



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102492747 A

(43) 申请公布日 2012. 06. 13

(21) 申请号 201110377559. 2

(22) 申请日 2011. 11. 23

(71) 申请人 宜兴市前成生物有限公司

地址 214253 江苏省无锡市宜兴市新建镇新丰北路 22 号

(72) 发明人 席日新 李海涛 孙洁

(74) 专利代理机构 南京天华专利代理有限责任公司 32218

代理人 徐冬涛 李晓峰

(51) Int. Cl.

C12P 13/20(2006. 01)

C07C 229/24(2006. 01)

C07C 227/40(2006. 01)

C01C 1/24(2006. 01)

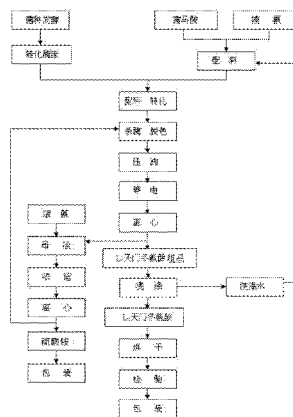
权利要求书 1 页 说明书 3 页 附图 1 页

(54) 发明名称

一种酶法制备分离 L- 天门冬氨酸及其副产品硫酸铵的方法

(57) 摘要

本发明公开了一种酶法制备分离 L- 天门冬氨酸及其副产品硫酸铵的方法, 将富马酸铵溶液与发酵好的 L- 天门冬氨酸酶液反应转化成 L- 天门冬氨酸铵溶液, 将转化液加活性炭脱色压滤后直接硫酸等电提取 L- 天门冬氨酸, 离心洗涤沉淀, 将回收的等电母液用氨水调节至 pH = 6. 0 ~ 7. 0 后, 直接浓缩等电母液至析出硫酸铵结晶, 分离硫酸铵; 浓缩母液并入下批转化液继续脱色等电提取 L- 天门冬氨酸。该方法中洗涤水可以完全用于配料, 不会出现洗涤水过剩的情况; 副产品硫酸铵的纯度高、结晶颗粒度均匀、色泽白。不使用易燃易爆的无水乙醇; 天门冬氨酸母液在调节 pH 后再去浓缩对浓缩设备的伤害远远小于现有酸性条件下的浓缩对设备伤害。



1. 一种酶法制备分离 L-天门冬氨酸及其副产品硫酸铵的方法,将富马酸铵溶液与发酵好的 L-天门冬氨酸酶液反应转化成 L-天门冬氨酸铵溶液,将转化液加活性炭脱色压滤后直接硫酸等电提取 L-天门冬氨酸,离心并分别回收等电母液和沉淀,去离子水洗涤沉淀得 L-天门冬氨酸结晶,回收洗涤液,其特征在于将回收的等电母液和洗涤液分开,洗涤液回收利用作为配料水,等电母液用氨水调节至 $\text{PH} = 6.0 \sim 7.0$ 后,直接浓缩等电母液至析出硫酸铵结晶,分离硫酸铵;浓缩母液并入下批转化液继续脱色等电提取 L-天门冬氨酸。

2. 根据权利要求 1 所述的酶法制备分离 L-天门冬氨酸及其副产品硫酸铵的方法,其特征在于所述的等电母液调节 PH 值后,直接浓缩到等电母液体积的 $1/5 \sim 1/6$ 至硫酸铵结晶。

3. 根据权利要求 1 或 2 所述的酶法制备分离 L-天门冬氨酸及其副产品硫酸铵的方法,其特征在于浓缩温度为 $60 \sim 70^{\circ}\text{C}$ 。

4. 根据权利要求 1 所述的酶法制备分离 L-天门冬氨酸及其副产品硫酸铵的方法,其特征在于离心分离硫酸铵结晶。

5. 根据权利要求 1 所述的酶法制备分离 L-天门冬氨酸及其副产品硫酸铵的方法,其特征在于所述浓缩母液与下批转化液的体积比为 $0.5 \sim 1.5 : 10$ 。

