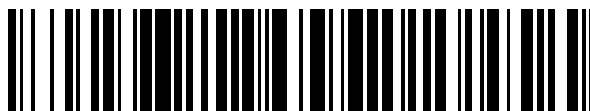


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 392 849**

51 Int. Cl.:

**B01D 53/14** (2006.01)

**C07C 319/20** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **05766105 .0**

96 Fecha de presentación: **07.07.2005**

97 Número de publicación de la solicitud: **1768764**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **04.04.2007**

54 Título: **Procedimiento para la purificación de corrientes gaseosas de CO2**

30 Prioridad:

**22.07.2004 DE 102004035465**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:

**14.12.2012**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:

**14.12.2012**

73 Titular/es:

**EVONIK DEGUSSA GMBH (100.0%)  
Rellinghauser Strasse 1-11  
45128 Essen, DE**

72 Inventor/es:

**HASSELBACH, HANS-JOACHIM;  
VANROBAEYS, JOSE y  
KÖRFER, MARTIN**

74 Agente/Representante:

**LEHMANN NOVO, María Isabel**

**ES 2 392 849 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**

Procedimiento para la purificación de corrientes gaseosas de CO<sub>2</sub>

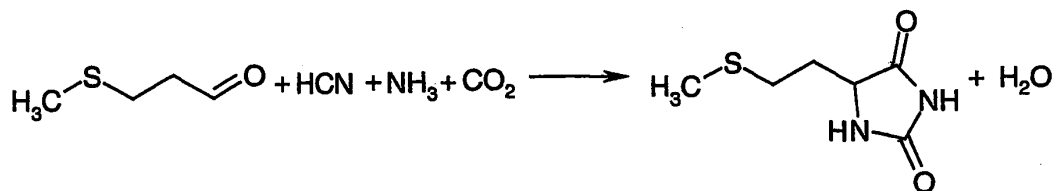
5 La invención se refiere a un procedimiento para la purificación de corrientes de gas de escape de CO<sub>2</sub> de compuestos químicos y a la recirculación de las corrientes gaseosas purificadas al proceso de producción.

Gases de escape de este tipo aparecen, en particular, en la preparación de metionina y, junto a metilmercaptano, contienen, por lo general, también amoníaco, ácido cianhídrico y vapor de agua.

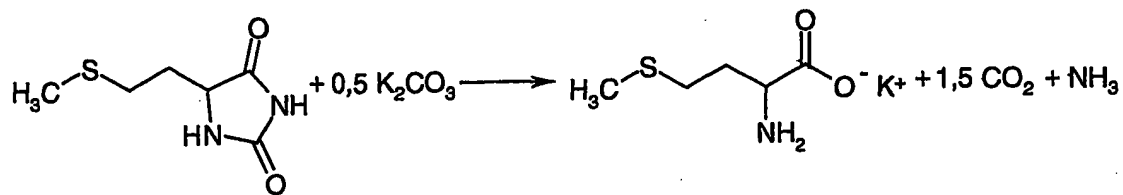
10 Un proceso de metionina de este tipo se describe, por ejemplo, en los documentos EP-B 0780370 = US 5.770.769 y US 5990349.

Las etapas del proceso en las que se basan se pueden explicar como sigue:

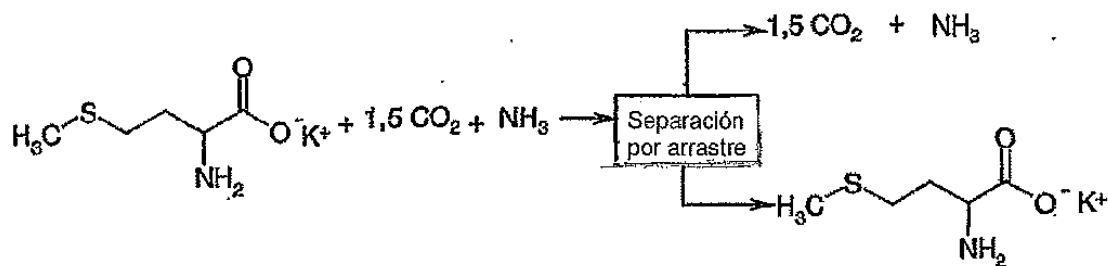
15 Etapa 1: Formación de 5-(2-metilmercapto)hidantoína



