



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU 217 280

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 20 12 79
(21) PV 9140/-79

(11)(B1)

(51) Int. Cl. C 07 C 101/24,
C 12 P 13/08

(40) Zveřejněno 26 03 82
(45) Vydáno 15 07 84

(75)

Autor vynálezu SÁLKA JÁN ing., BUČKO MICHAL ing. CSc., HANO ALEXANDER, BANSKÁ BYSTRICA,
ČUHLÍK KAREL dr., ULBERT STANISLAV ing., PRAHA
HLADKÝ VÁCLAV, MIKLÁŠ EMIL ing., HOFBAUER HENRICH ing., BULLA JÁN ing., BANSKÁ BYST
PIPICH LADISLAV ing., MEDZIBROD,
HUDEC MILAN ing., BÉREŠ ANDREJ ing., BANSKÁ BYSTRICA

(54)

Způsob přípravy L-lysinu

Vynález se týká způsobu přípravy L-lysinu z vyfermentované půdy po ukončené kultivaci produkčního mikroorganismu, adsorpcí z filtrátu vyfermentované půdy na silně kyselém katexu a následující elucí roztokem alkálie, například roztokem hydroxidu sodného a rozprašovací sušením elurátu, a to tak, že se eluát zbavený amoniaku odpařením ve vakuu upraví kyselinou chlorevodíkovou na pH 5,0 až 6,0 s výhledem 5,3 až 5,7, potom se zahustí ve vakuu na měrnou hmotnost 1,125 až 1,135 t/m³ a podrobí rozprašovacímu sušení při teplotě 75 až 80 °C na výstupu vzduchu. Získaný produkt je určen především pro přípravu krmných premixů.

Vynález se týká způsobu přípravy L-lysinu z vyfermentované půdy po ukončené kultivaci produkčního mikroorganismu, adsorpcí z filtrátu vyfermentované půdy na silně kyselém katexu a následující elucí roztokem alkálie, například roztokem hydroxidu sodného a rozprašovacím sušením eluátu.

Význam esenciálních aminokyselin při výkrmu hospodářských zvířat, zejména pak význam lysinu při fertifikaci krmných směsí neustále stoupá. Je známa celá řada způsobů výroby aminokyselin včetně lysinu, pro svou hospodárnost a poměrnou jednodušeost převládají způsoby fermentační. Při této alternativě se lysin obvykle získává ve formě dihydrátu hydrochloridu vícestupňovou, poměrně nákladnou izolací, která končí krystalizací zahuštěného eluátu získaného z íenteměných sloupců.

Obecné využití íonexů při izolaci lysinu je známo /australský pat. spis č. 404 209, belgický pat. spis č. 683 933, francouzské pat. spisy č. 2 041 658 a 2 033 845/. Dále jsou podrobně rozpracovány podmínky přípravy eluátů a jejich zpracování na krystalické preparáty /britský pat. spis č. 1 186 988, sovětské pat. spisy č. 174 940 a 279 621/. Nověji přibývají údaje o přípravě technických preparátů lysinu přímo z fermentované půdy zahuštěním a následujícím rozprašovacím sušením /francouzský pat. spis č. 2 244 817, australský pat. spis č. 314 959, japonský pat. spis č. 31 794, polský pat. spis č. 98 183, čs. a e.č. 162 214/.

Dále je známa příprava pevného lysinového preparátu z eluátu po odstranění balastů sorpcí na slabě bazickém anexu /čs. a.e.č. 175 650/, umežňující po přidávku plnidla vysušení a získání pevného preparátu s vysokým obsahem lysinu. Na podobném principu je založen postup podle britského pat. spisu č. 1 117 699, při němž se získaný eluát zbavuje balastních lepidých látek adsorpcí na silně bazickém anexu; eluát se po úpravě pH na 2,0 může potom vysušit na pevný lysinový preparát, který slouží jako meziprodukt pro zpracování na krystalický produkt.

Nyní bylo zjištěno, že při vhodně volených podmínkách je možné připravovat pevný lysinový preparát dehydratací eluátu, a to i z eluátu získaného po předcházející adsorpci lysinu na silně kyselém katexu bez purifikačního stupně na bazických anexech. Podle tohoto způsobu je možné i nepurifikovaný eluát přímo usušit při specificky upravených podmínkách zahušťování, okyselení a sušení a získat vyhovující preparát bezvodého lysinu, který je dlouhodobě skladovatelný a nelepivý i bez použití plnidla.

Předmětem vynálezu je tedy způsob přípravy L-lysinu z vyfermentované půdy po ukončené kultivaci produkčního mikroorganismu, adsorpcí z filtrátu vyfermentované půdy na silně kyselém katexu a následující elucí roztokem alkálie, například roztokem hydroxidu sodného a rozprašovacím sušením eluátu, jehož podstata spočívá v tom, že se eluát zbavený amoniaku odpařením ve vakuu upraví kyselinou chlorevodíkovou na hodnotu pH 5,0 až 6,0 s výhodem 5,3 až 5,7, potom se zahustí ve vakuu na měrnou hmotnost 1,125 až 1,135 t/m³ a podrobí rozprašovacímu sušení při teplotě 75 až 80 °C na výstupu vzduchu.

