

324330

P. 31.620



Case No. P 1269 D.  
Takeda's Case 59.186

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 17 de Marzo de 1966, con el n° 324.330

en

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de TAKEDA CHEMICAL INDUSTRIES, LTD, entidad japonesa, establecida en 27, Doshomachi 2-chome, Higashi-ku, Osaka, Japon, por:

"UN METODO PARA PREPARAR UNA MASA CRISTALINA QUE MEJORA EL SABOR"

=====

Esta invención se refiere a un método para la producción de una sustancia mejorada del sabor. Más particularmente, esta invención se refiere a un método para la producción de una masa cristalina que mejora el sabor, que consta sustancialmente de desde 2 a 10% en peso con relación a la sustancia anhidra de la sal disódica de 5'-nucleótico aromatizante y glutamato monosódico, y a la masa cristalina mejoradora del sabor preparada por dicho método.

5

10

**POOR  
QUALITY**

324330



Las abreviaturas "GAS", "GMP", "IMP", "GMP-Na<sub>2</sub>", "5'-nucleótico" y "MSG" que aparece a lo largo de toda la Memoria descriptiva y las reivindicaciones, representan respectivamente "ácido glutámico", "ácido 5'-guanilico", "ácido 5'-inosínico", "5'-guanilato disódico", "5'-inosinato disódico", "IMP ó GMP, ó ambos" y "glutamato monósodico".

Se ha sabido hasta ahora que, cuando se emplea un 5'-nucleótido juntamente con GA, se puede obtener un efecto superior de mejora del sabor, debido a la acción sinérgica entre el GA y el 5'-nucleótido, en comparación con aquellos casos en que el GA o el 5'-nucleótido se usan independientemente. En la actualidad, se utiliza ampliamente la mezcla de MSG y sal disódica de 5'-nucleótido como un tipo preferible de condimento.

Estos condimentos se han preparado por procedimientos tales como el siguiente:

(1) Un disolvente orgánico hidrofílico que disuelve la sal disódica del 5'-nucleótido se rocía sobre la superficie de cristales de MSG, y después se secan los cristales de MSG así recubiertos;

(2) los cristales de MSG se someten a un recubrimiento de película con la sal disódica del 5'-nucleótido en un lecho fluidizado; y

(3) Se prepara un condimento del tipo granulado/a partir de la mezcla amasada de MSG y la sal disódica del 5'-nucleótido.

En estos procedimientos, no siempre se mezclan homogéneamente el MSG y la sal disódica del 5'-nucleótido, y los productos resultantes no son de aspecto fino, y son capaces de ser desintegrados por un choque mecánico.

324330



Además, en los procedimientos conocidos, se requiere que el MSG y la sal disódica de 5'-nucleótido sean purificados antes de su empleo como materiales de partida, y en la mayoría de los casos se requiere que el MSG esté en forma de cristales. Era, por lo tanto, un deseo largo tiempo acariciado entre los fabricantes al encontrar y establecer un método para producir partículas finas y duras que consten de MSG y 5'-nucleótido en una relación deseada.

En estas circunstancias, fué comprobado por los presentes inventores que el MSG y la sal disódica de un 5'-nucleótido aromático (es decir, IMP-Na<sub>2</sub> y/o CMP-Na<sub>2</sub>) pueden incorporarse juntamente para formar una masa cristalina homogénea, a pesar de la falta de similaridad en sus estructuras moleculares. Un posterior estudio por los inventores reveló que el MSG y las sales disódicas del 5'-nucleótido pueden existir en un estado sobresaturado metaestable, aún en una mezcla de agua y un disolvente orgánico hidrofílico sin precipitación rápida, que el estado sobresaturado metaestable se mantiene en un intervalo más amplio que en agua sólo y es tan estable como en agua corriente, que el estado sobresaturado metaestable puede obtenerse y mantenerse preparando una disolución acuosa caliente de MSG y sal alcalina de 5'-nucleótido a una temperatura mayor de 40° C, añadiendo gradualmente de 10 a 75% en volumen de un disolvente orgánico hidrofílico a la disolución caliente bajo agitación suave, y disminuyendo gradualmente la temperatura de la mezcla acuosa a una velocidad de aproximadamente 1 a 3° C por hora, y que las nuevas masas cristalinas homogéneas se preparan con un

POOR  
QUALITY

324330



buen rendimiento a causa de la existencia del estado metaestable.

