

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 570 964**

51 Int. Cl.:

A23L 33/175 (2006.01)

A61K 31/198 (2006.01)

A23K 20/142 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **26.02.2009** **E 09713714 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **13.04.2016** **EP 2257190**

54 Título: **Solución acuosa mixta de L-lisina y L-treonina**

30 Prioridad:

29.02.2008 WO PCT/IB2008/001889

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

23.05.2016

73 Titular/es:

AJINOMOTO EUROLYSINE S.A.S. (100.0%)
153 rue de Courcelles
75817 Paris Cedex 17, FR

72 Inventor/es:

CROMBEZ, MATHILDE;
LEFEBVRE, FRANÇOIS;
CHIKAMORI, TAKEHIKO;
LE TUTOUR, LOÏC;
TORIDE, YASUHIKO y
FUKE, ICHIRO

74 Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

ES 2 570 964 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Solución acuosa mixta de L-lisina y L-treonina

Campo técnico

5 La presente invención se refiere a una solución acuosa mixta de L-lisina y L-treonina que consiste esencialmente de L-lisina, L-treonina y agua y se usa como ingrediente para piensos o similares.

Antecedentes de la técnica

10 Una solución acuosa basada en L-lisina ya es conocida como ingrediente de los alimentos que contiene un aminoácido (véase documento de patente N° 1). También es conocido que al añadir un ión ácido como el ión sulfato a la solución acuosa de base de L-lisina para aumentar la solubilidad de la L-lisina en ésta, se puede obtener una solución acuosa estable de base de L-lisina en la que no precipitan cristales (véase documento de patente N° 2). Además, es sabido que por electrodialisis de la solución acuosa de base de L-lisina para eliminar los contra aniones, se puede obtener una solución acuosa de base de L-lisina altamente pura (véase documento de patente N° 3).

15 Además, se prefiere que una forma de producto que contiene un aminoácido para uso en piensos sea líquida, debido al hecho de que la forma líquida es más práctica en el manejo durante su adición al pienso y a que la uniformidad de la mezcla se puede alcanzar más fácilmente. De hecho, los aminoácidos en forma líquida son ahora ampliamente utilizados en la industria de piensos. Si el pienso se distribuye en forma líquida, generalmente se prefiere que el contenido de aminoácidos sea elevado, lo que supone más bajo contenido en agua por las siguientes razones: 1) Coste de transporte más bajo 2) menor riesgo de desarrollo microbiano durante el almacenamiento de pienso después de la mezcla 3) más adecuado para formulaciones de pienso con alta densidad de nutrientes. Por ejemplo, la solución acuosa de base de L-lisina se distribuye a concentraciones ligeramente por debajo del punto de saturación para obtener la concentración máxima sin riesgo de la precipitación de cristales.

20 Además, el documento WO 03/071878 describe un suplemento de pienso para aumentar el nivel de aminoácidos en plasma de los animales, que incluye pienso y base de lisina líquida, donde la base de lisina líquida tiene una concentración entre aproximadamente 45% y aproximadamente 55%, y un nivel de pH entre aproximadamente 9,5 y aproximadamente 10,5. El documento EP 1 068 804 describe un método para preparar polvo seco polvo de lisina, que puede ser empleado en pienso o premezcla.

25 Por otra parte, también es deseado un ingrediente de pienso líquido que contenga L-treonina, pero todavía no se ha utilizado en la práctica.

[Documento de Patente N° 1]

30 Patente Europea EP 111628 B.

[Documento de Patente N° 2]

Patente Europea EP 1035109 B.

[Documento de Patente N° 3]

FR 2822396 B.

35 Descripción de la invención

Ya que la L-treonina tiene baja solubilidad a diferencia de la L-lisina, una solución que contiene solo L-treonina tiende a contener una elevada cantidad de agua, lo cual implica costes más altos de transporte y riesgo más elevado de desarrollo microbiano. Es un objeto de la invención proporcionar una solución acuosa mixta de L-lisina y L-treonina con una concentración total elevada de los dos aminoácidos, que puede ser preparada, vendida, distribuida, almacenada y utilizada en condiciones estables.

La presente invención comprende los siguientes aspectos:

- 1) Una solución acuosa mixta de L-lisina y L-treonina que consiste esencialmente en L-lisina, L-treonina y agua tal y como se indica en la reivindicación 1, donde dicha solución tiene una viscosidad de 3.300 mPa·s (cp) o menor medida a 20 °C y un pH de 11,3, donde la solución acuosa mezcla tiene un pH de 10-13, una concentración de L-treonina en la solución acuosa mixta es 40 g/100 g de agua o más, una concentración de L-lisina en la solución acuosa mixta es de 191 g/100 g de agua o menos, y una concentración total de L-lisina y L-treonina en la solución acuosa mixta es 70 g/100 g o más.
- 2) La solución acuosa mixta de L-lisina y L-treonina de aspecto (1), donde las concentraciones de L-lisina y L-treonina en la solución acuosa mixta están dentro de la región delimitada por la línea de la L-lisina, la línea de la L-treonina, el eje vertical y el eje horizontal en el diagrama de solubilidad mutua de L-lisina y L-

treonina medidas a 20 °C siempre que dicha región no incluya la línea de la L-lisina, la línea de L-treonina, el eje vertical y el eje horizontal.

