

281103

P-23.467

Pos. 2692 Kyowa



281103

14 NOV. 1962

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se presenta para unir a la solicitud

de

P A T E N T E D E I N V E N C I O N .

formulada el 27 de Septiembre de 1962, con el núm. 281.103

en

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de KYOWA HAKKO KOGYO CO. LTD., entidad japonesa, establecida en 4, Ohtemachi-1-chome, Chiyoda-ku, Tokyo, - Japón, por:

" UN METODO DE SEPARACION DE ACIDO GLUTAMICO DESDE CALDOS DE FERMENTACION PARA LA OBTENCION DE ACIDO GLUTAMICO." --

---

El presente invento se refiere a un metodo para la separación de ácido glutámico y, más particularmente, - al procedimiento para la separación de ácido glutámico -- con rendimiento mayor a partir de caldos de fermentación de ácido glutámico.

5

Los inventores presentes describieron en la solicitud de Patente Japonesa SHO 35-35237 un método para - producir acido glutámico, que comprende una combinación - de una fase de concentración de un caldo de fermentación de ácido glutámico, como tal, o bien después de filtrar -

10

281103

14 NOV



la masa de células, a una temperatura relativamente baja, inferior a 80°C., una fase de calentamiento del concentrado después de adición de un ácido a 130-150°C., y una fase de concentración del filtrado obtenido después de separar la sustancia sólida por filtración, separación de hidrocloruro de ácido glutámico aislado después de adición de ácido clorhídrico concentrado o cloruro de hidrógeno gaseoso, y recuperación de ácido glutámico del hidrocloruro.

Sin embargo, en este método no se mencionaba la recuperación de ácido glutámico a partir del líquido que resulta después de la separación del hidrocloruro de ácido glutámico (denominado en las líneas que siguen ML-1), y a partir del líquido madre resultante después de la separación de ácido glutámico de la solución de hidrocloruro de ácido glutámico (denominada en las líneas que siguen ML-2). Según el procedimiento ordinario de recuperación, el líquido madre se concentra nuevamente, o se mezcla con el caldo de la operación siguiente prevista para la recuperación de ácido glutámico en la etapa posterior. Sin embargo, en el primer caso, el ácido glutámico resultante es menos puro y presenta color, debido a las impurezas, por ejemplo, sustancia húmica y cloruro amónico, por lo cual el ácido no es asequible como tal como producto final. En el último caso, las impurezas contenidas en el líquido madre se acumulan gradualmente en el caldo, originando dificultades en el procedimiento y alterando la calidad del ácido glutámico resultante.

Los inventores han descubierto que puede obtenerse ácido glutámico de calidad prácticamente igual a la del obtenido como cristales primarios, disolviendo el hidrocloruro de ácido glutámico, obtenido por concentración de ML-1 y que es de calidad inferior, en ML-2, eliminando sustancia

281103



humínica aislada después de calentar o sin calentar, filtran  
do el cloruro amónico aislado después de evaporar y enfriar  
ajustando el pH del filtrado a 3,2, y enfriando para dar  
lugar al aislamiento de cristales.

5                    Así, pues, un objeto del invento es proporcionar  
un método eficaz para la separación de ácido glutámico de  
los líquidos madre que contienen impurezas, al lado del áci  
do. Otro objeto del invento es proporcionar un método para  
la recuperación de ácido glutámico con mayor pureza y mejor  
10                    calidad por un procedimiento sencillo. Otros objetos y ca-  
racterísticas del invento se deducirán de modo evidente de  
la lectura de la siguiente descripción.

                  De acuerdo con el presente invento, se proporcio-  
na un método para la separación de ácido glutámico a partir  
15                    de caldos de fermentación de ácido glutámico que comprende  
concentrar un caldo de fermentación de ácido glutámico como  
tal, o después de filtrar la masa de células, a una tempera-  
tura relativamente baja inferior a 80°C., calentar el con-  
centrado después de adición de un ácido a una temperatura  
20                    de 130-150°C., concentrar el filtrado después de separar  
por filtración las sustancias sólidas, separar el hidroclo-  
ruro de ácido glutámico aislado después de añadir ácido ---  
clorhídrico concentrado o cloruro de hidrógeno gaseoso al  
concentrado dejando un líquido madre (ML-1), separar el áci  
25                    do glutámico aislado de la solución del hidrocloruro de áci  
do glutámico por adición de una sustancia alcalina dejando  
un líquido madre (ML-2), concentrar el líquido madre (ML-1)  
para separar hidrocioruro de ácido glutámico impuro, disol-  
ver el hidrocioruro de ácido glutámico impuro así obtenido  
30                    en el líquido madre (ML-2), retirar las impurezas, por ejem