5 Se confirmó también que la masa cristalina consta homogéneamente de la sal disódica de 5'-nucleótido y MSG en una relación determinada, de modo que la masa resultante puede contener de 2 a 10% en peso con relación a la sustancia anhidra, de sal disódica del 5'-nucleótido.

10 Ha de indicarse que dichos descubrimientos a la presente invención están más allá del conocimiento común de los técnicos en este campo en vista de los hechos siguientes.

15 La tabla siguiente muestra las solubilidades aproximadas (las solubilidades aproximadas están representadas como gramos disueltos en 100 g. de disolución) de una mezcla de MSG y sal disódica de 5'-nucleótido en relación 100:5 para un disolvente mixto de agua y disolvente orgánico hidrófilico.

20



Tabla 1.

5	Concentración de metanol (% en volumen) (2)	25%	50%	75%
	25° C	29%	9%	1%
10	50° C	35%	13%	2%
	75° C	43%	23% (70° C)	3% (69° C)

15 (2) A lo largo de la Memoria, la concentración de disolvente orgánico hidrofílico se representa como la relación de volumen de disolvente orgánico hidrofílico con respecto al volumen de disolvente orgánico hidrofílico más volumen de agua libre.

20 Como se muestra en la Tabla 1, es de sentido común considerar que cuando se añade un disolvente orgánico hidrofílico, por ejemplo, metanol, a una solución acuosa de MSG y sal alcalina de 5'-nucleótido que tiene por ejemplo una concentración de más del 60% en peso, la precipitación tiene rápidamente, aún cuando la disolución se  
25 ajuste a cualquier temperatura, con lo que el MSG y el 5'-nucleótido precipitan separadamente.

Un objeto de esta invención es, por lo tanto, pro-

324330



porcionar un método para preparar una nueva masa cristalina que mejora el sabor, que consta sustancialmente de sal alcalina de 5'-nucleótido y MSG. Otro objeto es proporcionar una nueva masa cristalina que consta sustancialmente de desde 2 a 10% en peso, con relación a la sustancia anhidra, de sal disódica de 5'-nucleótido y MSG, y que tiene aspecto fino y la resistencia mecánica y tamaño deseables para su empleo como condimento.

En esta invención el 5'-nucleótido se incorpora en forma de su sal disódica sustancialmente para dar la masa cristalina, aún cuando se emplee otra sal alcalina de 5'-nucleótido como material de partida, por ue el MSG se emplea en mucha mayor proporción que la sal alcalina del 5'-nucleótido.

El método de esta invención se lleva a cabo preparando una disolución acuosa caliente de la sal alcalina de 5'-nucleótido y MSG, añadiéndola gradualmente un disolvente orgánico hidrofílico bajo agitación suave, y disminuyendo gradualmente la temperatura de la mezcla acuosa.

Como sal alcalina del 5'-nucleótido, se emplea una sal alcalina soluble en agua de 5'-nucleótido, tal como la sal de sodio de IMP, la sal de potasio del IMP, la sal de amonio de IMP, la sal de magnesio de IMP, la sal de sodio de GMP, la sal de potasio de GMP, la sal de amonio de GMP, mezclas de las mismas, etc.

De modo similar, puede emplearse con éxito de esta invención un 5'-nucleótido contaminado con nucleótidos insípidos de tipo pirimidina, tales como el ácido citidílico, ácido uridílico, ácido timidílico, etc. Esto es, aún cuando se emplee como material de partida una mezcla de

324330



nucleótido de tipo de pirimidina y 5'-nucleótido, la masa cristalina de esta invención no se contamina sustancialmente con nucleótido de tipo pirimidina. Por lo tanto, en el método de esta invención puede emplearse, si es necesario, un hidrolizado de ácido nucleico para que contenga 5'-nucleótido y nucleótido de tipo pirimidina en aproximadamente la misma proporción. Cuando el hidrolizado de ácido nucleico se emplea tal y como está, el rendimiento de la masa cristalina de esta invención puede elevarse ocasionalmente, debido al efecto de salificación de una ocasional existencia de material inorgánico por ejemplo, cloruro de sodio. Desde luego, la masa cristalina de esta invención no se contamina con el material inorgánico.

