取牛磺酸的方法，特别涉及一种从牛磺酸与硫酸钠固体混合物中提取牛磺酸的方法。

### 技术背景

浸取或萃取分离是化学化工、医药、冶金等生产和研究中的重要环节。常见的浸取或萃取过程都是采用水或有机溶剂作为浸或萃取介质。在一般的物理浸或萃取过程中，通常要求浸或萃取剂对欲回收的物质具有良好的溶解性能，而对与欲回收物质共存的其它物质的溶解程度则尽量要小。而对于某些特殊的物质而言，有可能存在无论是水还是有机溶剂都很难满足上述要求。另外，大多数有机溶剂都易挥发、有毒、易燃、易爆，给工业生产过程带来了很大的安全隐患的同时，易造成环境污染。因此，寻找高效、安全与环境友好的浸或萃取介质已经成为分离化学化工研究的重要方向之一。

室温离子液体作为一种绿色溶剂和反应介质正在受到人们的关注。室温离子液本身具有特殊的物理化学性质，对许多物质具有良好的溶解力，特别是对于水或有机溶剂难以溶解的物质，用室温离子液体有可能使其溶解。同时，室温离子液体也对相当多的物质不溶解。室温离子液体的多样性与可调变性，使得理论上对于一特定的物质，均在理论上有可能找到一合适的离子液体将其溶解或不溶解。并且，室温离子液体具有不挥发、不燃烧的特点，这使其成为高效、安全与环境友好的浸或萃取介质，成为可能。

牛磺酸为一含硫氨基酸，又名牛胆碱、牛胆素，按结构命名氨基乙磺酸( $\text{H}_2\text{NCH}_2\text{CH}_2\text{SO}_3\text{H}$ )。牛磺酸属于非蛋白质氨基酸，具有多种药理及营养保健作用，现已成为国内外用量大、用途广的药品和营养保健品之一。在牛磺酸的工业生产过程中，一般采用 2-氨基乙醇两步磺化方法制备，在反应结束后，需要将牛磺酸与磺化副产物硫酸钠分离。由于牛磺酸在大多数有机溶剂中溶解度很小，同时自身沸点很高（接近  $300^\circ\text{C}$ ），且沸点同分解温度相当接近（ $300^\circ\text{C}$ ），所以牛磺酸与硫酸钠的分离目前只能通过反复的重结晶或反复电渗析的方法。总体上讲，这两种方法分离产

率较低，而且操作复杂，耗能较高。

### 发明内容

本发明的目的是提供一种从牛磺酸与硫酸钠固体混合物中提取牛磺酸的方法。

一种从硫酸钠中提取牛磺酸的方法，其特征在于第一步使用含氮杂环化合物阳离子与无机或有机阴离子构成的室温离子液体为浸取剂，第二步以极性有机溶剂为离析剂，经两步处理实现从硫酸钠中选择提取牛磺酸及从离子液体中离析获取牛磺酸。

本发明所述的含氮杂环化合物阳离子是烷基吡啶或 1, 3-二烷基咪唑阳离子，烷基链长为 C<sub>1</sub> 至 C<sub>8</sub>。

本发明所述无机或有机阴离子为氯离子、溴离子、碘离子、四氟合硼酸根、六氟合磷酸根、氯铝酸根、三氟醋酸根、醋酸根。

本发明所述的方法，其特征在于所使用的极性有机溶剂为甲醇、乙醇、丙醇、异丙醇、丁醇、乙二醇、丙酮、乙腈、丙腈、N,N-二甲基甲酰胺、乙酸、甲酸。

本发明所述的方法，其特征在于离子液体与所分离牛磺酸和硫酸钠混合物的质量比须大于或等于 1: 1。

本发明所述的方法，其特征在于极性有机溶剂与离子液体的体积比为 3: 1 至 10: 1。

本发明所述的方法，其特征在于第一步离子液体萃取过程的温度为 40 至 100℃，萃取时间 1 至 5 小时，第二步极性有机溶剂的离析过程在室温下进行。

本发明通过如下措施来实现：

本发明所使用的离子液体的典型制备过程，可参照参考文献 [Huddleston J g, Visser A E, Reichert W M, Willauer H D, Broker G A, Rogers R D, *Green Chemistry*, 2001, 3, 156] 方法合成。

