



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

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN) (11)
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ



1-0032766

(51)⁷ C01B 7/03; C07C 51/02; C07C 59/265; (13) B
C07C 55/10; C07C 57/13; C07C 57/15;
C01F 5/10; C07C 51/43

-
- (21) 1-2014-00820 (22) 16/08/2012
(86) PCT/NL2012/050572 16/08/2012 (87) WO2013/025105 21/02/2013
(30) 11177633.2 16/08/2011 EP; 61/524,353 17/08/2011 US
(45) 25/07/2022 412 (43) 25/06/2014 315A
(73) PURAC BIOCHEM B.V. (NL)
Arkelsedijk 46, NL-4206 AC Gorinchem, Netherlands
(72) DE HAAN André Banier (NL); VAN BREUGEL Jan (NL); VAN DER WEIDE
Paulus Loduvicus Johannes (NL); JANSEN Peter Paul (NL); VIDAL LANCIS José
María (ES); CERDÀ BARÓ Agustín (ES).
(74) Công ty Luật TNHH Phạm và Liên danh (PHAM & ASSOCIATES)
-

(54) PHƯƠNG PHÁP THU HỒI AXIT SUCXINIC

(57) Sáng chế đề cập đến phương pháp thu hồi axit succinic, phương pháp này bao gồm các bước:

- tạo ra magie succinat;
- axit hóa magie succinat bằng axit clohydric (HCl), để thu được dung dịch chứa axit succinic và magie clorua (MgCl₂);
- tùy ý cô dung dịch chứa axit succinic và MgCl₂;
- kết tủa axit succinic ra khỏi dung dịch chứa axit succinic và MgCl₂, để thu được axit succinic ở dạng kết tủa và dung dịch MgCl₂.

Các tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng bằng cách bổ sung HCl vào muối magie của axit succinic và sau đó kết tủa axit succinic ra khỏi dung dịch này, có thể tách axit succinic ra khỏi dung dịch magie succinat với hiệu quả rất cao.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến phương pháp thu hồi axit succinic.

Axit succinic có thể được sản xuất bằng cách dùng vi sinh vật để lên men hydrat cacbon. Các quá trình lên men, trong đó axit succinic được tiết ra bởi các vi sinh vật sẽ làm giảm độ pH. Do độ pH giảm có thể gây hại đến quá trình trao đổi chất của vi sinh vật, nên trong thực tế người ta thường bổ sung bazơ vào môi trường lên men để trung hòa độ pH. Do đó, axit succinic được tạo ra trong môi trường lên men thường có mặt dưới dạng muối succinat.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Nhược điểm của quy trình sản xuất axit succinic dưới dạng muối succinat bằng cách lên men là cần phải có một hoặc nhiều bước bổ sung để tách axit succinic ra khỏi muối, *tức là* chuyển hóa muối thành axit succinic và sau đó tách axit succinic. Điều này sẽ thường gây tổn hao của axit succinic và/hoặc muối succinat và do vậy làm giảm tổng hiệu suất của quá trình lên men hoặc tổng hiệu suất của quy trình.

Các bước bổ sung như vậy còn có nhược điểm ở chỗ thường tạo ra lượng muối thải đáng kể. Ví dụ, bước tách thường phải sử dụng axit sulphuric để axit hóa muối succinat, nên tạo ra muối sulphat dưới dạng sản phẩm thải.

Ví dụ về quá trình lên men, trong đó muối succinat thu được trong quá trình lên men được đưa qua bước tách muối/axit để tách axit succinic ra khỏi muối là quá trình lên men được bộc lộ trong đơn yêu cầu cấp patent Hàn Quốc số KR2010122773. Tài liệu này mô tả phương pháp tách và tinh chế axit succinic ra khỏi dung dịch lên men. Đầu tiên, canxi succinat ở dạng kết tủa được điều chế bằng cách lên men hoặc bằng cách bổ sung bazơ sau khi lên men vào dung dịch đã được lên men. Sau đó, axit clohydric và/hoặc axit nitric được bổ sung vào canxi succinat ở dạng kết tủa này để tạo ra axit succinic dạng tinh thể và canxi clorua.

Nhược điểm của phương pháp theo KR2010122773 là ở chỗ cần phải tạo ra succinat ở dạng kết tủa rắn. Điều này có thể gây phức tạp cho việc tách succinat ra khỏi sinh khối rắn trong dung dịch lên men. Hơn thế nữa, succinat kết tủa ở dạng rắn này có thể gây phức tạp cho bước axit hóa sau đó. Có thể cần phải có các bước bổ sung để xử lý chất kết tủa succinat trước khi axit hóa nó.

Hơn thế nữa, tài liệu KR2010122773 đã mô tả bước, trong đó dịch nổi bề mặt được tạo ra cùng với axit succinic dạng tinh thể được xử lý trong vùng hydrat hoá ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 400°C đến 800°C để tạo ra axit clohydric hoặc axit nitric và canxi hydroxit. Phản ứng này được mô tả một cách chi tiết hơn trong bài báo: J.L. Bischoff (*"The generation of HCl in the system $\text{CaCl}_2 - \text{H}_2\text{O}$: Vapor-liquid relations from 380-500°C"*, Geochimica et Cosmochimica Acta, Vol. 60, No. 1, p7-17, 1996) và được tiến hành ở áp suất cao nằm trong khoảng từ 250 đến 800 ba. Sự có mặt của nước trong quá trình phản ứng sẽ làm tạo ra trực tiếp $\text{Mg}(\text{OH})_2$.

Nhược điểm của phương pháp theo KR2010122773 là ở chỗ tạo ra lượng muối thải đáng kể. Ngay cả khi đã xử lý dịch nổi bề mặt như nêu trên, thì sẽ vẫn còn lượng muối thải đáng kể do quá trình chuyển hóa canxi hydroxit là không hoàn toàn trong trường hợp như được mô tả trong KR2010122773.

Nhược điểm tiếp theo của phương pháp theo KR2010122773 là ở chỗ cần tới thiết bị chịu áp lực cao đắt tiền và nhiệt độ cao để xử lý dịch nổi bề mặt.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Mục đích của sáng chế nhằm giải quyết bước tách axit succinic ra khỏi dung dịch muối với hiệu suất chuyển hóa thích hợp.

Mục đích tiếp theo của sáng chế là đề xuất phương pháp không tạo ra hoặc hầu như không tạo ra muối thải.

Nhằm đáp ứng ít nhất một trong số các mục đích này, sáng chế đề xuất phương pháp điều chế axit succinic, trong đó phương pháp này bao gồm các bước:

- tạo ra magie succinat;
- axit hóa magie succinat bằng hydro clorua (HCl), để thu được dung dịch chứa axit succinic và magie clorua (MgCl_2);
- tùy ý cô dung dịch chứa axit succinic và MgCl_2 ;
- kết tủa axit succinic ra khỏi dung dịch chứa axit succinic và MgCl_2 , để thu được axit succinic ở dạng kết tủa và dung dịch MgCl_2 ; và
- phân huỷ nhiệt dung dịch MgCl_2 ở nhiệt độ ít nhất bằng 300°C , để phân huỷ MgCl_2 thành magie oxit (MgO) và HCl.