En el método de esta invención, la concentración inicial de la disolución acuosa caliente ha de ajustarse a 64 a 20 % en peso, con lo que la relación en peso de la sal alcalina de 5'-nucleótido al MSG es de 2 a 12:100, y más preferiblemente de 62 a 40% en peso. La temperatura inicial a la que se efectúa la adición de disolvente orgánico hidrofílico se ajusta a más de 40° C. Generalmente puede ser preferible añadir un disolvente orgánico hidrofílico a la disolución acuosa caliente después de que la disolución acuosa caliente se ha hecho sobresaturada. El grado de sobresaturación de la disolución se eleva a un disolvente orgánico hidrofílico. La adición de disolvente orgánico hidrofílico a la disolución acuosa caliente ha de realizarse gota a gota y bajo agitación suave, de forma que se evita un cambio parcial rápido de las condiciones de reacción, incluyendo la temperatura, la concentra-

324330



ción de disolvente orgánico hidrofílico, etc.

Como disolvente orgánico hidrofílico pueden estar, por ejemplo, metanol, etanol, acetona, glicol de etileno, dioxano, dimetilformamida, dimetilsulfóxido y una  
5 mezcla de los mismos. La concentración óptima del disolvente orgánico hidrofílico está en el intervalo de 10 a 75 % en volumen, y especialmente 30 a 50 % en volumen.

La disminución de la temperatura de la mezcla acuosa así preparada, con lo que se rompe el estado sobresaturado metaestable, hace que se forme y desarrolle la  
10 masa cristalina de esta invención. La disminución de la temperatura de la mezcla acuosa ha de ajustarse a una velocidad de aproximadamente 1 a 3° C por hora. La disminución de la temperatura de la mezcla acuosa puede comen-  
15 zarse durante la adición de disolvente orgánico hidrofílico o después de ella, en tanto que se mantiene el estado sobresaturado metaestable y la temperatura de la mezcla acuosa sobrepasa los 40 °C, y más deseablemente sobrepasa los 60° C, cuando se acaba la adición de disol-  
20 vente orgánico hidrofílico puede realizarse, si se desea, bajo presión.

En el método de esta invención, la selección del óptimo gradiente de temperatura, y la suave e incesante  
25 agitación de la mezcla acuosa que consta de MSG, sal alcalina de 5'-nucleótico, agua y disolvente orgánico hidrofílico, son factores especialmente importantes para el desarrollo de la masa cristalina.

Así, por medio del método antes mencionado, la masa cristalina de esta invención se prepara con un buen rendimiento. La Tabla 2 muestra el rendimiento de la masa  
30

324330

26 NOV



5 cristalina de esta invención, obtenida preparando una disolución acuosa sobresaturada caliente de sal alcalina de 5'-nucleótido y MSG siendo la concentración el 62% en peso, con lo que la relación en peso de sal alcalina de 5'-nucleótido con respecto al MSG es 5:100, y siendo la temperatura mayor de 75° C, añadiendo metanol gota a gota a la disolución acuosa caliente bajo agitación suave, y disminuyendo gradualmente la temperatura de la mezcla acuosa.

10

Tabla 2

15

20

Concentración de metanol (% en volumen)	25%	50%	75%
Temperatura			
25° C	71,3%	89,0%	97,8%
50° C	60,5%	82,5%	96,0%
75° C	45,5%	73,1% (70° C)	93,5% (69° C)

25

Además, si se desea, la mezcla acuosa puede mantenerse bajo presión a lo largo de todo el proceso de precipitación, y/o disminuirse la temperatura a menos de la temperatura ambiente, con el fin de elevar el rendimiento de la masa cristalina de esta invención.

30

Quando la concentración de MSG y/o sal alcalina de 5'-nucleótido en la solución acuosa caliente es demasia-

324330



do para el producto con alto rendimiento, puede ser posi-  
ble mejorar el rendimiento añadiendo bajo presión un di-  
solvente orgánico hidrofílico que tenga inferior punto  
de ebullición, por ejemplo, metanol, a la temperatura de  
5 más de aproximadamente 70° C.