- 3) La solución acuosa mixta de L-lisina y L-treonina de aspecto (1), donde las concentraciones de L-lisina y L-treonina en la solución acuosa mixta están dentro de la región delimitada por la línea de L-lisina, la línea de L-treonina, el eje vertical y el eje horizontal en el diagrama de solubilidad mutua de L-lisina y L-treonina medido a -5 °C siempre que dicha región no incluya la línea de la L-lisina, la línea de L-treonina, el eje vertical y el eje horizontal.
- 4) La solución acuosa mixta de L-lisina y L-treonina de uno cualquiera de los puntos (1)-(3), que presenta una viscosidad de 2.000 mPa·s (cp) o menor medida a 20 °C y a un pH de 11,3.
- 5) La solución acuosa mixta de L-lisina y L-treonina de uno cualquiera de los puntos (1)-(4), que presenta una concentración total de L-lisina y L-treonina en la solución acuosa mixta de 100 g/100 g de agua o más.
- 6) La solución acuosa mixta de L-lisina y L-treonina de uno cualquiera de los puntos (1)-(5), que se prepara utilizando soluciones derivadas de una solución de fermentación de L-lisina y/o L-treonina o una solución tratada de los mismos.
- 7) Un ingrediente de pienso donde se formula una solución acuosa mixta de L-lisina y L-treonina de uno cualquiera de los puntos (1)-(6).
- 8) Un método para preparar una solución acuosa mixta de L-lisina y L-treonina que consiste esencialmente en L-lisina, L-treonina y agua, estando dicho método de acuerdo con la reivindicación 8 aneja.
- 9) Un método para preparar una solución acuosa mixta de L-lisina y L-treonina que consiste esencialmente en L-lisina, L-treonina y agua, estando dicho método de acuerdo con la reivindicación 9 aneja.
- 10) Uso de una solución acuosa mixta de L-lisina y L-treonina de acuerdo con cualquiera de los puntos (1)-(6) para la preparación de pienso.

De acuerdo con la presente invención, se puede poner en uso práctico una solución acuosa mixta de L-lisina y L-treonina que es estable y concentrada, fácil de manejar por su baja viscosidad y así puede aplicarse a compuestos alimenticios.

Breve descripción de los dibujos

Figura 1 muestra un diagrama de solubilidad mutua de L-lisina y L-treonina a 20 °C y pH 11,3.

Figura 2 muestra un diagrama de solubilidad mutua de L-lisina y L-treonina a -5 °C y pH 12.

Figura 3 muestra la dependencia de la temperatura de la solubilidad mutua de L-lisina y L-treonina.

Mejor modo de realizar la invención

La L-lisina y L-treonina utilizadas en la presente invención como materiales de partida pueden ser una solución acuosa que contiene cada aminoácido o cristales de cada aminoácido, o alternativamente una solución mixta de L-lisina y L-treonina o cristales mixtos de L-lisina y L-treonina. Generalmente, el origen de los aminoácidos anteriores no está restringido a uno específico, pero desde el punto de vista de seguridad fisiológica o similares, es preferible que los aminoácidos como materia prima sean preparados utilizando un método de fermentación o un método enzimático, siendo dicho material purificado antes de su uso. La pureza de la L-lisina como material de partida es preferentemente del 95% o mayor en materia seca mientras que la pureza de L-treonina como material de partida es preferentemente 98,5% o mayor en materia seca. Además, estos materiales de partida pueden contener minerales tales como potasio, magnesio, calcio etc., pero la cantidad total de minerales es preferiblemente de 2.400 ppm o menor. Esto es para que el riesgo de precipitación de minerales pueda ser minimizado. La solución mixta de L-lisina y L-treonina de acuerdo con la presente invención es generalmente utilizada en un intervalo de temperaturas de -5 a 60 °C. Los expertos en la técnica pueden determinar dicha temperatura para el producto de la presente invención considerando la temperatura de fabricación, la temperatura de la zona donde el producto es vendido y distribuido, la temperatura de almacenamiento y la temperatura de utilización para mantener la solución mixta en el estado estable en el que las sustancias insolubles como cristales no estén precipitadas. Si fuese necesario, un depósito de almacenamiento con camisa aislante puede ser utilizado para evitar la precipitación. Generalmente, la solución mixta es distribuida y utilizada a temperaturas entre -5 °C y temperatura ambiente, aproximadamente 20 °C, y es preferible no utilizarla a -5 °C o menos desde el punto de vista de la precipitación de cristales y es preferible no utilizarla a 60 °C o más desde el punto de vista de generación de material descompuesto por reacción del amino-carbonilo, dicha reacción ocurre especialmente si el material de partida es preparado utilizando un método de fermentación o un método enzimático. En relación con esto, ha sido confirmado que si la solución mixta saturada con L-lisina y L-treonina a -5 °C es calentada a temperatura más alta, no precipitan sustancias insolubles como cristales.

