



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(11)



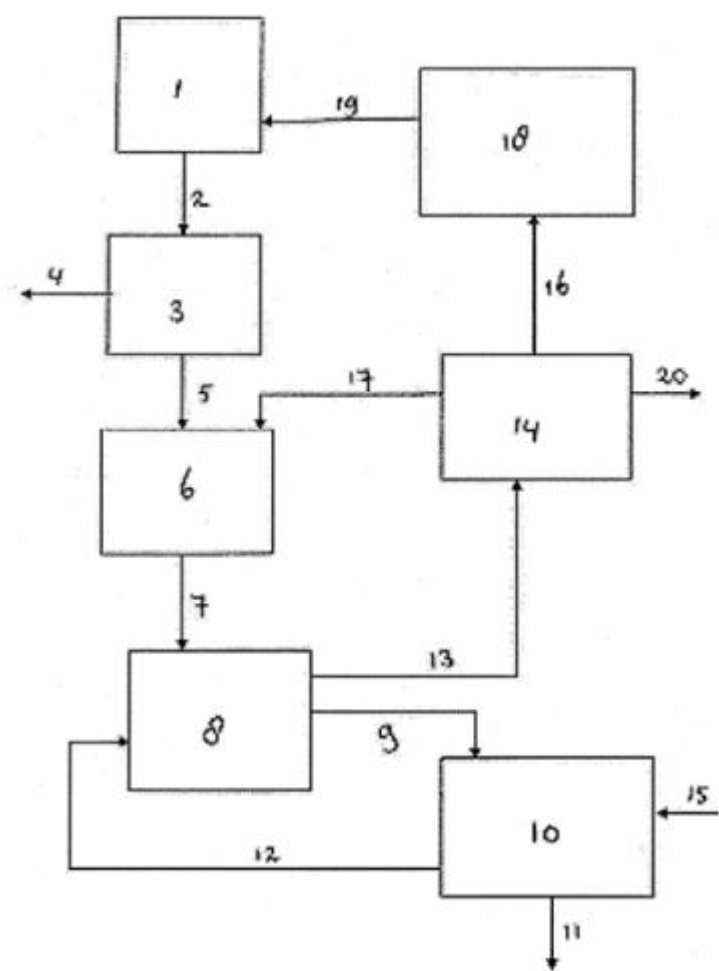
1-0032533

(51)^{2006.01} B01D 11/04; C07C 55/10; C07C 57/13; (13) B
C12P 7/00; C07C 59/01; C07C 59/06;
C07C 59/08; C07C 51/48; C07C 57/15

-
- (21) 1-2014-02255 (22) 21/12/2012
(86) PCT/EP2012/076741 21/12/2012 (87) WO2013/093047 27/06/2013
(30) 61/579,730 23/12/2011 US; 11195691.8 23/12/2011 EP
(45) 25/07/2022 412 (43) 25/09/2014 318A
(73) PURAC BIOCHEM BV (NL)
Arkelsedijk 46, NL-4206 AC Gorinchem, The Netherlands
(72) DE HAAN André Banier (NL); VAN KRIEKEN Jan (NL); ĐEKIC ŽIVKOVIC
Tanja (NL).
(74) Công ty Luật TNHH Phạm và Liên danh (PHAM & ASSOCIATES)
-

(54) PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT AXIT CARBOXYLIC

(57) Sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất axit carboxylic bao gồm các bước: tiến hành bước chiết xuôi hỗn hợp nước chứa axit carboxylic và ít nhất là 5% khối lượng magie clorua hòa tan bằng cách sử dụng chất lỏng hữu cơ thứ nhất chứa dung môi hữu cơ, dung môi hữu cơ này được chọn từ nhóm gồm các keton có 5 nguyên tử cacbon trở lên, nhờ đó tạo ra dung dịch axit carboxylic hữu cơ và chất lỏng thải trong nước chứa magie clorua; tiến hành bước chiết ngược dung dịch axit carboxylic hữu cơ trong đó axit carboxylic được chiết từ dung dịch axit carboxylic hữu cơ vào chất lỏng nước, nhờ đó tạo ra dung dịch axit carboxylic trong nước và chất lỏng hữu cơ thứ hai; tiến hành bước phân hủy nhiệt chất lỏng thải trong nước chứa magie clorua có nguồn gốc từ quá trình chiết xuôi ở nhiệt độ ít nhất là 300°C, nhờ đó phân hủy magie clorua thành oxit magie và HCl. Việc lựa chọn dung môi keton có 5 nguyên tử cacbon trở lên đặc thù cho phép sản xuất sản phẩm có độ tinh khiết cao và bước phân hủy nhiệt thích hợp HSE và hiệu quả.



Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất axit carboxylic thông qua một quy trình tích hợp.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Việc tách axit carboxylic ra khỏi hỗn hợp nước bao gồm các tạp chất như các muối có thể là khó khăn. Axit carboxylic có thể được sản xuất nhờ quá trình lên men nguồn cấp cacbon, như các hydrat cacbon hoặc glyxerol, bởi các vi sinh vật. Trong một quy trình lên men như vậy, nguồn cấp hydrat cacbon được lên men một cách thông thường bởi vi sinh vật để tạo ra axit carboxylic. Chất lỏng trong đó nguồn cấp hydrat cacbon lên men được gọi là dịch lên men hoặc môi trường lên men.

Sự tạo ra của axit carboxylic trong quá trình lên men sẽ dẫn đến việc làm giảm độ pH của dịch lên men. Do sự giảm độ pH như vậy có thể gây hại cho quá trình trao đổi chất của vi sinh vật, nên thường là sẽ phải bổ sung chất trung hòa, tức là một bazơ, trong các môi trường lên men nhằm trung hòa độ pH. Do đó, axit carboxylic được tạo ra trong các môi trường lên men thường là có mặt dưới dạng muối carboxylat. Mặc dù có nhiều vi sinh vật có tính bền đáng kể với các môi trường axit, nhờ đó quá trình lên men có thể thực hiện được ở độ pH thấp (ví dụ, ở độ pH bằng 3), song ngay cả trong các quá trình như vậy thì ít nhất một phần của axit carboxylic vẫn được tạo ra dưới dạng muối carboxylat.

Để thu hồi axit carboxylic từ dịch lên men sau quá trình lên men, việc xử lý tiếp sau là cần thiết. Trong quá trình xử lý như vậy, muối carboxylat trong dịch lên men cần phải được chuyển hóa thành axit carboxylic. Ngoài ra, axit carboxylic (hoặc carboxylat nếu chưa được chuyển hóa) cần phải được tách ra từ dịch lên men. Do dịch lên men bao gồm nhiều hợp chất, chứa các lượng đáng kể của sinh khối (như các vi sinh vật) và muối (có nguồn gốc từ chất trung hòa), nên việc thu hồi và tách axit carboxylic có thể là khá phức tạp, thường đòi hỏi nhiều bước xử lý và tạo ra chất liệu phế thải, đặc biệt là phế thải muối.

WO0017378 mô tả quy trình để điều chế axit lactic, nó đưa ra các giải pháp khắc phục các nhược điểm này. Theo quy trình nêu trong tài liệu trích dẫn này, axit

lactic được sản xuất bằng cách lên men với độ pH trong khi lên men là được điều chỉnh bằng, ví dụ, hydroxit magie để tạo ra magie lactat. Magie lactat được phản ứng với HCl trong môi trường nước để tạo ra hỗn hợp phản ứng chứa axit lactic và magie clorua hòa tan. Axit được thu hồi từ dung dịch muối thông qua quá trình chiết xuất bằng chất lỏng hữu cơ, tiếp đó là quá trình chiết ngược dung dịch axit hữu cơ bằng cách sử dụng nước, để tạo ra dung dịch axit lactic sản phẩm. Dung môi của quá trình chiết được chọn từ các amin, các rượu, và các ete, tốt hơn là rượu isoamylic, diisopropyl ete, và Alamine 336. Dung dịch magie clorua còn lại có thể được thực hiện bước nhiệt phân, trong đó magie clorua được chuyển hóa thành bột oxit magie và axit clohydric. Bột oxit magie được chuyển hóa thành hydroxit magie, nó được tái tuần hoàn vào bước lên men. Axit clohydric được tái tuần hoàn vào bước axit hóa.

Quy trình theo tài liệu trích dẫn này là tương đối hấp dẫn về mặt lý thuyết, vì nó cho phép có thể có thể tái sử dụng magie và clorua, do vậy ngăn ngừa sự tạo thành của chất thải muối. Tuy nhiên, quy trình như được mô tả trong WO0017378 là không thích hợp cho việc áp dụng thương mại, vì nhiều lý do. Dường như là đòi hỏi một lượng đáng kể của dung môi chiết xuất hiện trong dung dịch muối được cấp cho bước nhiệt phân. Đây là một bất lợi, không những chỉ vì sự tổn thất dung môi là không được mong muốn, mà còn bởi vì sự đốt các hợp phần hữu cơ trong môi trường bao gồm clo có nguy cơ tạo thành các sản phẩm phụ không mong muốn.

Điều cũng được xét tới là dung dịch axit trong nước sản phẩm được tạo ra theo WO00/17378 có chứa các chất ô nhiễm không mong muốn, rất khó để loại bỏ chúng.

Do đó, có nhu cầu về một cải biến của quy trình được mô tả trong WO00/17378 không bao gồm các nhược điểm nêu trên. Sáng chế đề xuất một quy trình như vậy.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Mục đích của sáng chế là đề xuất phương pháp sản xuất axit carboxylic bao gồm các bước:

a) tiến hành bước chiết xuất hỗn hợp nước chứa axit carboxylic và ít nhất là 5% khối lượng magie clorua hòa tan, tính theo tổng khối lượng nước và chất liệu đã hòa tan trong hỗn hợp nước trong đó axit carboxylic được chiết từ hỗn hợp nước vào chất

lỏng hữu cơ thứ nhất chứa dung môi hữu cơ, dung môi hữu cơ này được chọn từ nhóm gồm các keton có 5 nguyên tử cacbon trở lên, nhờ đó tạo ra dung dịch axit carboxylic hữu cơ và chất lỏng thải trong nước chứa magie clorua;

b) tiến hành bước chiết ngược dung dịch axit carboxylic hữu cơ trong đó axit carboxylic được chiết từ dung dịch axit carboxylic hữu cơ vào chất lỏng nước, nhờ đó tạo ra dung dịch axit carboxylic trong nước và chất lỏng hữu cơ thứ hai; và

c) tiến hành bước phân hủy nhiệt chất lỏng thải trong nước chứa magie clorua có nguồn gốc từ quá trình chiết xuôi ở nhiệt độ ít nhất là 300°C, nhờ đó phân hủy magie clorua thành oxit magie và HCl.

Mô tả vắn tắt hình vẽ

Fig.1 là hình vẽ minh họa một phương án được ưu tiên của sáng chế.

Mô tả chi tiết sáng chế

Điểm mấu chốt của sáng chế nằm trong việc lựa chọn một dung môi đặc biệt trong bước chiết. Đã phát hiện ra rằng việc sử dụng keton có 5 nguyên tử cacbon trở lên dẫn đến sự tạo thành của dung dịch axit carboxylic trong nước sản phẩm cuối chứa ít tạp chất, và cũng có thể dễ được tinh chế hơn so với các dung dịch được sản xuất bằng cách sử dụng các dung môi được mô tả trong WO00/17378. Hơn thế, chất lỏng được cấp vào quy trình phân hủy nhiệt còn chứa ít hợp chất hữu cơ hơn, và các hợp chất hiện diện trong đó ít có hại hơn. Cả hai đều cho phép quy trình phân hủy nhiệt có thể được vận hành trong các điều kiện an toàn, sức khỏe và môi trường HSE có thể chấp nhận được (HEALTH, SAFETY AND ENVIRONMENT) mà không đòi hỏi thiết bị đắt tiền.

Mặc dù không muốn gắn liền với lý thuyết cụ thể, song điều đã thấy là các dung môi được mô tả trong WO0017378 có các nhược điểm sau đây. Do bản chất cơ bản của chúng, cả ete lẫn amin đều có ái lực tương đối cao đối với dung dịch muối, tạo nên một nồng độ tương đối cao của các dung môi này trong dung dịch muối để cấp vào bước phân hủy nhiệt, ở đó chúng có thể gây ra sự tạo thành của các sản phẩm phụ không mong muốn do sự phân hủy không hoàn toàn. Đối với các amin làm dung môi, có nguy cơ bổ sung về sự tạo thành của các hợp chất NO_x, dẫn đến cần phải có thiết bị bổ sung. Đối với các ete, việc cấp chúng cho bước phân hủy

nhệt kéo theo các nguy cơ cháy nổ. Hơn thế, với lý do tương tự, là bản chất cơ bản của chúng, các ete và amin sẽ nằm lại trong dung dịch axit trong nước sản phẩm với lượng tương đối lớn. Các amin đặc biệt khó loại bỏ ra khỏi chúng. Hơn thế, đã phát hiện ra rằng các hợp chất này cũng dẫn đến làm tăng nồng độ clorua trong sản phẩm, do sự tương tác axit-bazơ của amin hoặc ete với HCl. Không những các hợp chất clorua khó loại bỏ, mà sự có mặt của chúng cũng đặt nặng các yêu cầu đối với thiết bị xử lý do bản chất ăn mòn của chúng.

Các rượu được kể đến trong WO0017378 dẫn đến sự tạo thành của các sản phẩm phụ, do chúng phản ứng với axit. Các sản phẩm phụ này nằm lại trong sản phẩm cuối, mà rất khó để loại bỏ chúng ra khỏi nó. Các rượu mạch ngắn có độ tan cao trong nước, dẫn đến việc chúng nằm lại trong liệu cấp cho bước phân hủy nhiệt và trong sản phẩm. Các rượu mạch dài ít có khả năng nằm lại trong sản phẩm, nhưng nếu có mặt, thì cũng rất khó loại bỏ chúng.

Đã phát hiện ra rằng việc lựa chọn một nhóm đặc biệt của các dung môi, tức là các keton có 5 nguyên tử cacbon trở lên, thì các vấn đề này sẽ không xảy ra. Các lợi ích khác của các phương án cụ thể theo sáng chế sẽ được bàn luận ở dưới.