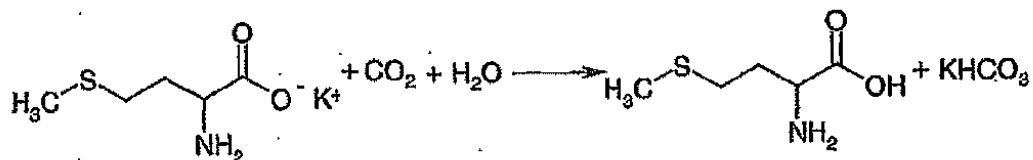
Etapa 2: Hidrólisis de la hidantoína bajo formación de la sal de potasio de metionina



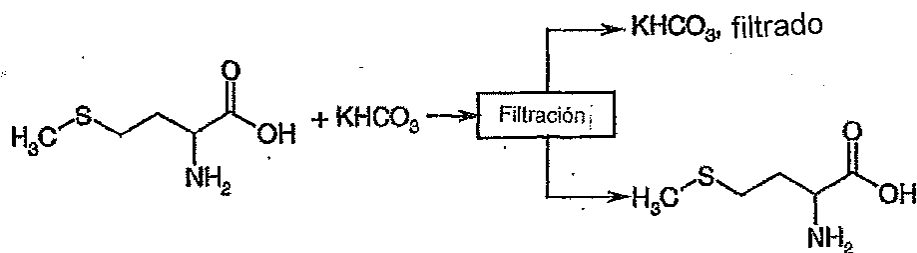
20 Etapa 3: Separación por arrastre de NH<sub>3</sub> y CO<sub>2</sub> a partir de la mezcla de hidrólisis



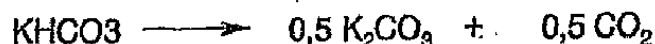
25 Etapa 4: Liberación de metionina sólida a partir de su sal de potasio



Etapa 5: Separación de metionina sólida y aguas madres

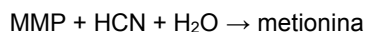


Etapa 6: Tratamiento térmico de las aguas madres bajo liberación de CO<sub>2</sub> y recirculación a la Etapa 2:



5

La ecuación "global" de la síntesis de metionina según el proceso anterior es como sigue:



10 El reciclaje de K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> y NH<sub>3</sub> conforme a las etapas parciales arriba mencionadas no supone problema alguno.

Sin embargo, si se consideran las Etapas 2 y 3, entonces se puede reconocer que a partir de éstas, visto desde un punto de vista estequiométrico, se liberan por cada mol de NH<sub>3</sub> 1,5 moles de CO<sub>2</sub>. Conforme al documento EP 0 780 370 A, estos componentes volátiles pueden devolverse a la etapa de la formación de hidantoína (Etapa 1).

15

Conforme a la estequiometría de la reacción, sin embargo 0,5 moles de CO<sub>2</sub> abandonan esta etapa sin reacción y desaprovechados en forma de gas de escape.

20

No es posible un simple retorno, dado que el análisis químico del gas de escape da como resultado que, referido al contenido en CO<sub>2</sub>, contiene metilmercaptano (Mc) en cantidades de 1-10% en peso. El gas de escape con contenido en metilmercaptano no puede ser aprovechado en la precipitación de metionina (Etapa 4), dado que el producto separado por filtración estaría fuertemente afectado por el olor. Además de ello, el metilmercaptano, debido a su carácter de ácido, se acumularía en forma de metilmercapturo de potasio en las disoluciones del proceso, lo cual conduciría a perturbaciones del tratamiento de metionina. El contenido en metilmercaptano del gas de escape procedente de la síntesis de hidantoína tiene dos causas. Por una parte, el metilmercaptopropionaldehído (MMP) empleado como materia prima contiene, condicionado por el proceso, siempre un determinado contenido residual en metilmercaptano (véanse los documentos US 4.048.232 y US 3.878.057), por otra parte metilmercaptano, mediante la descomposición térmica de metionina, puede resultar principalmente en la hidrólisis de hidantoína sustentada con carbonato de potasio (Etapa 2). La descomposición térmica de la metionina se describe también en el documento EP 839 804.

30

Por los motivos mencionados, el gas de escape es quemado según el estado conocido de la técnica, perdiéndose CO<sub>2</sub> y metilmercaptano y resultando al mismo tiempo costes considerables para la combustión.

