



17 000
P- 55.902

PL/Dr.Bie-Ta
2130 VO

420853

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

Int. Cl.²: C07C

PATENTE DE INVENCION

en ESPAÑA

por VEINTE años

a nombre de DEUTSCHE GOLD-UND SILBER-SCHEIDEANSTALT
VORMALS ROESSLER

entidad alemana

establecida en Weissfrauenstrasse 9, Frankfurt am Main,
República Federal Alemana.

por: "PROCEDIMIENTO PARA LA ESTABILIZACION DE METIONINA"
(Clase Internacional C07c)

13.12.73
ACV.-

871



La invención se refiere a un procedimiento para la preparación de metionina estable frente al almacenamiento.

5 La metionina se obtiene en general por hidrólisis del correspondiente aminonitrilo o hidantoína. La hidrólisis se lleva a cabo en un medio ácido o alcalino. A partir de las soluciones resultantes de la hidrólisis se separa la metionina por neutralización de las soluciones a valores de pH próximos al punto
10 isoelectrico de pH 5, 6. Según el tipo del procedimiento y del agente de neutralización empleado se ajustan valores de pH desde 5 a 6 (patente de los Estados Unidos 2 443 391), desde 5 hasta 8 (patente alemana 891 259) o desde 7, 2 hasta 7, 8 (patente alemana
15 1 906 405).

La metionina que se forma en la separación a partir de las soluciones está impurificada por sales inorgánicas y por subproductos que aparecen en la hidrólisis. A consecuencia de estas impurezas, la metio-
20 nina resulta perjudicada en cuanto a su capacidad de almacenamiento, incluso cuando se trate de contenidos relativamente pequeños de impurezas. Recibe un olor desagradable, se colorea al cabo de algún tiempo, se apelmaza, ya no fluye libremente y entonces es sólo
25 limitadamente utilizable para la mayoría de las finali-



dades de utilización.

5 Por procedimientos usuales de purificación, tales como lavado y recristalización, las impurezas sólo se pueden eliminar de la metionina de forma insuficiente. Los procedimientos que consisten en extraer por medio de alcoholes la mezcla de reacción resultante de la hidrólisis (patente de los Estados Unidos 2 504 425), en tratarla con cambiadores de cationes ácidos (patente de los Estados Unidos 2 700 054) o en someterla a una diálisis (DT-AS 1 543 845), antes de que la metionina sea separada de la mezcla de reacción en forma usual, producen en todo caso la separación de determinadas impurezas aisladas. Estos procedimientos son además
10
15 costosos.

Se ha encontrado que se obtiene una metionina estable frente al almacenamiento si la metionina, en presencia de agua, se lleva a un valor de pH en el intervalo de 3 hasta menos de 5. Por empleo de este procedimiento, la metionina, que está impurificada por subproductos resultantes de la hidrólisis y por sales inorgánicas formadas en la separación a partir de la solución, es casi ilimitadamente estable frente al almacenamiento. Una purificación completa de la metionina de estas sustancias se hace su-
20
25



perflua.

5 Para la realización del procedimiento según la invención, la metionina se lleva, en presencia de agua, a valores de pH en el intervalo desde 3 hasta menos de 5, en especial a valores de pH en el intervalo de 3,0 hasta 4,9, de preferencia a valores de pH desde 4,3 hasta 4,8. Para ello se añade a la metionina la cantidad necesaria de ácido. Entran en consideración cualesquiera ácidos que sean capaces de proporcionar el valor del pH y que se comportan de forma inerte frente a la metionina. Estos son en especial ácidos minerales, tales como ácido clorhídrico, ácido sulfúrico o ácido fosfórico. En lugar de los ácidos se pueden emplear también sales ácidas de los ácidos, tales como por ejemplo hidrógeno-sulfatos de metales alcalinos. De preferencia se emplea ácido sulfúrico o hidrógeno-sulfato de sodio.

10

15

Por el procedimiento según la invención se puede estabilizar metionina que se presenta como sustancia seca, por ejemplo, como producto comercial, como sustancia húmeda o como suspensión o solución. En el caso de que se presente una sustancia seca ha de añadirse agua, eventualmente por empleo de un ácido acuoso.