Por el método antes mencionado, se produce la nue-  
va masa cristalina que mejora el sabor, que consta sus-  
tancialmente de sal disódica de 5'-nucleótido aromatizan-  
te y MSG, ambos en forma hidratada, y que contiene de 2  
10 a 10% en peso, con relación sustancial anhidra, del 5'-  
nucleótido aromatizante.

(La fig. 1 muestra un croquis preparado con ayuda  
del microscopio de la nueva masa cristalina de esta inven-  
ción.)

15 La masa cristalina de esta invención es de forma de  
varilla, vítrea dura, seca y de muy buen aspecto (como se  
muestra en la fig. 1).

La homogeneidad de la masa cristalina de esta inven-  
ción se demuestra por los siguientes resultados:

20 (1) Cuando un fragmento de la masa cristalina de es-  
ta invención se somete a cromatografía sobre papel y se  
examina su aspecto de absorción, este muestra la absorción  
en la longitud de onda de 253'6 milimicras, que des mues-  
tra la presencia de 5'-nucleótido en un fragmento de la  
25 masa cristalina. Además, la reacción de coloración con la  
reacción de anhídrida da la mancha correspondiente a la  
del MSG.

(2) Se observa, bajo un microscopio polarizador, que  
la sal alcalina de 5'-nucleótido se distribuye homogénea-  
30 mente en la red cristalina de MSG.

324330



(3) Cualquier fragmento de la masa cristalina de esta invención se disuelve sin formar precipitados perceptibles ni aún bajo el microscopio, cuando se trata de una disolución acuosa de sal de aluminio o de calcio que se ajusta a un pH de aproximadamente 6.

5

Mientras que la sal de aluminio o calcio de GA es soluble en agua, la sal de aluminio o calcio de 5'-nucleótido es difícilmente soluble en agua, de tal modo que forma precipitados blancos. Por esta razón en las composiciones 10  
sazonadoras conocidas en las que el MSG cristalino está revestido con la sal alcalina de 5'-nucleótido, la sal interna de aluminio o calcio del GA se disuelve, mientras que la sal externa de aluminio o calcio del 5'-nucleótido permanece tal y como precipita, cuando se trata con una solución acuosa de sal de aluminio o calcio de pH 6. 15  
Por el contrario, la masa cristalina de esta invención se disuelve en una solución acuosa de aluminio o calcio ajustada a pH 6 de la misma forma que en MSG. Este hecho significa que el 5'-nucleótido está distribuido homogenea- 20  
mente en la masa cristalina de esta invención en forma de partículas muy finas de estado sustancialmente molecular.

15

20

Debido a la fina estructura cristalina y homogénes, la masa cristalina de esta invención se disuelve en agua 25  
más rápidamente que las composicionesazonadoras conocidas, tales como una mezcla de MSG y 5'-nucleótido o MSG recubierto de sal alcalina de 5'-nucleótido, lo que sirve para una percepción más fuerte del sabor aromático de la masa cristalina de esta invención. La Tabla 3 muestra el resultado de comparar el tiempo requerido pa- 30

25

30

324330 26



ra la disolución, entre la masa cristalina de esta invención y una composición sazonzadora conocida que tiene el mismo tamaño, respectivamente.

5

Tabla 3

	Ensayo 1	Ensayo 2	Ensayo 3
Muestra A	12 minutos	3,5 minutos	8 minutos
Muestra B	5 minutos	1,6 minutos	1,5 minutos
Muestra C	11 minutos	2,5 minutos	5 minutos

10

15

Muestra A : Una mezcla de sal alcalina cristalina de 5'-nucleótido y MSG

Muestra B : La masa cristalina de esta invención

Muestra C : MSG recubierto con sal alcalina de 5'-nucleótido

20

El ensayo 1 muestra el tiempo requerido para la disolución de 0'1 g. de la muestra en 10 ml. de agua, sin agitación.

El ensayo 2 muestra el tiempo requerido para la disolución de 0'1 g. de la muestra en 10 ml. de agua, con agitación cada 30 segundos.