Sáng chế thích hợp để sản xuất các axit carboxylic. Theo một phương án, axit carboxylic là axit mono- hoặc di-, hoặc tri-carboxylic có ít nhất 2, nhưng không quá 6 nguyên tử cacbon (axit carboxylic có từ 2 tới 6 nguyên tử cacbon). Theo một phương án, axit carboxylic được chọn từ nhóm gồm axit lactic, axit succinic, axit propionic, axit 3-hydroxypropionic, axit 2-, 3-, và 4-hydroxybutyric, axit xitric, axit fumaric, axit itaconic, axit adipic, axit acrylic, axit levulinic, axit maleic, axit 2,5-furandicarboxylic, axit mandelic, axit malic, và axit tartartic. Tốt hơn là, axit carboxylic được chọn từ nhóm gồm axit lactic, axit succinic, axit propionic, axit 3-hydroxypropionic, axit 2-, 3-, và 4-hydroxybutyric và axit xitric.

Theo một phương án, axit carboxylic được chọn từ các axit mono-carboxylic có từ 2 tới 6 nguyên tử cacbon. Theo một phương án, axit monocarboxylic có từ 2 tới 6 nguyên tử cacbon không chứa các nhóm hydroxyl. Nằm trong nhóm này, các ví dụ về các axit thích hợp gồm axit propionic, axit acrylic, axit butyric, và axit valeric.

Theo một phương án khác, axit monocarboxylic chứa ít nhất một nhóm hydroxyl. Nằm trong nhóm này, theo một phương án có thể được ưu tiên nếu chọn axit từ nhóm gồm axit lactic, axit glycolic, axit 3-hydroxypropionic, axit 2-, 3-, và 4-

hydroxybutyric. Theo một phương án khác nằm trong nhóm này có thể được ưu tiên nếu chọn axit từ nhóm gồm axit glycolic, axit 3-hydroxypropionic, và axit 2-, 3-, và 4-hydroxybutyric. Theo một phương án khác nữa, có thể được ưu tiên nếu axit là axit lactic.

Theo một phương án khác, axit carboxylic là axit polycarboxylic, cụ thể hơn là axit đi- hoặc tri-carboxylic có ít nhất 2, nhưng không quá 6 nguyên tử cacbon (axit carboxylic có từ 2 tới 6 nguyên tử cacbon). Theo một phương án, axit polycarboxylic được chọn từ nhóm gồm axit succinic, axit xitric, axit fumaric, axit itaconic, axit adipic, axit maleic, axit 2,5-furandicarboxylic, axit mandelic, axit malic, và axit tartartic. Tốt hơn là, axit polycarboxylic được chọn từ nhóm gồm axit succinic, axit xitric, axit fumaric, axit itaconic, axit adipic, và axit 2,5-furandicarboxylic. Axit polycarboxylic có thể đặc biệt được chọn từ axit succinic, axit fumaric, axit itaconic, và axit 2,5-furandicarboxylic.

Theo quy trình của sáng chế, hỗn hợp chứa axit carboxylic và magie clorua được thực hiện kết hợp bước chiết xuôi và bước chiết ngược. Theo quy trình của sáng chế, các bước này được thực hiện bởi việc

- tiến hành bước chiết xuôi hỗn hợp nước chứa axit carboxylic và ít nhất là 5% khối lượng magie clorua hòa tan, tính theo tổng khối lượng nước và chất liệu đã hòa tan trong hỗn hợp nước trong đó axit carboxylic được chiết từ hỗn hợp nước vào chất lỏng hữu cơ thứ nhất chứa dung môi hữu cơ, nhờ đó tạo ra dung dịch axit carboxylic hữu cơ và chất lỏng thải trong nước chứa magie clorua,
- tiến hành bước chiết ngược dung dịch axit carboxylic hữu cơ trong đó axit carboxylic được chiết từ dung dịch axit carboxylic hữu cơ vào chất lỏng nước, nhờ đó tạo ra dung dịch axit carboxylic trong nước và chất lỏng hữu cơ thứ hai.

Mặc dù không muốn gắn liền với lý thuyết, song điều tin chắc là một hoặc nhiều hiệu quả dưới đây có thể xuất hiện trong quy trình chiết theo phương pháp của sáng chế.

Có thể là sự có mặt của magie clorua trong hỗn hợp nước tăng cường cho quá trình chiết axit carboxylic từ hỗn hợp nước vào chất lỏng hữu cơ thứ nhất. Thứ hai là, có thể là magie clorua hòa tan làm giảm độ tan của dung môi hữu cơ trong nước. Cụ thể, với các nồng độ cao của magie clorua hòa tan, thì ít dung môi hơn sẽ hoà tan trong hỗn hợp nước. Hiệu quả này có thể là mạnh mẽ hơn ở nhiệt độ cao hơn, cụ thể

là trong khoảng nhiệt độ từ 20° đến 100°C. Do đó, quá trình chiết xuôi và/hoặc ngược được ưu tiên tiến hành ở nhiệt độ ít nhất là 25°C, tốt hơn là ít nhất là 30°C, tốt hơn nữa là ít nhất là 40°C. Độ tan thấp của chất lỏng hữu cơ trong nước sẽ dẫn đến việc các dòng có độ tinh khiết cao và mất ít dung môi hơn trong cả hai quá trình chiết xuôi và chiết ngược và do vậy có thể dẫn đến một quy trình có hiệu quả hơn. Trái lại, độ tan của nước trong rượu và độ tan của rượu trong nước tăng khi tăng nhiệt độ ở trong khoảng nhiệt độ từ 25°C đến 100°C.

Thứ ba là, độ tan của nước trong dung môi hữu cơ trong quá trình chiết cũng có thể được giảm bởi sự có mặt của magie clorua hòa tan.

Thứ tư là, đã thấy rằng magie clorua hòa tan có thể ức chế sự tạo thành nhũ tương, nhờ đó tăng cường sự tách pha giữa chất lỏng trong nước và chất lỏng hữu cơ. Điều này đặc biệt có lợi khi hỗn hợp nước bao gồm các vi lượng sinh khối. Sinh khối có nguồn gốc từ quy trình lên men thường chứa các hợp chất có thể đóng vai trò làm các chất hoạt động bề mặt. Do đó, khi hỗn hợp nước chứa sinh khối được cho tiếp xúc với dung môi hữu cơ, thì thường là nhũ tương sẽ được tạo ra. Sự tạo nhũ tương như vậy là không được mong muốn, do nó có thể làm gián đoạn quy trình chiết và quá trình tách pha.

Hỗn hợp nước chứa ít nhất là 5% khối lượng magie clorua hòa tan. Để làm tăng hiệu quả của bước chiết theo quy trình của sáng chế, được ưu tiên nếu lượng lớn của magie clorua hòa tan sẽ có mặt trong hỗn hợp nước. Do đó, tốt hơn nếu nồng độ của magie clorua được hòa tan trong hỗn hợp nước càng cao càng tốt. Tốt hơn là, hỗn hợp nước chứa ít nhất là 10% khối lượng, tốt hơn nữa là ít nhất là 15% khối lượng magie clorua, tính theo tổng khối lượng nước và chất liệu đã hòa tan trong hỗn hợp nước (tức là, tổng khối lượng của hỗn hợp nước không tính đến chất liệu rắn bất kỳ). Thậm chí tốt hơn nữa là hỗn hợp nước chứa ít nhất là 20% khối lượng, thậm chí tốt hơn nữa là ít nhất là 25% khối lượng magie clorua hòa tan. Có thể sử dụng ít nhất là 30% khối lượng, thậm chí tốt hơn nữa là ít nhất là 35% khối lượng magie clorua hòa tan, tính theo tổng khối lượng của hỗn hợp nước. Trị số tối đa nói chung được xác định bởi độ tan của magie clorua, là khoảng 45% khối lượng.

Tốt hơn là, hỗn hợp nước có nồng độ magie clorua hòa tan càng cao càng tốt, tức là gần với độ tan của magie clorua, tức là gần với hàm lượng khối lượng tối đa của magie clorua có thể hòa tan được trong hỗn hợp nước, được đo ở nhiệt độ mà ở

đó quá trình chiết xuôi được thực hiện. Mặc dù magie clorua không hòa tan có thể có mặt trong hỗn hợp nước, song điều này là không được mong muốn. Do đó, nồng độ muối trong hỗn hợp nước này tốt hơn là không cao hơn so với độ tan của magie clorua trong hỗn hợp nước, nhằm tránh sự kết tủa. Do đó, theo một phương án, hỗn hợp nước có nồng độ magie clorua hòa tan trong khoảng 10% khối lượng, tốt hơn là trong khoảng 5% khối lượng của độ tan của magie clorua trong hỗn hợp nước. Magie clorua hòa tan khi được sử dụng ở đây chỉ magie clorua ở trạng thái đã hòa tan của nó, tức là dưới dạng các ion đã solvat hóa, trong nước.

Về khía cạnh này, điều được lưu ý là các dịch lên men nói chung có nồng độ magie clorua theo thứ tự là 0,1% khối lượng (trước khi bổ sung muối vô cơ, như các chất trung hòa). Ngay cả khi dịch lên men như vậy được cô sau khi lên men, thì nồng độ magie clorua vẫn sẽ dưới 5% khối lượng. Magie clorua có mặt trong hỗn hợp cần được chiết do đó sẽ không có mặt trong dịch lên men; thường là có nguồn gốc từ việc bổ sung HCl trong bước axit hóa, và tùy ý từ việc bổ sung magie clorua bổ sung và/hoặc từ bước cô đặc.

Thuật ngữ “chiết” khi được sử dụng ở đây dùng để chỉ sự chiết lỏng-lỏng, còn được gọi là quá trình chiết bằng dung môi. Quá trình chiết bằng dung môi là một phương pháp chiết dựa trên cơ sở sự khác nhau về độ tan của một hợp chất trong hai chất lỏng khác nhau, cụ thể trong trường hợp này là độ tan của axit carboxylic trong nước (có mặt trong hỗn hợp nước và chất lỏng trong nước) khác với độ tan của axit carboxylic trong dung môi hữu cơ (có mặt trong chất lỏng hữu cơ). Quá trình chiết xuôi là quy trình mà trong đó hợp chất cần được chiết được chiết từ hỗn hợp nước vào chất lỏng hữu cơ. Quá trình chiết ngược là quy trình mà trong đó hợp chất cần được chiết được chiết từ chất lỏng hữu cơ vào chất lỏng nước.

Thuật ngữ “độ tan” khi được sử dụng ở đây dùng để chỉ hàm lượng theo khối lượng tối đa của một hợp chất có thể hòa tan được trong một lượng nhất định của hỗn hợp nước ở một nhiệt độ nhất định.

Quá trình chiết xuôi và quá trình chiết ngược khi được sử dụng trong phương pháp theo sáng chế là dựa trên cơ sở sự khác nhau về độ tan của axit carboxylic trong nước và dung môi hữu cơ ở các nhiệt độ khác nhau. Độ tan của một hợp chất trong một dung môi so với một dung môi khác có thể được biểu hiện theo tỷ lệ phân bố (DR). Tỷ lệ này đưa ra một chỉ báo cho thấy cách thức của một hợp chất sẽ được

phân bố trong pha nước (ví dụ, hỗn hợp nước) và pha hữu cơ (ví dụ, chất lỏng hữu cơ) trong một hệ hai pha ở trạng thái cân bằng. Tỷ lệ phân bố này có thể được xác định là tỷ lệ giữa nồng độ axit carboxylic được hòa tan trong pha hữu cơ ($[axit\ carboxylic]_{h\ddot{u}\ u\ c\ddot{o}}$) và nồng độ của axit carboxylic được hòa tan trong nước ($[axit\ carboxylic]_{n\ddot{u}\ c}$), với điều kiện hai pha này ở trạng thái cân bằng với nhau:

$$DR = [axit\ carboxylic]_{h\ddot{u}\ u\ c\ddot{o}} / [axit\ carboxylic]_{n\ddot{u}\ c} \quad (1)$$

Từ công thức (1) có thể kết luận rằng tỷ lệ phân bố càng cao, thì axit carboxylic sẽ hoà tan trong pha hữu cơ càng nhiều.

Tỷ lệ phân bố này phụ thuộc vào nhiều biến số, bao gồm nhiệt độ và thành phần cụ thể của pha nước và pha hữu cơ. Ví dụ, nồng độ của magie clorua hòa tan trong hỗn hợp nước và loại dung môi được sử dụng sẽ ảnh hưởng tới tỷ lệ phân bố.

Trong quá trình chiết xuôi, tốt hơn nếu axit carboxylic hoà tan trong dung môi hữu cơ tốt hơn so với trong nước. Do đó, tỷ lệ phân bố trong quá trình chiết xuôi cần phải càng cao càng tốt. Cụ thể là, tỷ lệ phân bố cao trong quá trình chiết xuôi là được mong muốn do axit carboxylic bất kỳ vẫn còn có mặt trong chất lỏng thải sẽ trực tiếp dẫn đến sự giảm của tổng hiệu suất axit carboxylic khi chất lỏng thải này không thể sử dụng lại được và/hoặc tái tuần hoàn trở lại quy trình một lần nữa, hoặc sử dụng được cho các mục đích khác và sẽ phải bỏ đi. Trong trường hợp tỷ lệ phân bố trong quá trình chiết xuôi là cao, thì tương đối ít axit carboxylic sẽ bị mất đi do phần lớn axit carboxylic sẽ được hòa tan trong chất lỏng hữu cơ.

Được ưu tiên nếu DR trong quá trình chiết xuôi, còn được gọi là D_{FE} ít nhất là 0,1, đặc biệt hơn ít nhất là 0,4, đặc biệt hơn nữa ít nhất là 0,8.

Trong quá trình chiết ngược, điều trái ngược thực tế xảy ra. Tốt hơn nếu axit carboxylic hoà tan trong pha nước tốt hơn so với trong chất lỏng hữu cơ. Được ưu tiên nếu DR trong quá trình chiết ngược, còn được gọi là D_{BE} tối đa là 0,5, đặc biệt hơn tối đa là 0,3, đặc biệt hơn nữa tối đa là 0,1.

Nếu tỷ lệ phân bố cho quá trình chiết xuôi là cao hơn so với tỷ lệ phân bố cho quá trình chiết ngược, thì điều này sẽ góp phần tới hiệu quả cô đặc, trong đó dung dịch axit carboxylic trong nước tạo ra sau khi chiết ngược có nồng độ axit carboxylic

cao hơn so với hỗn hợp nước được sử dụng làm nguyên liệu ban đầu trong quá trình chiết xuất.