35

A partir del documento US 4.319.044 se conoce ya un procedimiento para la preparación de 5-(2-metilmercaptan)hidantoína, en el que el cianuro de hidrógeno contenido en el gas de escape, que se compone principalmente de CO<sub>2</sub>, y el metilmercaptano son recuperados mediante un lavado en varias etapas. Conforme a este procedimiento, el gas de escape se pone primeramente en contacto con una disolución de carbonato de amonio o una disolución diluida de hidantoína, con el fin de ligar HCN. La disolución cargada con HCN se devuelve a la síntesis de hidantoína. En una segunda etapa de lavado, el gas de escape con contenido todavía en metilmercaptano y amoníaco se lava con agua con el fin de separar NH<sub>3</sub>. En la tercera etapa de lavado, el gas de escape se lava en contracorriente con metilmercaptopropionaldehído (MMP), ligándose el metilmercaptano en forma de hemitioacetal. Lo desventajoso de este proceso es que el CO<sub>2</sub> se desprende sin aprovechar en forma de la porción de la corriente del gas de escape cuantitativamente más importante. Además, en el procedimiento mencionado, resulta una corriente de desecho adicional por parte de la expulsión del lavado con agua allí descrito que contiene las sustancias tóxicas amoníaco y metilmercaptano, cuya eliminación va ligada a

45

elevados costes.

El procedimiento descrito en la patente de EE.UU. 4.319.044 posee adicionalmente el inconveniente de que la corriente del gas de escape entra finalmente en contacto con MMP en el transcurso del proceso de lavado.

5 Con ello, dicha corriente está saturada al menos con MMP de manera correspondiente a la presión de vapor específica y sólo puede ser reciclada de forma limitada.

10 Misión de la invención es purificar corrientes de gases de escape consistentes principalmente en CO<sub>2</sub> de los compuestos químicos contenidos en ellas de manera que el CO<sub>2</sub> purificado pueda ser devuelto a continuación al proceso de producción.

15 Objeto de la invención es un procedimiento para la preparación de metionina, en el que 3-metilmercaptopropionaldehído (MMP), cianuro de hidrógeno, amoníaco y dióxido de carbono o componentes de este tipo, a partir de los cuales se pueden preparar los componentes antes mencionados, se hacen reaccionar para formar 5-(2-metilmercaptoetil)-hidantoína, ésta se hidroliza y la metionina precipita bajo la introducción de CO<sub>2</sub>, caracterizado porque el gas de escape con contenido en CO<sub>2</sub> y metilmercaptano que sale del reactor de síntesis de hidantoína se lava en la secuencia indicada

20 a) con agua o con agua en la que se presenta disuelto metilmercaptopropionaldehído (MMP) como máximo hasta el límite de solubilidad,  
b) a continuación con MMP y  
c) después con agua,  
y los líquidos de lavado obtenidos se devuelven al proceso de preparación de metionina o de sus productos previos, y  
25 la corriente de gas de CO<sub>2</sub> purificada se introduce en un reactor con contenido en una disolución de sales de metales alcalinos de la metionina, y la metionina precipita a partir de esta sal.

El procedimiento es particularmente adecuado cuando el gas contiene una o varias porciones adicionales, seleccionadas del grupo de ácido cianhídrico, amoníaco y agua.

30 El gas de escape que sale del reactor de síntesis de hidantoína contiene, por lo general, 60 a 75% en peso de CO<sub>2</sub>, 0,01 a 0,1% en peso de ácido cianhídrico, 1 a 10% en peso de metilmercaptano, 0,5 a 5% en peso de amoníaco y 15 a 25% en peso de agua.

35 El líquido de lavado con contenido en amoníaco procedente de la etapa a) de lavado se introduce en el reactor de síntesis de hidantoína.

40 El líquido de lavado con contenido en metilmercaptano procedente de la etapa b) de lavado se introduce en la síntesis de MMP, y el líquido de lavado con contenido en MMP procedente de la etapa c) de lavado se utiliza como líquido de lavado para la etapa a) de lavado.

En la etapa b) de lavado, la cantidad del MMP empleado se elige de manera que la relación molar de MMP:metilmercaptano (gaseoso) se encuentre en 1:1 a 3:1, en particular en 1:1 a 2:1.