Como se ha mencionado más arriba, aunque la solución mixta de L-lisina y L-treonina de acuerdo con la presente invención es normalmente utilizada en el intervalo de -5 a 60 °C, el valor de la solubilidad mutua de la solución mixta saturada con ambos L-lisina y L-treonina se incrementa con un aumento de la temperatura. En relación con esto, los valores de solubilidad mutua a la temperatura entre -5 y 20 °C pueden ser estimados a partir de aquellos a -5 °C y 20 °C como se muestra en la Fig. 3. Ya que pH 11,3 (20 °C) y pH 12 (-5 °C) están muy cerca uno de otro, estos valores de pH son considerados los mismos valores que en la preparación de la Fig.3.

El intervalo de pH de la solución mixta de L-lisina y L-treonina de acuerdo a la presente invención está restringido a valores de 10 a 13. Un pH menor de 10 no es aconsejable debido a la baja solubilidad de la L-treonina y un pH superior a 13 no es adecuado por la dificultad de manejo cuando se emplea la solución mixta como ingrediente de piensos (i. e. es designado como material peligroso). A pesar de que una variación de pH entre 10 y 13 va acompañada por una variación de la solubilidad mutua y una variación de la viscosidad, un diagrama de solubilidad mutua es fácilmente preparado de acuerdo con el método descrito en la presente memoria descriptiva.

Con el fin de controlar el valor de pH, un metal alcalino o un metal alcalinotérreo tal como sosa caustica, potasa caustica o similares son utilizados en el caso de tener que añadir una base a la solución, y ácido sulfúrico, ácido acético o similares son utilizados en el caso de tener que añadir un ácido a la solución.

La concentración total de L-lisina y L-treonina en la solución acuosa de mixta de 70 g/100 g de agua o más, da lugar a una solución alimenticia que contiene un elevado nivel de L-lisina y L-treonina.

Como se describe abajo, los presentes inventores han encontrado recientemente que en la solución mixta de L-lisina y L-treonina de acuerdo con la presente invención, la viscosidad de la misma cambia significativamente dependiendo si o no la concentración de la L-lisina es más alta que la línea de la L-lisina. En dicha solución mixta, desde el punto de vista de la trabajabilidad y similares se ha elegido en la presente invención que la viscosidad de la misma medida a 20 °C y a un pH de 11,3 sea 3.300 mPa·s (cp) o menor, preferiblemente 3.000 cp o menor. Además, desde el punto de vista de la distribución, almacenamiento y similares es preferible que la viscosidad de la misma a -5 °C sea 3.300 cp o menor, preferiblemente 3.000 cp o menor. Es decir, manteniendo la viscosidad de la solución mixta a 3.000 cp o menor, la estabilidad de la solución mixta para la distribución y almacenamiento puede ser más fácilmente incrementada. Por lo tanto, se entiende que se prefiere 3.300 cp o menor, 3.000 cp o menor es más preferido.

Como ejemplo de diagrama de solubilidad mutua a temperatura ambiente, por ejemplo como se muestra en la figura 1 en relación con el ejemplo 1, una línea de L-lisina puede ser especificada como $Y=0,895X+228$ y una línea de L-treonina puede ser especificada como $Y=2,06X-173$ a 20 °C y pH 11,3.

Como ejemplo de una solución mixta dentro del alcance de la presente invención, una solución mixta que contiene 191 g/100 g de agua de L-lisina y 40 g/100 g de agua de L-treonina, que son concentraciones ligeramente inferiores a la línea de L-lisina, no precipita ningún cristal, tiene una viscosidad de 2.519 cp y es una solución estable presentando una excelente manejabilidad.

Por otra parte, como ejemplo de una solución mixta fuera del alcance de la presente invención, una solución mixta conteniendo 154 g/100 g de agua de L-lisina y 95 g/100 g de L-treonina, que son concentraciones más elevadas que la línea de L-lisina, precipita cristales que contienen L-lisina en forma de gel, tiene una viscosidad que alcanza hasta 11.081 cp y es un líquido completamente incontrolable.

Como ejemplo de diagrama de solubilidad mutua a temperatura más baja, por ejemplo como se muestra en las Fig. 2 en relación con el ejemplo 2, una línea de la L-lisina puede ser especificada como $Y=-1,94X+215$ y una línea de la L-treonina puede ser especificada como $Y=1,99X-147$ a -5 °C y pH 12.

