

318064



P - 30.357

1739 S/PCT

11 NOV 1965

318064

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 2 de Octubre de 1.965, con el núm. 318.064

en

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de STAMICARBON, N.V., entidad holandesa, establecida en van der Maesenstraat 2, Heerlen, Holanda, por:

"UN PROCEDIMIENTO PARA LA SEPARACION DE METIONINA O DE UNA SAL DE LA MISMA, DE UNA SOLUCION ACUOSA"

=====

Este invento se refiere a un procedimiento para la recuperación de metionina o una sal de la misma, a partir de una solución acuosa, que contiene metionina o una sal de la misma y sulfato amónico.

5 En una serie de procedimientos para la preparación de la metionina, las condiciones de formación de la metionina son tales, que se obtiene una solución acuosa que contiene metionina o una sal de la misma, junto con sulfato amónico. Los métodos usuales de separar la metionina como

10 sal de metionina a partir de tal solución, por ejemplo, por

312064

11 NOV 1960

cristalización de la metionina, da por resultado, sin embargo, el que se quede algo de metionina o sal de metionina en las aguas madres, y ésta puede recuperarse de las mismas, solo con dificultad.

5 Se ha propuesto precipitar el sulfato amónico a partir de una solución que contiene un aminoácido y el sulfato amónico por adición de amoníaco, y después de ésto, separarlo por filtración, después de lo cual, el aminoácido puede recuperarse del filtrado. Con este método, el rendimiento se afecta de forma adversa por el hecho de que el sulfato amónico precipitado contiene también algo de aminoácido.

15 Según otro método conocido, una solución que contiene metionina y sulfato amónico, se evapora a sequedad a presión reducida, y el residuo sólido, se somete a extracción repetida con amoniaco líquido. La metionina se disuelve en el amoniaco líquido y se obtiene en estado puro, después de la evaporación del amoniaco. Este método es muy laborioso y consume mucha energía.

20 El invento crea un procedimiento para recuperar metionina o una sal de la misma, a partir de soluciones acuosas que contienen metionina o una sal de la misma y sulfato amónico, el cual no lleva consigo las dificultades unidas a los métodos conocidos antes mencionados. Este procedimiento, se caracteriza porque la solución se somete a una extracción líquido-líquido con etanol, y la metionina o su sal, se recupera de la fracción que resulta rica en etanol.

25 Al contrario de lo que habría de esperarse, teniendo en cuenta las solubilidades conocidas de la metionina,

30



este procedimiento de una racción rica en etanol, en la cual la relación entre la metionina y el sulfato amónico es considerablemente más elevada que en la solución de partida, mientras que la fracción rica en sulfato amónico apenas contiene metionina.

5

La extracción según el invento, puede efectuarse sólo en la fase líquida. La separación en dos fases líquidas, depende de la concentración de sulfato amónico de la solución acuosa a extraer. Para concentraciones muy bajas de sulfato amónico, no habrá separación en dos fases líquidas, y en tales circunstancias la solución acuosa debe concentrarse primero.

10

Generalmente, la temperatura debe ser, por lo menos, de 8°C. para permitir la formación de dos fases líquidas. A temperaturas superiores a 30°C., el coeficiente de separación es muy favorable, y existe la ventaja además, de que la fase separada rica en etanol, contendrá menos sulfato amónico, mientras que la fase separada rica en sulfato amónico contendrá menos etanol que cuando la separación se lleva a cabo a temperaturas más bajas.

15

20

El procedimiento, según el invento, hace posible recuperar metionina o una sal de la misma, aun de soluciones en las cuales se encuentra en cantidades muy pequeñas, en comparación con la cantidad de sulfato amónico. Un ejemplo de tales soluciones diluídas de metionina, son las aguas madres que quedan después de cristalizar la metionina a partir de una solución de sulfato amónico, que contiene metionina.

25

El procedimiento, según el invento, puede ser llevado a cabo de forma conveniente, como un procedimiento

30

318064



continuo, que usa las técnicas bien conocidas de la extracción continua con disolvente.

Se describen a continuación, en los siguientes ejemplos, realizaciones del invento.

5

EJEMPLO 1

En la preparación de metionina, la metionina, se recuperó por cristalización, en forma continua, a partir de una solución acuosa que contiene metionina y sulfato amónico, en una zona de recristalización. Las aguas madres remanentes, que contenían 35% en peso de sulfato amónico y 0,8% en peso de metionina, se sometieron a una extracción continua en contracorriente, en una torre de extracción con etanol acuoso al 65% en peso, a una temperatura de 70°C.