45 El lavado se lleva a cabo a una temperatura de 10 a 60°C, en particular de 10 a 40°C.

La presión en el dispositivo de lavado se encuentra, por lo general, en 1 a 10 bar superior a la presión en el reactor de precipitación para metionina. Adecuados como dispositivos de lavado son, en particular, columnas de múltiples etapas con sumideros intermedios o columnas con fondos de válvula o de campana.

50 El lavado tiene lugar en contracorriente. El gas purificado tiene un contenido en CO<sub>2</sub> de > 98% en peso, en particular > 99% en peso a 99,8% en peso. Adicionalmente, también el gas con contenido en CO<sub>2</sub> que resulta del tratamiento de las aguas madres que precipitan en el proceso de metionina (Etapa 6), del que se separó por condensación el agua, puede ser conducido a través del dispositivo de lavado (Figura 2).

55

5-(2-metilmercaptoetil)-hidantoína se prepara conforme al documento EP 0 780 370 A, preparando una disolución de cianuro de hidrógeno en 3-metilmercaptopropionaldehído y una disolución de amoníaco y dióxido de carbono en agua, mezclando estas disoluciones rápidamente e intensamente entre sí y haciéndolas reaccionar. La disolución de cianuro de hidrógeno en 3-metilmercaptopropionaldehído se ajusta convenientemente de modo que se componga de porciones equimolares de cianuro de hidrógeno y 3-metilmercaptopropionaldehído, o bien contenga porciones en exceso de cianuro de hidrógeno. Por lo general, es ventajoso elegir la proporción de cianuro de hidrógeno en la disolución no mayor que 1,1 mol por cada mol de 3-metilmercaptopropionaldehído; preferiblemente, la disolución contiene 1,005 a 1,05 mol de cianuro de hidrógeno por cada mol de 3-metilmercaptopropionaldehído.

En el caso de la disolución de amoníaco y dióxido de carbono en agua puede tratarse de una disolución saturada o diluida; ventajosamente, el contenido en amoníaco no es inferior a aproximadamente 5% en peso. La relación molar amoníaco a dióxido de carbono asciende convenientemente a aproximadamente 1,2 a 4,0 mol, preferiblemente a 1,6 hasta 1,8 mol de amoníaco por cada mol de dióxido de carbono. La disolución del cianuro de hidrógeno en 3-metilmercaptopropionaldehído se mezcla con la disolución del amoníaco y dióxido de carbono en agua, de manera que en la mezcla esté presente convenientemente una relación molar de amoníaco a 3-metilmercaptopropionaldehído de aproximadamente 1,2 a 6 hasta 1,0, preferiblemente de 2,0 a 4,0 a 1,0, en particular de 2,5 a 3,0 hasta 1,0. La reacción se lleva a cabo a la temperatura ambiente o a una temperatura superior, convenientemente a temperaturas superiores a 60°C, ventajosamente entre aproximadamente 80°C y 140°C. Preferiblemente, se eligen temperaturas entre 80 y 130°C, en particular entre 90 y 120°C. Si bien la reacción puede discurrir a una presión arbitraria, es conveniente trabajar a presión elevada; se manifiestan ventajosas presiones de hasta 20 bar, en particular presiones que se encuentran 2 a 3 bar por encima de la presión en equilibrio de la mezcla de reacción. El tiempo de reacción se orienta según las condiciones de reacción, en particular según la temperatura y según las relaciones cuantitativas.

En el modo de trabajo preferido, es particularmente ventajoso incorporar la disolución del cianuro de hidrógeno en 3-metilmercaptopropionaldehído y la disolución del amoníaco y dióxido de carbono en agua en una mezcla de reacción de estas sustancias, es decir, en una mezcla que resulta previamente en la reacción de las disoluciones en las que ha tenido lugar en su totalidad o en parte la reacción de hidantoína, y realizar la reacción en esta mezcla.

Es particularmente ventajoso elegir un modo de trabajo continuo, para ello realizar la mezcla de reacción en circuito, alimentar a este circuito, en dos puntos contiguos, constantemente las disoluciones de cianuro de hidrógeno en 3-metilmercaptopropionaldehído y de amoníaco y dióxido de carbono en agua y retirar de otro punto constantemente del circuito una porción correspondiente de la mezcla de reacción.

