

(19)



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS
ESPAÑA



(11) Número de publicación: **2 995 498**

(51) Int. Cl.:

B01D 15/26 (2006.01)
C07C 323/58 (2006.01)
C07C 319/28 (2006.01)
B01J 20/285 (2006.01)

(12)

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

(86) Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **28.06.2016 PCT/CN2016/087428**

(87) Fecha y número de publicación internacional: **05.01.2017 WO17000867**

(96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **28.06.2016 E 16817231 (0)**

(97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: **28.08.2024 EP 3318552**

(54) Título: **Procedimiento de purificación de metionina**

(30) Prioridad:

30.06.2015 CN 201510374789

(73) Titular/es:

**SUNRESIN NEW MATERIALS CO. LTD., XI'AN (50.00%)
No.135, Jinye Rd,Xi'an Hi-tech Industrial Development Zone,
Shaanxi 710075, CN y BLUESTAR ADISSEO NANJING CO., LTD. (50.00%)**

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

10.02.2025

(72) Inventor/es:

**KOU, XIAOKANG;
WANG, RISHENG;
WANG, GANG;
LIU, QIONG;
REN, WANPING;
BOUTET, JULIEN;
YANG, YUANBIN y
GUIDAL, VALENTIN**

(74) Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 995 498 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 de purificación de metionina

Antecedentes**Campo técnico**

- 5 La presente invención se refiere al campo de la industria química y, más particularmente, a un procedimiento para purificar metionina.

Técnica relacionada

La metionina está estrechamente relacionada con el metabolismo de varios compuestos que contienen azufre en un organismo. La deficiencia de metionina puede provocar pérdida de apetito, retraso del crecimiento o ausencia de aumento del peso corporal, agrandamiento renal y acumulación de hierro en el hígado, etc., lo que finalmente conduce a necrosis o fibrosis hepática. Otro tipo de metionina es un derivado hidroxílico de la metionina (es decir, metionina líquida), que sirve como suplemento nutricional de metionina para promover el crecimiento y el desarrollo de los animales cuando se usa ampliamente como aditivo para piensos.

10 Tanto la metionina como la metionina líquida son un aminoácido y solo se diferencian en la posición α, en la que la metionina está enlazada a -NH₂ y la metionina líquida está enlazada a -OH. Cuando el pH de una solución es <pl (punto isoeléctrico), la metionina existe como catión; cuando el pH de una solución es >pl, la metionina existe como anión; y cuando el pH es igual a pl, la solubilidad es mínima. La metionina es soluble en agua, pero poco soluble en disolventes no polares y tiene un punto de fusión bastante alto. Una solución acuosa de metionina es de naturaleza similar a una solución acuosa con un momento dipolar alto. De acuerdo con la estructura C-S-C en la estructura molecular de la metionina, la metionina puede separarse bien de un subproducto salino adsorbiendo selectivamente la metionina en una resina de adsorción macroporosa no polar aprovechando al máximo la unión diferencial a la resina de los compuestos de metionina y sal.

15 En la actualidad, el método para producir metionina en la industria es principalmente Hydantion, y el método para producir metionina líquida es principalmente el método de la acroleína. Ambos métodos tienen el requisito del procedimiento de separar la solución de metionina de un subproducto de sal durante el procedimiento de producción. En los métodos de producción actuales no existen medios de desalinización efectiva, lo que reduce una gran cantidad de sustancias salinas que acompañan a la cristalización del producto, lo que afecta a la calidad y el rendimiento del producto y aumenta los costes de producción de la metionina.

20 En la Patente China número 2013103178492 titulada "Método y aparato para eliminar impurezas en aguas madres de metionina secundarias" se explica un método y un aparato para eliminar impurezas en aguas madres de metionina secundarias mediante el uso de tierra de diatomeas, carbón activado o arcilla activada. Estos adsorbentes tienen una baja eficiencia de adsorción y no se pueden reciclar de manera efectiva después de la adsorción, lo que resulta en una contaminación secundaria del medio ambiente y, por lo tanto, no son adecuados para aplicaciones industriales. En la Patente China n.º 2013101947095 titulada "Procedimiento para producir metionina" se explica un procedimiento para separar una solución madre de cristalización de metionina, en el que la solución madre de cristalización de metionina se separa mediante un sistema de separación cromatográfica continua lleno de una resina de cromatografía de sodio o potasio, para obtener una solución de metionina y una solución de sal inorgánica. Este método solo es aplicable a las aguas madre de cristalización con un contenido de metionina inferior y no está validado para la separación de un alto contenido de una solución de metionina de un subproducto salino en la producción industrializada, y no se proporciona ninguna solución efectiva.