10

15

20

La extracción se llevó a cabo con 960 gr. de etanol por kg. de aguas madres y se obtuvieron 1.285 gramos de una fracción rica en etanol y 675 gramos de una fracción rica en sulfato amónico (las cantidades mencionadas posteriormente, se expresan también por kg. de aguas madres).

25

Se recuperaron a continuación 930 y 30 gramos de etanol acuoso al 65% en peso, de la fracción rica en etanol y de la fracción rica en sulfato amónico, respectivamente y se reciclaron a la torre de extracción. La fracción rica en sulfato amónico, dió 645 gramos de una solución al 45% en peso de sulfato amónico, dando la fracción rica en etanol 355 gramos de una solución acuosa que contiene 2,2% en peso de metionina y 15% en peso de sulfato amónico.

30

A partir de esta solución que contiene metionina,



se recuperó la metionina retornando la solución a la zona de cristalización de la metionina.

5

EJEMPLO 2

Una solución acuosa que contiene 43% en peso de sulfato amónico y 0,5% en peso de metionina, se extrajo en contracorriente de forma continua, en una torre de extracción con etanol acuoso al 71% en peso, a 70°C, (las cantidades mencionadas posteriormente, se expresan por kg. de la solución a extraer).

10

Usando 860 gramos de etanol, se obtuvieron 955 gramos de una fracción rica en sulfato amónico y 905 gramos de una fracción rica en etanol. A continuación, se recuperaron 40 y 820 gramos de etanol acuoso al 71% en peso, a partir de la fracción rica en sulfato amónico y a partir de la fracción rica en etanol, respectivamente y se devolvieron a la torre de extracción. A partir de la fracción rica en sulfato amónico, se obtuvieron 915 gramos de una solución de sulfato amónico, que contenía 420 gramos de sulfato amónico, y de la fracción rica en etanol se obtuvieron 85 gramos de una solución acuosa que contenía 5 gramos de metionina y sólo 7,5 gramos de sulfato amónico. Esta solución que contiene metionina, se enfrió a continuación a 0°C., como resultado de lo cual se separa la metionina cristalizada. Se separaron por filtración 4 gramos de metionina.

15

20

25

30

Las aguas madres remanentes, que aun contenían algo de metionina, se reciclaron a una zona de preparación de metionina en un punto apropiado.

312064



EJEMPLO 3

5 Una solución acuosa que contiene 40% en peso de sulfato amónico y 0,8% en peso de sulfato de metionina, se sometió a una extracción continua en contracorriente con etanol acuoso de 68% en peso a una temperatura de 70°C. (Las cantidades se expresan en lo que sigue por kg. de la solución a extraer en la torre.)

10 Utilizando 910 gr. de etanol, se obtuvieron 986 gr. de una fracción rica en sulfato amónico y 924 gr. de una fracción rica en etanol. A partir de la fracción rica en sulfato amónico, se recuperaron 65 gr. de etanol acuoso de 68% en peso, y de la fracción rica en etanol se recuperaron 845 gr. de etanol acuoso de 68% en peso, que se devolvieron a la extracción. A partir de la fracción rica en sulfato amónico, se obtuvieron 921 gr. de una solución de sulfato amónico que contenía 385 gr. de sulfato amónico y a partir de la fracción rica en etanol, se obtuvieron 79 gr. de una solución acuosa que contenía 7-8 gr. de sulfato de metionina y 15 gr. de sulfato amónico.

15 20 Esta solución, se recicló al proceso de preparación de metionina en un punto apropiado.

25 Esta solicitud que corresponde a la presentada en Holanda el 2 de Octubre de 1.964, bajo el número 6411467, se acoge a los beneficios del Artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.



343064

5

N O T A

Los puntos de invención propia y nueva que se
presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente
de Invención en España, por VEINTE años, son los siguien-
tes:

1.- Un procedimiento para la separación de metio-
nina o de una sal de la misma, de una solución acuosa que
contiene metionina o una sal de la misma, y sulfato amóni-
co, en el cual se somete dicha solución a extracción de lí-
quido con líquido, con etanol, para dar una capa rica en
etanol y una capa rica en sulfato amónico, separándose metio-
nina o la sal, de dicha capa rica en etanol.

2.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindi-
cación 1 en el cual la extracción se realiza a una tempera-
tura por encima de los 30°C.

3.- Un procedimiento de acuerdo con las reivindi-
caciones 1 ó 2, en el cual el procedimiento es un procedi-
miento continuo.

4.- Un procedimiento para la separación de metio-
nina o de una sal de la misma, de una solución acuosa.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que ante-
cede y para los fines que se han especificado.

318064



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

Madrid, 11 de 1961

P.A.

Alberto de Ezaburu
Por Poder

MES=.

Mia