El procedimiento para la preparación de metionina o de una sal alcalina de metionina mediante hidrólisis de 5-(2-metilmercaptoetil)-hidantoína en presencia de una disolución acuosa que contiene álcali y dióxido de carbono y, eventualmente, reacción ulterior para formar metionina, llevándose a cabo la hidrólisis, al menos al comienzo, en presencia de al menos 0,1 eq., en particular hasta 7 eq. de amoníaco por equivalente de 5-(2-metilmercaptoetil)-hidantoína, es asimismo conocido por el documento EP.

Se ha demostrado que es particularmente ventajoso llevar a cabo la hidrólisis desde el principio en presencia de álcali y dióxido de carbono, es decir, que se presente en particular una mezcla de compuestos alcalinos, en particular hidrógeno-carbonato de metal alcalino, carbonato de metal alcalino, hidróxido de metal alcalino, representando metal alcalino, en particular, potasio y sodio. La cantidad de álcali y dióxido de carbono es en tal caso convenientemente al menos la cantidad estequiométrica referida a la hidantoína. Esta cantidad puede rebasarse claramente hacia arriba. Una relación molar con un exceso de aproximadamente 3:1, referido a la hidantoína, es particularmente ventajosa; básicamente, se ha de partir del hecho de que un exceso todavía mayor es todavía más favorable. Sin embargo, para la práctica se prefieren particularmente relaciones de aproximadamente 1,5:1 - 2:1. De acuerdo con la invención, en tal caso se añade todavía adicionalmente algo de amoníaco el cual se presenta de manera correspondiente asimismo en parte también en forma de compuestos de amonio. En este caso, es particularmente ventajoso que al comienzo de la hidrólisis esté presente por cada mol de 5-(2-metilmercaptoetil)-hidantoína, como máximo 7 moles de amoníaco (incluidos compuestos de amonio). Con ello se consigue que la hidrólisis discurra prácticamente sin la formación de productos secundarios y con buenos

rendimientos y, por otra parte, no precipite o sólo precipite un poco de carbonato de metal alcalino. En este caso, es particularmente ventajoso que durante la hidrólisis se expulsen del sistema de reacción amoníaco y/o dióxido de carbono, eventualmente junto con agua. Con ello, se pueden controlar de manera particularmente favorable las condiciones de reacción, de modo que no precipita ningún carbonato de metal alcalino adicional y la reacción discurre hasta completarse.

Los procedimientos de hidrólisis se llevan a cabo favorablemente a una temperatura de 120 a 250°C y, de manera correspondiente, una presión de 5 a 30 bar. En este intervalo resultan reacciones muy buenas y una escasa formación de productos secundarios. También es ventajoso que el componente alcalino se emplee al menos en una cantidad equimolar respecto a la 5-(2-metilmercaptoetil)-hidantoína. Se obtiene entonces, junto a la hidrólisis completa, también de forma prácticamente cuantitativa la correspondiente sal alcalina de la metionina. Preferiblemente, la disolución de hidrólisis contiene al comienzo también ya metionina o su sal, también esto tiene un efecto favorable, presumiblemente autocatalítico sobre la hidrólisis.

En este modo de proceder puede eliminarse de la disolución de hidrólisis ventajosamente en el transcurso o después de la hidrólisis prácticamente todo el amoníaco y todo el dióxido de carbono, de modo que el hidrolizado puede extraerse esencialmente exento de amoníaco y dióxido de carbono.

También aquí es particularmente ventajoso llevar a cabo el procedimiento de forma continua. En este caso, es muy particularmente ventajoso que los procedimientos descritos hasta ahora puedan ser conectados conjuntamente, en particular en forma de un proceso continuo total, pudiendo reciclarse dióxido de carbono y amoníaco.

La metionina se libera a partir de metionato de metal alcalino en disolución acuosa mediante la introducción de dióxido de carbono, llevándose a cabo la liberación preferiblemente en un reactor de celdas con agitador con una mezcladura a fondo intensa o en un reactor con agitador con una mezcladura a fondo casi ideal.

En la liberación de la metionina a partir de la disolución acuosa mediante dióxido de carbono, es particularmente ventajoso que el dióxido de carbono sea introducido en la disolución acuosa a través de un dispositivo de toberas en la zona del fondo. Esto favorece de nuevo la liberación de la metionina. Además, la liberación se lleva a cabo ventajosamente a una presión de 1 a 30 bar, preferiblemente también a una temperatura de 0 a 100°C.

