

(12) 按照专利合作条约所公布的国际申请

(19) 世界知识产权组织
国际局

(43) 国际公布日
2014 年 3 月 6 日 (06.03.2014)



(10) 国际公布号
WO 2014/032401 A1

- (51) 国际专利分类号:
C07C 323/58 (2006.01) C07C 319/20 (2006.01)
- (21) 国际申请号: PCT/CN2013/070129
- (22) 国际申请日: 2013 年 1 月 6 日 (06.01.2013)
- (25) 申请语言: 中文
- (26) 公布语言: 中文
- (30) 优先权:
201210320297.0 2012 年 9 月 3 日 (03.09.2012) CN
- (71) 申请人 (对除美国外的所有指定国): 浙江新和成股份有限公司 (ZHEJIANG NHU COMPANY LTD) [CN/CN]; 中国浙江省绍兴市新昌县羽林街道江北路 4 号, Zhejiang 312500 (CN)。 浙江大学 (ZHEJIANG UNIVERSITY) [CN/CN]; 中国浙江省杭州市西湖区浙大路 38 号, Zhejiang 310027 (CN)。
- (72) 发明人: 及
- (71) 申请人 (仅对美国): 陈志荣 (CHEN, Zhirong) [CN/CN]; 中国浙江省杭州市西湖区浙大路 38 号, Zhejiang 310027 (CN)。 王存超 (WANG, Cunchao)

[CN/CN]; 中国浙江省绍兴市新昌县羽林街道江北路 4 号, Zhejiang 312500 (CN)。 赵初秋 (ZHAO, Chuqiu) [CN/CN]; 中国浙江省绍兴市新昌县羽林街道江北路 4 号, Zhejiang 312500 (CN)。 王苏娟 (WANG, Sujuan) [CN/CN]; 中国浙江省绍兴市新昌县羽林街道江北路 4 号, Zhejiang 312500 (CN)。 张成锋 (ZHANG, Chengfeng) [CN/CN]; 中国浙江省绍兴市新昌县羽林街道江北路 4 号, Zhejiang 312500 (CN)。 龙涛 (LONG, Tao) [CN/CN]; 中国浙江省绍兴市新昌县羽林街道江北路 4 号, Zhejiang 312500 (CN)。 刘信洪 (LIU, Xinhong) [CN/CN]; 中国浙江省绍兴市新昌县羽林街道江北路 4 号, Zhejiang 312500 (CN)。

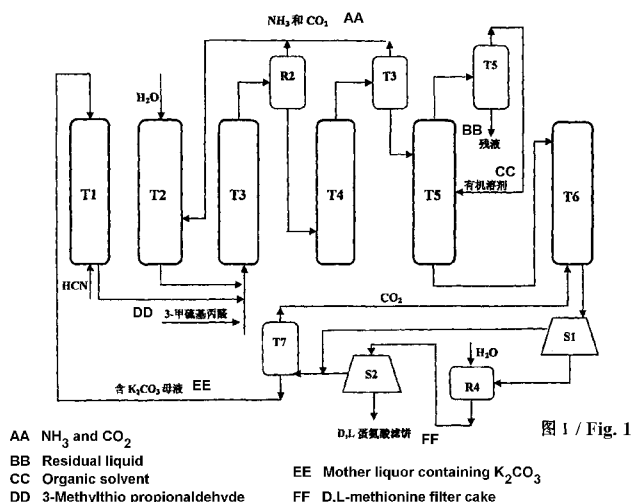
(74) 代理人: 杭州天勤知识产权代理有限公司 (HANGZHOU TIANQIN INTELLECTUAL PROPERTY AGENCY CO., LTD); 中国浙江省杭州市西湖区竞舟路 1 号筑品金座 501, Zhejiang 310013 (CN)。

(81) 指定国 (除另有指明, 要求每一种可提供的国家保护): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB,

[见续页]

(54) Title: CLEAN METHOD FOR PREPARING D,L-METHIONINE

(54) 发明名称: 一种清洁的 D,L-蛋氨酸制备方法



(57) Abstract: Disclosed in the present invention is a clean method for preparing a D,L-methionine comprising the steps of: preparing a potassium cyanide solution using a crystallized mother liquor containing potassium carbonate as an absorbing liquid to absorb hydrocyanic acid, then reacting the potassium cyanide solution with 3-methylthio propionaldehyde and an ammonium bicarbonate solution at 50-150°C for 3-15 minutes so as to obtain a 5-(β-methylthioethyl)glycolyurea solution, then bring the 5-(β-methylthioethyl)glycolyurea solution to a temperature of 140-220°C and subjecting to a saponification reaction for 2-5 minutes, after the completion of the saponification, reducing the temperature to 0-40°C, extracting with an organic solvent, neutralising the water phase with CO₂ and crystallizing, then filtering, washing, and drying to obtain an acceptable D,L-methionine product; bring the crystallized D,L-methionine mother liquor from filtration to a temperature to 110-160°C to remove CO₂, which are all then circulated and used as a hydrocyanic acid-absorbing liquid. The process route of the present invention is a route suitable for a continuous and clean production, substantially without producing waste water and waste gas.

(57) 摘要:

[见续页]

WO 2014/032401 A1



GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW。

AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), 欧洲 (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG)。

(84) 指定国 (除另有指明, 要求每一种可提供的地区保护): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), 欧亚 (AM,

本国际公布:

— 包括国际检索报告(条约第 21 条(3))。

本发明公开了一种清洁的 DL-蛋氨酸制备方法, 其步骤包括: 以含碳酸钾的结晶母液为吸收液吸收氢氰酸制备氰化钾溶液, 然后将该氰化钾溶液与 3-甲硫基丙醛、碳酸氢铵溶液在 50~150°C 下反应 3~15 分钟得到 5-(β-甲硫基乙基)乙内酰脲溶液, 再将该 5-(β-甲硫基乙基)乙内酰脲溶液升温至 140~220°C 皂化反应 2~15 分钟, 皂化毕, 降温到 0~40°C, 用有机溶剂进行萃取, 水相用 CO₂ 进行中和、结晶, 然后经过滤、洗涤、干燥后得到合格 D, L-蛋氨酸产品; 过滤产生的 D, L-蛋氨酸结晶母液经升温至 110~160°C 脱除 CO₂ 后, 全部循环套用作为氢氰酸吸收液。本发明的工艺路线是一条适合连续化、基本没有废水和废气产生的清洁生产路线。