20

25 El procedimiento según la invención se emplea en especial para la estabilización de metionina,



que ha sido obtenida de forma usual por hidrólisis de la hidantoína en medio alcalino y que se ha separado por neutralización de la mezcla de reacción por medio de ácido. Tal metionina contiene en general hasta 2% de impurezas, las cuales consisten principalmente en subproductos formados en la hidrólisis y sales inorgánicas formadas en la separación de la metionina desde la solución. El procedimiento según la invención es especialmente adecuado para la estabilización de una metionina producida, por ejemplo, por el procedimiento según la patente alemana 1906405, por hidrólisis de la hidantoína en un medio acuoso que contiene carbonato de metales alcalinos, y recuperada por neutralización de la mezcla de reacción por medio de dióxido de carbono.

Por lo general es ventajoso estabilizar directamente la metionina húmeda, tal como se separa de la mezcla de reacción resultante en la hidrólisis de la hidantoína. En la forma más conveniente, la metionina se libera en todo lo posible de las aguas madres adheridas, por filtración con succión y, en caso de que sea necesario, por uno o más lavados con agua, y después, por rociado con el ácido, se lleva al valor del pH deseado. Es ventajoso el



emplear ácidos acuosos diluidos, el ácido sulfúrico por ejemplo en forma de solución al 1 hasta 20 por ciento, y mezclar íntimamente la metionina durante la adición del ácido, por ejemplo con empleo de un tambor mezclador.

Ejemplo 1

Se empleó una metionina comercial usual con un contenido de 99,1 % de metionina. El valor del pH de la metionina, medido en una muestra de 2 g en 50 ml de agua, fué de 5,8. 500 g de la metionina se rociaron en un mezclador con 125 ml de agua y 2,5 ml de ácido sulfúrico al 5 por ciento. A continuación la metionina se secó a 70°C. Tenía, medido en una muestra de 2 g en 50 ml de agua, un valor de pH de 3,9. Después de un almacenamiento durante 5 meses a 30°C tenía un olor normal inalterado, un color claro y una buena capacidad de fluidez. Una porción del producto comercial, que no había sido tratada con ácido, presentó, después del mismo almacenamiento, un fuerte olor y un color alterado.



Ejemplo 2

5 Se preparó metionina por hidrólisis de la correspondiente hidantoína, se precipitó por saturación de la mezcla de reacción con dióxido de carbono, se separó por filtración y se lavó con agua. La metionina húmeda obtenida tenía 24 % de agua adherida y un contenido de metionina de 99,3 %, referido a la sustancia seca. El valor del pH, medido en una muestra de 2 g de sustancia seca en 50 ml de agua, fué de 7,8. 10 500 g de metionina húmeda se mezclaron con 29 ml de ácido sulfúrico al 5 por ciento. A continuación la metionina se secó a 70°C. Tenía, medido en una muestra de 2 g en 50 ml de agua, un valor de pH de 4,7. 15 Después de un almacenamiento durante 5 meses a 30°C tenía olor normal, un color claro y una buena capacidad de fluidez. Una porción de la metionina húmeda no fué tratada con ácido, sino que se secó inmediatamente a 70°C. Esta porción después del mismo almacenamiento, presentó un fuerte olor, un color alterado y una mala capacidad de fluidez. 20

Esta solicitud, que corresponde a la presentada en la República Federal Alemana el 2 de Diciembre de 1972, bajo el número P 22 59 159.9, se acoge a los beneficios del Artículo 51 del vigente Estatuto 25



sobre Propiedad Industrial.

5

REIVINDICACIONES

10

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 que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

15

1ª.- Procedimiento para la estabilización de metionina por ajuste de la metionina en presencia de agua a valores de pH en el intervalo desde 3 hasta menos de 5.

20

2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque una metionina, preparada por hidrólisis en un medio alcalino y recuperada por neutralización de la mezcla de reacción por medio de ácidos, se ajusta en presencia de agua a valores de pH en el intervalo desde 3 hasta menos de 5.

25

13.3.74
MOM



3ª.- Procedimiento según la reivindicación 2ª, caracterizado porque se emplea una metionina resultante de la hidrólisis de la hidantoína en un medio acuoso que contiene carbonatos de metales alcalinos y recuperada por neutralización de la mezcla de reacción por medio de dióxido de carbono.

4ª.- Procedimiento según las reivindicaciones 1ª, 2ª o 3ª, caracterizado porque la metionina se ajusta a valores de pH de desde 4,3 hasta 4,8.

5ª.- Procedimiento según una o varias de las reivindicaciones 1ª a 4ª, caracterizado porque el ajuste de los valores de pH se lleva a cabo por medio de ácido sulfúrico o de hidrógeno-sulfato de sodio.

6ª.- Procedimiento para la estabilización de metionina.

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

13



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

5

Madrid,

P.A.

Arca

13.12.73

- 10 -