Como ejemplo de una solución mixta dentro del alcance de la presente invención, una solución mixta conteniendo 60 g/100 g de agua de L-lisina y 76 g/100 g de agua de L-treonina, que son concentraciones ligeramente menores que la línea de la L-lisina, no precipita ningún cristal, tiene una viscosidad de 2.361 cp y es una solución estable presentando una excelente manejabilidad a -5 °C.

Por otra parte, como ejemplo de una solución mixta fuera del alcance de la presente invención, una solución mixta que contiene 110 g/100 g de agua de L-lisina y 60 g/100 g de agua de L-treonina, que son concentraciones más elevadas que la línea de la L-lisina, precipita cristales que contienen L-lisina que cuajan en forma de gel, tiene una viscosidad que alcanza 6.469 cp y es un líquido completamente incontrolable.

En la zona derecha de la línea de la L-treonina en la cual la solución contiene gran cantidad de L-treonina, precipitan cristales que contienen L-treonina en el fondo de la solución.

En la presente invención, desde el punto de vista de manejabilidad como, por ejemplo, permitir rociar la solución cuando se mezcla con piensos, es preferible que la viscosidad de la solución mezcla sea de 2.000 cp o menor a la temperatura especificada entre -5 °C y 60 °C, por ejemplo 60 °C, particularmente 20 °C.

Asimismo, desde el punto de vista de la reducción del contenido de agua, es decir: 1) coste más bajo de transporte 2) riesgo más bajo de desarrollo microbiano durante el almacenamiento del pienso después de mezclar 3) más adecuado para formulaciones de piensos con elevada densidad de nutrientes, es preferible que la concentración total de L-lisina y L-treonina sea 100 g/100 g de agua o más en la solución acuosa mixta.

5 Por ejemplo, el diagrama de solubilidad mutua anterior utilizado en las presentes invenciones se puede determinar como sigue.

10 Mediante el uso de un método en el que la L-treonina es añadida a una solución saturada de L-lisina a pH y temperatura predeterminados o la L-lisina es añadida a una solución saturada de L-treonina a pH y temperatura predeterminados, o un método que comprende concentrar o enfriar una solución acuosa mixta de L-lisina y L-treonina teniendo una variedad de proporciones de mezcla, preparada a pH y temperatura predeterminados para precipitar cristales, los cristales resultantes son separados de las aguas madres y entonces se traza un diagrama de solubilidad representando la concentración de L-lisina en las aguas madres en el eje horizontal y la concentración de la L-treonina en las aguas madres en el eje vertical. Una línea obtenida mediante aproximación lineal de los puntos de saturación en los cuales la L-lisina en forma de gel precipita se define como "línea de L-lisina" y la línea obtenida mediante aproximación lineal de los puntos de saturación en los cuales la L-treonina en forma de agujas precipita se define como "línea de L-treonina" en el diagrama de solubilidad mutua. Los datos de solubilidad mutua a pH 11,3 y 20 °C, y a pH 12 y -5 °C se muestran en las siguientes tablas.

Tabla 1: solubilidad mutua de L-lisina y L-treonina a pH 11,3 y 20 °C

No.	Lis [g/100g de agua]	Treo [g/100g de agua]	Observaciones
1	241	0	Línea de lisina
2	224	0	
3	191	40	
4	143	73	
5	154	95	
6	129	106	
7	113	137	
8	0	81	Línea de treonina
9	0	87	
10	61	117	
11	64	118	
12	85	122	
13	88	125	

20 Tabla 2. Solubilidad mutua de L-lisina y L-treonina a pH 12 y -5 °C

No.	Lis [g/100g de agua]	Treo [g/100g de agua]	Observaciones
1	213	0	Línea de lisina
2	110	60	
3	60	76	
4	0	74	Línea de treonina
5	38	93	

ES 2 570 964 T3

De acuerdo con el diagrama de solubilidad mutua anterior, en la presente invención, se ha elegido desde el punto de vista de la manejabilidad que la concentración total de L-lisina y L-treonina sea 70 g/100 g de agua o más, y preferiblemente 100 g/100 g de agua o más.

- 5 La viscosidad fue medida utilizando un viscosímetro rotacional (Rheomat RM 180, Mettler Toledo) y el sistema de medida DIN 53019 respecto a las soluciones saturadas de L-lisina conteniendo L-treonina en concentraciones predeterminadas, soluciones saturadas de L-treonina conteniendo concentraciones predeterminadas de L-lisina y soluciones mixta de L-lisina y L-treonina a concentraciones predeterminadas. Los datos de las soluciones mezcla a pH 11,3 y 20 °C, y pH 12 y -5 °C se muestran en las siguientes tablas.