一种酶法制备分离 L- 天门冬氨酸及其副产品硫酸铵的方法

技术领域

[0001] 本发明属于化工领域,具体涉及一种酶法制备分离 L- 天门冬氨酸及其副产品硫酸铵的方法。

背景技术

[0002] 现有技术制备和提取 L- 天门冬氨酸的工艺方案一:富马酸和氨反应生成富马酸铵后通过发酵液转化生成 L- 天门冬氨酸。转化结束后向转化液中加入活性炭脱色压滤后直接硫酸等电提取 L- 天门冬氨酸,无离子水洗涤可溶性杂质离子,洗涤液和等电母液合并入沉降池。环保车间从沉降池中抽取混合液清液浓缩至析出部分固体,此固体和沉降池内沉淀的固体皆为废天冬,需要抽滤机抽滤且需要使用大量的无离子水洗涤。浓缩液合并洗涤液继续浓缩至 1/6 ~ 1/7 离心分离提取硫酸铵。每批转化配料时将废天冬和富马酸一并配料进行转化。该方案的缺点:(1) 由于洗涤水和母液合并导致浓缩量非常大;(2) 浓缩前不调整母液和洗涤水混合液的 PH 导致浓缩过程中有大量 L- 天门冬氨酸析出,会出现硫酸中 L- 天门冬氨酸含量较高,从而 L- 天门冬氨酸收率偏低;(3) 此外浓缩过程由于溶液是酸性 (PH = 2-3) 容易对设备造成腐蚀以及堵塞;(4) 副产物硫酸铵中含有约 20% -30% L- 天门冬氨酸,所以硫酸铵颗粒不均匀、色泽偏黄。

[0003] 工艺方案二:提取时用富马酸代替硫酸调节 PH,然后经过二次洗涤(水洗、乙醇洗涤)去除其中大量的富马酸铵,含富马酸铵的母液和洗涤水去配料,乙醇回收利用。(详细参见专利 200610037790.6)。该方案的缺点:(1) 由于富马酸是固体难溶于水,所以在调节等电时会出新结晶出来的 L- 天门冬氨酸包埋富马酸的现象;(2) 由于出现上述的包埋现象,导致洗涤用水量非常大,再加上等电母液,配料时无法完全回收利用,还是需要浓缩;(3) 生产中使用到无水乙醇洗涤,对操作人员和生产设备、现场提出了很高的安全要求。

发明内容

[0004] 本发明的目的提供一种酶法制备分离 L- 天门冬氨酸及其副产品硫酸铵的方法。

[0005] 本发明的目的可以通过以下技术方案实现:

[0006] 一种酶法制备分离 L- 天门冬氨酸及其副产品硫酸铵的方法,将富马酸铵溶液与发酵好的 L- 天门冬氨酸酶液反应转化成 L- 天门冬氨酸铵溶液,将转化液加活性炭脱色压滤后直接硫酸等电提取 L- 天门冬氨酸,离心并分别回收等电母液和沉淀,去离子水洗涤沉淀得 L- 天门冬氨酸结晶,回收洗涤液,将回收的等电母液和洗涤液分开,洗涤液回收利用作为配料水,等电母液用氨水调节至 PH = 6.0 ~ 7.0 后,直接浓缩等电母液至析出硫酸铵结晶,分离硫酸铵;浓缩母液并入下批转化液继续脱色等电提取 L- 天门冬氨酸。

[0007] 上述的酶法制备分离 L- 天门冬氨酸及其副产品硫酸铵的方法,所述的等电母液调节 PH 值后,直接浓缩到等电母液体积的 1/5 ~ 1/6 至硫酸铵结晶。所述浓缩的浓缩温度为 60 ~ 70℃。

[0008] 上述的酶法制备分离 L- 天门冬氨酸及其副产品硫酸铵的方法, 其在于离心分离硫酸铵结晶。

[0009] 上述的酶法制备分离 L- 天门冬氨酸及其副产品硫酸铵的方法, 其在于所述浓缩母液与下批转化液的体积比为 0.5 ~ 1.5 : 10。

[0010] 最初几次的等电母液盐分含量少可以直接用于配料, 这样一方面可以减少用水量、降低环保压力; 另一方面可以减少浓缩, 降低能耗。重复 3 次后, 等电母液的盐分增多, 再套用会对 L- 天门冬氨酸产品质量有影响, 所以调整等电母液的 PH 值后, 直接浓缩分离副产物硫酸铵。