25 En el documento SU914548B se explica la purificación cromatográfica de una solución de metionina mediante lo cual la metionina se aísla de las sales inorgánicas presentes en la solución pasándola sobre una resina de intercambio iónico, normalmente la resina Dowex A-1 (resina de intercambio iónico) o la resina ANKB-50 (resina de polianfólito). El pH de la solución está entre 5 y 13, la metionina se adsorbe y luego se libera mediante una solución acuosa de amoniaco.

30 En el documento WO95/14002A1 se explica la recuperación de un aminoácido tal como la metionina mediante etapas de cromatografía sucesivas que comprenden poner en contacto una solución que comprende el aminoácido con una resina de intercambio catiónico a un pH que está por debajo del punto isoeléctrico de dicho aminoácido (por debajo de 5,74 para la metionina), en donde dicho aminoácido se une a la resina y luego se libera mediante la aplicación de un eluyente apropiado.

35 En el documento CN104693082A, después de haberse producido cristales de metionina, las aguas madres que aún comprenden metionina y otras sales se tratan con un adsorbente cromatográfico para separarlas. La resina es una resina de intercambio iónico macroporosa, preferiblemente de tipo catiónico.

40 LI, Ang et al.: Comparison of Refining D-Metionine by Anion-Cation Exchange Resin, Aminoacids & Biotic Resources, vol. 28 núm. 2, 30 de junio de 2006, páginas 57-59, implica el uso de una resina de intercambio aniónico-catiónico.

Compendio

Un objetivo de la presente invención es proporcionar un procedimiento para purificar la metionina.

La metionina se separa de un subproducto de sal usando una resina de adsorción macroporosa, en la que la metionina se adsorbe en la resina de adsorción macroporosa, y luego la metionina se recupera desorbiéndola de la resina usando un desorbente; y el subproducto de sal no se absorbe en la resina de adsorción macroporosa durante el procedimiento de adsorción, sino que entra en un efluente resultante de la adsorción. El procedimiento comprende principalmente las siguientes etapas:

- 1) hacer fluir una solución de metionina, de arriba a abajo, a través de una capa de resina de adsorción macroporosa y detener la adsorción de la resina cuando el contenido de metionina en un efluente de la columna de resina es mayor o igual que el 10 % (p/p) del contenido en una entrada, en la que el efluente resultante de la adsorción de la resina es un subproducto salino;
- 2) desorción de resina: desorber, de arriba a abajo, la resina que ha completado la adsorción en la etapa 1) usando un desorbente; y
- 3) recoger la solución de desorción y detectar la cantidad de metionina.

En el procedimiento para purificar la metionina, la metionina comprende metionina y un derivado hidroxílico de la metionina (es decir, metionina líquida).

En el procedimiento para purificar la metionina, el subproducto de sal es uno de carbonato de sodio, sulfato de sodio, sulfato de amonio, carbonato de potasio o sulfato de potasio, o una mezcla de dos o más de estos.

En el procedimiento para purificar la metionina, la solución de metionina que se va a adsorber se ajusta a un pH de 1,0 a 10,0; preferiblemente, a un pH de 1,0 a 5,0 y, más preferiblemente, a un pH de 2,0 a 3,0.

En el procedimiento para purificar la metionina, la solución de metionina se hace fluir a través de la capa de resina de adsorción macroporosa a un caudal de 1 BV/h a 10 BV/h, preferiblemente de 1 BV/h a 5 BV/h y, más preferiblemente, de 1 BV/h a 3 BV/h.

En el procedimiento de purificación de la metionina, el desorbente es uno de hidróxido de sodio, ácido clorhídrico, cloruro de sodio, amoniaco acuoso, metanol, etanol, i-propanol o acetona.

La concentración del desorbente es del 1 % al 10 % (p/p), preferiblemente, del 2 % al 8 % (p/p) y, más preferiblemente, del 4 % al 8 % (p/p).

El volumen del desorbente para la resina es de 1 BV a 3 BV.

El caudal del desorbente para la resina es de 1 BV/h a 5 BV/h.