Mô tả chi tiết sáng chế

Các tác giả sáng chế đã thấy rằng quy trình dựa trên cơ sở các bước bắt đầu với succinat trên cơ sở magie nêu trên, sử dụng hydro clorua làm chất axit hóa và bước phân huỷ nhiệt để tạo ra magie oxit đã làm cho quy trình có thể tách được axit succinic ra khỏi dung dịch magie succinat một cách rất hiệu quả, tổng hiệu suất của quy trình cao, cân bằng tối ưu giữa khối lượng và nước và reduced sản phẩm tổn hao.

Cụ thể, các tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng axit succinic có thể được kết tủa ra khỏi dung dịch succinat trên cơ sở magie được axit hóa bằng HCl với hiệu quả rất cao. Dù không muốn bị ràng buộc bởi lý thuyết bất kỳ, các tác giả sáng chế cho rằng hiệu quả kết tủa cao là do hiệu ứng kết tinh muối đặc biệt cao của MgCl_2 trong những trường hợp có sự kết hợp đặc hiệu của HCl, magie và axit succinic trong dung dịch. Do thường khó dự đoán được hiệu ứng kết tinh muối, nên hiệu ứng kết tinh muối đặc biệt cao trong phương pháp theo sáng chế được xem như một bất ngờ đối với các tác giả sáng chế.

Do vậy, sử dụng phương pháp theo sáng chế, axit succinic ở dạng kết tủa có thể thu được với hiệu suất cao từ dung dịch magie succinat, dung dịch này, ví dụ, là hỗn hợp lên men thu được trong quá trình lên men. Hơn thế nữa, axit succinic ở dạng kết tủa thu được có độ tinh khiết tương đối cao, do bước kết tủa trong phương pháp theo sáng chế không làm kết tủa lượng lớn các hợp chất không phải là axit succinic (ví dụ polysacarit, clorua như MgCl_2 và các

muối khác). Cụ thể, chất kết tủa sẽ bao gồm ít nhất 85% khối lượng axit succinic dựa trên cơ sở khối lượng khô của chất kết tủa.

Hơn thế nữa, việc lựa chọn cụ thể đối với HCl và magie succinat có thể làm giảm được lượng muối thải và/hoặc cải thiện được tổng hiệu suất của quy trình khi kết hợp với bước phân huỷ nhiệt như nêu trên.

Tốt hơn là, phương pháp còn bao gồm các bước:

- phân huỷ nhiệt dung dịch MgCl_2 ở nhiệt độ ít nhất bằng 300°C , để phân huỷ MgCl_2 đến MgO và HCl; và
- tuỳ ý hoà tan HCl được tạo ra ở bước phân huỷ nhiệt trong nước, để thu được dung dịch HCl; và/hoặc
- tuỳ ý cho MgO tiếp xúc với nước, để thu được magie hydroxit ($\text{Mg}(\text{OH})_2$), $\text{Mg}(\text{OH})_2$ này tuỳ ý được tái tuần hoàn để sử dụng trong quá trình lên men.

Các bước bổ sung này có ưu điểm là tạo ra được phương pháp không có hoặc hầu như không có muối thải. Dung dịch HCl này có thể được tái tuần hoàn đến bước axit hóa của phương pháp theo sáng chế. $\text{Mg}(\text{OH})_2$ có thể được tái tuần hoàn để sử dụng trong quá trình lên men.

Thuật ngữ “succinat” như được sử dụng ở đây dùng để chỉ bazơ liên hợp của axit succinic axit (Suc^{2-}). Axit succinic (H_2Suc) có thể thu được bằng cách axit hóa succinat. Magie succinat được dùng để chỉ muối magie của axit succinic (MgSuc).

Thuật ngữ “kết tủa” như được sử dụng ở đây dùng để chỉ sự tạo ra chất rắn từ trạng thái được hoà tan hoàn toàn. Axit succinic có thể được kết tủa ở dạng tinh thể hoặc ở dạng vô định hình. Bằng cách kết tủa axit succinic theo phương pháp theo sáng chế, axit succinic cũng có thể được tinh chế. Trong trường hợp dung dịch magie cacboxylat chứa các tạp chất đã được hoà tan, thì việc kết tủa axit succinic thường tách axit succinic ra khỏi các tạp chất như vậy.

Thuật ngữ “dung dịch được kết tủa” như được sử dụng ở đây dùng để chỉ dung dịch cần được kết tủa. Thông thường, thuật ngữ này dùng để chỉ dung

dịch chứa axit succinic và MgCl_2 thu được sau khi axit hóa, tùy ý sau khi dung dịch này được cô và/hoặc thực hiện bước bổ sung thêm MgCl_2 . Tuy nhiên, trong trường hợp kết tủa lần thứ hai hoặc lần tiếp theo, thuật ngữ “dung dịch cần được kết tủa” được dùng để chỉ dung dịch MgCl_2 thu được sau bước kết tủa cuối cùng hoặc gần nhất, tùy ý sau khi dung dịch này được bước cô và/hoặc được bổ sung thêm MgCl_2 . Các dung dịch MgCl_2 như vậy có thể vẫn chứa axit succinic, axit này có thể thu được bằng cách kết tủa lần thứ hai hoặc lần tiếp theo.

Axit succinic có độ tan bằng 6,75g/100g nước ở nhiệt độ 20°C. Do axit succinic có độ tan thấp hơn một cách đáng kể so với độ tan của MgCl_2 , nên MgCl_2 sẽ không kết tủa cùng với axit succinic ra khỏi dung dịch ở bước kết tủa.

Magie succinat được tạo ra trong phương pháp theo sáng chế có thể thu được trong quá trình lên men.

Magie succinat có thể được tạo ra dưới dạng rắn (ví dụ dạng tinh thể). Theo cách khác, magie succinat có thể ở dạng hoà tan, ví dụ dưới dạng một phần của dung dịch hoặc huyền phù.

Dung dịch hoặc huyền phù như vậy chứa magie succinat đã được hoà tan có thể là nước và cụ thể có thể thu được trong quá trình lên men. Ví dụ về huyền phù như vậy có thể là huyền phù chứa magie succinat đã được hoà tan và sinh khối không tan, như dịch lên men. Trong trường hợp magie succinat được tạo ra ở dạng hoà tan, thì dung dịch hoặc huyền phù chứa magie succinat có thể có nồng độ nằm trong khoảng 1-700g, tốt hơn là nằm trong khoảng 100-600 g, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng 200-500 g magie succinat trong mỗi lít dung dịch hoặc huyền phù. Nồng độ cao tới 500g magie succinat trong một lít nói chung sẽ không làm kết tinh magie succinat.