Tyto vzájemně skleubené parametry je nutno pro dosažení požadovaného účinku dodržovat, poněvadž při sušení v případě změny pH směrem do kyselé oblasti nastává nežádoucí tmavnutí produktu, při změně směrem k alkalické oblasti se produkt při sušení stává termoplastickým, což způsobuje lepení a hrudkování a znemožňuje skladování a homogenizaci při přípravě krmných premixů. Důležité je rovněž dodržení měrné hmotnosti zahuštěného eluátu, neboť při jejím

snížení pod $1,125 \text{ t/m}^3$ je produkt po vysušení velmi jemný, ztrácí se úletem a zherňuje se, resp. znemožňuje se jeho transport v sušicím zařízení. Při překročení měrné hmotnosti nad $1,135 \text{ t/m}^3$ jsou částice sušeného produktu větší, ze sušicí věže vycházejí nedesusšené, v transportním potrubí a v odlučovacích cyklonech se nalepují. Teplota výstupního vzduchu je úzce svázána s předcházejícími parametry, a to tak, že při překročení 80°C na výstupu se stává produkt termoplastický s výše uvedenými nepříznivými důsledky.

Výhoda způsobu podle vynálezu je zvýšení výtěžnosti o 7 až 8 % teorie ve srovnání s přípravou krystalického produktu a ve srovnání se způsobem přípravy technického produktu, jehož principem je zahuštění a usušení vyfermentované půdy, je předností úspora tepelné energie, poněvadž se tepelně dehydratuje pouze koncentrát z izotomenných pryskyřic, jehož objem představuje pouze 1/3 objemu vyfermentované půdy.

Bližší podrobnosti způsobu podle vynálezu vyplývají z příkladů provedení. Příklad 1a/ až 1c/ slouží pro srovnání.

Příklad 1

a/ 30 litrů filtrátu fermentační půdy, upraveného konc. kyselinou sírovou na pH 2,0 s obsahem lysinu 50 g/litr , bylo vedeno na sloupec silně kyselého katexu o objemu 8 litrů. Při adsorpci činil průnik lysinu na další sloupec 390 g. Po adsorpci byl vyřazený sloupec promyt vodou, přičemž množství lysinu v promývacích vodách bylo 104 g. Tento roztok byl vrácen zpět do dalšího absorpčního cyklu. Po promytí sloupce vodou byl adsorbovaný lysin elueván 2 N hydroxidem sodným a bylo získáno 8 litrů eluátu s obsahem lysinu 101 g/litr , tj. celkem 808 g a 4 litry chudšího eluátu s obsahem 38 g/litr , tj. celkem 152 g. Po eluci byl sloupec promyt vodou, přičemž ztráty lysinu v promývacích vodách činily 44,4 g. Zahuštěním bohatého eluátu a úpravou pH kyselinou chlоровodíkovou na hodnotu 4,8 /měrná hmotnost $1,180 \text{ t/m}^3$ / byl získán I. produkt krystalického hydrochloridu lysinu /ve formě dihydrátu/ v množství 650 g /obsah čisté látky 80 % hmotn./ a II. produkt v množství 179,5 g /obsah čisté látky 78 % hmotn./, celkem 660 g čisté substance, což představuje výtěžnost krystalizace 81,5 % teorie, vztaženo na získaný eluát.

b/ 8 litrů eluátu z příkladu 1a/ bylo zahuštěno na koncentraci lysinu 450 g/litr /měrná hmotnost $1,145 \text{ t/m}^3$ / a 37 % kys. chlоровodíkovou bylo upraveno pH na hodnotu 6,5. Takto upravený eluát byl vysušen v rozprašovací sušárně při teplotách $180/80^\circ\text{C}$. Bylo získáno 1041,1 g technického lysinu s obsahem 73 % hmotn. hydrochloridu L-lysínu, tj. 760 g čisté substance. Získaný produkt již v průběhu sušení byl lepkavý a hygroskopický, což se při skladování dále zhoršovalo. Pro tyto vlastnosti nelze získaný produkt homogenizovat, balit a expedovat.

c/ 8 litrů eluátu z příkladu 1a/ bylo zahuštěno na koncentraci lysinu 450 g/litr /měrná hmotnost $1,145 \text{ t/m}^3$ / a 37 % kys. chlоровodíkovou bylo upraveno pH na hodnotu 4,5. Takto upravený eluát byl vysušen v rozprašovací sušárně při teplotách $180/80^\circ\text{C}$. Bylo získáno 1027,8 g technického lysinu s obsahem 74,3 % hmotn. hydrochloridu L-lysínu, tj. 722,5 g čisté substance. Produkt sice v průběhu sušení nebyl hygroskopický, ale byl zbarven silně do hnědočervena. Hygroskopičnost a lepkavost se objevily sice až po delší době skladování než v příkladu 1b/, ale znesnadňovaly přípravu premixů.

Příklad 2

8 litrů eluátu z příkladu 1a/ bylo zahuštěno ve vakuu na objem 4 litrů, čímž byl z eluátu odstraněn volný čpavek. Koncentrát byl upraven 37% kys. chlorovodíkovou na pH 5,5 a potom byl znovu vakuově zahuštěn na obsah hydrochloridu lysinu 380 g/litr /měrná hmotnost 1130 t/m³/. Po vysušení koncentráту při teplotách 180/80 °C bylo získáno 1082,1 g technického lysinu s obsahem 790 g čisté substance. Sušení koncentráту probíhalo hladce i bez použití pomocných látek. Získaný produkt byl nehygroskopický a nelepivý, schopný balení a expedice i po delší době skladování.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob přípravy L-lysínu z vyfermentované půdy po ukončené kultivaci produkčního mikroorganismu, adsorpcí z filtrátu vyfermentované půdy na silně kyselém katexu a následující elucí roztokem alkálie, například roztokem hydroxidu sodného a rozprašovací sušením eluátu, vyznačující se tím, že se eluát zbavený amoniaku odpařením ve vakuu upraví kyselinou chlorovodíkovou na hodnotu pH 5,0 až 6,0 s výhodou 5,3 až 5,7, potom se zahuští ve vakuu na měrnou hmotnost 1,125 až 1,135 t/m³ a podrobí rozprašovacímu sušení při teplotě 75 až 80 °C na výstupu vzduchu.