25

.La masa cristalina de esta invención tiene un tamaño de malla que varía entre 20 y 200, que es adecuado para su empleo como condimento. Caso de emplear la masa cristalina de esta invención, su tamaño de malla está deseablemente sobre 35, y más preferiblemente 65 a 150. Co-

30

324330



mo los cristales tienen usualmente forma de varilla, el producto es todavía perceptible a simple vista como cristales, aún en el caso de que tenga un tamaño de malla entre 150 y 200.

- 5           Lo siguiente muestra los méritos de esta invención.
- (1) El producto es obtenible con alto rendimiento;
  - (2) El procedimiento para preparar el producto final es simple;
  - (3) Las aguas madres pueden emplearse repetidamente;
  - 10           (4) El producto es de forma de varilla, vítreo, duro seco y de muy buen aspecto;
  - (5) El contenido en sal disódica de 5'-nucleótido del producto es sustancialmente de 2 a 10 % en peso, que es el más adecuado como condimento sazonador;
  - 15           (6) Tiende a mantenerse el equilibrio entre la proporción de sal alcalina de IMP y GMP; y
  - (7) El producto tiene un tamaño de malla que varía entre 20 y 200.
  - 20

Todas estas características favorables son atribuibles al empleo de disolvente orgánico hidrofílico. Para decirlo más concretamente, el grado de sobresaturación de la disolución sobresaturada metaestable de esta invención es mayor que el de la disolución sobresaturada en agua sola, y el estado sobresaturado metaestable de esta invención se mantiene en un amplio intervalo tanto como en agua sola. Como resultado, la cristalización, en el método de esta invención se verifica suavemente para producir la masa cristalina que pretende con un buen rendi-

25

30

324330

26



5 miento, es decir, 80 a 90% en general. Por el contrario, cuando la cristalización se realiza a partir de la disolución en agua sólo, el rendimiento es solamente de 50 a 55% como máximo. Por consiguiente, disminuye el costo del equipo, usualmente hasta 2/3, se simplifican también los procedimientos para la recuperación de los materiales de partida y el tratamiento de las aguas madres, y la pérdida de sal alcalina de 5'-nucleótido durante el proceso es pequeña, comparada con el caso en el que se emplea la disolución en agua sólo.

10 Además, la presencia de una sustancia contaminante, tal como un agente colorante, no causa ningún efecto adverso en la obtención del producto de alta calidad por el método de esta invención. Además, las aguas madres recuperadas son utilizables repetidamente tal y como están, de modo que la pérdida de sal alcalina de 5'-nucleótido, que es cara, es pequeña.

15 Además, en esta invención, a medida que avanza la cristalización la concentración de aguas madres se hace menor, haciendo más lenta la velocidad de cristalización en comparación con la cristalización a partir de agua sólo, de modo que la superficie del producto se hace vítrea dura y densa. Además, la elevación de la fluidez de las aguas madres facilita la recogida de la masa cristalina de esta invención, de modo que es obtenible el producto con buen aspecto.

25 Los siguientes ejemplos se dan con el fin de ilustrar realizaciones de esta invención, entendiéndose que las modificaciones y variaciones en los ejemplos descritos, están incluidas en el objeto de la invención. A lo



largo de la Memoria, las abreviaturas "g", "ml", "mú.",  
"l" y "kg" significan, respectivamente, "gramos", "mili-  
litros", "milinicas", "litros" y "kilogramos", y el ta-  
maño de malla se mide por las Normas Industriales Japo-  
5 nesas. El MSG contiene usualmente un mol de agua de cris-  
talización por molécula, y la sal alcalina de 5'-nucleó-  
tido, usualmente siete moles de agua de cristalización  
por molécula.

En la Memoria y las especificaciones, por convenien-  
10 cia para el cálculo, la proporción de MSG se expresa co-  
mo conteniendo un mol por molécula de agua de cristali-  
zación, mientras que la proporción de sal alcalina de 5'-  
nucleótido se muestra con relación a la sustancia anhidra  
o sea, sin contener agua de cristalización.