Trong trường hợp magie succinat được tạo ra dưới dạng dung dịch hoặc huyền phù, nồng độ magie succinat mà tại đó có thể xảy ra kết tủa axit succinic khi axit hóa tùy thuộc vào nồng độ HCl. Ví dụ, khi sử dụng dung dịch HCl với nồng độ HCl cao, ví dụ nằm trong khoảng từ 20 đến 30% khối lượng, để axit

hóa succinat, thì việc kết tủa axit succinic có thể xảy ra ở nồng độ succinat tương đối thấp, ví dụ nằm trong khoảng 1 đến 10% khối lượng succinat. Tuy nhiên, khi sử dụng nồng độ HCl thấp hơn (ví dụ nằm trong khoảng 10 đến 20% khối lượng), thì nồng độ succinat cao hơn (ví dụ giữa 10 và 50% khối lượng) có thể là cần thiết để xảy ra kết tủa. Vì những lý do thực tế, giới hạn trên của nồng độ magie succinat trong dung dịch magie succinat có thể là 20% khối lượng, tính theo tổng khối lượng của dung dịch. Các nồng độ cao hơn 20% khối lượng có thể là cần thiết để dung dịch có được nhiệt độ bằng 75°C hoặc cao hơn để cho magie succinat ở dạng được hoà tan một cách hoàn toàn. Tuy nhiên, nhiệt độ cao như vậy là không có lợi cho thiết bị vì làm tăng độ nhạy cảm ăn mòn do sự có mặt của HCl.

Để thu được axit succinic với lượng nhiều nhất có thể sau khi axit hóa và kết tủa, thì tốt hơn nếu nồng độ succinat để axit hóa là càng cao càng tốt. Trong trường hợp magie succinat được tạo ra dưới dạng dung dịch, thì giới hạn trên của nồng độ magie succinat được xác định bằng độ tan của magie succinat và nhiệt độ mà tại đó thiết bị này vẫn đủ khả năng chịu ăn mòn do HCl. Trong trường hợp succinat được tạo ra dưới dạng huyền phù, khả năng khuấy của huyền phù thông xác định giới hạn trên. Trong trường hợp succinat được tạo ra dưới dạng bánh rắn, việc tách rắn lỏng và nước hấp thụ thu được thường xác định giới hạn trên. Để trợ giúp cho việc thu được axit succinic với hiệu suất cao sau khi axit hóa và kết tủa, tốt hơn nếu nồng độ HCl là cao đạt được tính khả thi về mặt kinh tế, vì khi đưa thêm nước sẽ làm loãng hệ. Sự kết hợp của các nồng độ đầu vào nêu trên của succinat và HCl là phải làm sao cho $MgCl_2$ vẫn ở lại trong dung dịch và axit succinic được kết tủa với lượng nhiều nhất có thể trong bước kết tủa. Chuyên gia trong lĩnh vực này sẽ có thể thay đổi hai nồng độ để thu được kết quả mong muốn. Ví dụ, các kết quả tốt thu được bằng cách kết hợp 15-25% khối lượng HCl và nồng độ magie succinat nằm trong khoảng 20-50% khối lượng ở nhiệt độ nằm trong khoảng 40-75°C.

Trong trường hợp dung dịch magie succinat hoặc huyền phù thu được từ quá trình lên men mà không có nồng độ magie succinat đủ cao, thì dung dịch này có thể được cô, ví dụ bằng cách làm bay hơi.

Theo phương án ưu tiên của sáng chế, magie succinat thu được trong quá trình lên men mà sử dụng bazơ trên cơ sở magie cho phản ứng trung hòa để tạo ra một cách trực tiếp magie succinat, trái với quá trình lên men diễn ra đầu tiên và sau đó bổ sung bazơ để tạo ra magie succinat, để giữ cho quy trình càng đơn giản càng tốt và để ngăn ngừa việc sử dụng thêm các bước xử lý. Tốt hơn, nếu phương pháp theo sáng chế còn bao gồm quá trình lên men magie succinat ở nhiệt độ nằm trong khoảng 25-60°C, trong đó dung dịch succinat thu được khi bổ sung bazơ vào dịch lên men chứa 1-30% khối lượng magie succinat, sao cho magie succinat dưới dạng sản phẩm lên men không bị kết tủa một cách trực tiếp. Để kết tủa trực tiếp magie succinat trong dịch lên men trong quá trình lên men đòi hỏi các điều kiện lên men khắc nghiệt hơn, như, ví dụ nồng độ magie succinat trên 40% khối lượng hoặc thậm chí trên 50% khối lượng, điều này là không thuận lợi cho vi sinh vật, hiệu suất lên men và/hoặc thiết bị lên men. Để kết tủa magie succinat ra khỏi dịch lên men sau khi lên men, tốt hơn là bước kết tủa riêng rẽ được áp dụng. Bước kết tủa như vậy có thể là bước cô như được giải thích trên đây hoặc kết tủa bằng cách làm nguội như được giải thích thêm dưới đây. Sau đó, các chất kết tủa thu được như vậy có thể được hoà tan trong nước để tạo ra dung dịch hoặc huyền phù chứa magie succinat trong nước.

Phương pháp theo sáng chế còn bao gồm bước axit hóa, trong đó magie succinat được axit hóa bằng HCl, để thu được dung dịch chứa axit succinic và $MgCl_2$. Các tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng HCl là được ưu tiên làm chất axit hóa so với các axit khác, như H_2SO_4 . Đầu tiên, việc sử dụng HCl có tác dụng kết tủa một cách hiệu quả, như hiệu ứng kết tinh muối có lợi nêu trên. Cụ thể, sự có mặt của $MgCl_2$ làm giảm độ tan của axit succinic, điều này làm cho việc kết tủa axit đạt hiệu quả cao hơn. Hơn thế nữa, phản ứng của magie succinat với HCl tạo ra muối ($MgCl_2$) với độ tan tương đối cao, cụ thể khi so

với các muối magie khác bao gồm MgSO_4 và cũng so với nhiều axit succinic. Độ tan cao của muối thu được bằng cách axit hóa là điều mong muốn, vì muối này cần phải được kết tủa càng ít càng tốt ở bước kết tủa. Do đó, nồng độ tối đa của axit succinic trong dung dịch cần được kết tủa một phần được xác định bằng độ tan của muối thu được ở bước axit hóa. Do vậy, trong trường hợp muối có độ tan cao, thì nồng độ axit succinic cao có thể thu được mà không cần kết tủa muối, điều này dẫn đến việc kết tủa axit succinic một cách có hiệu quả.