De manera muy particularmente ventajosa se emplea una disolución acuosa que está esencialmente exenta de amoníaco.

También el último modo de proceder se lleva a cabo, de manera particularmente favorable, de forma continua.

El proceder de acuerdo con la invención hace posible poner en funcionamiento el procedimiento de metionina sin pérdida de CO<sub>2</sub>. No resultan corrientes de gas de escape o bien de aguas residuales indeseadas adicionales.

#### Ejemplos

##### Ejemplo 1

Tal como se describe en el documento EP 0780370, la hidrólisis de hidantoína en (K 2) se lleva a cabo preferiblemente a una presión de 7 – 9 bar, y la liberación de la metionina a partir de su sal de potasio se lleva a cabo con CO<sub>2</sub> en (R 2) a una presión de 2 a 5 bar. Por lo tanto, es particularmente ventajoso mantener las partes de la instalación, hidrólisis de hidantoína (K 2), reactor de hidantoína (R 1) y el sistema de lavado con CO<sub>2</sub> conjuntamente a una presión mayor que el reactor (R 2), de modo que el CO<sub>2</sub> purificado (6) acceda sin órganos transportadores adicionales al reactor de precipitación (R 2). Además, es ventajoso reunir el lavado con CO<sub>2</sub> en 3 etapas tal como se explica arriba, en una columna con dos sumideros intermedios con el fin de minimizar la complejidad de aparatos.

Con ayuda de la Figura 1 y de las etapas de procedimiento indicadas al comienzo se explica con mayor detalle la invención:

Al reactor de hidantoína (R 1), hecho funcionar de forma continua, se aportan HCN (1) y MMP (2) (Etapa 1). A través de 3, los participantes en la reacción  $\text{NH}_3$  y  $\text{CO}_2$  acceden de la columna de hidrólisis y de separación por arrastre (K 2) (Etapas 2 + 3).  $\text{CO}_2$  con contenido en Mc y  $\text{NH}_3$  en exceso abandona el reactor de hidantoína (R 1) a través de 5 y se lava hasta quedar exento de  $\text{NH}_3$  en la parte inferior de la columna de lavado (K 1, C) con disolución acuosa 8. A continuación, el gas penetra desde abajo en la zona de lavado (K 1, B) y se lava hasta quedar exento de Mc en contracorriente con MMP (10). Finalmente, el gas se purifica finamente con agua (7) y abandona la columna (K 1) a través de 6. El MMP (hemitioacetil) cargado con Mc abandona la columna (K 1) a través de 11 y se aporta a la síntesis de MMP.

El  $\text{CO}_2$  purificado se reúne con el  $\text{CO}_2$  (18) recuperado del tratamiento y sirve para la precipitación de la metionina a partir de la disolución de hidrólisis (11) en el reactor (R 2) (Etapa 4). La suspensión (13) se filtra, y la torta de filtración (14) se aporta para el tratamiento ulterior (Etapa 5). Los filtrados (15) se concentran por evaporación (Etapa 6). El concentrado (16) sirve como fuente de  $\text{K}_2\text{CO}_3$  para la hidrólisis de hidantoína en la columna (K 2). La aportación de energía y el efecto de separación por arrastre se determinan mediante la aportación de vapor 20 (Etapas 2 + 3).

A partir de los caldos de la concentración por evaporación se separa por condensación agua (19), y el  $\text{CO}_2$  (18) que queda después se aporta al reactor R 2 reunido con el  $\text{CO}_2$  procedente de la columna de lavado (K 1) (Etapa 4).

De manera particularmente ventajosa, la absorción reactiva de Mc a MMP se puede llevar a cabo si la parte de la columna (K 1, B) se compone de fondos de válvulas o de campana o de una estructura equiparable. Esta realización técnica tiene la ventaja de que posibilita una relación mínima de MMP a gas Mc. Con ello, se minimiza la complejidad para el transporte de la cantidad de MMP empleada para el lavado. En el presente caso, se consigue ventajosamente separar por lavado cuantitativamente la porción de Mc en el gas de  $\text{CO}_2$  con una cantidad mínima, es decir, casi estequiométrica, de MMP.

