



Cl. CO1D

414649

# MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de una

## PATENTE DE INVENCION

SOLICITANTE: PRODUITS CHIMIQUES UGINE KUHLMANN

RESIDENCIA: 25 Boulevard de L'Amiral Bruix.-

PARIS 16.- FRANCIA.

ENUNCIADO: "UN PROCEDIMIENTO DE DESODORIZACION

Y BLANQUEO DEL SULFATO SODICO RESI-

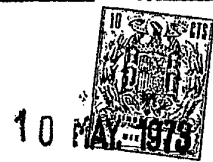
DUAL DE LA FABRICACION DE LA METIO-

NINA".

Prioridad: Patente francesa n.º 72 16637 del 10-5-1972

414649

- 2 -



1

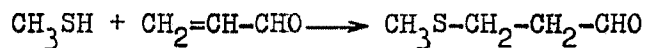
Esta invención se refiere a un procedimiento de desodorización y blanqueo del sulfato sódico residual de la fabricación de la metionina.

5

La metionina o ácido 2-amino-4-metiltio-butírico es un aminoácido especialmente utilizado en las formulaciones de alimentos para el hombre y los animales. La metionina se prepara generalmente por un procedimiento en cuatro fases, que comprende las etapas siguientes:

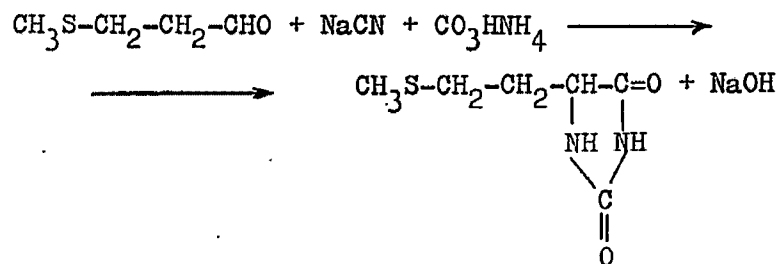
10

1. Reacción entre metilmercaptano y acroleína, con formación de aldehidometiltio-propiónico según la reacción:



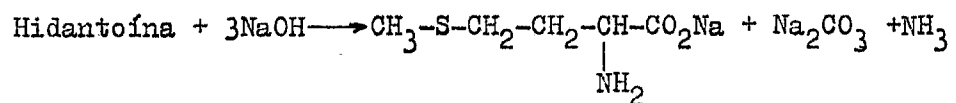
2. Acción del cianuro sódico y del bicarbonato amónico sobre este aldehído para formar la hidantoína:

15



20

3. Hidrólisis de la hidantoína en medio alcalino para formar metionato sódico:



25

4. Finalmente la metionina se obtiene a partir de su sal sódica mediante un tratamiento sulfúrico que conduce a una solución de metionina y sulfato sódico. La metionina se separa del sulfato sódico por cristalización fraccionada y se obtiene como residuo de la fabricación un sulfato sódico anhidro.

30

Este sulfato sódico es de tono grisáceo y posee un olor muy malo como consecuencia de la presencia de impurezas

414649

10 MAY



1 orgánicas sulfuradas, formadas durante la preparación de la metionina.

5 La utilización posterior del sulfato sódico así recuperado resulta muy difícil por su olor y este producto solo puede ser utilizado en casos donde este olor no perturbe; así, por ejemplo, la industria papelera puede emplearlo en la preparación de pastas de papel por el procedimiento al sulfato.

10 Para valorizar este producto es necesario, por lo tanto, encontrar un procedimiento para desodorizarlo y blanquearlo. Entre los reactivos oxidantes cuyo empleo puede considerarse factible para esta purificación, el peróxido de hidrógeno es el más interesante debido a su elevado poder oxidante y a su facilidad de empleo.