En una implementación más preferida de la presente invención, la metionina comprende metionina y un derivado hidroxílico de la metionina, y el subproducto salino es uno de carbonato de sodio, sulfato de sodio, sulfato de amonio, carbonato de potasio o sulfato de potasio, o una mezcla de dos o más de estos.

En la adsorción de resina de la etapa 1), la solución de metionina para adsorber se ajusta a un pH de 2,0 a 3,0; y luego la solución de metionina se hace fluir a través de la capa de resina de adsorción macroporosa a un caudal de 1 BV/h a 3 BV/h.

El desorbente se selecciona entre hidróxido de sodio, hidróxido de potasio, ácido clorhídrico, cloruro de sodio, amoniaco acuoso, metanol, etanol, i-propanol y acetona.

La concentración del desorbente es del 4 % al 8 %, p/p.

El volumen del desorbente para la resina es de 1 BV a 3 BV.

El caudal del desorbente para la resina es de 1 BV/h a 5 BV/h.

En la presente invención, BV se refiere a un volumen de un lecho de resina cargado en una columna de resina, es decir, un volumen de lecho, referido como BV en forma abreviada. 1 BV se refiere a volúmenes de un lecho y 2 BV a volúmenes de 2 lechos.

La presente invención se refiere a un procedimiento para purificar metionina. Específicamente, un producto de metionina que tiene una pureza de hasta el 99 % se obtiene separando la metionina de un subproducto de sal mediante un procedimiento que comprende adsorción y desorción usando una resina de adsorción macroporosa, donde el contenido de metionina en el subproducto de sal es ≤0,03 %. El rendimiento de la metionina extraída con la resina es del 2 98 % (p/p). Al usar el procedimiento de la presente invención, se simplifica el procedimiento de producción existente, se mejora la calidad del producto de metionina y se reducen los costes de producción de la metionina.

Dado que actualmente no hay ningún procedimiento disponible para purificar metionina y metionina líquida, el presente procedimiento es inventivo y de gran beneficio económico.

Breve descripción de los dibujos

La figura 1 es una implementación específica de un procedimiento según la presente invención.

5 Descripción detallada

La presente invención se describe adicionalmente mediante ejemplos, en los que la solución de metionina usada está disponible en dos empresas en Chongqing y Nanjing, respectivamente.

Ejemplo 1

10 1. Adsorción de resina: Una solución de metionina (pH 10,72) con un contenido de metionina del 17,24 % (p/p) y un contenido de carbonato de sodio del 10,35 % (p/p) se hizo fluir uniformemente, de arriba a abajo, a través de un lecho de resina XDA-1 de 100 ml (fabricado por Xi'An Sunresin New Materials Co., Ltd) a un caudal de 1 BV/h. Un efluente de la columna de resina se recogió por separado y la alimentación a la columna de resina se detuvo cuando el contenido de metionina en el efluente del fondo de la columna de resina fue del 1,7 % (WM).

15 2. Desorción de resina: La resina se desorbió de arriba a abajo usando 2 BV de una solución de hidróxido de sodio al 3 % (p/p) a un caudal de 1 BV/h, y se recogió la solución de desorción.

3. Se recogieron 300 ml del efluente de la columna de resina y se detectó que tenía un contenido de metionina del 0,02 % (p/p) y un contenido de carbonato de sodio del 10,35 % (p/p).

Se recogieron 200 ml de la solución de desorción y se detectó que tenía un contenido de metionina del 24,60 % (p/p), con un rendimiento de metionina del 95,15 % (p/p).

20 Ejemplo 2

25 1. Adsorción de resina: Una solución líquida de metionina con un contenido de metionina del 2,8 % (p/p) y un contenido de sulfato de potasio del 17,4 % (p/p) se ajustó a un pH 2,2 con una solución de ácido sulfúrico al 2 % (p/p) y fluyó uniformemente, de arriba a abajo, a través de un lecho de resina XDA-8 de 100 ml (fabricado por Xi'An Sunresin New Materials Co., Ltd) a un caudal de 1 BV/h. Un efluente de la columna de resina se recogió por separado y la alimentación a la columna de resina se detuvo cuando el contenido de metionina en el efluente del fondo de la columna de resina fue del 0,3 % (WM).

2. Desorción de resina: La resina se desorbió de arriba a abajo usando 3 BV de una solución de metanol al 4 % (p/p) a un caudal de 1 BV/h, y se recogió la solución de desorción.