#### 15 Ejemplo 1

Una disolución que contiene 300 g. de MSG, 12'35  
g. de sal disódica de IMP, y 11'8 g de sal disódica de  
GMP en 300 g. de agua, se concentra hasta 520 g. y se  
20 enfría gradualmente bajo agitación suave. Cuando la si-  
solución llega a 63° C, se añaden gota a gota a la diso-  
lución 135 ml. de metanol bajo agitación suave, mientras  
se mantiene constante la temperatura. Después, se enfría  
gradualmente la disolución, con agitación, hasta 25° C  
25 en 20 horas, con lo que se obtienen 255 g. de masa cris-  
talina. La masa contiene homogéneamente 3'06 % en peso de  
sal disódica de IMP, y 2'09 % en peso de sal disódica de  
GMP. El rendimiento es de 78'6% en peso. De la masa cris-  
talina, el 85 % en peso tiene un tamaño de malla de 35 a  
30 200.

324330



Ejemplo 2

5 A una disolución acuosa que contiene 120 kg de MSG se añade 5'-nucleótido crudo que contiene 4'12 kg de sal sódica de IMP y 3'84 kg de sal disódica de GMP. La disolución se concentra hasta 205 kg, y se enfría gradualmente con agitación suave. Cuando la temperatura de la disolución llega a 65 °C, se añaden gota a gota 50 l de metanol bajo suave agitación. La mezcla se enfría gradualmente con agitación suave hasta 25° C, con lo que se obtienen 110 kg de una bella masa cristalina. La masa contiene de modo homogéneo de GMP. El rendimiento es del 36 % en peso y el tiempo requerido para la cristalización es de 15 horas. De la masa cristalina, el 85% en peso tiene un tamaño de malla 35 a 200.

Ejemplo 3

20 Una mezcla de 202 g de MSG crudo con 5'-nucleótido crudo que contiene 7'8 g. de sal disódica de IMP, y 7'4 g de sal disódica de GMP, se disuelve en agua. La disolución se concentra hasta 400 g y se enfría hasta 60° C. Después de la adición de 45 ml. de metanol gota a gota bajo agitación suave, la disolución se enfría de nuevo gradualmente bajo agitación suave hasta 25 °C, con lo que se obtienen 115 g de la masa cristalina. La masa contiene homogéneamente 5'40 % en peso de sal disódica de IMP, y 3'58 % en peso de sal disódica de GMP. El rendimiento es del 53 % en peso y al tiempo requerido para la cristalización es de 18 horas. De la masa cristalina, el 80 % en peso tiene un tamaño de malla 35 a 200.

324330

26



Ejemplo 4

5 Se disuelven 14 g de sal disódica de IMP en una dis-  
solución acuosa de 186 g. de MSG. La disolución se concen-  
tra hasta 350 g y se enfría hasta 65° C. Después de la  
adición de 120 ml. de metanol gota a gota bajo agitación  
la disolución se enfría gradualmente bajo agitación sua-  
ve hasta 25 °C, con lo que se obtienen 164 g de la masa  
cristalina. La masa contiene homogéneamente 6'23% en pe-  
so de sal disódica de IMP. El rendimiento es el 82% en  
10 peso, y el tiempo requerido para la cristalización es de  
16 horas. De la masa cristalina, el 80% en peso tiene un  
tamaño de malla 35 a 200.

Ejemplo 5

15 Se disuelven 10'6 g. de sal diámonica de GMP en una  
dislocuón se concentra hasta 323 g, y se enfría gradual-  
mente hasta 65 °C bajo agitación. Después se añaden gota  
a gota 50 ml. de metanol bajo agitación suave, y la diso-  
lución se enfría gradualmente hasta 25° C, con lo que se  
20 obtienen 146 g de masa cristalina. El contenido de sal  
disódica de GMP en la masa es 3'73 % en peso. El rendi-  
miento es 72'6% en peso, y el tiempo requerido para la  
cristalización es de 15 horas.

25 Ejemplo 6

Una mezcla de 109'5 g de MSG y 8'4 g de sal de mag-  
nesio de IMP se disuelve en agua. La disolución acuosa  
se concentra hasta que el volumen total pese 195 g. se  
ajusta después la disolución a 65° C, y después se añe-  
30

324330

25 NOV 1950



den a la misma gota a gota 40 ml de etanol bajo agita-  
ción suave. Aunque en principio se separa del agua par-  
te del etanol, la mezcla se hace homogénea a medida que  
progresla cristalización. La disolución se enfria ba-  
jo agitación suave, y cuando la disolución llega a 25°C,  
se recoge la masa cristalina. El rendimiento es de 85 g.  
(72 % en peso). El contenido de sal disódica de IMP en  
la masa es de 3.5% en peso. El tiempo requerido para la  
cristalización es de 14 horas.