Este procedimiento no contiene adicionalmente corrientes de gas de escape/aguas residuales no aprovechadas.

También es posible conducir la corriente de gas de escape con contenido en  $\text{CO}_2$ , que resulta durante el tratamiento de las aguas madres, en su totalidad o en parte (Etapa 6), asimismo a través del dispositivo de lavado (Figura 2).

Esto es ventajoso con el fin de recuperar metilmercaptano asimismo contenido en lo anterior. Típicamente, esta corriente contiene 97 a 99% en peso de  $\text{CO}_2$ , 0,1 a 1% en peso de agua y 0,1 a 1% en peso de metilmercaptano.

Con ello, el contenido en  $\text{CO}_2$  se desplaza en la corriente de gas de escape total a lavar en comparación con el contenido en el gas de escape procedente del reactor de síntesis de hidantoína hacia valores superiores. La reducción de la concentración de los restantes componentes no tiene influencia alguna sobre la eficacia del lavado.

#### Ejemplo 2

Una instalación representada como en la Figura 1 es hecha funcionar con un rendimiento de producción de 100 kg/h de metionina.

En el reactor de hidantoína R1 precipita entonces, a  $80^\circ\text{C}$ , una cantidad de gas de escape de 22,1 kg/h con la composición 68% en peso de  $\text{CO}_2$ , 27% en peso de agua, 3,6% en peso de metilmercaptano, 0,9% en peso de  $\text{NH}_3$  y 0,5% en peso de demás componentes.

Este gas bruto se trata en la columna de tres etapas K1, A, B, C en contracorriente, encontrándose la presión de funcionamiento en la cabeza de la columna en 6 bar (manométricos).

En la zona C de la columna K1, la corriente de gas se lava con 15 kg/h de agua a  $30^\circ\text{C}$  que es retirada de la salida de la zona A.

## ES 2 392 849 T3

En la entrada en la zona de lavado B de la columna K1, la corriente gaseosa tiene la composición: 91% en peso de CO<sub>2</sub>, 4,8% en peso de metilmercaptano, 3,6% en peso de agua y 0,4% en peso de demás componentes.

- 5 En la zona de lavado B se lava en contracorriente a 20°C con 2 kg/h de metilmercaptopropionaldehído. Después, la corriente gaseosa tiene la composición: 99,8% en peso de CO<sub>2</sub>, 0,01% en peso de MMP y < 0,2% en peso de demás componentes. El metilmercaptano ya no se puede detectar por cromatografía de gases.

- 10 Para la purificación fina, el gas es conducido todavía a través de la zona A y es liberado de MMP arrastrado con 15 kg/h de agua.

El gas, así purificado, tiene un contenido de > 99,8% en peso de CO<sub>2</sub>.



## REIVINDICACIONES

- 5 1.- Procedimiento para la preparación de metionina, en el que 3-metilmercaptopropionaldehído (MMP), cianuro de hidrógeno, amoníaco y dióxido de carbono o componentes de este tipo, a partir de los cuales se pueden preparar los componentes antes mencionados, se hacen reaccionar para formar 5-(2-metilmercaptoetil)-hidantoína, ésta se hidroliza y la metionina precipita bajo la introducción de CO<sub>2</sub>, caracterizado porque el gas de escape con contenido en CO<sub>2</sub> y metilmercaptano que sale del reactor de síntesis de hidantoína se lava en la secuencia indicada
- 10 a) con agua o con agua en la que se presenta disuelto metilmercaptopropionaldehído (MMP) como máximo hasta el límite de solubilidad,  
b) a continuación con MMP y  
c) después con agua,  
y los líquidos de lavado obtenidos se devuelven al proceso de preparación de metionina o de sus productos previos, y
- 15 la corriente de gas de CO<sub>2</sub> purificada se introduce en un reactor con contenido en una disolución de sales de metales alcalinos de la metionina, y la metionina precipita a partir de esta sal.
- 20 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, en el que el líquido de lavado procedente de la primera etapa a) de lavado se conduce al reactor de síntesis de hidantoína.
- 3.- Procedimiento según la reivindicación 1, en el que el líquido de lavado procedente de la segunda etapa b) de lavado se introduce en la síntesis de MMP.
- 25 4.- Procedimiento según la reivindicación 1, en el que el líquido de lavado procedente de la tercera etapa c) de lavado se utiliza como líquido de lavado para la etapa a) de lavado.
- 5.- Procedimiento según una o varias de las reivindicaciones 1 a 4, en el que se emplea una columna de múltiples etapas con sumideros intermedios y se lava en contracorriente.
- 30 6.- Procedimiento según la reivindicación 5, en el que se emplea una columna con fondos de válvulas o campana.
- 7.- Procedimiento según la reivindicación 1, en el que en la etapa b) de lavado el gas de escape se lava con MMP, encontrándose la relación molar MMP:metilmercaptano (gaseoso) en 1:1 a 2:1.
- 35 8.- Procedimiento según una o varias de las reivindicaciones 1 a 7, en el que el gas de escape con contenido en CO<sub>2</sub> se lava a 10 hasta 60°C.
- 40 9.- Procedimiento según una o varias de las reivindicaciones 1 a 8, en el que el gas de escape con contenido en CO<sub>2</sub> se lava a una presión que es 1 a 10 bar superior a la presión en el reactor de precipitación para metionina.
- 10.- Procedimiento según la reivindicación 1, en el que el gas de escape con contenido en CO<sub>2</sub> que resulta durante el tratamiento de las aguas madre que resultan durante la precipitación de la metionina con CO<sub>2</sub> se conduce, en su totalidad o en parte, a través del dispositivo de lavado.