15 Los estudios efectuados por la firma solicitante sobre sulfato sódico procedente de la fabricación de metionina han demostrado que el tratamiento con peróxido de hidrógeno solo conducía a resultados insuficientes o requería cantidades prohibitivas de reactivo. Pero, estudiando las diversas posibilidades de empleo de este producto, la sociedad llamada 20 Produits Chimiques Ugine Kuhlmann ha comprobado que la adición previa al peróxido de hidrógeno de cantidades apropiadas de ciertos agentes estabilizantes permitía llegar a una desodorización completa del sulfato sódico, acompañada de un blanqueamiento apreciable. Como estos agentes estabilizantes 25 permanecen en el sulfato sódico después de su tratamiento, es igualmente necesario que su presencia no sea perjudicial para los usos posteriores del sulfato.

30 Así, el silicato magnésico, cuya acción estabilizante del peróxido es bien conocida, solo presenta un interés limitado porque aumenta el contenido en materias insolubles

414649

- 4 -



1 del sulfato sódico.

5 Los estabilizantes orgánicos del tipo ácido etilen-  
diaminotetraacético (EDTA), ácido dietilentriaminopentaacéti-  
co (DTPA), gluconato y glucoheptonato, solo dan resultados  
mediocres. Además, aumentan el contenido en materias orgá-  
nicas del sulfato sódico. Por el contrario, los fosfatos al-  
calinos y especialmente el pirofosfato sódico, el metafosfa-  
to sódico y los tripolifosfatos de sodio, permiten mejorar  
de forma espectacular la acción del peróxido de hidrógeno y  
10 la presencia en el sulfato sódico de pequeñas cantidades de  
fosfato alcalino no perjudica en general a los usos poste-  
riores de esta sal.

15 El sulfato sódico residual de la fabricación de la  
metionina puede ser tratado por peróxido de hidrógeno así  
estabilizado, en estado de solución acuosa más o menos con-  
centrada, pero es especialmente interesante tratar el sulfa-  
to anhidro después de escurrido, tal como es recuperado a la  
salida de la fábrica de metionina, con 15 a 20 % de su peso  
de solución acuosa oxigenada.

20 Las concentraciones de los reactivos a utilizar  
varían con las cantidades más o menos grandes de impurezas  
orgánicas presentes en el sulfato. Generalmente están com-  
prendidas entre 0,2 y 2 % de  $H_2O_2$  al 100 % y entre 0,2 y  
1 % de estabilizante, calculado en peso con relación al sul-  
fato sódico. La duración del tratamiento es variable según  
25 las concentraciones de los reactivos utilizados y la tempe-  
ratura del tratamiento; el empleo de una temperatura eleva-  
da permite reducir el tiempo de tratamiento de forma muy  
apreciable.

30. Una forma de trabajo especialmente interesante con

414649

- 5 -



1 siste en añadir el sulfato sódico escurrido, al final del  
circuito de preparación de la metionina, mientras su tempe-  
ratura es próxima a 80-100°C, la cantidad de solución oxige-  
nante concentrada necesaria para su tratamiento. La mezcla  
5 puede hacerse mediante un tornillo giratorio sin fin y en-  
tonces la duración del tratamiento debe ser del orden de 5  
a 10 minutos para que la desodorización y el blanqueamiento  
sean satisfactorios. El sulfato sódico así tratado puede ser  
escurrido de nuevo y secado si esto es necesario.

10 Los ejemplos siguientes dados a título no limita-  
tivo han sido efectuados sobre sulfato sódico procedente de  
una fabricación industrial de metionina. Este producto es  
grisáceo y presenta un olor muy intenso. Su grado de blan-  
cura, medido mediante el electrofotómetro Elrepho, según la  
15 norma Tappi T 217 m 48 (norma NFQ 03008) es 83. Algunos de  
estos ejemplos han sido realizados sobre soluciones concen-  
tradas de sulfato sódico y permiten juzgar la desodorización  
obtenida. Otros han sido efectuados sobre sulfato sódico anhi-  
dro para poder juzgar a la vez la desodorización y la decolo-  
20 ración del sulfato.