- 10 Tabla 3: viscosidad de las soluciones mixta de L-lisina y L-treonina a pH 11,3 y 20 °C

No.	Lis [g/100g de agua]	Treo [g/100g de agua]	Viscosidad [cp]
1	224	0	614
2	191	40	2.519
3	143	73	49
4	154	95	11.081
5	129	106	2.216
6	113	137	3.762
7	0	81	27
8	0	87	30
9	61	117	592
10	85	122	1.160
11	88	125	1.488
13	53	54	63
14	53	53	64
15	53	53	74
17	40	78	94
18	39	85	110
19	121	52	312
20	120	51	329
21	122	61	484
22	158	0	156
23	199	0	386
24	254	0	1.054

Tabla 4: viscosidad de las soluciones mixta de L-lisina y L-treonina a pH 12 y -5 °C

No.	Lis [g/100g de agua]	Treo [g/100g de agua]	Viscosidad [cp]
1	213	0	10.774
2	110	60	6.469
3	60	76	2.361
4	0	74	139
5	38	93	2.826
6	55	55	415
7	86	43	772
8	164	22	3.260

5 Así, ya que la solubilidad mutua puede ser identificada, la solución acuosa mixta de L-lisina y L-treonina teniendo una viscosidad de 3.300 cp o menor puede ser obtenida si el pH se determina que esté entre 10 y 13, la concentración total de L-lisina y L-treonina se determina que sea 70 g/100 g de agua o más y la concentración de L-treonina se determina que sea una concentración específica dentro del área de la solubilidad mutua.

La solución acuosa mixta de L-lisina y L-treonina de acuerdo con la presente invención puede ser empleada como ingrediente en alimentación animal.

10 Una solución preparada utilizando una proporción de mezcla apropiada de L-lisina y L-treonina (por ejemplo, 25 wt. % de L-treonina y 25 wt.% de L-lisina) se añade normalmente en una cantidad de aproximadamente 1 a 5 Kg en una tonelada de alimento animal utilizando una boquilla de pulverización. Teniendo en cuenta que los dos aminoácidos necesarios se añaden de una manera precisa y fácil mezclando solo una vez, es de esperar que sea más útil como ingrediente del pienso que una solución acuosa o cristales granulados secos, conteniendo solo L-lisina o L-treonina.

15 La presente invención se explicará con más detalle con referencia a los siguientes ejemplos específicos en los que el análisis de L-lisina y L-treonina fue realizado por el método oficial AOAC 999,13 (AOAC Métodos Oficiales de Análisis (2005)- Alimentación animal, Capítulo 4, p20-24).

Ejemplos

Ejemplo 1: Ejemplo a 20 °C y pH 11,3

20 Una cantidad de 763,69 g de solución de L-lisina 50% y una cantidad de 50,12 g de cristales de L-treonina, que fueron obtenidos de una fuente comercial (Ajinomoto Eurolysine S.A.S., (50% L-Lisina; Lot 6256), (L-Treonina; Lot 6255)), fueron mezclados en un vaso de precipitado de 1L. Una cantidad de 61,83 g de sosa caustica 50% (hidróxido sódico sólido; Merck KGaA, grado reactivo (pureza > 99%)) fue entonces añadida para ajustar el pH a 11 a temperatura ambiente. Esta solución se concentró aproximadamente 1,6 veces mediante el empleo de un rotavapor (presión: 100 mbar, temperatura del baño de agua: 60 °C). Como resultado se observó la precipitación de cristales. El lodo líquido fue agitado durante la noche a temperatura ambiente (20 °C) de esta forma la solución saturada no se convierte en súper saturada. Luego, la solución saturada y los cristales fueron separados a 20 °C por centrifugación a 4.000 rpm durante 30 min (J2-21 M/E-Beckman, rotor JA-14). La viscosidad y los contenidos de L-lisina, L-treonina, sodio, y agua en la solución saturada fueron medidos mediante análisis bajo las siguientes condiciones:

Contenido en L-Lisina: Analizador de aminoácidos AMINOTAC JLC-500/V (JEOL)

Contenido en L-Treonina: Analizador de aminoácidos AMINOTAC JLC-500/V (JEOL)

Viscosidad: Viscosímetro rotacional (Rheomat RM 180 Mettler Toledo) y el sistema de medida DIN 53019

Contenido en Sodio: Cromatografía Iónica DX320 (DIONEX)

35 Contenido en Agua: Secado en un horno a 105 °C durante una noche

Después, el contenido de L-lisina y L-treonina en la solución saturada se representaron en un gráfico. Hay tres zonas con cristales precipitados en la solución saturada, la región que contiene solo L-Lisina, la región que contiene ambos L-lisina y L-treonina, la región que contiene solo L-treonina. Y si los cristales separados correspondientes a la solución saturada se señalasen como L-lisina, estos gráficos se definirían como línea de L-lisina en una línea recta. Y si los cristales separados correspondientes a la solución saturada se señalasen como L-treonina, estos gráficos se definirían como línea de L-treonina en una línea recta.

