[54] 发明名称
肌酸盐酸盐的制备方法

[57] 摘要
本发明涉及一种肌酸盐酸盐的制备方法。属于一种酰基衍生物的制备方法。本发明是由盐酸与一水肌酸在25℃-40℃的温度下进行反应，过滤后经浓缩、结晶分离、乙醇冲洗、干燥后制得成品肌酸盐酸盐。
1. 一种肌酸盐酸盐的制备方法，其特征在于将盐酸与一水肌酸在 25 ℃-40 ℃的温度下进行反应，过滤后经浓缩、结晶分离、乙醇冲洗、干燥后制成。

2. 根据权利要求 1 所述的肌酸盐酸盐的制备方法，其特征在于盐酸与一水肌酸的摩尔比为 1：1。

3. 根据权利要求 1 所述的肌酸盐酸盐的制备方法，其特征在于反应后溶液 pH 值为 1。

4. 根据权利要求 1 所述的肌酸盐酸盐的制备方法，其特征在于反应所用的盐酸浓度为 30%。

5. 根据权利要求 1 所述的肌酸盐酸盐的制备方法，其特征在于浓缩的条件为真空度 0.09Mpa, 温度为 40 ℃-50 ℃。

6. 根据权利要求 1 所述的肌酸盐酸盐的制备方法，其特征在于冲洗用的乙醇为无水乙醇，用量为分离、甩干后肌酸盐酸盐的 0.2 倍。

7. 根据权利要求 1 所述的肌酸盐酸盐的制备方法，其特征在于干燥的温度为 50 ℃-60 ℃。
肌酸盐酸盐的制备方法

技术领域

本发明涉及一种肌或其衍生物的制备方法，具体是肌酸盐酸盐的制备方法。

背景技术

肌酸是由精氨酸、甘氨酸及甲硫氨酸三种氨基酸合成的一种氨基酸。肌酸可以用来治疗帕金森氏症及阿滋海默氏症的患者，也用来防止老年人的肌肉消退，是良好的运动肌肉营养品，肌酸营养品的功效已经被人们认可并接受，这类产品具有提高肌肉性能和增强肌肉力量的作用。目前世界上对它的衍生物的需求量大约 5000-6000 吨/年。由于肌酸的水溶性差，人体要吸收足够多的肌酸必须摄入大量的水，因此口服吸收非常有限。为了克服这些缺点，肌酸营养品大都做成各种有机酸盐或无机酸盐后使用。

以往的工艺采用将一水肌酸加倍的水，滴加盐酸，边搅拌边反应，反应完毕后过滤，在真空条件下浓缩（不超过 50℃）。经过冷却、结晶分离后用丙酮冲洗，干燥而成。

由于加水多，反应中副产品肌酐也会随之增多，使收率及产品质量受到影响，同时增加了浓缩时间，整个工艺过程时间加长。由于丙酮价格较贵，具有毒性，使得生产成本加大，生产中对人体会造成一定危害。

发明内容

本发明为了解决现有技术中生产周期长，生产用料有毒，而提供一种生产中不加水，生产周期短，产品质量得到提高，生产原料毒性小的肌酸盐酸盐的制备方法。

本发明所采取的技术方案如下：

一种肌酸盐酸盐的制备方法，将盐酸与一水肌酸在 25℃-40℃的温度下进行反应，过滤后经浓缩、结晶分离、乙醇冲洗、干燥后制的成品。

本发明中反应物盐酸与一水肌酸的摩尔比为 1：1，反应后溶液的 pH 值为 1。

反应所用的盐酸浓度为 30%。
浓缩的条件为真空度 0.09Mpa，温度在 40℃-50℃。
冲洗用的乙醇为无水乙醇，用量为分离、甩干后肌酸盐酸盐的 0.2 倍。
干燥的温度为 50℃-60℃。

本发明的反应温度不超过 40℃，同时没有大量的水参与反应，所以副反应少，收率得到提高。
本发明的浓缩工艺采用高真空低温浓缩，缩短了浓缩时间，保证了产品的质量。

本发明的优点和积极效果是：
1. 由于本发明不加水，减少反应中副产品肌酐的产生，产品质量得到提高。
2. 由于已有工艺加了大量的水，浓缩时间相应较长，而且盐酸是滴加到肌酸水溶液中的，因此很耗费时间，生产周期很长。本发明反应物中没加水，因此浓缩时间大为减少；原料是一次性投入到反应罐中，这样使生产周期缩短，劳动效率得到很大的提高。
3. 冲洗液用乙醇代替丙酮，降低了成本，减小毒性，降低了对人体的危害，改善了生产环境。

具体实施方式

下面通过具体实施例对本发明进行详细地说明。

实施例 1

将 200 千克一水肌酸和 160 千克 30%浓度的盐酸投入 1000L 反应罐中，启动搅拌，反应温度保持在 25℃，一水肌酸全部溶解，测 pH 值，如不到 1，用盐酸调整到 pH1 为止。经过大约 30 分钟，反应结束，停止搅拌。反应液过滤后投入 1000L 的结晶罐内，在 0.09Mpa，50℃温度的条件下排除水分进行浓缩。1.5 小时左右结晶罐内有结晶出现，将温度降至 25℃，析出结晶。用离心机分离甩干后用所得湿料重量 10%的无水乙醇进行冲洗，甩干，湿品放入干燥箱，60℃温度下排风干燥得肌酸盐酸盐。收率为 85%，纯度为 99%。

实施例 2

将 200 千克一水肌酸和 160 千克 30%浓度的盐酸投入 1000L 反应罐中，启动搅拌，反应温度保持在 40℃，一水肌酸全部溶解，测 pH 值，如不到 1，用盐酸调整到 pH1 为止。经过大约 20 分钟，反应结束，停止搅拌。反应液过滤后投入 1000L 的结晶罐内，在 0.09Mpa，40℃温度的条件下将反应液排除水分进行浓缩，2 小时左右结晶罐内有结晶出现，将温度降至 20℃，析出结晶。用离心机分离甩干后用所得湿料重量 10%的无水乙醇进行冲洗，甩干，湿品放入干燥箱，50℃温度下排风干燥得肌酸盐酸盐。收率为 85%，纯度为 99%。