Quá trình axit hóa thường được tiến hành bằng cách sử dụng HCl với lượng dư. Tốt hơn, nếu lượng dư này là nhỏ, sao cho dung dịch MgCl_2 thu được sau khi kết tủa là không có tính axit cao, mà điều này là không được mong muốn đối với việc xử lý tiếp theo dung dịch như vậy. Ví dụ, lượng dư của HCl được sử dụng có thể là lượng sao cho thu được dung dịch MgCl_2 sau khi kết tủa có độ pH bằng 1 hoặc cao hơn, như độ pH khoảng 1,5. Chuyên gia trong lĩnh vực này biết cách tính hệ số tỷ lượng dựa trên cơ sở phản ứng lượng dư cho phép tối đa đối với độ pH bằng 1 hoặc cao hơn như vậy. Để đạt được việc axit hóa hoàn toàn đầy đủ, dung dịch MgCl_2 thu được tốt hơn là có độ pH dưới 4, tốt hơn nữa là dưới 3.

Việc axit hóa bằng HCl có thể được tiến hành bằng cách cho magie succinat tiếp xúc với HCl , ví dụ bằng cách cho magie succinat (ở dạng rắn, dung dịch hoặc huyền phù) tiếp xúc với dung dịch nước HCl hoặc bằng cách cho dung dịch magie succinat hoặc huyền phù tiếp xúc với khí HCl .

Nếu dung dịch HCl được sử dụng ở bước axit hóa, tốt hơn là nó chứa ít nhất 5% khối lượng, tốt hơn nữa nếu nó chứa ít nhất 10% khối lượng và thậm chí còn tốt hơn nữa nếu nó chứa ít nhất 20% khối lượng HCl . Nói chung, các nồng độ như vậy là đủ để axit hóa magie succinat. Các nồng độ HCl cao có thể là mong muốn do muối nêu trên gây ra hiệu ứng. Do điểm sôi thấp của HCl và hỗn hợp đồng sôi $\text{HCl}/\text{H}_2\text{O}$, nên nồng độ HCl trong dung dịch HCl sẽ thường không cao hơn 40%, cụ thể khi sử dụng dung dịch HCl ở áp suất khí quyển. Tốt hơn là, nồng độ HCl được sử dụng nằm trong khoảng 15-25% khối lượng HCl , tính theo tổng khối lượng của dung dịch HCl . Tuy nhiên, các nồng độ

HCl cao tới 100% cũng có thể được sử dụng, trong trường hợp dung dịch HCl thường được sử dụng dưới áp suất cao (ví dụ ở trên áp suất khí quyển) và tùy ý nhiệt độ thấp (ví dụ dưới 20 °C).

Trong trường hợp khí HCl được sử dụng, khí HCl có thể được tiếp xúc bằng cách cho nó tiếp xúc với dung dịch succinat hoặc huyền phù. Cụ thể, khí HCl có thể được thổi vào dung dịch hoặc huyền phù. Trong trường hợp khí HCl được sử dụng, thì HCl có thể thu được từ bước phân huỷ nhiệt, như ví dụ được mô tả thêm dưới đây.

Tốt hơn là, việc axit hóa được tiến hành ở nhiệt độ 75°C hoặc nhỏ hơn. Ở nhiệt độ cao hơn, sẽ trở nên không kinh tế nếu làm cho thiết bị thích ứng với các điều kiện khắc nghiệt. Vì điểm đông đặc của nước, việc axit hóa thường được tiến hành ở nhiệt độ trên 0°C. Nhiệt độ trên 20°C có thể được ưu tiên để tránh sử dụng thiết bị làm nguội. Nhiệt độ 40°C hoặc cao hơn, hoặc thậm chí 60°C hoặc cao hơn là được ưu tiên hơn, vì nhiều magie succinat có thể được hoà tan ở nhiệt độ cao hơn này. Nhiệt độ của dung dịch magie succinat hoặc huyền phù thường được xác định bởi và tương ứng với nhiệt độ mà tại đó việc axit hóa được tiến hành.

Phương pháp theo sáng chế có thể bao gồm bước cô, trong đó dung dịch thu được sau khi axit hóa bằng HCl được cô. Nồng độ cao hơn của axit succinic trong dung dịch sẽ làm tăng hiệu quả kết tủa axit succinic. Bước cô có thể được tiến hành bằng cách làm bay hơi. Ở bước cô, 10-90% tổng lượng nước có mặt trong dung dịch có thể được loại bỏ. Tuy nhiên, tốt hơn nếu $MgCl_2$ không được kết tủa ở nồng độ này. Do đó, tốt hơn là dung dịch thu được sau khi axit hóa được cô để $MgCl_2$ có nồng độ bằng hoặc thấp hơn điểm bão hòa của $MgCl_2$.

Phương pháp theo sáng chế còn bao gồm bước kết tủa axit succinic ra khỏi dung dịch thu được ở bước axit hóa hoặc, nếu có, ra khỏi dung dịch thu được ở bước cô. Bước này có thể được gọi là bước kết tủa (thứ nhất). Việc kết tủa có thể được tiến hành bằng phương pháp kết tủa bất kỳ đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này, như kết tủa bằng cách phản ứng hoặc bằng cách làm nguội,

cô đặc, làm bay hơi dung dịch cần được kết tủa hoặc bằng cách bổ sung kháng dung môi vào dung dịch cần được kết tủa.

Tốt hơn, nếu việc kết tủa được tiến hành bằng cách axit hóa magie succinat bằng HCl. Loại kết tủa này có thể được gọi là kết tủa bằng phản ứng. Trong kết tủa bằng phản ứng, việc kết tủa xảy ra trong khi axit hóa. Do đó, việc axit hóa magie succinat và kết tủa axit succinic thu được như vậy được tiến hành dưới dạng một bước. Do đó, phương pháp theo sáng chế sẽ bao gồm bước tạo ra magie succinat thu được tùy ý trong quá trình lên men (như nêu trên); và axit hóa magie succinat này bằng HCl (ví dụ dung dịch nước HCl), để thu được axit succinic ở dạng kết tủa và dung dịch $MgCl_2$. Cần lưu ý rằng bước kết tủa thực tế tạo ra huyền phù chứa axit succinic ở dạng kết tủa có mặt trong dung dịch $MgCl_2$.

Việc kết tủa bằng phản ứng có thể được tiến hành bằng cách chọn các điều kiện ở bước axit hóa để có thể xảy ra quá trình kết tủa tức thời axit succinic. Chuyên gia trong lĩnh vực này sẽ biết cách thiết lập các điều kiện như vậy. Cụ thể, nồng độ magie succinat có thể được chọn sao cho việc axit hóa bằng HCl sẽ tạo ra axit succinic có nồng độ cao hơn điểm bão hòa của axit succinic này. Nồng độ chính xác của axit succinic ở điểm bão hòa của nó sẽ thay đổi đối với axit succinic được sử dụng.