30 3. Se recogieron 700 ml del efluente de la columna de resina y se detectó que tenía un contenido de metionina del 0,01 % (p/p) y un contenido de sulfato de potasio del 17,38 % (WM).

Se recogieron 302 ml de la solución de desorción y se detectó que tenía un contenido de metionina del 6,45 % (p/p), con un rendimiento de metionina del 98,76 % (p/p).

Ejemplos 3-9

35 El procedimiento de implementación fue específicamente el mismo que en el ejemplo 1, en el que se investigó principalmente la influencia de los diferentes valores de pH de las soluciones de metionina sobre la capacidad de adsorción de la resina, donde las concentraciones no indicadas específicamente en los experimentos fueron todas concentraciones en porcentajes en peso.

40 Contenido de metionina: 2,80 % (p/p), contenido de sulfato de amonio: 43,5 % (p/p) y contenido de carbonato de potasio: 2,1 % (p/p). Volumen de alimentación: 7 BV, y caudal de alimentación: 1 BV/h. Se prepararon 5 porciones de resina XDA-1, conteniendo cada porción 100 ml de resina. La solución de metionina se ajustó a pH 1,0; 3,0; 7,0; 9,0 y 10,0; respectivamente, con una solución de hidróxido de sodio al 4 % (p/p) o una solución de ácido sulfúrico al 4 % (p/p), y luego se sometió a una prueba de comparación de adsorción.

Capacidad de adsorción de resina = (Contenido de metionina en la alimentación * Volumen de alimentación - Contenido de metionina en el efluente * Volumen de efluente) / Volumen de resina

| Ejemplo | pH de la solución madre | Capacidad de adsorción de la resina (g/l) |
|-----------|-------------------------|---|
| Ejemplo 3 | 1,0 | 192,1 |
| Ejemplo 4 | 2,0 | 195,9 |

| | | |
|-----------|------|-------|
| Ejemplo 5 | 3,0 | 194,1 |
| Ejemplo 6 | 5,0 | 172,5 |
| Ejemplo 7 | 7,0 | 159,4 |
| Ejemplo 8 | 9,0 | 102,1 |
| Ejemplo 9 | 10,0 | 80,2 |

Ejemplos 10 a 15

El procedimiento de implementación fue específicamente el mismo que en el ejemplo 1, en el que se investigó principalmente la influencia de las diferentes tasas de adsorción sobre la capacidad de adsorción de la resina, donde las concentraciones no indicadas específicamente en los experimentos fueron todas concentraciones en porcentajes en peso.

Contenido de metionina: 3,28 % (p/p), contenido de sulfato de sodio: 40,19 % (p/p), pH 2,40.

Volumen de alimentación: 7 BV. Se prepararon 5 porciones de resina XDA-200, conteniendo cada porción 100 ml de resina. La adsorción de la resina se llevó a cabo a varios caudales.

| Ejemplo | Caudal (BV/h) | Capacidad de adsorción de la resina (g/l) |
|------------|---------------|---|
| Ejemplo 10 | 1 | 229,6 |
| Ejemplo 11 | 2 | 225,1 |
| Ejemplo 12 | 3 | 211,9 |
| Ejemplo 13 | 5 | 139,2 |
| Ejemplo 14 | 7 | 91,4 |
| Ejemplo 15 | 10 | 55,8 |

10

Ejemplos 16-24

El procedimiento de implementación fue específicamente el mismo que en el Ejemplo 1, en el que se investigaron principalmente la tasa de desorción de varios desorbentes y la calidad de la solución de desorción, donde las concentraciones no indicadas específicamente en los experimentos fueron todas concentraciones en porcentajes en peso.

Contenido de metionina: 2,95 % (p/p), contenido de sulfato de amonio: 42,04 % (p/p), pH 2,20.