#### Ejemplo 7

420 g de una disolución acuosa que contiene 232.5  
g. MSG, 12.5 g. de sal disódica de IMP, 2.5 g. de sal  
disódica del ácido 5'-uridílico y 2.5 g. de sal disódica  
del ácido 5'-citidílico, se ajustan a 75°C, y des-  
pués se añaden poco a poco 170 ml. de dioxano. La diso-  
lución se enfria gradualmente bajo agitación. Cuando la  
disolución se enfria hasta 25°C, se recoge la masa cris-  
talina. La producción es de 183 g (73 % en peso). El con-  
tenido de sal disódica de IMP en la masa es 4.5 % en pe-  
so. El ácido 5'-uridílico o el ácido 5'-citidílico o sus  
sales alcalinas, no son detectables en el producto. El  
tiempo requerido para la cristalización es de 15 horas.

Se disuelve 5'-nucleótido crudo que contiene 11.2  
g. de sal disódica de IMP, 10.8 g. de sal disódica de  
GMP, 5.5 g. de sal disódica de ácido 5'-uridílico y 5.5  
g. de ácido 5'-citidílico, en una disolución acuosa que  
contiene 250 g. de MSG, y después se concentra toda la  
mezcla hasta hacer un peso total de 464 g. Cuando la di-  
solución llega a 60°C, se añaden gota a gota 80 ml. de

324330

26



metanol bajo agitación suave. La disolución se enfría suave. Cuando la disolución se enfría a 25° C, se recoge una masa cristalina. La producción es de 185 g. (65'5 % en peso). El tiempo requerido para la cristalización es de 14 horas. La masa contiene 2'4% en peso de sal disódica de IMP, y 1'80 % de sal disódica de GMP. Ni el 5'-urilidato ni el 5'-citidilato son detectables en el producto. De la masa cristalina, el 89 % en peso tiene un tamaño de malla de 35 a 200.

#### Ejemplo 9

Una mezcla de 114 g. de MSG y 6 g. de 5'-nucleótido cristalino que contiene 2'53 g. de sal disódica de IMP y 2'17 g. de sal disódica de GMP, se disuelve en 200 ml. de agua, y después se conecta toda la mezcla hasta que su peso sea de 200 g. A la disolución se añaden gota a gota 20 ml. de dimetilsulfoxido bajo agitación suave a 65° C, y se enfría gradualmente hasta 25° C bajo agitación suave, con lo que se obtienen 80 g. de una bella masa cristalina. La masa contiene homogéneamente 2'38% en peso de sal disódica de IMP, y 1'52 % en peso de sal disódica de GMP. El tiempo requerido para la cristalización es de 20 horas, y el rendimiento es 68'5 % en peso. De la masa cristalina, el 89% en peso tiene un tamaño de malla de 35 a 200.

Esta solicitud que corresponde a la presentada en Japón, el 29 de Marzo de 1.965, bajo el número 18.216/1965, se acoge a los beneficios del artículo 5, del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

324330



- 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 siguientes:

5           1º. - Un método para preparar una masa cristalina que mejora el sabor, que consta de sustancialmente 2 a 10% en peso con relación a la sustancia anhidra de sal disódica de 5'-nucleótido aromatizante y glutamato monosódico homogeneamente, que comprende preparar una disolución acuosa caliente de sal alcalina de 5'-nucleótido aromatizante y glutamato monosido en una proporción de 10           20 a 62 % en peso, en la que la relación en peso de la sal alcalina del 5'-nucleótido aromatizante al glutamato monosódico es de 2 a 12:100 y a una temperatura de 15           más de 40º C, añadir gradualmente de 10 a 75% en volumen de un disolvente orgánico plenamente miscible con el agua a la disolución acuosa caliente y bajo agitación suave, sin provocar una caída rápida de la temperatura o local de la disolución caliente, disminuir gradualmente la 20           temperatura de la mezcla acuosa a una velocidad de aproximadamente 1 a 3 grados centígrados por hora, y recoger la masa cristalina resultante de la mezcla acuosa.