Bước kết tủa cũng có thể được tiến hành bằng cách làm nguội dung dịch cần được kết tủa, ví dụ dung dịch được tạo ra ở bước axit hóa, hoặc, nếu có, dung dịch thu được ở bước cô. Kết tủa loại này có thể được gọi là kết tủa bằng cách làm nguội. Bước làm nguội có thể cần phải đầu tiên gia nhiệt dung dịch cần được kết tủa đến nhiệt độ mà tại đó hầu như toàn bộ $MgCl_2$ và axit succinic được hoà tan. Dung dịch cần được kết tủa có thể được làm nguội từ nhiệt độ lớn hơn nhiệt độ tạo mầm kết tinh của axit succinic trong dung dịch đến nhiệt độ thấp hơn nhiệt độ tạo mầm kết tinh của axit succinic trong dung dịch. Nhiệt độ tạo mầm kết tinh là nhiệt độ cao nhất mà tại đó các chất rắn, cụ thể, chất kết tủa, được tạo ra. Nhiệt độ này là phụ thuộc vào nồng độ của $MgCl_2$, axit succinic và sự có mặt của các thành phần khác. Do đó, không có thể có được

một giá trị nhiệt độ cho nhiệt độ tạo mầm kết tinh. Tuy nhiên, nói chung, dung dịch cần được kết tủa được làm nguội từ nhiệt độ ít nhất 35°C đến nhiệt độ nhỏ hơn 30°C, tốt hơn nếu ít nhất 40°C đến nhiệt độ nhỏ hơn 25°C. Sự chênh lệch nhiệt độ cao hơn có thể làm tăng hiệu suất của axit succinic ở dạng kết tủa. Trong trường hợp kết tủa bằng cách làm nguội axit succinic, tốt hơn là nồng độ trước khi làm nguội gần với độ tan để đạt được tính khả thi về mặt kinh tế. Nồng độ axit succinic có thể bằng điểm bão hòa hoặc tới 5 g/L, tốt hơn là tới 10 g/L, thấp hơn điểm bão hòa của axit succinic.

Hơn thế nữa, việc kết tủa có thể được thiết lập bằng cách cô dung dịch chứa axit succinic và MgCl_2 , tốt hơn là bằng cách làm bay hơi. Việc làm bay hơi một phần của dung môi trong dung dịch chứa axit succinic và MgCl_2 sẽ làm cho nồng độ của axit succinic cao hơn và hiệu ứng kết tinh muối mạnh hơn, điều này làm tăng cường quá trình kết tủa.

Hơn thế nữa, việc kết tủa có thể được thiết lập bằng cách bổ sung kháng dung môi vào dung dịch cần được kết tủa. Các ví dụ về các kháng dung môi là rượu, ete và keton.

Tốt hơn là, dung dịch MgCl_2 thu được sau khi kết tủa có thể được kết tủa lần thứ hai và/hoặc tiếp theo, nhờ đó thu được axit succinic bổ sung ở dạng kết tủa và dung dịch MgCl_2 thứ hai và/hoặc tiếp theo. Bước kết tủa thứ hai hoặc tiếp theo có thể được tiến hành để thu hồi ít nhất một phần của axit succinic còn lại trong dung dịch MgCl_2 thu được ở bước kết tủa trước đó. Trong trường hợp này, bước kết tủa trước này của sáng chế có thể được gọi là bước kết tủa thứ nhất. Dung dịch MgCl_2 thu được ở bước kết tủa thứ nhất của phương pháp có thể vẫn chứa lượng nhỏ axit succinic. Để thu hồi ít nhất một phần của axit succinic này, bước kết tủa thứ hai có thể được tiến hành. Bước kết tủa thứ hai như vậy có thể được tiến hành trong các điều kiện tương tự như bước kết tủa thứ nhất, bao gồm bước cô và/hoặc bước bổ sung MgCl_2 được tiến hành trước bước kết tủa.

Theo phương án ưu tiên, phương pháp theo sáng chế bao gồm bước kết tủa thứ nhất bằng phản ứng, là bước kết tủa bằng phản ứng, sau khi dung dịch

MgCl_2 thu được ở bước này được làm nguội và/hoặc làm bay hơi bước. Sau bước làm nguội và/hoặc làm bay hơi là bước kết tủa, trong đó axit succinic bổ sung được kết tủa và do vậy cải thiện được mức độ tổn hao của axit succinic và hiệu suất của quy trình.

Trước bước kết tủa bất kỳ, magie clorua có thể được bổ sung vào dung dịch cần được kết tủa hoặc vào dung dịch HCl . Dung dịch cần được kết tủa này có thể là dung dịch chứa dung dịch magie succinat (ví dụ trong trường hợp kết tủa bằng phản ứng) hoặc dung dịch chứa axit succinic và magie clorua (như thu được ở bước axit hóa). Magie clorua được bổ sung như vậy có thể làm tăng hiệu ứng kết tinh muối, nhờ đó làm tăng cường quá trình kết tủa axit succinic.

Phương pháp theo sáng chế còn bao gồm các bước quan trọng sau:

- phân huỷ nhiệt dung dịch MgCl_2 ở nhiệt độ ít nhất bằng 300°C , để phân huỷ MgCl_2 thành MgO và HCl .

Tốt hơn, nếu phương pháp theo sáng chế còn bao gồm các bước:

- hoà tan HCl được tạo ra ở bước phân huỷ nhiệt trong nước, để thu được dung dịch HCl ; và
- cho MgO tiếp xúc với nước, để thu được $\text{Mg}(\text{OH})_2$.

Như nêu trên, ưu điểm của các bước bổ sung này là làm cho có thể thu được phương pháp không tạo ra hoặc hầu như không tạo ra muối thải.

Việc phân huỷ nhiệt được sử dụng trong sáng chế có thể được tiến hành bằng cách phun dung dịch MgCl_2 để tiếp xúc với dòng khí nóng. Nhiệt độ của khí nóng là bằng nhiệt độ mà tại đó bước phân huỷ nhiệt được tiến hành, như được mô tả dưới đây.

Theo hiểu biết của các tác giả sáng chế, sự kết hợp của bước phân huỷ nhiệt trong bước tách axit/muối ra khỏi magie cacboxylat từ quá trình lên men là vẫn chưa được mô tả trước đây. Các tác giả sáng chế đã nhận ra rằng MgCl_2 có thể được phân huỷ nhiệt bằng cách nhiệt phân ở nhiệt độ tương đối thấp (ví dụ trái với khi được so sánh với CaCl_2 , bắt đầu phân huỷ ở nhiệt độ khoảng 800°C hoặc cao hơn). Điều này là có lợi, vì MgO được tạo ra sẽ vẫn có hoạt

tính đủ cao có thể được sử dụng một cách hiệu quả trong. ví dụ, quá trình lên men.