Volumen de alimentación: 7 BV cada uno. La solución de metionina se hizo fluir respectivamente a través de 7 porciones de resina XDA-300 (100 ml cada una) (fabricada por Xi'An Sunresin New Materials Co., Ltd) a un caudal de 1 BV/h. Tras la adsorción, la resina se desorbió usando 3 BV de hidróxido de sodio al 4 % (p/p), hidróxido de potasio al 4 % (p/p), ácido clorhídrico al 4 % (p/p), cloruro de sodio al 4 % (p/p), amoniaco acuoso al 4 % (p/p), metanol al 4 % (v/v), etanol al 4 % (v/v), i-propanol al 4 % (v/v) y acetona al 4 % (v/v) a un caudal de 1 BV/h, respectivamente.

| Ejemplo | Solución de desorción | Concentración de metionina en la solución de desorción (%) | Concentración de sulfato de amonio en la solución de desorción (%) | Tasa de desorción (%) |
|------------|-----------------------------------|--|--|-----------------------|
| Ejemplo 16 | Hidróxido de sodio al 4 % (p/p) | 6,03 | 0,03 | 87,6 |
| Ejemplo 17 | Hidróxido de potasio al 4 % (p/p) | 5,98 | 0,02 | 86,9 |
| Ejemplo 18 | Ácido clorhídrico al 4 % (p/p) | 5,81 | 0,01 | 84,4 |
| Ejemplo 19 | Cloruro de sodio al 4 % (p/p) | 5,21 | 0 | 75,7 |
| Ejemplo 20 | Amoniaco acuoso al 4 % (p/p) | 6,69 | 0,02 | 97,3 |
| Ejemplo 21 | metanol al 4 % (v/v) | 6,79 | 0,02 | 96,7 |
| Ejemplo 22 | etanol al 4 % (v/v) | 6,75 | 0,05 | 98,1 |
| Ejemplo 23 | i-propanol al 4 % (v/v) | 6,84 | 0,02 | 99,4 |
| Ejemplo 24 | acetona al 4% (v/v) | 6,84 | 0,01 | 99,4 |

Ejemplos 25 a 29

El procedimiento de implementación fue específicamente el mismo que en los ejemplos 16-24, en los que se investigaron principalmente las influencias de diferentes concentraciones de un desorbente sobre la calidad de la solución de desorción y la tasa de desorción.

- 5 Contenido de metionina: 2,64 % (p/p), contenido de sulfato de amonio: 42,04 % (p/p), pH 2,20.

Volumen de alimentación: 8 BV cada uno. La solución de metionina se hizo fluir respectivamente a través de 4 porciones de resina XDA-8G (100 ml cada una) (fabricada por Xi'An Sunresin New Materials Co., Ltd) a un caudal de 1 BV/h. Tras la adsorción, la resina se desorbió usando 3 BV de amoniaco acuoso al 1 % (p/p), amoniaco acuoso al 2 % (p/p), amoniaco acuoso al 4 % (p/p), amoniaco acuoso al 8 % (p/p) y amoniaco acuoso al 10 % (p/p) a un caudal de 1 BV/h, respectivamente.

10

| Ejemplo | Solución de desorción | Concentración de metionina en la solución de desorción (%) | Tasa de desorción (%) |
|------------|-------------------------------|--|-----------------------|
| Ejemplo 25 | Amoniaco acuoso al 1 % (p/p) | 6,03 | 85,59 |
| Ejemplo 26 | Amoniaco acuoso al 2 % (p/p) | 6,69 | 95,02 |
| Ejemplo 27 | amoniaco acuoso al 4 % (p/p) | 6,97 | 99,00 |
| Ejemplo 28 | amoniaco acuoso al 8 % (p/p) | 6,95 | 98,73 |
| Ejemplo 29 | amoniaco acuoso al 10 % (p/p) | 6,55 | 93,04 |

Ejemplos 30 a 33

El procedimiento de implementación fue específicamente el mismo que en los ejemplos 16-24, en los que se investigaron principalmente las influencias de diferentes volúmenes de un desorbente sobre la tasa de desorción.

15

Contenido de metionina: 3,07 %, contenido de sulfato de amonio: 44,55 %, pH 2,41. Volumen de alimentación: 7 BV cada uno. La solución de metionina se hizo fluir respectivamente a través de 4 porciones de resina XDA-200 (100 ml cada una) (fabricada por Xi'An Sunresin New Materials Co., Ltd) a un caudal de 1 BV/h. Tras la adsorción, la resina se desorbió usando 1 BV de metanol al 4 % (p/p), 2 BV de metanol al 4 % (p/p), 3 BV de metanol al 4 % (p/p) y 5 BV de metanol al 4 % (p/p) a un caudal de 1 BV/h, respectivamente.