281103



5 plo, sustancia huminica y cloruro amónico, aisladas después de calentar y concentrar la solución, y reduperar ácido glutámico de la solución. Dicho de otro modo, un mejoramiento en el método de separación de ácido glutámico a partir de caldos de fermentación de ácido glutámico concentrando el caldo como tal, o después de filtrar la masa de células, a una temperatura relativamente baja, inferior a 80°C., calentar el concentrado después de adición de un ácido a una temperatura de 130-150°C., concentrar el filtrado después de separar las sustancias sólidas por filtración, separar 10 hidrocioruro de ácido glutámico aislado después de adición de ácido clorhídrico concentrado o cloruro de hidrógeno gaseoso al concentrado dejando un líquido madre (ML-1), y separar ácido glutámico aislado de la solución del hidrocioruro de ácido glutámico por adición de una sustancia alcalina dejando un líquido madre (ML-2), cuyo mejoramiento comprende 15 concentrar el líquido madre (ML-1) para separar hidrocioruro de ácido glutámico impuro, disolver el hidrocioruro de ácido glutámico impuro así obtenido en el líquido madre (ML-2), retirar las impurezas, tales como sustancia 20 huminica y cloruro amónico, aisladas después de calentar y concentrar la solución, y recuperar ácido glutámico de la solución.

Dicho en términos concretos, el líquido madre 25 (ML-1) se concentra a 70°C., hasta un volumen de 1/5 con recuperación simultánea del ácido clorhídrico, y se enfría a 30°C, y se separa por filtración el cloruro amónico aislado. Se añade al filtrado ácido clorhídrico concentrado para ajustar la acidez a 6,2 normal. La acidez a que aquí 30 se alude significa una concentración normal del mismo volu

281103



men de solución de sosa caustica necesaria para ajustar el pH de la solución a 2,0. Luego se enfría el filtrado y se separa por centrifugación el hidrocioruro de ácido glutámico aislado. El hidrocioruro de ácido glutámico aislado se disuelve en el líquido madre (ML-2) y se ajusta el pH de la solución a 2,5-3,5 con sosa caustica. Se separa por filtración la sustancia huminica aislada después de calentar la solución a 30°C., durante 5 horas, y se ajusta el pH del filtrado a 5,5 con sosa caustica, y se concentra con recuperación simultánea de cloruro sódico. El concentrado se enfría a 5°C., y se separa por filtración el cloruro amónico aislado. Se añade al filtrado ácido clorhídrico concentrado para ajustar el pH a 3,2 y se mantiene a 5°C., para aislar ácido glutámico, que se centrifuga, se lava con agua, y se seca para obtener ácido glutámico cristalino.

El invento se ilustrará con el Ejemplo que sigue que no tiene caracter limitativo.

#### EJEMPLO

Se concentran 150 litros de un caldo de fermentación de ácido glutámico (que contiene 48 mg/ml. de ácido glutámico y 2 mg/ml. de ácido pirrolidonacarboxílico) a 60°C hasta un volumen de unos 50 litros, se añaden 30 litros de ácido clorhídrico al 20%, y se calienta a 140°C., durante 1 hora. Después de separar por filtración la sustancia sólida, se concentra nuevamente el filtrado hasta 30 litros, y se adiciona con 12 litros de ácido clorhídrico concentrado. El hidrocioruro de ácido glutámico aislado al enfriar a 5°C., se centrifuga dejando 35 litros de líquido madre (ML-1). El hidrocioruro de ácido glutámico se disuelve en

281103



agua, y se agrega a la solución sosa caustica para ajustar el pH a 3,2, y se mantiene a 5°C. El ácido glutámico aislado se centrifuga y se seca, obteniéndose 6300 gramos (pureza de 98%). Quedan 35 litros de líquido madre (ML-2).