#### EJEMPLO 1

25 Se prepara una solución que contiene tres partes  
de agua por cada parte de sulfato sódico, en peso. Esta solu-  
ción se lleva a 80°C y se añaden 0,0075 partes de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, ex-  
presadas en H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> al 100 % y 0,0013 partes de pirofosfato só-  
dico neutro.

30 Después de 10 minutos de tratamiento a 80°C, se  
enfria la solución. Una comparación olfativa entre la solu-  
ción tratada y la solución no tratada demuestra la eficacia  
del tratamiento, ya que la solución tratada prácticamente

414649



1 no presenta olor.

EJEMPLO 2

5 Se prepara una mezcla de agua y sulfato sódico, conteniendo una parte de agua y 5 partes de sulfato sódico en peso y se calienta a 100°C. Se añaden 0,0017 partes en peso de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, expresada en H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> al 100 %. Después de 10 minutos de tratamiento a 100°C, el sulfato sódico se escurre y seca. El grado de blancura del sulfato sódico así tratado es 87 y la comparación olfativa con respecto al producto no tratado no muestra ninguna diferencia entre los dos productos, que presentan ambos el mismo mal olor.

10

EJEMPLO 3

15 En las condiciones del Ejemplo 2, se añaden 0,0084 partes en peso de pirofosfato sódico neutro al peróxido de hidrógeno. El grado de blancura del sulfato sódico así tratado es de 94 y una comparación olfativa entre el producto tratado y el producto no tratado demuestra la eficacia del tratamiento, ya que el producto tratado no presenta ningún olor.

15

20

EJEMPLO 4

En las condiciones del Ejemplo 2, se añaden 0,00135 partes en peso de metafosfato sódico al peróxido de hidrógeno. Después del tratamiento el sulfato sódico no presenta ningún olor y su grado de blancura es 93.

25

EJEMPLO 5

En las condiciones del Ejemplo 2, se añaden 0,00135 partes en peso de tripolifosfato sódico al peróxido de hidrógeno. Una comparación olfativa entre el producto tratado y el producto no tratado demuestra que el producto tratado no presenta prácticamente ningún olor y su grado de

30

C

414649



1 blancura es 93.

En resumen, la Patente de Invención que se solicita deberá recaer sobre las siguientes:

REIVINDICACIONES

5 1. Un procedimiento de desodorización y blanqueo del sulfato sódico residual de la fabricación de la metionina, mediante un tratamiento con peróxido de hidrógeno, caracterizado por el empleo de un fosfato alcalino como estabilizante del peróxido de hidrógeno.

10 2. Un procedimiento según la Reivindicación 1, donde el fosfato alcalino utilizado está seleccionado entre el grupo constituido por pirofosfato sódico neutro, metafosfato sódico y tripolifosfatos de sodio.

15 3. Un procedimiento según la Reivindicación 1, donde se utilizan de 0,2 a 2 % en peso de peróxido de hidrógeno expresado en H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> al 100 % y de 0,2 a 1 % de estabilizante, con respecto al sulfato tratado.

20 4. Un procedimiento según las Reivindicaciones 1 a 3, donde la temperatura del tratamiento está comprendida entre 80° y 100°C.

5. Un procedimiento según las Reivindicaciones 1 a 4, donde el tratamiento se ha efectuado directamente sobre el sulfato sódico anhidro residual que sale de las líneas de preparación de la metionina.

25 6. Se reivindica por último, como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita:

"UN PROCEDIMIENTO DE DESODORIZACION Y BLANQUEO DEL SULFATO SODICO RESIDUAL DE LA FABRICACION DE LA METIONINA".

30  
ME

4,14649



1

Todo conforme queda descrito y reivindicado en la presente memoria descriptiva que consta de ocho páginas mecanografiadas.

5

Madrid, 10 Mayo 1.973

BERNARDO HUNGRIA

P.P.

*[Handwritten signature]*

10

15

20

25

*[Handwritten mark]*

30