20

| Ejemplo | Volumen de solución de desorción | Concentración de metionina en la solución de desorción (%) | Tasa de desorción (%) |
|------------|----------------------------------|--|-----------------------|
| Ejemplo 30 | 1 BV | 12,47 | 58,03 |
| Ejemplo 31 | 2 BV | 8,75 | 81,47 |
| Ejemplo 32 | 3 BV | 6,99 | 97,79 |
| Ejemplo 33 | 5 BV | 4,21 | 98,02 |

Ejemplos 34-37

El procedimiento de implementación fue específicamente el mismo que en los ejemplos 16-24, en los que se investigaron principalmente las influencias de diferentes volúmenes de un desorbente sobre la tasa de desorción.

Contenido de metionina: 2,58 % (p/p), contenido de sulfato de amonio: 44,55 % (p/p), pH 2,41.

25

Volumen de alimentación: 8 BV cada uno. La solución de metionina se hizo fluir respectivamente a través de 4 porciones de resina XDA-300 (100 ml cada una) (fabricada por Xi'An Sunresin New Materials Co., Ltd) a un caudal de 1 BV/h. Tras la adsorción, la resina se desorbió usando 3 BV de solución de acetona al 4 % (p/p) a un caudal de

1 BV/h, 3 BV/h, 7 BV/h y 10 BV/h, respectivamente.

| Ejemplo | Caudal de la solución de desorción (BV/h) | Concentración de metionina en la solución de desorción (%) | Tasa de desorción (%) |
|------------|---|--|-----------------------|
| Ejemplo 34 | 1 | 6,79 | 98,72 |
| Ejemplo 35 | 3 | 6,78 | 98,55 |
| Ejemplo 36 | 7 | 5,55 | 80,71 |
| Ejemplo 37 | 10 | 4,84 | 70,36 |

Ejemplo 38

- 5 1. Adsorción de resina: Una solución de metionina (pH 2,75) con un contenido de metionina del 2,98 % (p/p) y un contenido de sulfato de amonio del 41,59 % (p/p) se hizo fluir uniformemente, de arriba a abajo, a través de un lecho de resina XDA-1 de 100 ml (fabricado por Xi'An Sunresin New Materials Co., Ltd) a un caudal de 1 BV/h. Un efluente de la columna de resina se recogió por separado y la alimentación a la columna de resina se detuvo cuando el contenido de metionina en el efluente del fondo de la columna de resina fue del 0,3 % (WM).
- 10 2. Desorción de resina: La resina se desorbió de arriba a abajo usando 3 BV de una solución acuosa de amoniaco al 6 % (p/p) a un caudal de 1 BV/h, y se recogió la solución de desorción.
3. Se recogieron 750 ml del efluente de la columna de resina y se detectó que tenía un contenido de metionina del 0,01 % (p/p) y un contenido de sulfato de amonio del 41,55 % (p/p). Se recogieron 300 ml de la solución de desorción y se detectó que tenía un contenido de metionina del 6,75 % (p/p), con un rendimiento de metionina del 98,18 % (p/p).

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para purificar la metionina, en donde

la metionina se separa de un subproducto de sal usando una resina de adsorción macroporosa, en la que la metionina se adsorbe en la resina de adsorción macroporosa, y luego la metionina se recupera desorbiéndola de la resina usando un desorbente; y el subproducto de sal no se absorbe en la resina de adsorción macroporosa durante el procedimiento de adsorción, sino que entra en un efluente resultante de la adsorción, comprendiendo principalmente el procedimiento las siguientes etapas:

- 1) hacer fluir una solución de metionina, de arriba a abajo, a través de una capa de resina de adsorción macroporosa y detener la adsorción de la resina cuando el contenido de metionina en un efluente de la columna de resina es mayor o igual que el 10 % (p/p) del contenido en una entrada, en la que el efluente resultante de la adsorción de la resina es un subproducto salino;
- 2) desorción de resina: desorber, de arriba a abajo, la resina que ha completado la adsorción en la etapa 1) usando un desorbente; y
- 3) recoger la solución de desorción y detectar la cantidad de metionina.

15 2. El procedimiento para purificar metionina según la reivindicación 1, en donde la metionina comprende metionina y un derivado hidroxílico de metionina.

3. El procedimiento para purificar metionina según la reivindicación 1, en donde el subproducto de sal es uno de carbonato de sodio, sulfato de sodio, sulfato de amonio, carbonato de potasio o sulfato de potasio, o una mezcla de dos o más de estos.