5 Los 35 litros del líquido madre (ML-1) (que contienen 15 mg/ml. de ácido glutámico y 40 mg/ml. de cloruro amónico) se concentran a 70°C hasta 7 litros con recuperación simultánea del ácido clorhídrico, y se enfrían a 30°C. El cloruro amónico aislado se separa por filtración y sobre el filtrado se agregan 28 litros de ácido clorhídrico concentrado, y se enfría a 5°C. Se separa el hidrocloreuro de ácido glutámico aislado, que pesa 1660 gramos húmedo (conteniendo 20,8% de ácido glutámico y 15,3% de cloruro amónico). Se disuelve el hidrocloreuro de ácido glutámico en 35  
10 litros del líquido madre (ML-2) (conteniendo 10 mg/ml. de ácido glutámico, 88 mg/ml. de cloruro sódico y 26 mg/ml. de cloruro amónico), y la solución se adiciona con 40 mililitros de solución de sosa caustica para ajustar el pH a 3,0 y se calienta a 30°C durante 5 horas. Se separa por filtración la sustancia húmica aislada, y se añaden sobre el filtrado 250 mililitros de solución de sosa caustica al 40% para ajustar el pH a 5,5, y se concentra hasta unos 5 litros con recuperación simultánea de cloruro sódico. El cloruro amónico separado al enfriar a 5°C, se aísla por filtración, y se añaden sobre el filtrado 400 mililitros de ácido clorhídrico concentrado para ajustar el pH a 3,2, manteniéndose a 5°C., con lo cual se aísla ácido glutámico, que se centrifuga, se lava con agua y se seca dando 540 gramos de ácido glutámico de 95% de pureza. El rendimiento total de  
25 ácido glutámico basado en el caldo de material es 89,2%.

281103



14 No

Esta solicitud, que corresponde a la presentada en el Japon el 28 de Septiembre de 1961, bajo el Número - 34657/61, se acoge a los beneficios del artículo 51 del - vigente Estatuto-Ley sobre Propiedad Industrial.

5

N O T A

Los puntos de Invención propia y nueva que se pre-  
sentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de  
Invención en España por VEINTE años, son los siguientes:

10

1º. - Un método de separación de ácido glutámi  
co desde caldos de fermentación para la obtención de ácido  
glutámico, que comprende concentrar un caldo de fermenta-  
ción de ácido glutámico a una temperatura relativamente me  
nor, inferior a 80°C., calentar el concentrado después de  
la adición de un ácido a una temperatura de 130 a 150° C.,  
concentrar el filtrado después de filtrar la sustancia só-  
lida, separar clorhidrato de ácido glutámico aislado des-  
pués de la adición de cloruro de hidrógeno al concentrado  
para dejar unas aguas madres primeras, separar ácido glutá  
mico aislado de la solución del clorhidrato de ácido glutá  
mico por adición de un material alcalino para dejar unas -  
aguas madres segundas, concentrar las aguas madres prime-  
ras para separar clorhidrato de ácido glutámico impuro, di  
solver el clorhidrato de ácido glutámico impuro así obteni  
do en las aguas madres segundas, retirar las impurezas ais-  
ladas después de calentar, o sin calentar y de concentrar  
la solución y recuperar ácido glutámico desde la solución.

15

20

25

2º. - Un método para la separación de ácido glu  
támico desde caldos de fermentación para la obtención de --

30

281103



ácido glutámico por concentración del caldo a una temperatura relativamente baja inferior a 80° C., calentamiento del concentrado después de la adición de un ácido a una temperatura de 130 a 150° C., concentración del filtrado después de separar por filtración las sustancias sólidas, separación del clorhidrato de ácido glutámico aislado después de la adición de cloruro de hidrógeno al concentrado para dejar unas aguas madres primeras y separación de ácido glutámico aislado de la solución del clorhidrato de ácido glutámico por adición de un material alcalino, para dejar unas aguas madres segundas, caracterizado por la mejora que comprende concentrar las aguas madres primeras para separar clorhidrato de ácido glutámico impuro pasandolo a las aguas madres segundas, retirar las impurezas aisladas después de calentar, o sin calentar, y concentrar la solución, y recuperar ácido glutámico desde la solución.

3º. - Un método de separación de ácido glutámico desde caldos de fermentación para la obtención de ácido glutámico.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, y con los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de ocho hojas escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, 14 NOV. 1962

P.A.

Alfonso de Elizalde  
Por Fecm.