Ejemplo 2: Ejemplo a -5 °C y pH 12

Una cantidad de 514,20 g de solución de L-lisina, que tenía una concentración de L-lisina de 61,46% y un pH que fue ajustado a 10,98 a 20 °C, y una cantidad de 441,79 g de solución de L-treonina, que tenía una concentración de L-treonina de 42,93% y un pH que fue ajustado a 11,02 a 20 °C, fueron mezclada en un vaso de precipitado de 1L. La solución de L-lisina 61,46% fue obtenida de una fuente comercial (Ajinomoto Eurolysine S.A.S., (50% L-lisina; Lote 6256)) después de evaporación utilizando un rotavapor (presión: 100 mbar, temperatura del baño de agua: 60 °C) y la solución de L-treonina 42,93% también se obtuvo de la misma casa comercial (Ajinomoto Eurolysine S.A.S., (L-treonina; Lote 7158)). La solución resultante mixta de L-lisina y L-treonina fue agitada a temperatura ambiente durante una noche y enfriada a -5 °C. La solución se mantuvo a -5 °C bajo agitación durante 48 horas, y luego en condiciones estáticas durante una noche. Como resultado se observó precipitación de cristales. Luego, la solución saturada y los cristales fueron separados a -5 °C por centrifugación a 4.000 rpm durante 30 min (J2-21 M/E-Beckman, rotor JA-14). La viscosidad y el contenido de L-lisina, L-treonina, sodio, y agua en las soluciones saturadas fueron medidas por análisis bajo las siguientes condiciones:

Contenido en L-Lisina: Analizador de aminoácidos AMINOTAC JLC-500/V (JEOL)

Contenido en L-Treonina: Analizador de aminoácidos AMINOTAC JLC-500/V (JEOL)

Viscosidad: Viscosímetro rotacional (Rheomat RM 180 Mettler Toledo) y el sistema de medida DIN 53019

Contenido en Sodio: Cromatografía Iónica DX320 (DIONEX)

Contenido en Agua: Secado en un horno a 105 °C durante una noche

Luego, los contenidos de L-lisina y L-treonina en la solución saturada se representaron en el gráfico. Hay tres regiones con cristales precipitados en la solución saturada, la región que contiene L-lisina sola, la región que contiene ambos L-lisina y L-treonina, la región que contiene L-treonina solo. Si los cristales separados correspondientes a la solución saturada se asignasen a la L-lisina como gel, estos gráficos se definirían como la línea de L-lisina en una línea recta. Y si los cristales separados correspondientes a la solución saturada se asignasen a la L-treonina como agujas, estos gráficos se definirían como la línea de L-treonina en una línea recta.

Aplicabilidad industrial

La presente invención es una solución acuosa mixta de L-lisina y L-treonina que es estable y concentrada, ya que tiene buena manejabilidad y por ello puede ser utilizada como ingrediente en piensos.

REIVINDICACIONES

1. Una solución acuosa mixta de L-lisina y L-treonina que consiste esencialmente en L-lisina, L-treonina y agua, donde dicha solución tiene una viscosidad de 3.300 mPa·s (3.300 cp) o menor medida a 20 °C y a un pH de 11,3, donde la solución acuosa mixta tiene un pH de 10-13, una concentración de L-treonina en la solución acuosa mixta es 40 g/100 g de agua o más, una concentración de L-lisina en la solución acuosa mixta es 191 g/100 g de agua o menos, y una concentración total de L-lisina y L-treonina en la solución acuosa mezcla de 70 g/100 g de agua o más.
2. La solución acuosa mixta de L-lisina y L-treonina de acuerdo con la reivindicación 1, donde las concentraciones de L-lisina y L-treonina en la solución acuosa mixta están dentro de la región delimitada por la línea de L-lisina, la línea de L-treonina, el eje vertical y el eje horizontal en el diagrama de solubilidad mutua de L-lisina y L-treonina medida a 20 °C a condición de que dicha región no incluya dicha línea de la L-lisina, la línea de la L-treonina, el eje vertical y el eje horizontal.
3. La solución acuosa mixta de L-lisina y L-treonina de acuerdo con la reivindicación 1, donde las concentraciones de L-lisina y L-treonina en la solución acuosa mixta están dentro de la región delimitada por la línea de L-lisina, la línea de L-treonina, el eje vertical y el eje horizontal en el diagrama de solubilidad mutua de L-lisina y L-treonina medida a -5 °C a condición de que dicha región no incluya dicha línea de la L-lisina, la línea de la L-treonina, el eje vertical y el eje horizontal.
4. La solución acuosa mixta de L-lisina y L-treonina de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1-3, que tiene una viscosidad de 2.000 mPa·s (2.000 cp) o menor medida a 20 °C y a un pH de 11,3.
5. La solución acuosa mixta de L-lisina y L-treonina de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1-4, que tiene una concentración total de L-lisina y L-treonina en la solución acuosa mezcla de 100g/100g de agua o más.
6. La solución acuosa mixta de L-lisina y L-treonina a acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1-5, que se prepara usando soluciones derivadas de una solución de fermentación de L-lisina y/o L-treonina o una solución tratada de las mismas.
7. Un ingrediente de piensos que consiste en una solución acuosa mixta de L-lisina y L-treonina de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1-6.
8. Un método para preparar una solución acuosa mixta de L-lisina y L-treonina que consiste esencialmente en L-lisina, L-treonina y agua, comprendiendo dicho método las etapas de:
 - i. crear una expresión de la solubilidad mutua a un pH y una temperatura especificados; y
 - ii. en la base a la información de dicha etapa (i), preparar una solución acuosa mixta de L-lisina, L-treonina y agua de forma que la solución acuosa mixta tenga una viscosidad de 3.300 mPa·s (3.300 cp) o menor medida a 20 °C y a un pH de 11,3, donde la solución acuosa mixta tiene un pH de 10-13, una concentración de L-treonina en la solución acuosa mixta es 40 g/100 g de agua o más, una concentración de L-lisina en la solución acuosa mixta es 191 g/100 g de agua o menor, y una concentración total de L-lisina y L-treonina en la solución acuosa mixta es 70 g/100 g de agua o más.
9. El método de acuerdo con la reivindicación 8, donde la etapa (i) comprende crear una expresión de solubilidad mutua a 20 °C y un pH de 11,3, donde la línea de la L-lisina puede estar especificada como $Y = -0,895X + 228$ y la línea de la L-treonina puede estar especificada como $Y = 2,06X - 173$, donde Y representa la concentración de la L-lisina y X representa la concentración de la L-treonina.
10. Uso de una solución acuosa mixta de L-lisina y L-treonina de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1-6 en la preparación de piensos.