25           2º. - El método que se reivindica en el punto 1, en el que la sal alcalina de 5'-nucleótido aromatizante es una sal alcalina soluble en agua seleccionada del grupo que consta de sal de sodio del ácido 5'-guanílico,

324330



5 sal de potasio del ácido 5'-inosínico, sal de amonio del ácido 5'-guanílico, sal de sodio del ácido 5'-inosínico, sal de potasio del ácido 5'-isonico, sal de amonio del ácido inosínico 5'-inosínico, sal de magnesio del ácido 5'-inosínico, y mezclas de las mismas.

10 3º. - El método según el punto 1, en el que el disolvente orgánico plenamente miscible con el agua es un miembro seleccionado del grupo que consta de metanol, etanol, acetona, etilenoglicol, dioxano, dimetilformamida y dimetilsulfóxido.

4º. - El método según el punto 1, en el que el 5'-nucleótido se emplea como hidrolizado de ácido nucleico en sí.

15 5º. - Un método para preparar una masa cristalina que mejora el sabor.

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

20 Esta Memoria consta de veintiuna paginas escritas a máquina por una sólo cara.

Madrid.

NOV 1950

Ministerio de Hacienda  
Prof. P. P. P.

A.T.L.

HOJA UNICA

324330

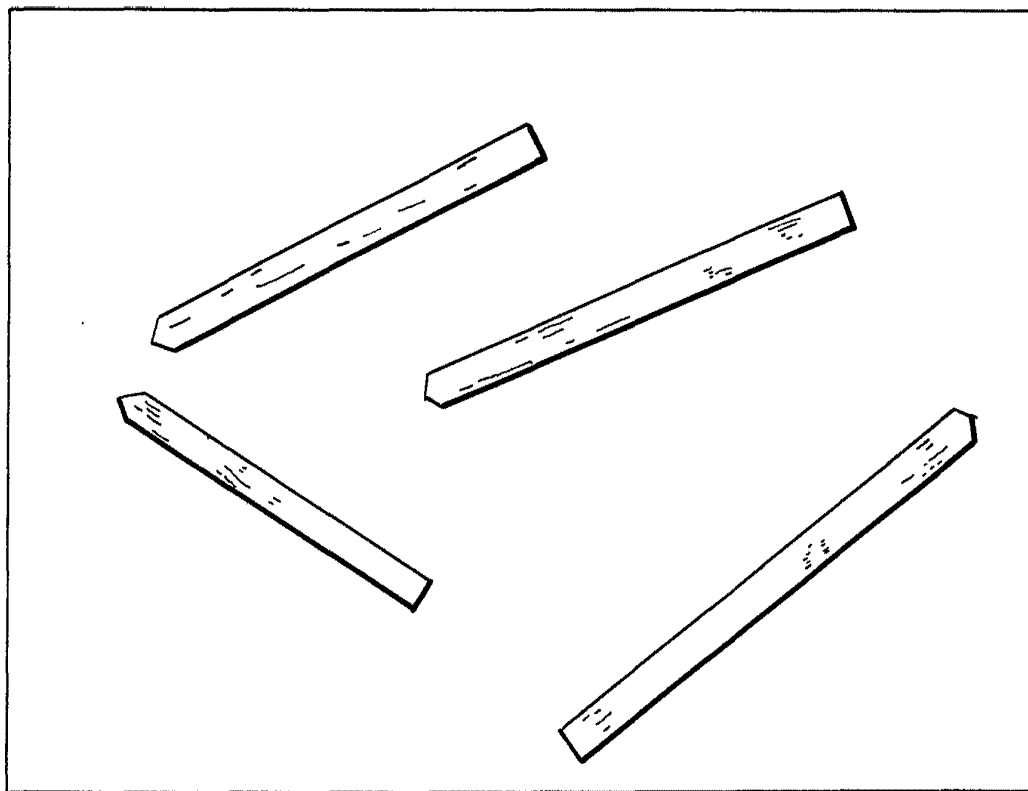
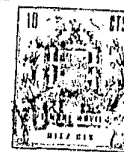


Fig: 1

ESCALA VARIABLE