Để đạt được hiệu quả cô đặc thì được ưu tiên nêu tỷ số giữa D_{FE} và D_{BE} ít nhất là 1,1, cụ thể hơn là ít nhất là 2. Tỷ số giữa D_{FE} và D_{BE} nói chung sẽ không lớn hơn 10.

Phương pháp của sáng chế bao gồm bước tạo ra hỗn hợp nước chứa axit carboxylic và magie clorua hòa tan. Hỗn hợp nước này là hỗn hợp cần được chiết bằng chất lỏng hữu cơ.

Tốt hơn, nếu hỗn hợp nước này là dung dịch nước, do quá trình chiết có thể thực hiện được một cách dễ dàng hơn khi không có mặt chất liệu rắn. Một dung dịch như vậy còn có thể được gọi là dung dịch nước cấp. Tuy nhiên, sự có mặt của chất liệu rắn trong hỗn hợp nước này có thể cho phép tới một mức độ nhất định, phụ thuộc vào thiết bị được sử dụng, sẽ là điều hiển nhiên đối với chuyên gia trong lĩnh vực kỹ thuật này. Do vậy, hỗn hợp nước này cũng có thể là một huyền phù. Các ví dụ về chất liệu rắn có thể có mặt trong một huyền phù như vậy gồm axit carboxylic ở dạng rắn, magie clorua không hòa tan và các tạp chất không tan.

Tốt hơn, nếu hàm lượng axit carboxylic có mặt trong hỗn hợp nước càng cao càng tốt. Tùy thuộc vào độ tan của axit, hỗn hợp nước có thể chứa, ví dụ, ít nhất là 5% khối lượng, tốt hơn là ít nhất là 10% khối lượng, tốt hơn nữa là ít nhất là 15% khối lượng axit carboxylic, tính theo tổng khối lượng của hỗn hợp nước. Nước có mặt trong hỗn hợp nước có thể được bão hòa bằng axit carboxylic. Hỗn hợp nước có thể chứa axit carboxylic ở dạng rắn, nhưng tốt hơn là hàm lượng chất rắn càng thấp càng tốt do các chất rắn có thể làm khó cho sự chiết và tách pha hơn. Nằm trong phạm vi hiểu biết của chuyên gia trong lĩnh vực là việc xác định loại thiết bị chiết có sẵn trong thương mại có thể vận hành được với các chất rắn. Do đó, hàm lượng axit carboxylic trong hỗn hợp nước có thể là cao hơn, nhưng tốt hơn là bằng hoặc thấp hơn độ tan của axit carboxylic trong hỗn hợp nước. Tốt hơn là, dưới 99% khối lượng axit carboxylic có mặt trong hỗn hợp nước là ở dạng đã hòa tan.

Theo một phương án, hỗn hợp nước có độ pH bằng hoặc thấp hơn 2, thông thường độ pH dưới 1, ví dụ, độ pH nằm trong khoảng 0-1. Được ưu tiên nếu độ pH là tương đối thấp, để đảm bảo rằng axit carboxylic có mặt trong hỗn hợp này ở dạng có tính axit, cho phép chiết.

Hỗn hợp nước này có thể còn chứa các tạp chất, cụ thể là các tạp chất có nguồn gốc từ quy trình lên men. Các tạp chất như vậy có thể hòa tan hoặc không tan trong hỗn hợp nước này. Các ví dụ về các tạp chất hòa tan gồm đường, các protein, và các muối. Sinh khối không tan (ví dụ, các vi sinh vật) và các muối không tan là các ví dụ của các tạp chất không tan. Các tạp chất này có thể thường xuyên có mặt trong dịch lên men.

Theo các phương án nhất định, có thể được ưu tiên là axit carboxylic có độ tan trong nước cao hơn so với độ tan của magie clorua, trong đó độ tan được xác định là hàm lượng khối lượng tối đa của một hợp chất có thể hòa tan được trong 100g nước ở 20°C. Do vậy, có thể hoà tan một lượng lớn axit carboxylic trong hỗn hợp nước so với lượng magie clorua hòa tan mà không xảy ra sự kết tủa của magie clorua hoặc axit carboxylic. Ví dụ, trong trường hợp $MgCl_2$ được dùng làm magie clorua hòa tan, axit carboxylic tốt hơn là có độ tan trong nước lớn hơn 60g/100g nước ở 20°C, tốt hơn là lớn hơn 80g/100g, thậm chí tốt hơn nữa là 100g/100.

Theo phương pháp của sáng chế, hỗn hợp nước nêu trên được thực hiện bước chiết bởi việc cho nó tiếp xúc với chất lỏng hữu cơ bao gồm dung môi hữu cơ được chọn từ nhóm gồm các keton có 5 nguyên tử cacbon trở lên, nhờ đó tạo ra dung dịch axit carboxylic hữu cơ và chất lỏng thải trong nước chứa magie clorua. Trong quá trình chiết xuôi này, axit carboxylic được tách ra khỏi các tạp chất có mặt trong hỗn hợp nước bằng cách hoà tan nó trong chất lỏng hữu cơ thứ nhất. Các tạp chất sẽ nằm lại trong hỗn hợp nước.

Tốt hơn là, chất lỏng hữu cơ chứa ít nhất là 90% khối lượng dung môi hữu cơ, tốt hơn là ít nhất là 95% khối lượng, tốt hơn nữa là ít nhất là 99% khối lượng. Theo một phương án, chất lỏng hữu cơ là dung môi hữu cơ. Thông thường, các lượng nhỏ của nước có thể có mặt trong chất lỏng hữu cơ thứ nhất, đặc biệt là khi chất lỏng bao gồm (một phần) là dung môi hữu cơ tái tuần hoàn từ bước tái chế sau khi chiết.

Dung môi hữu cơ được chọn từ nhóm gồm các keton có từ 5 nguyên tử cacbon trở lên. Trạng thái C5+ để chỉ cho các keton có ít nhất 5 nguyên tử cacbon. Đã phát hiện ra rằng các hợp chất dung môi đặc biệt thể hiện các đặc tính tốt trong quy trình của sáng chế, cụ thể là liên quan tới độ tinh khiết hoặc khả năng tinh chế sản phẩm cuối, và liên quan tới thành phần của chất lỏng thải để cấp vào bước phân hủy nhiệt. Theo một số phương án, việc sử dụng dung môi này liên quan tới hiệu quả

cô đặc xuất hiện, trong đó nồng độ của axit trong sản phẩm cuối là cao hơn so với nồng độ của axit trong hỗn hợp đầu. Việc lựa chọn dung môi hữu cơ thích hợp có thể góp phần thiết lập tỷ lệ phân bố cao trong khi quá trình chiết xuất. Trong trường hợp này, chỉ một lượng tương đối nhỏ của axit carboxylic sẽ bị mất trong chất lỏng thái trong nước.

Theo sáng chế, được ưu tiên nếu sử dụng các keton, cụ thể là các keton có từ 5 tới 8 nguyên tử cacbon. Các hỗn hợp cũng có thể được áp dụng. Việc sử dụng các keton có từ 9 nguyên tử cacbon trở lên là ít được ưu tiên, do các hợp chất này có thể dẫn tới việc có nhiều tạp chất hơn trong sản phẩm cuối. Việc sử dụng metyl-isobutyl-keton (MIBK) đã cho thấy là đặc biệt có lợi.

Bước chiết của phương pháp theo sáng chế không đòi hỏi việc sử dụng các chất chiết, như các amin. Thực tế, việc sử dụng các chất chiết trong dung môi hữu cơ nói chung là không được mong muốn. Chất chiết là một hợp chất tạo ra một phức chất với hợp chất cần được chiết (trong trường hợp này là axit carboxylic). Tuy nhiên, sự tạo thành (trong quá trình chiết xuất) và sự phá vỡ của phức chất sẽ đòi hỏi một lượng năng lượng tương đối lớn, khiến cho sự khác biệt về nhiệt độ giữa quá trình chiết ngược và quá trình chiết xuất sẽ đòi hỏi phải lớn hơn nhiều so với mức cần thiết. Do đó, chất lỏng hữu cơ tốt hơn là không bao gồm hoặc hầu như không chứa các chất chiết, cụ thể là không hoặc hầu như không chứa các chất chiết amin. Do vậy, axit carboxylic trong phương pháp theo sáng chế tốt hơn là được chiết ở dạng axit trung tính của nó và không nằm dưới dạng muối hoặc phức chất.

Chất lỏng hữu cơ tốt hơn là về cơ bản không có các amin, các ete, và các rượu, điều này có nghĩa là các hợp chất này, nếu có mặt toàn bộ, thì mỗi loại có mặt với lượng dưới 2% khối lượng, tốt hơn là dưới 1% khối lượng, tốt hơn nữa là dưới 0,5% khối lượng, được tính toán theo khối lượng của chất lỏng hữu cơ.

Tỷ lệ giữa chất lỏng hữu cơ và hỗn hợp nước được sử dụng trong quá trình chiết xuất được xác định bởi các yếu tố dưới đây. Một mặt, nếu lượng chất lỏng hữu cơ tương đối cao, thì hiệu quả của quá trình chiết, được biểu hiện dưới dạng phần trăm axit trong hỗn hợp nước được chiết vào chất lỏng hữu cơ sẽ là cao. Mặt khác, một lượng lớn của chất lỏng hữu cơ sẽ phải được sử dụng. Ngược lại, nếu lượng chất lỏng hữu cơ tương đối thấp, thì cần phải có ít lượng chất lỏng hữu cơ, nhưng hiệu quả chiết sẽ giảm.

Tỷ lệ phân bố (DR) đã được xác định ở trên có thể đưa ra một hướng dẫn về vấn đề này.

Theo một phương án, lượng chất lỏng hữu cơ được sử dụng trong quá trình chiết xuất có thể nằm trong khoảng từ 0,5/DR tới 1,5/DR lần lượng hỗn hợp nước.

Việc sử dụng lượng chất lỏng hữu cơ nằm trong khoảng từ 0,5/DR tới 0,8/DR lần lượng hỗn hợp nước cho quá trình chiết xuất có thể được mong muốn để làm giảm lượng dung môi được sử dụng, và sẽ giúp nâng cao nồng độ của axit trong sản phẩm cuối. Tuy nhiên, hiệu suất của bước chiết trong trường hợp này có thể là dưới 99%.

Việc sử dụng lượng chất lỏng hữu cơ nằm trong khoảng từ 1,3/DR tới 1,5/DR lần lượng hỗn hợp nước cho quá trình chiết xuất có thể dẫn tới việc hiệu suất chiết trên 99%, nhưng có thể dẫn đến làm giảm nồng độ của axit trong sản phẩm cuối. Việc sử dụng lượng chất lỏng hữu cơ nằm trong khoảng từ 0,8/DR tới 1,3/DR, và cụ thể nằm trong khoảng từ 1,0/DR tới 1,2/DR, lần lượng hỗn hợp nước cho quá trình chiết xuất là được mong muốn nhất, do nằm trong khoảng này cả nồng độ tối ưu của axit trong sản phẩm lẫn hiệu suất chiết trên 99% đều có thể đạt được. Hiệu suất chiết khi được sử dụng ở đây dùng để chỉ phần trăm khối lượng của axit carboxylic được chiết vào chất lỏng hữu cơ trong khi quá trình chiết xuất.

Quá trình chiết xuất được thực hiện thông thường bằng cách cho tiếp xúc hỗn hợp nước với chất lỏng hữu cơ dư nhất, nhờ đó tạo ra dung dịch axit carboxylic hữu cơ và chất lỏng thải trong nước chứa magie clorua. Tốt hơn là, quá trình chiết này là quá trình chiết kiểu dòng ngược, tức là hỗn hợp nước và chất lỏng hữu cơ được tiếp xúc với nhau bằng cách sử dụng các dòng ngược chiều nhau. Với một cấu hình như vậy, sự chiết rất hiệu quả axit carboxylic vào chất lỏng hữu cơ có thể đạt được, đặc biệt là đối với hiệu suất.

Tốt hơn, nếu quá trình chiết được thực hiện trong cột chiết. Trong trường hợp dung môi hữu cơ được sử dụng có tỷ trọng thấp hơn nước (ví dụ, trong trường hợp MIBK), thì tốt hơn nếu dung môi hữu cơ được cấp vào đáy của cột, trong khi hỗn hợp nước được cấp ở phía trên của cột. Do đó, hai pha sẽ tạo ra: pha bên trên chứa dung môi hữu cơ và pha bên dưới chứa hỗn hợp nước. Tại bề mặt chung giữa hai pha, sinh khối bất kỳ và/hoặc chất liệu rắn khác có mặt trong hỗn hợp nước sẽ tích tụ. Như được mô tả ở trên, sinh khối không gây ra sự nhũ hóa do sự có mặt của muối

trong hỗn hợp nước này. Bằng cách cấp dung môi hữu cơ ở đáy của cột, dung môi hữu cơ sẽ dịch chuyển đi lên qua hỗn hợp nước, nhờ đó chiết axit carboxylic và tạo ra dung dịch axit carboxylic hữu cơ. Ở đáy của cột, chất lỏng thải trong nước có thể được tạo ra, thường là dưới dạng dung dịch nước muối, dung dịch này chứa magie clorua.

Quá trình chiết xuôi có thể được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng 20-100°C, tốt hơn là ở nhiệt độ nằm trong khoảng 30-80°C, ví dụ ở nhiệt độ nằm trong khoảng 40-60°C. Để đạt được nhiệt độ mong muốn cho quá trình chiết xuôi, hỗn hợp nước và/hoặc chất lỏng hữu cơ có thể được gia nhiệt trước khi chiết xuôi. Như được mô tả ở trên, các nhiệt độ cao nằm trong khoảng 20-100°C là có lợi liên quan tới việc làm giảm độ tan của dung môi hữu cơ trong nước. Ngoài ra, tỷ lệ phân bố này có thể tăng khi tăng nhiệt độ và/hoặc có thể dẫn đến hiệu quả cô đặc mạnh. Xét về các điều kiện ăn mòn có thể có của hỗn hợp nước có tính axit, nhiệt độ trên 60°C có thể là nhược điểm. Tuy nhiên, sự ăn mòn có thể, ví dụ, tránh được bằng cách sử dụng thiết bị chiết được bọc bằng thủy tinh hoặc chất dẻo.