20 4. El procedimiento para purificar metionina según la reivindicación 1, en donde, en la adsorción de resina de la etapa 1), la solución de metionina para adsorber se ajusta a un pH de 1,0 a 10,0; y preferiblemente a un pH de 1,0 a 5,0.

5. El procedimiento para purificar metionina según la reivindicación 4, en donde en la adsorción de resina de la etapa 1), la solución de metionina que se va a adsorber se ajusta a un pH de 2,0 a 3,0.

25 6. El procedimiento para purificar metionina según la reivindicación 1, en donde la solución de metionina fluye a través de la capa de resina de adsorción macroporosa a un caudal de 1 BV/h a 10 BV/h.

7. El procedimiento para purificar metionina según la reivindicación 6, en donde la solución de metionina fluye a través de la capa de resina de adsorción macroporosa a un caudal de 1 BV/h a 5 BV/h, y preferiblemente a un caudal de 1 BV/h a 3 BV/h.

30 8. El procedimiento para purificar metionina según la reivindicación 1, en donde el desorbente se selecciona entre hidróxido de sodio, hidróxido de potasio, ácido clorhídrico, cloruro de sodio, amoniaco acuoso, metanol, etanol, i-propanol y acetona.

9. El procedimiento para purificar metionina según la reivindicación 1, en donde la concentración del desorbente es del 1 % al 10 % (p/p).

35 10. El procedimiento para purificar metionina según la reivindicación 9, en donde la concentración del desorbente es del 2 % al 8 % (p/p).

11. El procedimiento para purificar metionina según la reivindicación 10, en donde la concentración del desorbente es del 4 % al 8 % (p/p).

40 12. El procedimiento para purificar metionina según la reivindicación 1, en donde el volumen del desorbente para la resina es de 1 BV a 3 BV.

13. El procedimiento para purificar metionina según la reivindicación 1, en donde el caudal del desorbente para la resina es de 1 BV/h a 5 BV/h.

14. El procedimiento para purificar metionina según la reivindicación 1, en donde la metionina comprende metionina y un derivado hidroxílico de metionina;

45 el subproducto de sal es uno de carbonato de sodio, sulfato de sodio, sulfato de amonio, carbonato de potasio o sulfato de potasio, o una mezcla de dos o más de estos;

en la adsorción de resina de la etapa 1), la solución de metionina para adsorber se ajusta a un pH de 2,0 a 3,0; y luego la solución de metionina se hace fluir a través de la capa de resina de adsorción macroporosa a un caudal de 1 BV/h a 3 BV/h;

ES 2 995 498 T3

el desorbente se selecciona entre hidróxido de sodio, hidróxido de potasio, ácido clorhídrico, cloruro de sodio, amoniaco acuoso, metanol, etanol, i-propanol y acetona; la concentración del desorbente es del 4 % al 8 % (p/p);

el volumen del desorbente para la resina es de 1 BV a 3 BV; y

el caudal del desorbente para la resina es de 1 BV/h a 5 BV/h.

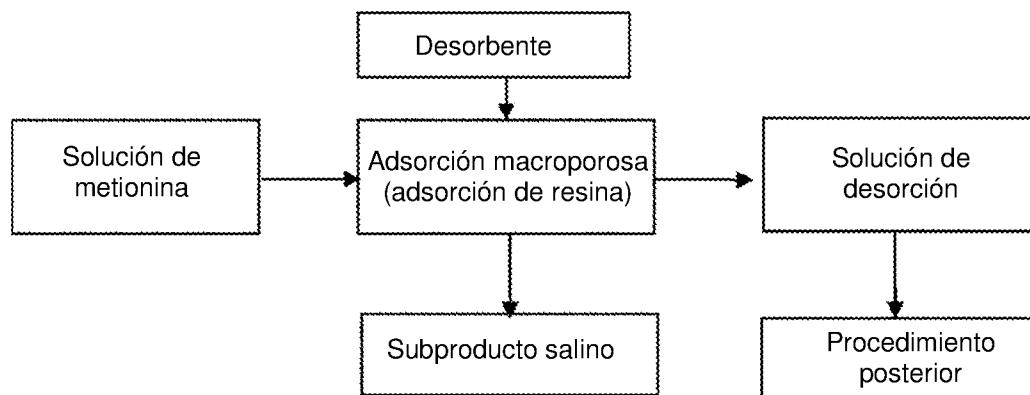


FIG. 1