萃取分离方法的过程是：在装有机械搅拌与温度计的适当容器中，依次加入待分离的牛磺酸与硫酸钠固体混合物和离子液体，其中牛磺酸与硫酸钠质量比大于或等于 1: 20，离子液体与待分离的固体混合物的质量比大于或等于 1: 1。然后，在常压，40 至 100℃ 条件下剧烈搅拌 1 至 5 小时。停止搅拌，所得固液混合物于 40 至 100℃ 条件下减压抽滤。滤出的固体主要为硫酸钠，用极性有机溶剂洗涤三次后弃去。将滤液与极性有机溶剂洗涤液合并，再加入大量相同的极性有机溶剂，室温

下搅拌 15-30 分钟, 有大量白色固体析出。室温下水泵抽滤分离析出的固体, 用相同的极性有机溶剂洗涤, 干燥后得牛磺酸, 称重得分离收率。用原子吸收光谱 (日立 180-80 型 AAS 仪) 法测定钠含量, 借此推算分离得到的牛磺酸中硫酸钠含量。所得的洗涤液和滤液合并后, 于 80 至 100℃ 下蒸馏回收极性有机溶剂。剩下的离子液体在 80 至 100℃ 减压抽空纯化 30 分钟即可再次使用。

本发明与传统的重结晶或电渗析分离牛磺酸和硫酸钠的方法相比其实质性的特点是:

- 1 具有更高的分离效率, 提高了分离收率, 缩短了分离时间;
- 2 操作条件更加温和, 降低了能耗;
- 3 当牛磺酸与硫酸钠的质量比低到 1: 20 时, 牛磺酸的分离效率仍然较高, 分离收率为 68%;
- 4 离子液体作为浸取剂以及极性有机溶剂作为离析剂均可重复使用。

#### 具体实施方式

实施例 1: 卤 (即氯、溴或碘) 化 1, 3 二烷基咪唑离子液体中牛磺酸和硫酸钠 (质量比为 3: 4) 的分离

取牛磺酸与硫酸钠混合物 80 克 (牛磺酸与硫酸钠的质量比为 3: 4), 在 500 毫升圆底烧瓶中, 与 200 毫升卤化 1, 3 二基咪唑离子液体混合后, 在 80℃ 下密封机械搅拌 3 小时。停止搅拌, 80℃ 条件下减压抽滤。用极性有机溶剂洗涤滤出的固体 (30 毫升 × 3)。合并滤液和有机溶剂洗涤液后, 再加入相同极性有机溶剂 1000 毫升, 室温搅拌 30 分钟, 滤出析出的固体, 相同极性有机溶剂洗涤 (30 毫升 × 3), 60℃ 干燥。称重牛磺酸分离收率 96%, 测定钠含量, 得分离出的牛磺酸中硫酸钠含量为 1.1 毫克/克。

实施例 2: 卤化烷基吡啶离子液体中牛磺酸和硫酸钠 (质量比为 1: 20) 的分离

取牛磺酸与硫酸钠混合物 80 克 (牛磺酸与硫酸钠的质量比为 1: 20), 在 500 毫升圆底烧瓶中, 与 200 毫升卤化烷基吡啶离子液体混合后, 其余同实施举例 1。牛磺酸分离收率 68%, 分离出的牛磺酸中硫酸钠含量为 1.6 毫克/克。

实施例 3: 四氟硼酸 1, 3 二烷基咪唑离子液体中牛磺酸和硫酸钠的分离

以 200 毫升四氟硼酸 1,3-二烷基咪唑代替卤化 1,3-二烷基咪唑离子液体,其余同实施例 1。牛磺酸分离收率 86%,分离出的牛磺酸中硫酸钠含量为 1.0 毫克/克。

实施例 4: 三氟醋酸 1,3-二烷基咪唑离子液体中牛磺酸和硫酸钠的分离

以 200 毫升三氟醋酸 1,3-二烷基咪唑代替卤化 1,3-二烷基咪唑离子液体,其余同实施例 1。牛磺酸分离收率 91%,硫酸钠含量为 1.4 毫克/克。

实施例 5: 卤化 1,3-二烷基咪唑离子液体在分离牛磺酸和硫酸钠过程中的重复使用

实施举例 1 中的卤化 1,3-二烷基咪唑离子液体使用后,80℃抽空下减压抽空纯化 30 分钟,再次加料重复浸取分离过程,循环八次,牛磺酸总分离收率 90%,硫酸钠含量为 1.3 毫克/克。