Chất lỏng thải trong nước được tạo thành trong quá trình chiết xuôi chứa magie clorua. Chất lỏng thải trong nước thường được tạo ra dưới dạng dung dịch muối trong nước, dung dịch này chứa magie clorua. Dung dịch này tương đối tinh khiết, do các tạp chất không tan thường nằm lại ở bề mặt chung của bề mặt chung nước/hữu cơ trong quá trình chiết.

Nhằm tránh mất axit ra khỏi hệ thống, được ưu tiên nếu nồng độ của axit carboxylic trong chất lỏng thải càng thấp càng tốt. Theo một phương án, nồng độ axit carboxylic trong chất lỏng thải dưới 1% khối lượng, cụ thể là dưới 0,5% khối lượng, cụ thể hơn là dưới 0,1% khối lượng. Đã phát hiện ra rằng việc chiết sử dụng phương pháp theo sáng chế cho phép có các tổn thất axit rất thấp này.

Nhằm tránh mất dung môi ra khỏi hệ thống, và để tránh các vấn đề trong quá trình xử lý tiếp, đặc biệt là khi áp dụng bước phân hủy nhiệt, thì được ưu tiên nếu nồng độ của dung môi trong chất lỏng thải càng thấp càng tốt. Theo một phương án, nồng độ dung môi trong chất lỏng thải dưới 1% khối lượng, cụ thể là dưới 0,5% khối lượng, cụ thể hơn là dưới 0,2% khối lượng, và tốt hơn là dưới 0,1% khối lượng. Đã phát hiện ra rằng việc chiết sử dụng phương pháp theo sáng chế cho phép có các tổn thất dung môi rất thấp này.

Được ưu tiên nếu ít nhất là 80% axit có mặt trong hệ thống là nằm trong pha hữu cơ sau khi chiết xuôi, cụ thể ít nhất là 90%, tốt hơn là ít nhất là 95%, tốt hơn nữa là ít nhất là 98%, cũng tốt hơn nữa là ít nhất là 99%.

Được ưu tiên nếu ít nhất là 90% magie clorua có mặt trong hệ thống là có mặt trong chất lỏng thải trong nước sau khi chiết xuôi, tốt hơn là ít nhất là 95%, tốt hơn nữa là ít nhất là 98%, cụ thể ít nhất là 99%.

Dung dịch axit carboxylic hữu cơ sau đó được đưa vào bước chiết ngược. Tùy ý, dung dịch axit carboxylic hữu cơ đã tạo ra trong quá trình chiết xuôi được thực hiện bước rửa trung gian để loại bỏ các tạp chất bất kỳ có mặt trong dung dịch axit carboxylic hữu cơ. Các tạp chất như vậy thường bị cuốn theo ra khỏi hỗn hợp nước, ví dụ, các ion clorua hoặc kim loại. Trong bước rửa như vậy, dung dịch axit carboxylic hữu cơ được cho tiếp xúc với chất lỏng rửa. Bước như vậy có thể làm giảm các lượng tạp chất, như các ion clorua và/hoặc kim loại trong sản phẩm cuối, tức là dung dịch axit carboxylic trong nước. Việc loại bỏ các ion này có thể còn tránh được các vấn đề ăn mòn. Chất lỏng rửa thường là dung dịch nước.

Theo một phương án, phần dung dịch axit carboxylic trong nước được tạo ra dưới dạng sản phẩm trong quá trình chiết ngược được dùng làm chất lỏng rửa. Theo phương án này, một phần nhỏ, ví dụ, 0,5-5% khối lượng, cụ thể là 0,5-2% khối lượng của toàn bộ dung dịch axit carboxylic trong nước sản phẩm có thể được sử dụng để rửa. Chất lỏng rửa này sau đó được tái tuần hoàn vào hỗn hợp nước, ở đó một lần nữa nó được thực hiện chiết xuôi. Cần phải lưu ý trong quá trình rửa để không loại bỏ quá nhiều axit ra khỏi chất lỏng hữu cơ, do điều này sẽ ảnh hưởng một cách bất lợi tới nồng độ của axit carboxylic trong sản phẩm cuối. Việc xác định các điều kiện rửa thích hợp là nằm trong phạm vi hiểu biết của chuyên gia trong lĩnh vực.

Dung dịch axit carboxylic hữu cơ được tạo ra trong quá trình chiết xuôi, tùy ý sau khi rửa, được chiết ngược vào dung dịch nước, nhờ đó tạo ra dung dịch axit carboxylic trong nước và chất lỏng hữu cơ thứ hai. Bước này có thể được nhắc đến ở đây là quá trình chiết thứ hai hoặc quá trình chiết ngược. Quá trình chiết ngược dẫn đến việc dung dịch axit carboxylic trong nước, có độ tinh khiết cao và đặc biệt là có nồng độ muối thấp hơn so với hỗn hợp nước ban đầu. Như được giải thích ở trên,

dung dịch axit carboxylic trong nước sản phẩm theo sáng chế thường có nồng độ của axit carboxylic cao hơn so với hỗn hợp nước.

Tỷ lệ giữa chất lỏng trong nước và dung dịch axit hữu cơ được sử dụng trong quá trình chiết ngược được xác định bởi các yếu tố dưới đây. Một mặt, nếu lượng chất lỏng trong nước tương đối cao, thì hiệu quả của quá trình chiết, được biểu hiện dưới dạng phần trăm axit trong dung dịch axit hữu cơ được chiết vào chất lỏng trong nước sẽ là cao. Mặt khác, một lượng lớn của chất lỏng trong nước sẽ phải được sử dụng, và nồng độ của axit carboxylic trong sản phẩm cuối sẽ giảm. Ngược lại, nếu lượng chất lỏng trong nước tương đối thấp, thì nồng độ của axit carboxylic trong sản phẩm cuối được cải thiện, nhưng hiệu quả chiết sẽ giảm.

Một trị số thích hợp cho tỷ lệ giữa chất lỏng trong nước và dung dịch axit hữu cơ được sử dụng trong quá trình chiết ngược có thể được tính từ tỷ lệ phân bố (DR) đã được xác định ở trên. Theo một phương án, lượng chất lỏng trong nước được sử dụng trong quá trình chiết ngược là từ $0,5 \cdot DR$ tới $1,5 \cdot DR$ lần lượng dung dịch axit carboxylic hữu cơ.

Việc sử dụng lượng chất lỏng trong nước nằm trong khoảng từ $0,5 \cdot DR$ tới $0,8 \cdot DR$ lần lượng dung dịch axit carboxylic hữu cơ để chiết ngược có thể là được mong muốn để tạo ra nồng độ cao của axit carboxylic trong sản phẩm cuối. Tuy nhiên, hiệu suất của bước chiết ngược trong trường hợp này có thể là dưới hiệu suất dưới 99%. Việc sử dụng lượng chất lỏng trong nước nằm trong khoảng từ $1,3 \cdot DR$ tới $1,5 \cdot DR$ lần lượng dung dịch axit carboxylic hữu cơ để chiết ngược có thể dẫn tới việc hiệu suất chiết ngược trên 99%, nhưng thường làm giảm nồng độ của axit carboxylic trong sản phẩm cuối. Việc sử dụng lượng chất lỏng trong nước nằm trong khoảng từ $0,8 \cdot DR$ tới $1,3 \cdot DR$, và cụ thể nằm trong khoảng từ $1,0 \cdot DR$ tới $1,2 \cdot DR$ lần lượng dung dịch axit carboxylic hữu cơ là được mong muốn nhất, do nằm trong khoảng này cả nồng độ tối ưu của axit trong sản phẩm cuối lẫn hiệu suất chiết trên 99% đều có thể đạt được. Hiệu suất chiết ngược khi được sử dụng ở đây dùng để chỉ phần trăm khối lượng của axit carboxylic được chiết vào chất lỏng trong nước trong quá trình chiết ngược.

Quá trình chiết ngược được thực hiện thông thường bằng cách cho tiếp xúc dung dịch axit carboxylic hữu cơ với chất lỏng trong nước, nhờ đó tạo ra dung dịch axit carboxylic trong nước và chất lỏng hữu cơ thứ hai. Dung dịch axit carboxylic

trong nước là dung dịch sản phẩm. Nếu muốn, chất lỏng hữu cơ thứ hai, toàn bộ hoặc một phần của nó, có thể được tái tuần hoàn vào quá trình chiết xuôi làm chất lỏng hữu cơ thứ nhất, tùy ý sau khi tiến hành bước tinh chế. Tốt hơn là, quá trình chiết này là quá trình chiết kiểu dòng ngược. Với một cấu hình như vậy, sự chiết rất hiệu quả axit carboxylic vào chất lỏng trong nước có thể đạt được, đặc biệt là đối với hiệu suất.

Tốt hơn, nếu quá trình chiết được thực hiện trong cột chiết. Trong trường hợp dung môi hữu cơ được sử dụng có tỷ trọng thấp hơn nước, tốt hơn nếu chất lỏng trong nước được cấp ở phía trên của cột, trong khi dung dịch axit carboxylic hữu cơ được cấp ở đáy của cột. Do đó, hai pha sẽ tạo ra: pha bên trên chứa dung môi hữu cơ và pha bên dưới chứa chất lỏng trong nước. Bằng cách cấp chất lỏng trong nước ở phía trên của cột, nó sẽ đi xuống qua dung dịch axit carboxylic hữu cơ, nhờ đó chiết axit carboxylic và tạo ra dung dịch axit carboxylic trong nước. Dung dịch axit carboxylic trong nước có thể sau đó được thu hồi ở đáy của cột.

Điều được lưu ý là được dự liệu nếu làm bốc hơi dung môi hữu cơ ra khỏi dung dịch axit carboxylic hữu cơ sau khi chiết xuôi, nhờ đó trực tiếp tạo ra axit carboxylic. Tuy nhiên, các kết quả tốt hơn đạt được khi sử dụng quá trình chiết ngược theo sáng chế. Quá trình chiết ngược dẫn đến có ít tạp chất hơn và quy trình có hiệu quả năng lượng hơn.

Quá trình chiết ngược có thể được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng 20-100°C, tốt hơn là ở nhiệt độ bằng hoặc thấp hơn 80°C, tốt hơn nữa là ở nhiệt độ bằng hoặc thấp hơn 60°C. Tốt hơn, nếu quá trình chiết ngược được thực hiện ở nhiệt độ ở trên 0°C, tốt hơn là nhiệt độ ít nhất là 10°C do chi phí năng lượng liên quan tới việc làm lạnh. Nhiệt độ bằng hoặc gần với nhiệt độ trong quá trình chiết xuôi là đặc biệt ưu tiên cho quá trình chiết ngược. Điều này có thể tiết kiệm năng lượng, do việc ít đòi hỏi việc gia nhiệt và/hoặc làm lạnh giữa các dòng khác nhau trong quy trình chiết. Do đó, theo một phương án, quá trình chiết ngược được thực hiện với mức chênh lệch trong khoảng 10°C, ví dụ, trong khoảng 5°C của nhiệt độ mà ở đó quá trình chiết xuôi được thực hiện. Việc sử dụng một nhiệt độ như nhau trong quá trình chiết xuôi và quá trình chiết ngược ở đây được gọi là các điều kiện đẳng nhiệt. Quá trình chiết xuôi và quá trình chiết ngược có thể được thực hiện ở nhiệt độ rất giống

nhau, ví dụ, bằng cách áp dụng mức chênh lệch nhiệt độ giữa quá trình chiết xuôi và quá trình chiết ngược là dưới 5°C .

Theo một phương án, quá trình chiết vào chất lỏng hữu cơ (chiết xuôi) được thực hiện ở nhiệt độ thấp hơn so với quá trình chiết vào chất lỏng trong nước (chiết ngược). Phương pháp chiết như vậy còn được gọi là sự chiết quay vòng nhiệt độ không đổi. Nhiệt độ trong quá trình chiết ngược trong trường hợp này là cao hơn nhiệt độ trong quá trình chiết xuôi với mức chênh lệch trong khoảng $5-45^{\circ}\text{C}$, ví dụ, $10-20^{\circ}\text{C}$.

Theo một phương án khác, quá trình chiết vào chất lỏng hữu cơ (chiết xuôi) được thực hiện ở nhiệt độ cao hơn so với quá trình chiết vào chất lỏng trong nước (chiết ngược). Phương pháp chiết như vậy còn được gọi là sự chiết quay vòng nhiệt độ biến đổi. Trong quá trình chiết quay vòng nhiệt độ biến đổi, bước chiết ngược trong trường hợp này có thể được thực hiện ở nhiệt độ thấp hơn nhiệt độ mà ở đó quá trình chiết xuôi được thực hiện với mức chênh lệch trong khoảng $10-50^{\circ}\text{C}$ hoặc $20-30^{\circ}\text{C}$. Đã phát hiện ra rằng việc vận hành quá trình chiết theo chế độ quay vòng nhiệt độ biến đổi có thể dẫn đến sự gia tăng nồng độ của axit trong sản phẩm.

Theo một phương án của quy trình theo sáng chế, dung dịch axit carboxylic hữu cơ được cho tiếp xúc nhiệt với chất lỏng hữu cơ thứ hai bằng cách sử dụng bộ trao đổi nhiệt. Điều này là có lợi khi quá trình chiết xuôi và quá trình chiết ngược được thực hiện ở các nhiệt độ khác nhau.