Các thiết bị thích hợp để tiến hành việc phân huỷ nhiệt là đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này. Phân huỷ nhiệt có thể được tiến hành bằng cách sử dụng lò nung, ví dụ lò nung kiểu phun hoặc lò nung kiểu tầng sôi. Các thiết bị như vậy có thể, ví dụ, thu được ở SMS Siemag. Việc sử dụng lò nung kiểu phun là được ưu tiên. Lò nung kiểu phun có chi phí năng lượng thấp (cũng được so sánh với lò nung kiểu tầng sôi), vì nó cần nhiệt độ tương đối thấp (như được mô tả dưới đây). Còn phát hiện ra rằng lò nung kiểu phun còn tạo ra các hạt MgO có khả năng phản ứng, rất thích hợp để sử dụng làm chất trung hoà trong quá trình lên men.

Tốt hơn là, bước phân huỷ nhiệt được tiến hành ở nhiệt độ ít nhất là 300°C, là nhiệt độ tối thiểu mà tại đó MgCl_2 phân huỷ. Tốt hơn là, quá trình phân huỷ nhiệt được tiến hành ở nhiệt độ ít nhất là 350°C, ví dụ ở nhiệt độ nằm trong khoảng 350-450°C. Do chi phí năng lượng, tốt hơn là nhiệt độ này là dưới 1000°C, tốt hơn nữa là dưới 800°C. Ví dụ, nhiệt độ mà tại đó phân huỷ nhiệt được tiến hành có thể là nằm trong khoảng 350-600°C hoặc nằm trong khoảng 300-400°C. Ngoài ra, việc sử dụng nhiệt độ quá cao đối với bước phân huỷ nhiệt là không mong muốn, vì nó sẽ giảm khả năng phản ứng của MgO được tạo ra, khiến cho nó ít thích hợp hơn để sử dụng làm chất trung hoà trong quá trình lên men.

Việc phân huỷ nhiệt như được áp dụng trong sáng chế tốt hơn là được tiến hành ở áp suất nằm trong khoảng 0,1-10 ba. Việc sử dụng áp suất cao có thể là không mong muốn, vì nguy cơ ăn mòn gia tăng do HCl không có khả năng ngưng tụ. Tốt nhất là, bước phân huỷ nhiệt được tiến hành ở áp suất khí quyển, cụ thể khi sử dụng lò nung, để tránh chi phí năng lượng không cần thiết và nhu cầu về thiết bị chịu áp lực cao đắt tiền.

Magie oxit (MgO) là một trong số các sản phẩm phân huỷ nhiệt và thường thu được dưới dạng bột. Tốt hơn, nếu magie oxit được hydrat hoá bằng nước, ví dụ bằng cách ngâm MgO trong nước, nhờ đó tạo ra magie hydroxit

($\text{Mg}(\text{OH})_2$) ở dạng huyền phù. Tốt hơn, nếu huyền phù magie hydroxit như vậy được tái tuần hoàn để sử dụng trong quá trình lên men. Ví dụ, $\text{Mg}(\text{OH})_2$ có thể được sử dụng làm chất trung hoà trong quá trình lên men. Trong trường hợp này, trước tiên $\text{Mg}(\text{OH})_2$ có thể được rửa bằng nước để loại bỏ ion clorua, thường với hàm lượng nhỏ hơn 1000ppm. Sự có mặt của ion clorua là không mong muốn, vì chúng có thể gây ra các vấn đề ăn mòn khi được bổ sung vào bình lên men. Do $\text{Mg}(\text{OH})_2$ có độ tan trong nước thấp, bước rửa như vậy sẽ thường không tạo ra sự tổn hao đáng kể lượng $\text{Mg}(\text{OH})_2$. Theo cách khác, đầu tiên $\text{Mg}(\text{OH})_2$ được chuyển hóa thành magie cacbonat (MgCO_3), sau đó hợp chất này được sử dụng làm chất trung hoà trong quá trình lên men. Việc kết hợp của hai bước này cũng có thể được áp dụng, trong đó phần $\text{Mg}(\text{OH})_2$ được rửa và được tái sử dụng và phần thứ hai được chuyển hóa thành MgCO_3 và sau đó được tái sử dụng trong quy trình. Phần MgO thậm chí có thể được sử dụng một cách trực tiếp trong quá trình lên men.

HCl thu được ở bước phân huỷ nhiệt có thể được hoà tan trong nước, nhờ đó tạo ra dung dịch nước HCl . Tốt hơn là, HCl thu được ở bước phân huỷ nhiệt được tái tuần hoàn bằng cách sử dụng nó ở bước axit hóa trong phương pháp theo sáng chế, ví dụ dưới dạng khí HCl hoặc dưới dạng dung dịch nước HCl .

Như nêu trên, magie succinat được tạo ra trong phương pháp theo sáng chế có thể thu được trong quá trình lên men. Trong quá trình lên men như vậy, nguồn hydrat cacbon thường được lên men bằng vi sinh vật để tạo ra axit succinic. Sau đó, bazơ magie được bổ sung làm chất trung hòa trong khi lên men để tạo ra muối magie của axit succinic. Ví dụ về các bazơ magie thích hợp là magie hydroxit ($\text{Mg}(\text{OH})_2$), magie cacbonat (MgCO_3) và magie bicarbonat ($\text{Mg}(\text{HCO}_3)_2$). Ưu điểm của việc sử dụng $\text{Mg}(\text{OH})_2$ là vì hợp chất này là bazơ có thể được tạo ra bằng phương pháp theo sáng chế. Việc sử dụng MgCO_3 cũng có thể là mong muốn và có thể thu được một cách dễ dàng bằng cách chuyển hóa $\text{Mg}(\text{OH})_2$ thu được trong phương pháp theo sáng chế. Hơn thế nữa, việc sử dụng MgCO_3 hoặc $\text{Mg}(\text{OH})_2$ là mong muốn, vì hydroxit và cacbonat

được kỳ vọng là có gây tác dụng bất lợi đến hiệu ứng kết tinh muối của phương pháp theo sáng chế (cacbonat bất kỳ còn lại sau khi làm trung hòa có thể thoát khỏi dung dịch này dưới dạng khí CO_2).

Theo một phương án, quá trình lên men có thể bao gồm bước tinh chế, trong đó magie succinat thu được trong quá trình kết tinh được kết tinh từ dịch lên men, sau đó có thể được hoà tan trong nước để tạo ra dung dịch nước, thường có nồng độ succinat cao hơn so với dịch lên men. Bước tinh chế như vậy có thể có lợi vì có thể thu được hiệu suất cao hơn ở bước kết tủa thứ nhất do nồng độ của magie succinat cao hơn.

Tuy nhiên, như nêu trên, tốt hơn là magie succinat vẫn ở dạng hoà tan khi bazơ magie được bổ sung làm chất trung hoà. Điều này có ưu điểm vì magie succinat là có thể vận chuyển bằng bơm và có thể được sử dụng một cách trực tiếp ở bước axit hóa. Hơn thế nữa, bước axit hóa là dễ kiểm soát khi magie succinat ở dạng hoà tan. Cụ thể, magie succinat có mặt trong dung dịch magie succinat hoặc huyền phù thu được sau khi bổ sung bazơ magie chứa ít nhất 95% khối lượng, tốt hơn nữa nếu ít nhất 99% khối lượng magie succinat ở dạng hoà tan. Lượng nhỏ chất rắn (đến 10% khối lượng) có thể vẫn không gây ra các tác động bất lợi nêu trên.