[0011] 本发明的有益效果:

[0012] (1) L- 天门冬氨酸的收率可以做到 108-110% (相比于富马酸) 可以比原工艺提高 3-5%; (2) 洗涤水可以完全用于配料, 不会出现洗涤水过剩的情况; (3) 副产品硫酸铵的纯度高、结晶颗粒度均匀、色泽白, 均优于原工艺。同时可以抵消所需多用氨的成本, 甚至会有所盈余; (4) 不使用易燃易爆的无水乙醇, 降低了车间和设备的安全级别, 无需防爆要求, 降低了生产前期车间和设备的投入, 间接降低了生产成本; (5) 天门冬氨酸母液在调节 PH 后再去浓缩对浓缩设备的伤害远远小于现有酸性条件下的浓缩对设备伤害。而且不容易堵塞多效浓缩装置; (6) 硫酸铵的粒度非常好, 用离心机即可以分离, 这样则可以节省一台抽滤机做别的用途。同时用大量的水洗涤回收天冬可以省去。在节约用水的同时也大大降低了环保的浓缩压力和成本。

附图说明

[0013] 图 1 为本发明方法提取制备分离 L- 天门冬氨酸及其副产品硫酸铵工艺流程图。

具体实施方式

[0014] 实施例 1 小试试验

[0015] 将富马酸铵溶液与发酵好的 L- 天门冬氨酸酶液反应转化成 L- 天门冬氨酸铵溶液, 将转化液加活性炭脱色压滤后, 每次取一个批次的转化液 2000ml, 取样检测 L- 天门冬氨酸含量后, 等电提取 L- 天门冬氨酸, 离心并分别回收等电母液和沉淀; 去离子水洗涤可溶性杂质离子, 回收洗涤液作为配料水重复利用, 固体直接烘干得 L- 天门冬氨酸结晶。检测等电母液后, 将其用氨水调节 PH = 6.0-7.0, 直接浓缩到母液体积的 1/5 ~ 1/6 析出大量结晶, 抽滤分离硫酸铵, 硫酸铵烘干后检测 L- 天门冬氨酸残留。浓缩母液并入下批转化液继续脱色等电提取 L- 天门冬氨酸。套用的浓缩母液与转化液的体积比为 0.5 ~ 1.5 : 10。

[0016] 每次的转化液的检测结果; 等电提取 L- 天门冬氨酸的终点、硫酸用量、得到的 L- 天门冬氨酸的质量检测结果、等电母液的检测结果、氨水调节等电母液的 PH 值时的氨水用量、等电母液的浓缩温度和最终体积和副产物硫酸铵的质量检测结果见表 1。

[0017] 表 1 检测结果

[0018]

日期		20111019	20111022	20111026	20111028	20111101	20111103
转化液	体积 (ml)	2000	2000	2000	2000	2000	2000
	L-天门冬氨酸含量(%)	20.6 (检测的平均值)					
	Be	11.8	13.1	12.8	13.0	13.1	13.5
	PH	7.2	6.88	6.68	7.01	6.93	6.88
	套用母液 (ml)		175	180	165	160	155
	温度(°C)	72	72	72	72	72	72
等电	终点 PH	2.93	2.83	2.83	2.92	2.90	2.98
	硫酸用量 (ml)	99	105	100	105	105	110
成品	重量 (g)	398	413	415	415.5	415.5	415
	旋光	25.0	25.5	25.24	25.8	25.3	25.5
	透光(%)	98.0	98.5	98.2	98.1	97.8	98.0
等电母液	体积 (ml)	1420	1630	1550	1510	1590	1600
	Be	12.2	14.0	13.8	13.3	13.4	13.8
	PH	2.94	2.93	2.89	3.02	2.98	2.98
	温度(°C)	16	16	16	16	16	16
氨调	氨水用量 (ml)	29	34	38	35	40	35
	PH	7.0	6.4	6.82	6.96	6.70	6.31
浓	温度(°C)	64	64	64	64	64	64
缩	最终体积 (ml)	275	320	300	300	300	300
硫酸铵	重量 (g)	149	225	237.5	245	243	245
	L-天门冬氨酸残留(%)	0.31	0.41	0.40	0.42	0.38	0.46
	含量(%)	97.4	98.3	96.8	97.2	96.5	96.3