Đã phát hiện ra rằng theo một số phương án của sáng chế, dung dịch axit carboxylic trong nước tạo ra sau khi chiết ngược khi tiến hành theo sáng chế có nồng độ axit carboxylic cao hơn so với hỗn hợp nước được cấp cho quá trình chiết xuôi. Có hay không hiệu ứng này có thể xảy ra, và nếu xảy, tới mức độ nào sẽ tùy thuộc như vào bản chất của axit, tỷ lệ giữa chất lỏng hữu cơ và hỗn hợp nước được sử dụng trong quá trình chiết xuôi, tỷ lệ giữa chất lỏng trong nước và dung dịch axit carboxylic hữu cơ được sử dụng để chiết ngược, nhiệt độ mà ở bước chiết được thực hiện, loại chất lỏng hữu cơ được sử dụng và lượng magie clorua hòa tan có mặt trong hỗn hợp nước. Hơn thế nữa, được ưu tiên nếu lựa chọn các điều kiện quy trình theo cách sao cho để tạo ra hiệu suất chiết cao. Về khía cạnh này, sẽ tốt hơn nếu hàm lượng khối lượng của chất lỏng hữu cơ được sử dụng trong quá trình chiết xuôi bằng 1,0/DR tới 1,2/DR lần hàm lượng khối lượng của hỗn hợp nước trong khi hàm lượng

khối lượng của chất lỏng trong nước được sử dụng trong quá trình chiết ngược bằng $1,0 \cdot DR$ tới $1,2 \cdot DR$ lần hàm lượng khối lượng của dung dịch axit carboxylic hữu cơ. Thậm chí được ưu tiên hơn nữa là hàm lượng khối lượng của chất lỏng hữu cơ được sử dụng trong quá trình chiết xuôi bằng $1,1/DR$ tới $1,2/DR$ lần hàm lượng khối lượng của hỗn hợp nước trong khi hàm lượng khối lượng của chất lỏng trong nước được sử dụng trong quá trình chiết ngược bằng $1,1 \cdot DR$ tới $1,2 \cdot DR$ lần hàm lượng khối lượng của dung dịch axit carboxylic hữu cơ. Các tỷ lệ khối lượng này dẫn tới hiệu quả cô đặc đặc biệt tốt khi kết hợp bổ sung với nhiệt độ chiết xuôi nằm trong khoảng $50-60^{\circ}C$ và nồng độ magie clorua hòa tan ít nhất là 10% khối lượng, tính theo tổng lượng nước và chất liệu đã hòa tan có mặt trong hỗn hợp nước. Chất lỏng hữu cơ được sử dụng trong trường hợp này tốt hơn là keton, tốt hơn nữa là MIBK. Quá trình chiết ngược trong trường hợp này tốt hơn là được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng $20-60^{\circ}C$, tốt hơn nữa là ở nhiệt độ nằm trong khoảng $50-60^{\circ}C$. Một hiệu quả cô đặc thậm chí tốt nữa được tạo ra khi sử dụng nồng độ magie clorua ít nhất là 15% khối lượng thay vì ít nhất 10% khối lượng, tính theo tổng lượng nước và chất liệu đã hòa tan có mặt trong hỗn hợp nước. Do vậy, sự kết hợp dưới đây của các thông số có thể dẫn tới hiệu quả cô đặc đặc biệt tốt và có thể đồng thời dẫn tới hiệu suất chiết tốt:

- nồng độ magie clorua ít nhất là 10% khối lượng, tính theo tổng lượng nước và chất liệu đã hòa tan có mặt trong hỗn hợp nước;
- nhiệt độ chiết xuôi nằm trong khoảng $30-60^{\circ}C$, cụ thể là nằm trong khoảng $50-60^{\circ}C$;
- nhiệt độ chiết ngược nằm trong khoảng $20-60^{\circ}C$;
- hàm lượng khối lượng của chất lỏng hữu cơ được sử dụng trong quá trình chiết xuôi là từ $1,1/DR$ tới $1,2/DR$ lần hàm lượng khối lượng của hỗn hợp nước;
- hàm lượng khối lượng của chất lỏng trong nước được sử dụng trong quá trình chiết ngược là từ $1,1 \cdot DR$ tới $1,2 \cdot DR$ lần hàm lượng khối lượng của dung dịch axit carboxylic hữu cơ;
- chất lỏng hữu cơ là keton có 5 nguyên tử cacbon trở lên, tốt hơn là keton có từ 5 tới 8 nguyên tử cacbon, tốt hơn nữa là MIBK.

Sự kết hợp trên sẽ trở nên tốt hơn khi sử dụng nồng độ magie clorua ít nhất là 15% khối lượng, tính theo tổng lượng nước và chất liệu đã hòa tan có mặt trong hỗn hợp nước.

Tổng hiệu suất của phương pháp theo sáng chế phụ thuộc vào cả hiệu suất chiết trong quá trình chiết xuôi lẫn hiệu suất chiết trong quá trình chiết ngược.

Hiệu suất của quá trình chiết xuôi có thể được tăng lên bằng cách thực hiện quá trình chiết xuôi với các dòng ngược chiều nhau (xem ở trên). Quá trình chiết dòng ngược như vậy có thể được thực hiện trong một hoặc nhiều bình (ví dụ, máy trộn hoặc thiết bị lắng). Hiệu suất của bước chiết có thể được tăng lên bằng cách tăng kích cỡ và/hoặc số lượng bình. Khi sử dụng nhiều bình, thì các bình này được mắc nối tiếp với nhau. Trong trường hợp này, bình thứ hai hoặc bình tiếp theo chiết tiếp chất lỏng trong nước thu được sau khi chiết trong bình phía trước. Tuy nhiên, tốt hơn là quá trình chiết xuôi được thực hiện trong một bình (ví dụ, cột chiết) đủ lớn để tạo ra hiệu suất cao mong muốn (thường là trên 99%). Ví dụ, các cột chiết lớn có chiều cao nằm trong khoảng 10-20 mét là đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này. Chuyên gia trong lĩnh vực này có thể điều chỉnh được kích cỡ và/hoặc số lượng bình để tạo ra hiệu suất bằng hoặc trên 99%.

Hiệu suất của quá trình chiết ngược có thể được tăng lên theo cùng cách như được mô tả ở trên cho quá trình chiết xuôi. Trong trường hợp nhiều bình được sử dụng, bình thứ hai hoặc bình tiếp theo chiết tiếp chất lỏng hữu cơ thu được sau khi chiết trong bình phía trước.

Nếu muốn, phương pháp theo sáng chế có thể còn bao gồm bước cô dung dịch axit carboxylic trong nước sản phẩm bởi việc bốc hơi nước. Nước được bốc hơi trong bước này có thể được tái tuần hoàn bởi việc tái sử dụng nó làm chất lỏng trong nước trong quá trình chiết ngược. Có khả năng đối với dung dịch axit carboxylic trong nước sản phẩm là bao gồm một lượng nhỏ của dung môi hữu cơ và cặn từ bước chiết, nếu có mặt, ví dụ, nằm trong khoảng 0,1-3% khối lượng tính theo tổng lượng dung dịch axit carboxylic trong nước. Khi bước bốc hơi được thực hiện, dung môi hữu cơ cũng được bốc hơi thông thường trong bước cô, thường được tăng cường bởi hiệu quả chưng cất của nước.

Như nêu trên, chất lỏng hữu cơ thứ hai tạo ra trong quá trình chiết ngược có thể được tái tuần hoàn bởi việc tái sử dụng nó làm chất lỏng hữu cơ thứ nhất trong quá trình chiết xuôi.

Theo quy trình của sáng chế, chất lỏng thải trong nước tạo ra trong quá trình chiết xuất chứa magie clorua được thực hiện bước phân hủy nhiệt ở nhiệt độ ít nhất là 300°C, nhờ đó tạo ra oxit magie và HCl.

Theo một phương án được ưu tiên của sáng chế, oxit magie và/hoặc HCl được tái tuần hoàn ít nhất là một phần vào các giai đoạn khác trong quy trình điều chế axit carboxylic. Cụ thể hơn, oxit magie được ưu tiên được tái tuần hoàn ít nhất một phần vào bước lên men, dưới dạng MgO hoặc sau khi chuyển hóa thành hydroxit magie, ví dụ, bằng cách cho oxit magie tiếp xúc với nước để tạo ra huyền phù đặc hydroxit magie.

Tốt hơn, nếu HCl từ bước phân hủy nhiệt được tái tuần hoàn ít nhất một phần vào bước axit hóa. Theo một phương án, HCl được hòa tan trong nước trong khi hoặc sau khi phân hủy nhiệt, nhờ đó tạo ra dung dịch HCl. Theo một phương án khác, HCl có nguồn gốc từ bước phân hủy nhiệt được cấp vào bước axit hóa ở dạng khí.

Theo một phương án được ưu tiên của sáng chế, hỗn hợp nước chứa axit carboxylic và ít nhất là 5% khối lượng magie clorua hòa tan có nguồn gốc từ các bước:

- tiến hành bước lên men nguồn cấp cacbon để tạo ra axit carboxylic, bước lên men này bao gồm các bước: lên men nguồn cấp cacbon bằng vi sinh vật trong dịch lên men để tạo ra axit carboxylic và trung hòa ít nhất một phần axit carboxylic bằng cách bổ sung bazơ magie được chọn từ oxit magie và hydroxit magie, nhờ đó tạo ra magie carboxylat,
- tiến hành bước axit hóa magie carboxylat trong đó magie carboxylat được tiếp xúc với HCl trong môi trường nước để tạo ra hỗn hợp nước chứa axit carboxylic và magie clorua.

Trong bước đầu tiên, nguồn cấp cacbon được thực hiện bước lên men để tạo ra axit carboxylic, bước lên men này bao gồm các bước: lên men nguồn cấp cacbon bằng vi sinh vật trong dịch lên men để tạo ra axit carboxylic và trung hòa ít nhất một phần axit carboxylic bằng cách bổ sung bazơ magie được chọn từ oxit magie và hydroxit magie, nhờ đó tạo ra magie carboxylat.

Các quy trình lên men để sản xuất các axit carboxylic là đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này và không cần phải giải thích thêm ở đây. Nằm trong phạm vi hiểu biết

của chuyên gia trong lĩnh vực là việc lựa chọn, bằng cách sử dụng kỹ năng chung thông thường, một quy trình lên men thích hợp, tùy thuộc vào axit mong muốn cần được sản xuất, nguồn cấp cacbon và vi vật sẵn có.

Sản phẩm của quy trình lên men là dịch lên men, nó là một chất lỏng trong nước chứa magie carboxylat, sinh khối, và tùy ý các thành phần khác như các tạp chất như đường, các protein, và các muối.

Nếu muốn, the dịch lên men có thể được thực hiện bước loại bỏ sinh khối, ví dụ, bước lọc, trước khi xử lý tiếp. Việc này thường là được ưu tiên để cải thiện chất lượng sản phẩm. Tùy thuộc vào axit carboxylic được sản xuất, một bước trung gian khác có thể là tách sản phẩm phản ứng rắn, ví dụ, magie carboxylat, ra khỏi dịch lên men, trước khi, sau khi, hoặc đồng thời cùng với việc loại bỏ sinh khối, và tùy ý tiến hành bước rửa magie carboxylat.

Tùy thuộc vào axit carboxylic được sản xuất, một bước trung gian khác có thể tiến hành cô dịch lên men để làm tăng nồng độ của magie carboxylat trong hỗn hợp trước khi axit hóa. Bước này có thể được thực hiện trước khi, sau khi, hoặc đồng thời cùng với việc loại bỏ sinh khối.

Các bước trung gian khác, ví dụ, các bước tinh chế, có thể được thực hiện nếu muốn, là đã biết đối với chuyên gia trong lĩnh vực.

Bước tiếp theo của quy trình theo sáng chế là tiến hành bước axit hóa magie carboxylat, đôi khi còn được gọi là bước axit hóa, trong đó magie carboxylat được tiếp xúc với HCl trong môi trường nước để tạo ra hỗn hợp nước chứa axit carboxylic và magie clorua.

Có nhiều cách khác nhau để thực hiện trong bước này.

Bước axit hóa thường được thực hiện bằng cách cho muối carboxylat tiếp xúc với dung dịch HCl có tính axit. Tuy nhiên, theo một số phương án, cũng có thể cho muối carboxylat tiếp xúc với HCl khí.

Muối carboxylat có thể ở dạng rắn và/hoặc đã hòa tan. Theo một phương án, muối carboxylat được cung cấp ở dạng rắn. Trong trường hợp này, bước axit hóa được thực hiện bằng cách cho muối carboxylat tiếp xúc với dung dịch có tính axit. Ưu điểm của việc điều chế hỗn hợp nước từ muối carboxylat ở dạng rắn đó là nồng độ axit carboxylic rất cao nhờ vậy có thể được tạo ra, như nồng độ ít nhất là 15%

khối lượng, cụ thể ít nhất là 25%, lên tới, ví dụ 50% khối lượng, hoặc ví dụ 40% khối lượng.

Muối carboxylat cũng có thể ở dạng đã hòa tan, thông thường là một phần của dung dịch nước. Trong trường hợp này, bước axit hóa có thể được thực hiện bằng cách cho muối carboxylat tiếp xúc với dung dịch có tính axit hoặc khí có tính axit.

Bước axit hóa cũng có thể được thực hiện trong hỗn hợp của axit carboxylic và muối carboxylat. Một hỗn hợp như vậy có thể được tạo ra trong quá trình lên men độ pH thấp chẳng hạn. Hỗn hợp này có thể là huyền phù trong nước chẳng hạn.

Khi quá trình axit hóa muối carboxylat được thực hiện bởi việc cho nó tiếp xúc với dung dịch HCl có tính axit, thì tốt hơn là có nồng độ axit càng cao càng tốt. Nồng độ axit cao như vậy sẽ dẫn đến việc hỗn hợp nước có nồng độ axit carboxylic cao, là điều được mong muốn. Do đó, dung dịch có tính axit chứa ít nhất là 5% khối lượng, tốt hơn nữa là ít nhất là 10% khối lượng và thậm chí tốt hơn nữa là ít nhất là 20% khối lượng axit, tính theo tổng khối lượng của dung dịch có tính axit.

Quá trình axit hóa thường được thực hiện bằng cách sử dụng lượng dư axit. Lượng dư tốt hơn là nhỏ, để sao cho hỗn hợp nước thu được có tính axit không cao, điều này có thể là không được mong muốn khi xét đến việc xử lý tiếp hỗn hợp như vậy. Ví dụ, lượng dư axit được sử dụng có thể là sao cho hỗn hợp nước thu được có độ pH bằng hoặc thấp hơn 2, tốt hơn là độ pH nằm trong khoảng 0-1.

Trong trường hợp khí HCl được sử dụng, thì nó có thể được tiếp xúc bởi việc cho nó tiếp xúc với huyền phù hoặc dung dịch carboxylat. Cụ thể, khí HCl có thể được thổi qua dung dịch hoặc huyền phù này.

Tốt hơn là, quá trình axit hóa này được thực hiện ở nhiệt độ bằng hoặc dưới 75°C. Ở nhiệt độ cao hơn, sẽ trở nên không kinh tế nếu làm thích ứng thiết bị cho các điều kiện khắc nghiệt của môi trường axit ở nhiệt độ cao.