Quá trình kết tinh có thể bao gồm ít nhất một bước cô, như bước làm bay hơi nước, bước làm nguội, bước tạo mầm, bước tách, bước rửa và bước tái kết tinh. Việc cô có thể được thực hiện dưới dạng bước riêng rẽ hoặc cùng với bước kết tinh (ví dụ quá trình kết tinh-bay hơi).

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sáng chế còn được minh họa bằng các ví dụ sau.

Ví dụ 1: Điều chế magie succinat

Magie hydroxit (99 g) được bổ sung vào dung dịch chứa 200g axit succinic trong 888 g nước ở nhiệt độ trong phòng và được gia nhiệt để hòa tan hoàn toàn (bằng cách quan sát bằng mắt).

Ví dụ 2: Điều chế axit succinic

333 g dung dịch nước chứa HCl (37% khối lượng% khối lượng) được bổ sung vào dung dịch magie succinat được điều chế trong ví dụ 1. Nhiệt độ của hỗn hợp thu được như vậy vào lúc đầu là bằng 62°C. Hỗn hợp này được làm nguội đến 20°C và chất kết tủa được tạo ra. Trong khi làm nguội, các mẫu được lấy ra khỏi dung dịch và kết tủa hỗn hợp ở nhiệt độ 62, 52, 40, 31 và 20°C. Thành phần của các mẫu và tổng lượng chất kết tủa được tạo ra được xác định.

Các mẫu được lấy ra khỏi dung dịch (để lấy mẫu, máy khuấy được dừng lại vài giây, và sau khi để lắng tinh thể, mẫu được lấy ra khỏi dịch nổi bề mặt). Magie và axit succinic trong dung dịch được phân tích và biểu thị bằng g/g nước. Lượng tinh thể được tạo ra được tính toán là lượng chênh lệch giữa khối lượng axit succinic ban đầu và khối lượng axit succinic còn lại trong dung dịch.

Các kết quả được thể hiện trong Bảng 1.

Bảng 1

Nhiệt độ (°C)	Nồng độ axit succinic trong dung dịch (% khối lượng)	Nồng độ Mg trong dung dịch (% khối lượng)	Lượng axit succinic được tạo ra (g)
62	13,13	2,71	0
52	8,20	1,82	82
40	5,00	3,15	130
31	3,40	3,20	153
20	2,10	3,19	171

Hơn thế nữa, còn xác định được lượng axit succinic trong 182g chất kết tủa được tạo ra trong bước làm nguội, là 94,4% khối lượng tương ứng với 172 g. Phần còn lại của chất kết tủa chủ yếu chứa nước (4,4% khối lượng) và magie clorua. Các số liệu phát hiện được này tương ứng với tổng hiệu suất thu hồi của axit succinic trên 85 %.

Ví dụ này cho thấy rằng trong quá trình kết tủa, phần lớn axit succinic ở dạng kết tủa, trong khi hầu như toàn bộ ion magie vẫn trong dung dịch. Có thể kết luận rằng việc axit hóa bằng HCl và sau đó kết tinh có thể tách axit succinic ra khỏi dung dịch magie succinat một cách có hiệu quả.

Ví dụ 3: Kết tủa sau khi cô

Dung dịch magie succinat như được điều chế trong Ví dụ 1 được bổ sung dung dịch nước chứa HCl (37% khối lượng), để thu được 500g dung dịch chứa 2,1% khối lượng axit succinic và 12,6% khối lượng $MgCl_2$ (tương ứng với nồng độ $MgCl_2$ bằng 14,8g/100g nước). Sau đó, dung dịch này được cô bằng cách làm bay hơi nước, để thu được 199 g dung dịch chứa 5,3% khối lượng axit succinic và 31,7% khối lượng magie clorua (tương ứng với nồng độ $MgCl_2$ bằng 50,2g/100g nước, nồng độ này gần với điểm bão hòa của $MgCl_2$ trong nước, là 55g/100g nước ở nhiệt độ 20°C). Các giá trị ban đầu và cuối cùng của dung dịch này được tóm tắt trong bảng 2.

Bảng 2

	Khối lượng (g)	Nồng độ (% khối lượng)		Tỷ lệ MgCl_2 với nước (trên cơ sở ban đầu)
		MgCl_2	Succinic	
Ban đầu	500	12,6	2,1	g/100 g H_2O 14,8
Cuối cùng	199	31,7	5,3	50,2

Sau đó, dung dịch này được làm nguội ở nhiệt độ từ 115°C xuống 20°C . Kết tủa bắt đầu xuất hiện ở 82°C và được tiếp tục đến 20°C . Chất kết tủa được tách ra khỏi dung dịch bằng cách lọc nhờ sử dụng bộ lọc tự chảy tiêu chuẩn. Thành phần của chất kết tủa và dung dịch được thể hiện trong bảng 3.

Bảng 3

	Hàm lượng succinic (%)	Cl^- (%)	Mg^{+2} (%)	Nước (%)
Dung dịch	0,22	25,0	6,6	--

Axit succinic có mặt trong phần dịch lọc được xác định bằng cách sử dụng phương pháp sắc ký lỏng tính năng cao (HPLC) và là 0,22% khối lượng. Giả sử rằng tất cả axit succinic không có mặt trong phần dịch lọc sẽ có mặt trong chất kết tủa, thì giá trị 0,22% khối lượng này sẽ tương ứng với hiệu suất của axit succinic trong chất kết tủa là hơn 90%.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp thu hồi axit succinic bao gồm các bước:

- tạo ra magie succinat ở dạng hoà tan, dưới dạng một phần của dung dịch nước hoặc huyền phù trong nước;
- axit hóa magie succinat bằng hydro clorua (HCl), để thu được dung dịch chứa axit succinic và magie clorua (MgCl_2);
- tùy ý cô dung dịch chứa axit succinic và MgCl_2 ;
- kết tủa axit succinic ra khỏi dung dịch chứa axit succinic và MgCl_2 , để thu được axit succinic ở dạng kết tủa và dung dịch MgCl_2 ; và
- phân huỷ nhiệt dung dịch MgCl_2 ở nhiệt độ ít nhất là 300°C , để phân huỷ MgCl_2 thành magie oxit (MgO) và HCl.

2. Phương pháp theo điểm 1, trong đó phương pháp này còn bao gồm các bước:

- hoà tan HCl được tạo ra ở bước phân huỷ nhiệt trong nước, để thu được dung dịch HCl; và
- cho MgO tiếp xúc với nước, để thu được magie hydroxit ($\text{Mg}(\text{OH})_2$), $\text{Mg}(\text{OH})_2$ này tùy ý được tái tuần hoàn để sử dụng trong quá trình lên men.