Figura 1

Diagrama de solubilidad mutua de L-lisina y L-treonina a 20 °C y un pH de 11,3.

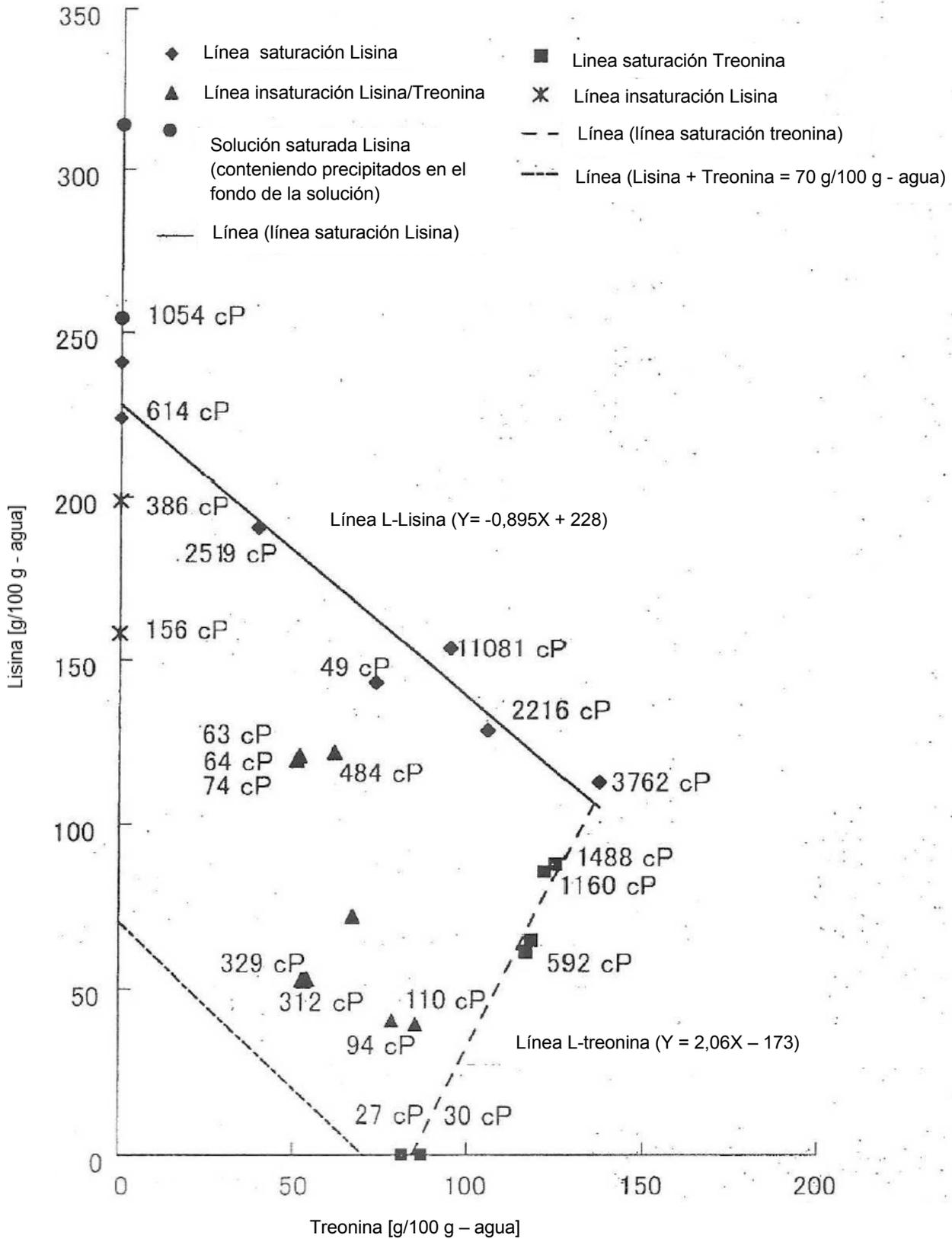


Figura 2

Diagrama de solubilidad mutua