Trong quá trình axit hóa, tốt hơn là không xảy ra sự kết tủa của axit carboxylic. Theo một phương án của sáng chế, được ưu tiên nếu axit carboxylic được tạo thành trong bước axit hóa có độ tan cao hơn so với muối được tạo thành trong bước axit hóa. Việc này có thể ngăn ngừa hoặc ít nhất là làm giảm khả năng kết tủa của axit carboxylic trong bước axit hóa. Trong trường hợp kết tủa có thể xảy ra, thì muối sẽ kết tủa đầu tiên. Ví dụ, khi $MgCl_2$ được tạo ra trong bước axit hóa, thì sẽ tốt hơn nếu axit carboxylic có độ tan trong nước lớn hơn 60g/100g nước ở 20°C.

Tốt hơn, nếu HCl được sử dụng trong bước axit hóa của quy trình theo sáng chế tốt hơn là ít nhất một phầnially được dẫn xuất từ the bước phân hủy nhiệt được mô tả below. Tốt hơn là, ít nhất 80% of the HCl is được dẫn xuất từ the bước phân hủy nhiệt, cụ thể hơn là ít nhất 90%, cụ thể hơn là ít nhất 95%.

Nếu muốn, sau khi axit hóa và trước khi chiết, chất liệu rắn bất kỳ có thể được loại ra khỏi hỗn hợp nước, ví dụ, bằng cách lọc. Sự có mặt của chất liệu rắn trong hỗn hợp nước là không được mong muốn trong khi chiết.

Như được mô tả chi tiết ở trên, bước chiết được thực hiện trong môi trường nước chứa ít nhất là 5% khối lượng magie clorua. Nếu sản phẩm thu được từ bước axit hóa không đáp ứng yêu cầu này, thì các biện pháp khác nhau có thể được đưa ra. Theo một phương án, magie clorua được bổ sung cho đến khi đạt được nồng độ mong muốn. Theo một phương án khác, bước cô được thực hiện để làm tăng nồng độ của magie clorua bằng cách loại bỏ nước. Hỗn hợp nước có thể được cô sau khi axit hóa trước khi chiết tới nồng độ lên tới độ tan của magie clorua và axit carboxylic, cụ thể là tới nồng độ mong muốn của magie clorua hòa tan, như sẽ được mô tả chi tiết hơn ở dưới. Trong khi cô, tốt hơn là không có hoặc hầu như không có sự kết tủa axit carboxylic hoặc magie clorua sẽ xảy ra.

Do vậy, quy trình tích hợp theo sáng chế cho phép quy trình mà trong đó chất liệu thải được tái tuần hoàn và trong đó lượng chất thải tương đối ít được tạo ra sau cùng. Hơn thế, dung dịch axit carboxylic sản phẩm có các đặc tính tốt, và bước phân hủy nhiệt có thể được thực hiện theo cách thức có thể chấp nhận được về HSE mà nhất thiết phải có thiết bị bổ sung.

Tốt hơn, nếu phương pháp của sáng chế là quy trình kiểu liên tục. Tuy nhiên, nó cũng có thể được thực hiện dưới dạng quy trình kiểu từng mẻ.

Fig.1 là hình vẽ minh họa một phương án được ưu tiên của sáng chế. Sáng chế không nhằm giới hạn theo cách bất kỳ được mô tả ở đây.

Trong Fig.1, quy trình lên men được thực hiện trong thiết bị phản ứng lên men (1), bao gồm nguồn cấp cacbon và vi sinh vật. Nguyên liệu và dinh dưỡng được cấp vào thiết bị phản ứng qua các đường ống không được thể hiện. Trong thiết bị phản ứng lên men, axit carboxylic được tạo ra. Để ngăn ngừa sự giảm độ pH, hydroxit magie được bổ sung qua đường ống (19) làm tác nhân trung hòa, để chuyển hóa axit carboxylic thành magie carboxylat. Dịch lên men được tháo ra khỏi thiết bị

phản ứng qua đường ống (2), và được cấp vào bộ phận tách sinh khối (3), nó là một bộ phận lọc chẳng hạn. Phân đoạn chứa sinh khối được loại bỏ qua đường ống (4), và chất lỏng thu được chứa magie carboxylat được cấp qua đường ống (5) vào bộ phận axit hóa (6), ở nó được thực hiện bước axit hóa bằng cách sử dụng HCl được cấp qua đường ống (17). Khi magie carboxylat trong môi trường nước, như trong trường hợp được đề xuất ở đây, HCl có thể là ở dạng khí hoặc dưới dạng dung dịch nước, được tạo ra bởi bước hấp thụ trong nước (không được thể hiện). Khi magie carboxylat ở dạng rắn, ví dụ, trong trường hợp bước làm bốc hơi trung gian đã được thực hiện, thì HCl nói chung được cấp dưới dạng dung dịch nước. Chất lỏng đã axit hóa là hỗn hợp nước chứa axit carboxylic và magie clorua. Nếu muốn, có thể tiến hành bước cô (không được thể hiện) để làm tăng nồng độ của magie clorua tới trị số mong muốn. Việc cung cấp magie clorua bổ sung cũng có thể được thực hiện.

Hỗn hợp nước chứa axit carboxylic và ít nhất là 5% khối lượng magie clorua hòa tan được cấp qua đường ống (7) vào thiết bị phản ứng chiết (8), ở đó nó được tiếp xúc với chất lỏng hữu cơ được cấp qua đường ống (12). Đường ống (9), mang axit carboxylic trong chất lỏng hữu cơ tháo ra từ thiết bị phản ứng chiết (8). Chất lỏng thải trong nước (13) cũng được tháo ra khỏi thiết bị phản ứng chiết (8). Đường ống (9) mang axit carboxylic trong chất lỏng hữu cơ được cấp vào thiết bị phản ứng chiết ngược (10), ở đó nó được tiếp xúc với chất lỏng trong nước được cấp qua đường ống (15). Dung dịch axit carboxylic trong nước sản phẩm được tháo qua đường ống (11). Chất lỏng hữu cơ được tháo qua đường ống (12), và được tái tuần hoàn vào thiết bị phản ứng chiết (8), tùy ý sau các bước tinh chế trung gian (không được thể hiện).

Chất lỏng thải trong nước (13), chứa magie clorua, được cấp vào bộ phận phân hủy nhiệt (14), ở đó nó được thực hiện bước phân hủy nhiệt ở nhiệt độ ít nhất là 300°C, nhờ đó phân hủy magie clorua thành oxit magie và HCl, cùng với nước thu được. Nước được loại bỏ qua đường ống (20). HCl được loại bỏ qua đường ống (17), và được cấp ít nhất một phần vào bộ phận axit hóa (6), hoặc là trực tiếp ở dạng khí, hoặc cùng với bước hấp thụ trung gian trong nước để tạo ra dung dịch nước. Oxit magie được tháo qua đường (16) và được tái tuần hoàn tới thiết bị phản ứng lên men (1), trong trường hợp này qua thiết bị hydrat hoá (18) ở đó nó được phản ứng với

nước để tạo ra hydroxit magie, nó được cấp vào thiết bị phản ứng lên men qua đường ống (19).

Điều được lưu ý là Phần mô tả mô tả nhiều bước xử lý. Điều được khẳng định là các bước xử lý được mô tả ở đây có thể được kết hợp, nếu muốn.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sáng chế sẽ được minh họa bởi các ví dụ dưới đây, mà không nhằm giới hạn phạm vi của sáng chế.

Ví dụ 1: so sánh MIBK và rượu isoamylic

Thử nghiệm này được thực hiện để so sánh độ bền của hai dung môi, MIBK và rượu isoamylic khi tiếp xúc với dung dịch cấp axit 2-hydroxy butyric được điều chế bằng cách bổ sung 340g axit 2-hydroxy butyric tinh thể vào 720g nước và trộn tới khi hòa tan hoàn toàn. Dung dịch cấp đã điều chế như vậy chứa 32% khối lượng axit 2-hydroxy butyric.

Đối với mỗi dung môi, thiết bị phản ứng bằng thủy tinh, kín được nạp 20g dung môi và 20g dung dịch cấp axit 2-hydroxy butyric, đặt trong lò để duy trì nhiệt độ 60°C và lắc liên tục. Sau 3 giờ, 24 giờ (1 ngày) và 168 giờ (1 tuần), việc lắc được dừng lại trong 1 giờ để cho phép các pha tách lắng, mẫu mẫu được lấy từ lớp đỉnh trong dung môi, và thành phần của lớp đỉnh trong dung môi được phân tích bằng sắc ký khí. Các kết quả cho thấy rằng ngay cả sau 168 giờ vẫn không phát hiện được sự thay đổi về độ tinh khiết của MIBK trong khi trong trường hợp rượu isoamylic 14,3% isoamylhydroxybutyrat được tạo ra sau 3 giờ. Ở 24 giờ và 168 giờ, các mẫu cho thấy rằng nồng độ isoamylhydroxybutyrat đã tăng lên tiếp 21,5%.

Ví dụ này cho thấy rằng các este cùng với axit 2-hydroxy butyric được tạo ra khi các rượu như rượu isoamylic được sử dụng làm dung môi chiết hữu cơ trong khi các keton như MIBK là các dung môi hữu cơ bền. Có thể kết luận rằng các dung môi hữu cơ không bền như các rượu là không thích hợp làm dung môi chiết và các dung môi hữu cơ bền như các keton là các dung môi chiết thích hợp. Về khía cạnh này cần lưu ý rằng các este được tạo ra sẽ nằm lại trong dung dịch axit carboxylic sản phẩm, và khó loại bỏ chúng ra khỏi nó.

Ví dụ 2: ảnh hưởng của nồng độ muối đã hòa tan và nhiệt độ tới độ tan dung môi

50g dung môi hữu cơ được bổ sung vào 100g dung dịch nước có nồng độ MgCl_2 đặc trưng và hệ hai pha thu được được khuấy ở nhiệt độ đặc trưng trong 30 phút với tốc độ đủ để đảm bảo rằng cả hai pha đã được phân tán kỹ. Sau đó, việc khuấy được dừng lại, các pha được để tách và mẫu được lấy từ pha đáy trong nước. Nồng độ của dung môi trong mẫu này được xác định bằng sắc ký khí. Thử nghiệm này được thực hiện cho ba nồng độ MgCl_2 khác nhau (0, 15 và 30% khối lượng) và cho MIBK cũng ở hai nhiệt độ khác nhau (20°C và 60°C). Các kết quả được thể hiện trong các Bảng 2.1 và Bảng 2.2.

Bảng 2.1

MgCl_2 (% khối lượng)	Độ tan MIBK (% khối lượng)	
	20°C	60°C
0	1,8	1,4
15	0,48	0,20
30	0,17	0,11

Bảng 2.1 cho thấy rằng việc bổ sung muối làm giảm đáng kể độ tan của dung môi hữu cơ MIBK trong pha nước. Có thể kết luận rằng sự có mặt của muối làm giảm đáng kể sự tồn tại dung môi hữu cơ trong pha nước sau khi chiết axit carboxylic.

Bảng 2.2

MgCl_2 (% khối lượng)	Độ tan dung môi (% khối lượng)		
	20°C		
	MIBK	rượu isoamylic	điisopropyl ete
0	1,8	2,8	1,0
15	0,5	1,5	0,4
30	0,1	0,6	0,7

Bảng 2.2 cho thấy rằng độ tan của rượu isoamylic trong dung dịch magie clorua là cao hơn đáng kể so với độ tan của MIBK, dẫn đến sự tổn thất nhiều dung môi hơn. Đối với diisopropylete ở các nồng độ muối cao, độ tan của dung môi trong dung dịch muối tăng, dẫn đến sự tổn thất dung môi cao. Do vậy, đối với cả hai diisopropylete và rượu isoamylic, nhiều dung môi hơn sẽ nằm lại trong dung dịch muối sẽ được cấp vào bộ phân phân hủy nhiệt so với MIBK.

Ví dụ 3: quá trình chiết các loại axit khác nhau

Phương pháp chung dưới đây được áp dụng cho axit glycolic, axit 3-hydroxy propionic, và axit 2-hydroxy butyric.

Dung dịch cấp được điều chế chứa axit và magie clorua. Các dung dịch này được khuấy qua đêm.

1000g của dung dịch này cấp được trộn với khoảng 100g metyl-isobutylketon làm dung môi và được khuấy ở 20°C trong tối thiểu 15 phút. Hỗn hợp này được chuyển vào phễu tách ở đó các pha được phân tách. Các mẫu của cả hai pha được lấy để phân tích. Sau đó, khoảng 100g của pha hữu cơ được trộn với 10g nước tinh khiết và được khuấy trong tối thiểu 15 phút ở 20°C. Sau đó, toàn bộ hỗn hợp lại được chuyển vào phễu tách, các pha được để phân tách và các mẫu của cả hai pha được lấy. Các mẫu được phân tích về hàm lượng axit.

Các kết quả được trình bày trong Bảng 3,1

Bảng 3.1

Ví dụ	Loại axit	% khối lượng axit trong liệu cấp	% khối lượng MgCl ₂ trong liệu cấp	% khối lượng axit trong sản phẩm
3.1	axit glycolic	15	9	7.5
	glycolic	23	15	15
3.2	axit 3-hydroxy propionic	8	5	4
	axit 3-hydroxy propionic	27	15	21
3.3	axit 2-hydroxy butyric	13	7	15
	axit 2-hydroxy butyric	34	15	21

Ví dụ 4: loại bỏ dung môi ra khỏi sản phẩm axit

Dung dịch cấp axit 2-hydroxy butyric (hỗn hợp nước) được điều chế bằng cách bổ sung magie clorua hexahydrat (790 g) vào dung dịch gồm 700g axit lactic tinh thể trong 924g nước và trộn tới hòa tan hoàn toàn. Dung dịch cấp đã điều chế như vậy chứa 34% khối lượng axit 2-hydroxy butyric và 15% khối lượng magie clorua.

Hai dung môi, MIBK theo sáng chế và trioctylamin không theo sáng chế được áp dụng trong quá trình chiết xuôi, theo phương pháp dưới đây. Trong quá trình chiết xuôi, dung dịch cấp nêu trên được tiếp xúc với dung môi ở 20°C theo tỷ lệ khối lượng dung môi:liệu cấp là 1:10. Hệ hai pha thu được được khuấy ở 20°C trong 30 phút với tốc độ đủ để đảm bảo rằng cả hai pha đã được phân tán kỹ. Sau đó, việc khuấy được dừng lại, các pha được để tách và lớp dung môi mang axit 2-hydroxy butyric được tách ra khỏi dung dịch axit 2-hydroxy butyric trong nước đã làm nghèo. Trong quá trình chiết ngược, lớp dung môi mang axit 2-hydroxy butyric này được cho tiếp xúc ở 20°C với nước theo tỷ lệ khối lượng dung môi:nước là 1:10. Hệ hai pha thu được được khuấy ở 20°C trong 30 phút với tốc độ đủ để đảm bảo rằng cả hai pha đã được phân tán kỹ. Sau đó, việc khuấy được dừng lại, các pha được để tách và mẫu được lấy từ pha đáy trong nước.