Figura 1

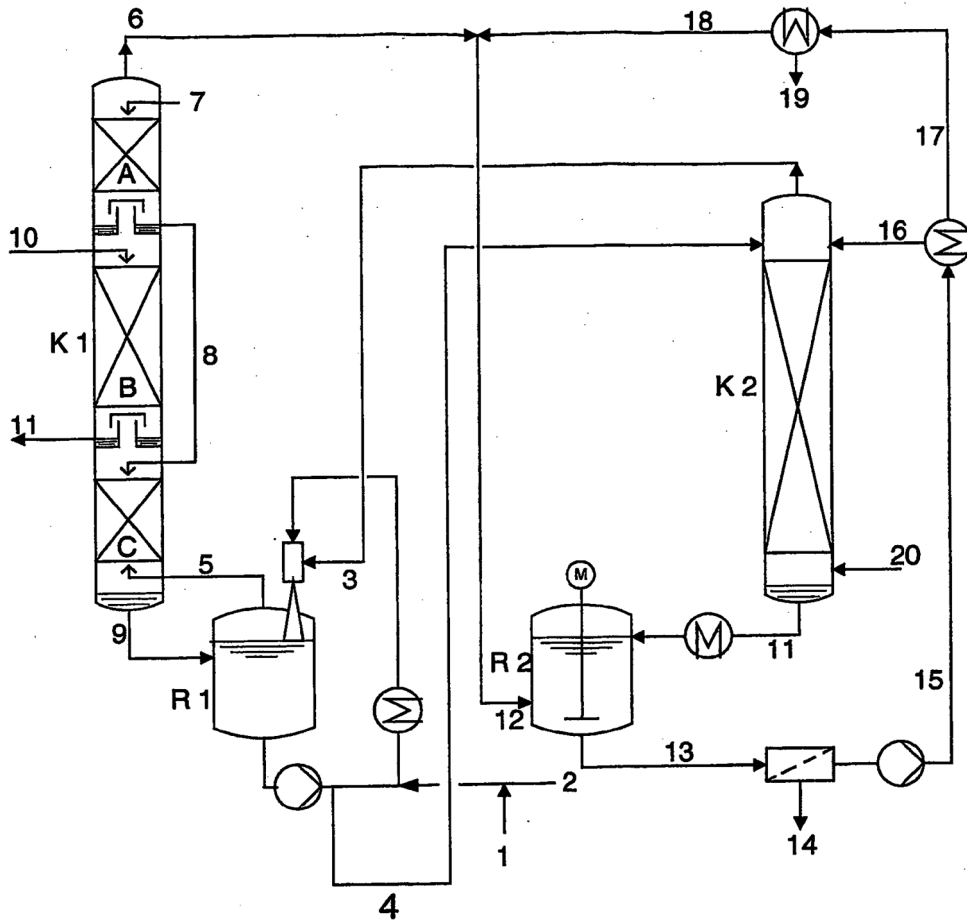


Figura 2