3. Phương pháp theo điểm 1, trong đó HCl thu được ở bước phân huỷ nhiệt được sử dụng ở bước axit hóa nêu trên dưới dạng khí HCl hoặc dưới dạng dung dịch nước HCl, dung dịch này thu được bằng cách hoà tan HCl được tạo ra ở bước phân huỷ nhiệt trong nước.

4. Phương pháp theo điểm 1, trong đó ít nhất một phần của MgO nêu trên được tái tuần hoàn để sử dụng trong quá trình lên men nêu trên.

5. Phương pháp theo điểm 1, trong đó phương pháp này còn bao gồm bước cho ít nhất một phần của MgO nêu trên tiếp xúc với nước, để thu được $\text{Mg}(\text{OH})_2$.

6. Phương pháp theo điểm 5, trong đó ít nhất một phần của Mg(OH)_2 nêu trên được tái tuần hoàn để sử dụng trong quá trình lên men nêu trên.

7. Phương pháp theo điểm 1, trong đó phương pháp này còn bao gồm các bước:

- cho ít nhất một phần của MgO nêu trên tiếp xúc với nước, để thu được Mg(OH)_2 ; và

- chuyển hóa ít nhất một phần của Mg(OH)_2 nêu trên thành MgCO_3 , mà sau đó được sử dụng làm chất trung hoà trong quá trình lên men nêu trên.

8. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 7, trong đó bước phân huỷ nhiệt được tiến hành bằng cách sử dụng lò nung kiểu phun.

9. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 8, trong đó bước phân huỷ nhiệt được tiến hành ở áp suất nằm trong khoảng từ 0,1- 10 ba (10-1000 KPa).

10. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 9, trong đó bước phân huỷ nhiệt được tiến hành ở nhiệt độ nằm trong khoảng 300-450°C.

11. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 10, trong đó bước phân huỷ nhiệt được tiến hành bằng cách phun dung dịch MgCl_2 để tiếp xúc với dòng khí nóng.

12. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 11, trong đó bước axit hóa magie succinat và bước kết tủa axit succinic thu được như vậy được tiến hành trong một bước hoặc theo trình tự bước một.

13. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 12, trong đó dung dịch MgCl_2 hoặc dung dịch MgCl_2 đã được cô đặc được thực hiện bước

kết tủa thứ hai để thu hồi ít nhất một phần axit succinic còn lại trong dung dịch MgCl_2 được tạo ra ở bước kết tủa thứ nhất.

14. Phương pháp theo điểm 13, trong đó bước kết tủa thứ hai được tiến hành bằng cách làm nguội và/hoặc cô dung dịch MgCl_2 .

15. Phương pháp theo điểm 14, trong đó bước kết tủa thứ hai được tiến hành bằng cách làm nguội và/hoặc cô dung dịch MgCl_2 từ nhiệt độ ít nhất là 30°C đến nhiệt độ thấp hơn 25°C .

16. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 13 đến 15, trong đó MgCl_2 bổ sung được bổ sung vào dung dịch MgCl_2 trước bước kết tủa thứ hai.

17. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 16, trong đó phương pháp này còn bao gồm bước cô, trong đó dung dịch này chứa axit succinic và MgCl_2 được cô đến nồng độ axit succinic bằng điểm bão hòa hoặc cao đến 5 g/L thấp hơn điểm bão hòa của axit succinic.

18. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 16, trong đó phương pháp này còn bao gồm bước cô, trong đó dung dịch này chứa axit succinic và MgCl_2 được cô đến nồng độ axit succinic bằng điểm bão hòa hoặc cao đến 10 g/L thấp hơn điểm bão hòa của axit succinic.

19. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 18, trong đó magie succinat được axit hóa bằng dung dịch HCl .

20. Phương pháp theo điểm 19, trong đó dung dịch HCl này chứa ít nhất 5% khối lượng HCl .

21. Phương pháp theo điểm 19, trong đó dung dịch HCl này chứa ít nhất 10% khối lượng HCl.
22. Phương pháp theo điểm 19, trong đó dung dịch HCl này chứa ít nhất 20% khối lượng HCl.
23. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 22, trong đó magie succinat được tạo ra ở dạng hoà tan, dưới dạng một phần của dung dịch nước hoặc dưới dạng một phần của huyền phù trong nước thu được trong quá trình lên men.
24. Phương pháp theo điểm 23, trong đó magie succinat nêu trên thu được bằng cách trung hoà axit succinic thu được dưới dạng sản phẩm lên men bằng bazơ magie.
25. Phương pháp theo điểm 23, trong đó, trong huyền phù trong nước này, ít nhất 95% khối lượng magie succinat nêu trên ở dạng hoà tan.
26. Phương pháp theo điểm 23, trong đó huyền phù trong nước nêu trên được cấu thành bởi magie succinat đã được hoà tan và sinh khối không tan.
27. Phương pháp theo điểm 23, trong đó dung dịch nước hoặc huyền phù trong nước thu được trong quá trình lên men còn chứa axit succinic nêu trên.
28. Phương pháp theo điểm 23, trong đó dung dịch nước hoặc huyền phù trong nước chứa ít nhất 10% khối lượng magie succinat, tính theo tổng khối lượng của dung dịch hoặc huyền phù và trong đó dung dịch này chứa axit succinic và $MgCl_2$ chứa ít nhất 5% khối lượng $MgCl_2$, tính theo tổng khối lượng của dung dịch chứa axit succinic.

29. Phương pháp theo điểm 23, trong đó dung dịch nước hoặc huyền phù trong nước chứa ít nhất 15% khối lượng magie succinat, tính theo tổng khối lượng của dung dịch hoặc huyền phù và trong đó dung dịch này chứa axit succinic và MgCl_2 chứa ít nhất 10% khối lượng MgCl_2 , tính theo tổng khối lượng của dung dịch chứa axit succinic.

30. Phương pháp theo điểm 23, trong đó phương pháp này còn bao gồm bước thu lấy rắn magie succinat từ dung dịch hoặc huyền phù này và axit hóa magie succinat thu được, trong đó magie succinat ở dạng rắn này thu được dưới dạng tinh thể.

31. Phương pháp theo điểm 23, trong đó phương pháp này còn bao gồm bước thu lấy rắn magie succinat từ dung dịch hoặc huyền phù này và axit hóa magie succinat thu được, trong đó magie succinat ở dạng rắn này thu được dưới dạng bánh sau khi tách rắn-lỏng.

32. Phương pháp theo điểm 23, trong đó phương pháp này còn bao gồm bước tinh chế, trong đó magie succinat này được kết tinh từ canh lên men và sau đó được hoà tan trong nước để thu được dung dịch nước.