Trong bước cuối cùng, các tồn dư dung môi được loại ra khỏi pha đáy trong nước bằng cách cấp vào cột chưng cất được nhồi trong khí quyển và làm bốc hơi 50% (trên cơ sở khối lượng) của sản phẩm mang dung môi dưới dạng hơi nước. Nồng độ dung môi tồn dư trong dung dịch sản phẩm trong nước được xác định bằng sắc ký khí. Các kết quả được tóm tắt trong Bảng 4.1.

Bảng 4.1

Dung môi	Axit 2-hydroxy butyric trong sản phẩm trong nước (% khối lượng)	Tồn dư dung môi trước khi cất (mg/kg)	Tồn dư dung môi sau khi cất (mg/kg)
MIBK	22	24000	0,6

Trioctylamin	15	9	20
--------------	----	---	----

Ví dụ này cho thấy rằng MIBK có thể loại bỏ được một cách dễ dàng tới mức rất thấp bằng cách chưng cất bằng hơi nước được tạo ra tại chỗ trong khi các amin không được loại ra khỏi sản phẩm, nhưng vẫn được cô do sự cuốn theo và tính dễ bay hơi thấp của chúng trong hơi nước.

Ví dụ 5: Quá trình chiết axit lactic với sự có mặt của muối đã hòa tan

Dung dịch cấp axit lactic (hỗn hợp nước) được điều chế bằng cách bổ sung magie clorua hexahydrat (790 g) vào dung dịch gồm 700g axit lactic tinh thể trong 924g nước và trộn tới hòa tan hoàn toàn. Dung dịch cấp đã điều chế như vậy chứa 29% khối lượng axit lactic và 15,3% khối lượng magie clorua.

Trong quá trình chiết xuôi, một lượng 100g MIBK được bổ sung vào 1000g của dung dịch cấp axit lactic (theo tỷ lệ khối lượng 1:10). Hệ hai pha thu được được khuấy ở 20°C trong 30 phút với tốc độ đủ để đảm bảo rằng cả hai pha đã được phân tán kỹ. Sau đó, việc khuấy được dừng lại, các pha được để tách và lớp MIBK mang axit lactic được tách ra khỏi dung dịch axit lactic trong nước đã làm nghèo. Trong quá trình chiết ngược, 4.7g nước được bổ sung vào 46.9g lớp MIBK mang axit lactic này (theo tỷ lệ khối lượng 1:10). Hệ hai pha thu được được khuấy ở 20°C trong 30 phút với tốc độ đủ để đảm bảo rằng cả hai pha đã được phân tán kỹ. Sau đó, dừng khuấy, các pha được để tách và mẫu được lấy từ pha đáy trong nước. Nồng độ của axit lactic trong mẫu này là 34,8% khối lượng (được xác định bằng phương pháp chuẩn độ bằng điện kế thế).

Ví dụ này cho thấy rằng sự có mặt của muối magie clorua hòa tan trong quá trình chiết xuôi làm tăng nồng độ axit lactic từ 29% khối lượng trong dung dịch cấp lên 34,8% khối lượng trong dung dịch nước sau khi chiết ngược.

Trong trường hợp dung dịch có thể được thực hiện bước làm bốc hơi sau khi chiết, nồng độ cao của axit lactic trong dung dịch nước từ quá trình chiết ngược do vậy có thể làm giảm lượng nước cần được làm bốc hơi ra khỏi sản phẩm axit lactic khi so sánh với dung dịch nước tạo ra sau khi chiết ngược từ liệu dung dịch cấp không có magie clorua hòa tan trong Ví dụ 1 bởi dấu hiệu 2.

Ví dụ 6: Quá trình chiết axit lactic kiểu quay vòng nhiệt độ không đổi

Trong quá trình chiết xuôi, một lượng 100g MIBK được bổ sung vào 1000g của dung dịch cấp axit lactic (theo tỷ lệ khối lượng 1:10) như được điều chế trong Ví dụ 2 ở trên. Hệ hai pha thu được được khuấy ở 20°C trong 30 phút với tốc độ đủ để đảm bảo rằng cả hai pha đã được phân tán kỹ. Sau đó, việc khuấy được dừng lại, các pha được để tách và lớp MIBK mang axit lactic được tách ra khỏi dung dịch axit lactic trong nước đã làm nghèo. Trong quá trình chiết ngược, 6,9g nước được bổ sung vào 67,2g của lớp MIBK mang axit lactic này (theo tỷ lệ khối lượng 1:10). Hệ hai pha thu được được khuấy ở 60°C trong 30 phút với tốc độ đủ để đảm bảo rằng cả hai pha đã được phân tán kỹ. Sau đó, dừng khuấy, các pha được để tách và mẫu được lấy từ pha đáy trong nước. Nồng độ của axit lactic trong mẫu này là 36,2% khối lượng (được xác định bằng phương pháp chuẩn độ bằng điện kế thế).

Ví dụ này cho thấy rằng việc áp dụng kết hợp magie clorua hòa tan và nhiệt độ cao trong quá trình chiết ngược tạo ra nồng độ axit lactic cao 36,2% khối lượng trong dung dịch nước sau khi chiết ngược khi được so sánh với các điều kiện đẳng nhiệt được áp dụng trong Ví dụ 2. Có thể kết luận rằng việc áp dụng nhiệt độ cao trong quá trình chiết ngược là một cách thức hiệu quả để cô đặc tiếp axit lactic trong quá trình chiết.

Ví dụ 7: Quá trình chiết axit lactic kiểu quay vòng nhiệt độ biến đổi

Trong quá trình chiết xuôi, một lượng 100g MIBK được bổ sung vào 997g của dung dịch cấp axit lactic (theo tỷ lệ khối lượng 1:10) như được điều chế trong Ví dụ 2. Hệ hai pha thu được được khuấy ở 60°C trong 30 phút với tốc độ đủ để đảm bảo rằng cả hai pha đã được phân tán kỹ. Sau đó, việc khuấy được dừng lại, các pha được để tách và lớp MIBK mang axit lactic được tách ra khỏi dung dịch axit lactic trong nước đã làm nghèo. Trong quá trình chiết ngược, 5,8g nước được bổ sung vào 58g của lớp MIBK mang axit lactic này (theo tỷ lệ khối lượng 1:10). Hệ hai pha thu được được khuấy ở 20°C trong 30 phút với tốc độ đủ để đảm bảo rằng cả hai pha đã được phân tán kỹ. Sau đó, việc khuấy được dừng lại, các pha được để tách và mẫu được lấy từ pha đáy trong nước. Nồng độ của axit lactic trong mẫu này là 37,1% khối lượng (được xác định bằng phương pháp chuẩn độ bằng điện kế thế).

Ví dụ này cho thấy rằng việc áp dụng kết hợp magie clorua hòa tan và nhiệt độ cao trong quá trình chiết xuôi tạo ra nồng độ axit lactic cao 37,1% khối lượng trong dung dịch nước sau khi chiết ngược khi được so sánh với các điều kiện đẳng nhiệt được áp dụng trong Ví dụ 2. Có thể kết luận rằng việc áp dụng nhiệt độ cao trong quá trình chiết xuôi là một cách thức hiệu quả để cô đặc tiếp axit lactic trong quá trình chiết.

Ví dụ 8: Quá trình chiết axit lactic nhiệt độ cao

Trong quá trình chiết xuôi, một lượng 100g MIBK được bổ sung vào 996g của dung dịch cấp axit lactic (theo tỷ lệ khối lượng 1:10) như được điều chế trong Ví dụ 2. Hệ hai pha thu được được khuấy ở 60°C trong 30 phút với tốc độ đủ để đảm bảo rằng cả hai pha đã được phân tán kỹ. Sau đó, việc khuấy được dừng lại, các pha được để tách và lớp MIBK mang axit lactic được tách ra khỏi dung dịch axit lactic trong nước đã làm nghèo. Trong quá trình chiết ngược, 6,2g nước được bổ sung vào 63g của lớp MIBK mang axit lactic này (theo tỷ lệ khối lượng 1:10). Hệ hai pha thu được được khuấy ở 60°C trong 30 phút với tốc độ đủ để đảm bảo rằng cả hai pha đã được phân tán kỹ. Sau đó, việc khuấy được dừng lại, các pha được để tách và mẫu được lấy từ pha đáy trong nước. Nồng độ của axit lactic trong mẫu này là 36,0% khối lượng (được xác định bằng phương pháp chuẩn độ bằng điện kế thế).

Ví dụ này cho thấy rằng việc áp dụng kết hợp magie clorua hòa tan và nhiệt độ cao trong quá trình chiết xuôi cũng như quá trình chiết ngược tạo ra nồng độ axit lactic cao 36,0% khối lượng trong dung dịch nước sau khi chiết ngược khi được so sánh với các điều kiện đẳng nhiệt được áp dụng trong Ví dụ 2. Có thể kết luận rằng sự vận hành đẳng nhiệt ở nhiệt độ cao trong quá trình chiết xuôi là một cách thức hiệu quả để cô đặc tiếp axit lactic trong quá trình chiết.

Ví dụ 9: ảnh hưởng của nồng độ muối đã hòa tan và nhiệt độ tới tỷ lệ phân bố

100g MIBK dung môi hữu cơ được bổ sung vào 100g dung dịch nước có nồng độ $MgCl_2$ mong muốn và nồng độ axit lactic ban đầu 20% khối lượng. Hệ hai pha thu được được khuấy ở 20°C hoặc 60°C trong 30 phút với tốc độ đủ để đảm bảo rằng cả hai pha đã được phân tán kỹ. Sau đó, dừng khuấy, các pha được để tách và các mẫu được lấy từ cả hai pha. Nồng độ của axit lactic (% khối lượng) trong các

mẫu này được xác định bằng phương pháp chuẩn độ bằng điện thế. Dưới đây, tỷ lệ phân bố được tính toán là tỷ lệ giữa nồng độ axit lactic (% khối lượng) trong pha dung môi hữu cơ MIBK chia cho nồng độ axit lactic (% khối lượng) trong pha nước. Các kết quả được thể hiện trong Bảng 9.1.

Bảng 9.1

MgCl ₂ (% khối lượng)	Tỷ lệ phân bố axit lactic (% khối lượng/% khối lượng)	
	20°C	60°C
0	0,16	0,19
10,5	0,33	0,37
16,0	0,49	0,56

Ví dụ này cho thấy rằng khi tăng nồng độ muối thì tỷ lệ phân bố axit carboxylic tăng đáng kể. Hơn thế nữa, ví dụ này cũng cho thấy rằng tỷ lệ phân bố này có thể được tăng lên bởi việc tăng nhiệt độ. Có thể kết luận rằng sự có mặt của muối và/hoặc sự gia tăng về nhiệt độ làm tăng đáng kể hiệu quả chiết các axit carboxylic từ dòng cấp nước vào dung môi hữu cơ.

Ví dụ 10: Quá trình chiết axit lactic quy mô nhỏ

Các thử nghiệm chiết quy mô sản xuất thử nghiệm (pilot) được thực hiện trong cột Pulsed Disc and Donut (PDDC) thiết lập đoạn cột làm việc gồm bốn phân đoạn nhiệt bằng thủy tinh, mỗi đoạn dài 1,04m và có đường kính trong 40mm. Đoạn làm việc này được bao ở cả hai phía các bộ lắng dài 42cm, cả hai đều có đường kính trong 80mm. Bên trong cột có các đĩa và các tấm vách ngăn đặt xen kẽ nhau với khoảng cách 8,4mm được làm bằng PVDF để đảm bảo việc thấm ướt bởi pha dung môi hữu cơ. Bộ lắng đáy được nối với máy tạo xung loại pit tông để tạo xung cho lỏng trong cột ở biên độ và tần số mong muốn. Các dung dịch nước được đưa vào đỉnh và dung môi hữu cơ MIBK ở đáy của cột. Cột này vận hành với dung môi hữu cơ MIBK làm pha liên tục và các dung dịch nước làm pha phân tán. Mặt phân cách trong bộ lắng đáy được quan sát bằng mắt và được kiểm soát thông qua van được

vận hành bằng tay trong dòng nước rời khỏi đáy của cột. Dung môi hữu cơ MIBK được đưa vào bộ lắng đỉnh cột qua ống tràn.

Trong quá trình chiết xuôi dung dịch cấp axit lactic (7kg/giờ), đã được điều chế theo cách giống như ở Ví dụ 5, được cho tiếp xúc kiểu dòng ngược với chế độ thử nghiệm quy mô nhỏ PDDC với MIBK (9,3kg/giờ) ở nhiệt độ 60°C. Bộ tạo xung được vận hành với tần số 90 phút⁻¹ và biên độ 11mm. Dung môi hữu cơ MIBK mang axit lactic được thu gom trong vài giờ để thu thập một lượng đủ cho quá trình chiết ngược. Trong quá trình chiết ngược, dung môi hữu cơ MIBK mang axit lactic (10,4 kg/giờ) được cho tiếp xúc kiểu dòng ngược với nước (2,5 kg/giờ) với chế độ thiết lập PDDC ở nhiệt độ 20°C. Bộ tạo xung được vận hành với tần số 67,5 phút⁻¹ và biên độ 11mm. Các mẫu được lấy từ pha đáy trong nước. Nồng độ của axit lactic trong mẫu này là 34,5% khối lượng (được xác định nhờ phương pháp chuẩn độ bằng điện thế kế).

Ví dụ này cho thấy rằng việc áp dụng magie clorua hòa tan kết hợp với việc nhiệt độ cao trong quá trình chiết xuôi làm tăng nồng độ axit lactic từ 29% khối lượng trong dung dịch cấp lên 34,5% khối lượng trong dung dịch nước sau khi chiết ngược. Có thể kết luận rằng việc áp dụng magie clorua hòa tan cuối cùng kết hợp với việc nhiệt độ cao trong quá trình chiết xuôi trong cột chiết là một cách thức hiệu quả để cô axit lactic trong quá trình chiết.