de L-lisina y L-treonina a -5 °C y pH 12

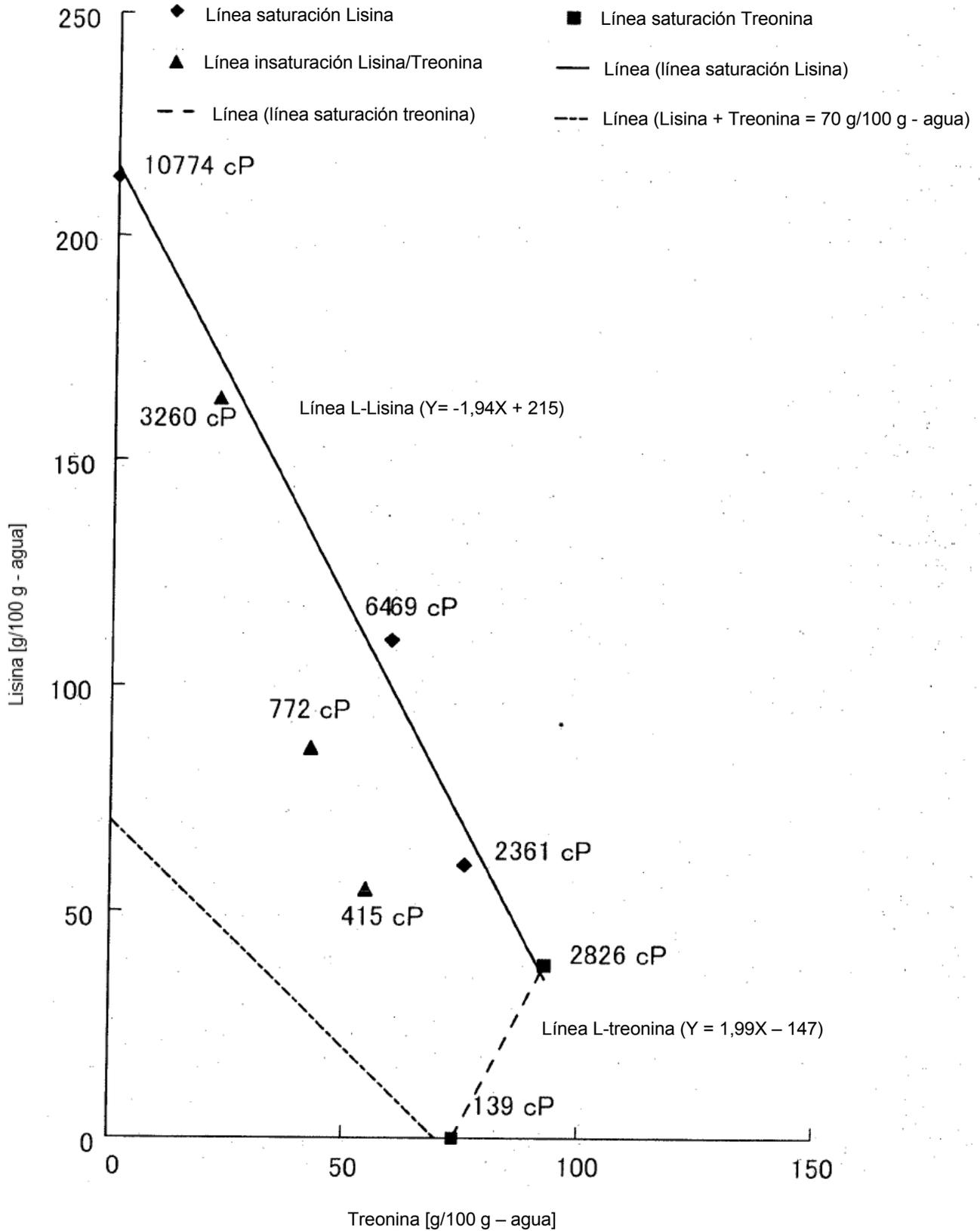


Figura 3

Dependencia de la temperatura de la solubilidad mutua de L-Lisina y L-Treonina