[0019]

[0020] 现有工艺方案一所提取的副产物硫酸铵含量一般在 80% -85%，含有较多的 L-天门冬氨酸，质量较差。

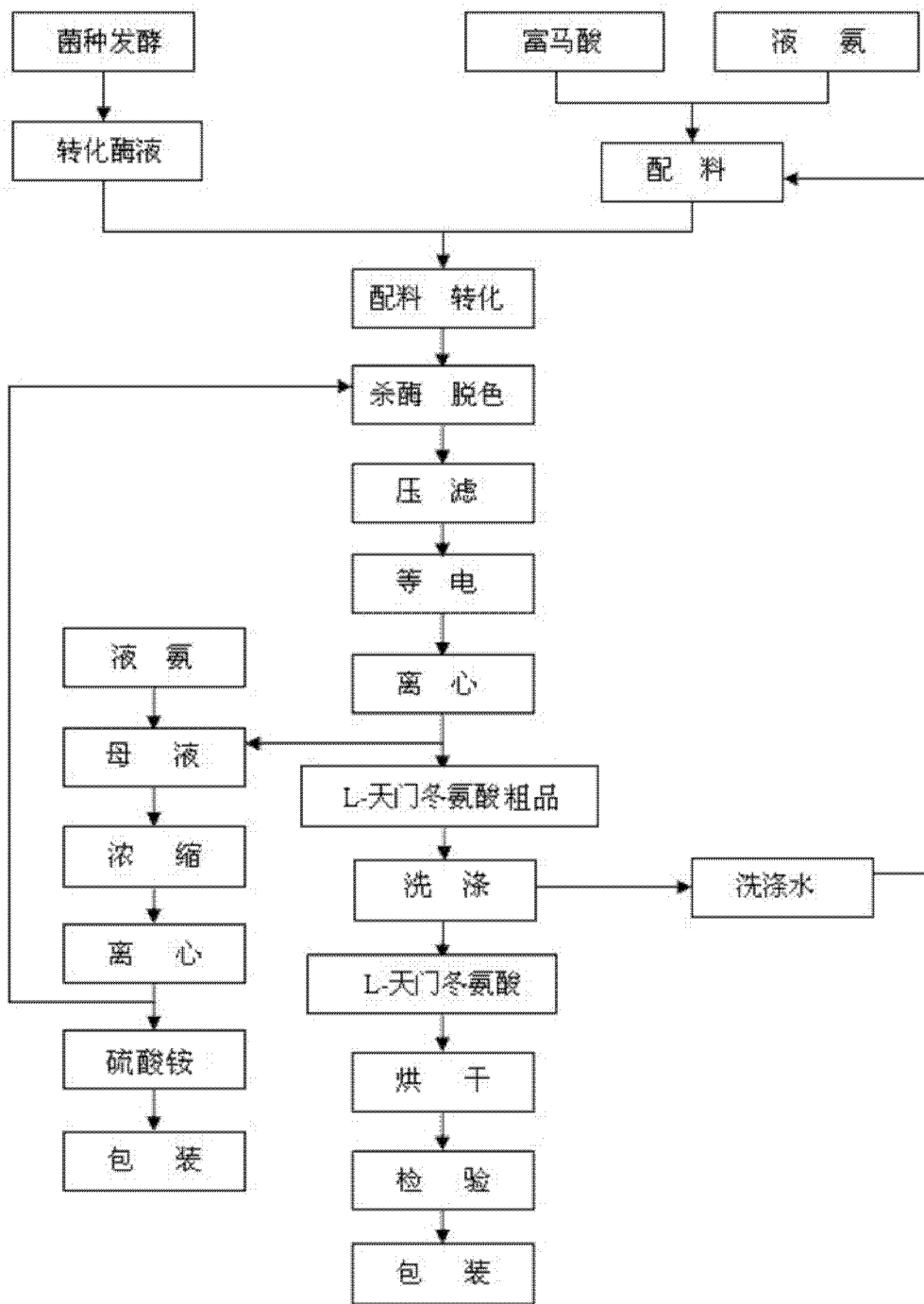


图 1