Từ quá trình chiết xuôi, dung dịch thải được tháo ra chứa 24% khối lượng magie clorua, 2,4% khối lượng axit lactic, và 0,16% khối lượng MIBK. Dung dịch thải này có thể được cấp vào bước phân hủy nhiệt để phân hủy thành oxit magie và hydro clorua.

Ví dụ 11: So sánh các dung môi khác nhau trong quá trình chiết axit lactic

Các dung dịch cấp được điều chế gồm 29% khối lượng axit lactic và 15% khối lượng magie clorua. Các dung dịch này được khuấy qua đêm. Thực hiện quá trình chiết như sau:

1000g của dung dịch cấp được trộn với khoảng 100g dung môi và được khuấy ở 20°C trong tối thiểu 15 phút. Hỗn hợp này được chuyển vào phễu tách ở đó các pha được phân tách. Các mẫu của cả hai pha được lấy để phân tích. Sau đó, khoảng 100g của pha hữu cơ được trộn với 10g nước tinh khiết và được khuấy trong tối thiểu

15 phút ở 20°C. Sau đó, toàn bộ hỗn hợp lại được chuyển vào phễu tách, các pha được để phân tách và các mẫu của cả hai pha được lấy. Các mẫu được phân tích về hàm lượng axit. Các kết quả được trình bày trong Bảng 11.1.

Bảng 11.1

	Dung môi	liệu cấp [axit lactic] (%) khối lượng)	sản phẩm [axit lactic] (% khối lượng)
1 inv	2-pentanone	29	30
2 inv	methylisobutyl ketone	29	35
3 inv	cyclo-hexanone	29	32
4 inv	2-hexanone	29	35
5 inv	acetophenone	29	34
6 inv	2-heptanone	29	34
7 inv	2-octanone	29	30

Dữ liệu trong bảng 11.1 cho thấy rằng đối với các keton có 5 nguyên tử cacbon trở lên, thì sự cô đặc xảy ra, cùng với các kết quả trích thu được cho methyl isobutyl ketone.

Ví dụ 12: quá trình chiết các loại khác nhau của các axit polycarboxylic

Các dung dịch chứa muối là magie clorua và, axit succinic, axit itaconic, và axit fumaric một cách tương ứng. Thành phần của các dung dịch cấp được đưa ra trong Bảng 12.1. Các kết quả được đưa ra trong các Bảng 1.2, 1.3, và 1.4. Các bảng này cũng đưa ra tỷ lệ nồng độ, là tỷ số giữa nồng độ axit trong sản phẩm và nồng độ axit trong liệu cấp.

Bảng 12.1

Ví dụ	Loại axit	% khối lượng axit	% khối lượng $MgCl_2$
1.1	axit succinic	1,5	15
1.2	axit itaconic	1,5	15
1.3	axit fumaric	0,12	15

Bảng 12.2: Axit succinic

liệu cấp [axit]	1,5% khối lượng
phân đoạn nước [axit] sau khi chiết ngược	3,1% khối lượng
tỷ số nồng độ	2,1
D_{FE}	0,86
D_{BE}	0,26
D_{FE}/D_{BE}	3,3

Bảng 12.3: Axit itaconic

liệu cấp [axit]	1,5% khối lượng
phân đoạn nước [axit] sau khi chiết ngược	2,8% khối lượng
tỷ số nồng độ	1,9
D_{FE}	2,83
D_{BE}	1,07
D_{FE}/D_{BE}	2,64

Bảng 12.4: Axit fumaric

liệu cấp [axit]	0,12% khối lượng
phân đoạn nước [axit] sau khi chiết ngược	0,21% khối lượng
tỷ số nồng độ	1,8
D_{FE}	1,75
D_{BE}	0,24
D_{FE}/D_{BE}	7,29

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp sản xuất axit carboxylic, trong đó phương pháp này bao gồm các bước:

a) tiến hành bước chiết xuôi hỗn hợp nước chứa axit carboxylic và ít nhất là 5% khối lượng magie clorua hòa tan, tính theo tổng khối lượng nước và chất liệu đã hòa tan trong hỗn hợp nước, trong đó axit carboxylic được chiết từ hỗn hợp nước vào chất lỏng hữu cơ thứ nhất chứa dung môi hữu cơ, dung môi hữu cơ này được chọn từ nhóm gồm các keton có 5 nguyên tử cacbon trở lên, nhờ đó tạo ra dung dịch axit carboxylic hữu cơ và chất lỏng thải trong nước chứa magie clorua;

b) tiến hành bước chiết ngược dung dịch axit carboxylic hữu cơ, trong đó axit carboxylic được chiết từ dung dịch axit carboxylic hữu cơ vào chất lỏng nước, nhờ đó tạo ra dung dịch axit carboxylic trong nước và chất lỏng hữu cơ thứ hai; và

c) tiến hành bước phân hủy nhiệt chất lỏng thải trong nước chứa magie clorua có nguồn gốc từ quá trình chiết xuôi ở nhiệt độ ít nhất là 300°C, nhờ đó phân hủy magie clorua thành oxit magie và HCl.

2. Phương pháp theo điểm 1, trong đó hỗn hợp nước chứa axit carboxylic và ít nhất là 5% khối lượng magie clorua hòa tan như được tạo ra trong bước a) có nguồn gốc từ các bước:

- tiến hành bước lên men nguồn cấp cacbon để tạo ra axit carboxylic, bước lên men này bao gồm các bước: lên men nguồn cấp cacbon bằng vi sinh vật trong dịch lên men để tạo ra axit carboxylic và trung hòa ít nhất một phần axit carboxylic bằng cách bổ sung bazơ magie được chọn từ oxit magie và hydroxit magie, nhờ đó tạo ra magie carboxylat; và

- tiến hành bước axit hóa magie carboxylat, trong đó magie carboxylat được tiếp xúc với HCl trong môi trường nước để tạo ra hỗn hợp nước chứa axit carboxylic và magie clorua.

3. Phương pháp theo điểm 2, trong đó hỗn hợp nước chứa axit carboxylic và magie clorua tạo ra từ bước axit hóa được thực hiện bước cô bao gồm việc cô hỗn hợp nước

trước khi chiết tới một nồng độ muối đã hòa tan ít nhất là 5% khối lượng, tính theo tổng khối lượng nước và chất liệu đã hòa tan trong hỗn hợp nước.

4. Phương pháp theo điểm 2 hoặc 3, trong đó ít nhất một phần của oxit magie được tạo ra trong bước phân hủy nhiệt c) được tái tuần hoàn vào bước lên men, dưới dạng MgO.

5. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 2 tới 4, trong đó oxit magie được tạo ra trong bước phân hủy nhiệt c) được chuyển hóa thành hydroxit magie, nó được bổ sung làm bazơ magie vào bước lên men.

6. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 2 tới 5, trong đó ít nhất một phần của HCl từ bước phân hủy nhiệt c) được tái tuần hoàn vào bước axit hóa.

7. Phương pháp theo điểm 6, trong đó ít nhất một phần của HCl từ bước phân hủy nhiệt c) được tái tuần hoàn vào bước axit hóa sau khi đã được hòa tan trong nước để tạo ra dung dịch chứa HCl.

8. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 tới 7, trong đó hỗn hợp nước được thực hiện bước chiết xuôi bao gồm ít nhất 15% khối lượng magie clorua hòa tan, tính theo tổng khối lượng nước và chất liệu đã hòa tan trong hỗn hợp nước.

9. Phương pháp theo điểm 8, trong đó hỗn hợp nước được thực hiện bước chiết xuôi bao gồm ít nhất là 20% khối lượng magie clorua hòa tan, tính theo tổng khối lượng nước và chất liệu đã hòa tan trong hỗn hợp nước.

10. Phương pháp theo điểm 8, trong đó hỗn hợp nước được thực hiện bước chiết xuôi bao gồm ít nhất là 25% khối lượng magie clorua hòa tan, tính theo tổng khối lượng nước và chất liệu đã hòa tan trong hỗn hợp nước.

11. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 tới 10, trong đó dung môi hữu cơ là keton có 5 nguyên tử cacbon trở lên.

12. Phương pháp theo điểm 11, trong đó dung môi hữu cơ là keton có từ 5 tới 8 nguyên tử cacbon.
13. Phương pháp theo điểm 11, trong đó dung môi hữu cơ là metyl isobutyl keton.
14. Phương pháp theo điểm từ 1 tới 13, trong đó axit carboxylic là axit mono- hoặc di-, hoặc tri-carboxylic có ít nhất 2, nhưng không quá 6 nguyên tử cacbon.
15. Phương pháp theo điểm 14, trong đó axit carboxylic được chọn từ các axit monocarboxylic có từ 2 tới 6 nguyên tử cacbon không chứa các nhóm hydroxyl.
16. Phương pháp theo điểm 14, trong đó axit carboxylic được chọn từ các axit mono-carboxylic có từ 2 tới 6 nguyên tử cacbon chứa ít nhất một nhóm hydroxyl.
17. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 tới 13, trong đó axit carboxylic được chọn từ nhóm bao gồm: axit lactic; axit succinic; axit propionic; axit 3-hydroxypropionic; axit 2-, 3-, và 4-hydroxybutyric; axit xitric; axit fumaric; axit itaconic; axit adipic; axit acrylic; axit levulinic; axit maleic; axit 2,5-furandicarboxylic; axit mandelic; axit malic; và axit tartartic.
18. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 tới 13, trong đó axit carboxylic được chọn từ nhóm bao gồm: axit lactic; axit succinic; axit propionic; axit 3-hydroxypropionic; axit 2-, 3-, và 4-hydroxybutyric và axit xitric.
19. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 tới 18, trong đó dung môi hữu cơ được sử dụng trong bước chiết không bao gồm dung môi chiết, các dung môi chiết này là các hợp chất mà sẽ tạo ra một phức chất với axit carboxylic cần được chiết.
20. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 tới 19, trong đó dung môi hữu cơ được sử dụng trong bước chiết không bao gồm dung môi chiết amin, các

dung môi chiết amin này là các hợp chất amin sẽ tạo ra một phức chất với axit carboxylic cần được chiết.

21. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 tới 20, trong đó chất lỏng hữu cơ về cơ bản không có các amin, các ete, và các rượu, điều này có nghĩa là các hợp chất này, nếu có mặt toàn bộ, thì mỗi loại có mặt với lượng dưới 2% khối lượng, được tính toán theo khối lượng của chất lỏng hữu cơ.

22. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 tới 21, trong đó hỗn hợp nước được thực hiện bước chiết xuôi có độ pH bằng hoặc thấp hơn 2.

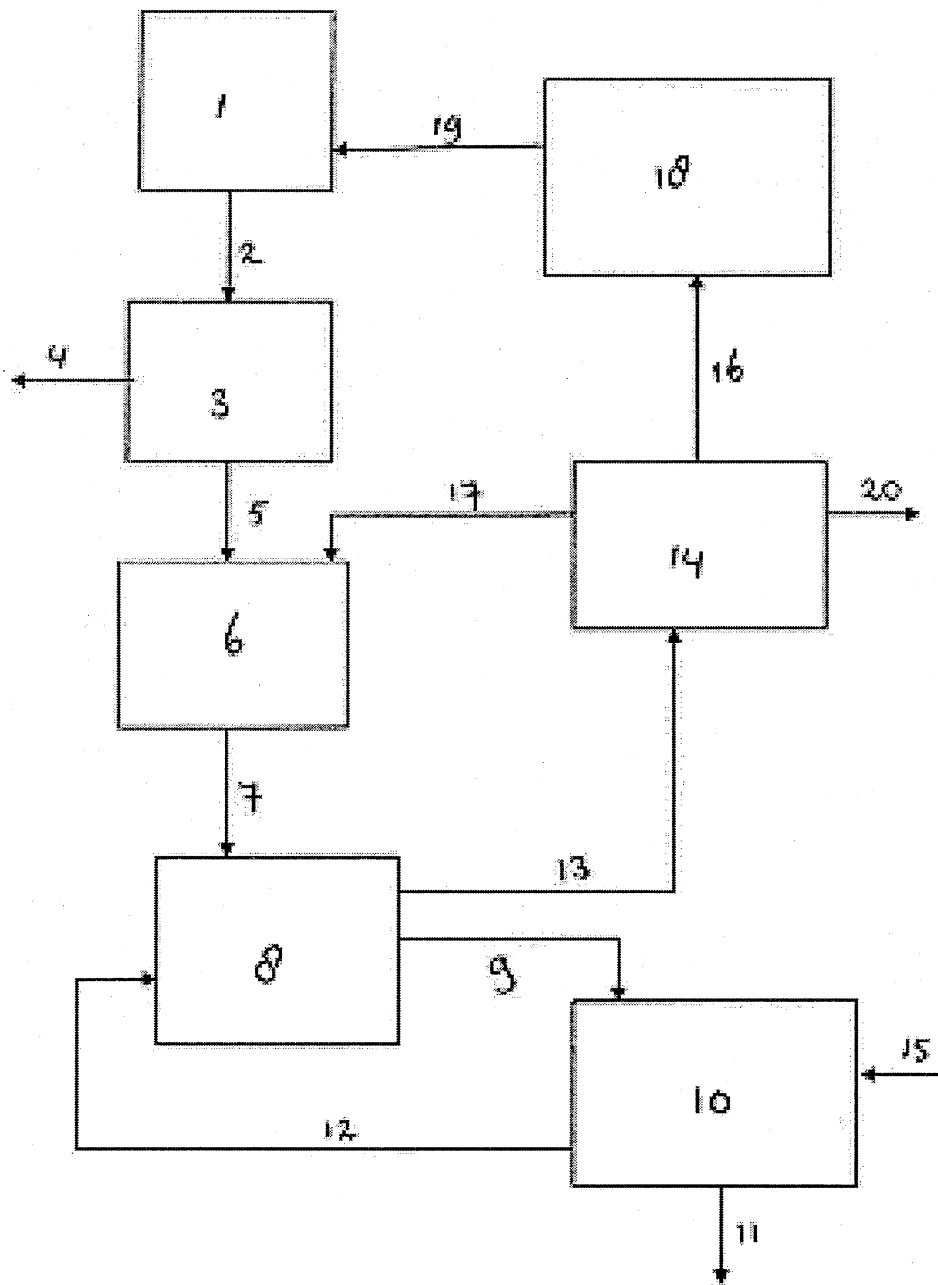


Fig.1