



(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)



1-0048279

(51)^{2020.01} C05D 1/00; C05F 5/00

(13) B

(21) 1-2020-03503

(22) 30/11/2018

(86) PCT/EP2018/083122 30/11/2018

(87) WO 2019/106141 06/06/2019

(30) 1761410 30/11/2017 FR

(45) 25/07/2025 448

(43) 25/11/2020 392A

(73) AFYREN (FR)

Biopôle Clermont Limagne, 63360 SAINT-BEAUZIRE, France

(72) PESSIOT, Jérémy, Jean-Paul (FR); ROUSSEL, Michael, Frédéric, Pierre (FR);
BOST, Aurélien, Antoine (FR).

(74) Công ty Luật TNHH T&G (TGVN)

(54) QUY TRÌNH SẢN XUẤT CÁC AXIT HỮU CƠ DỄ BAY HƠI TỪ DỊCH LÊN
MEN SINH KHỐI CHỨA CÁC MUỐI KALI CỦA CÁC AXIT HỮU CƠ DỄ BAY
HƠI NÀY

(21) 1-2020-03503

(57) Sáng chế đề cập đến quy trình mới để sản xuất hỗn hợp của các muối kali rắn từ dịch lên men thu được từ quy trình lên men để sản xuất các hợp chất hóa học trong môi trường lên men có độ pH được điều chỉnh bằng cách bổ sung bazơ chứa kali hydroxit, đặc trưng trong đó quy trình này bao gồm bước bổ sung axit mạnh vào dịch lên men với lượng đủ để gây ra sự kết tủa của hỗn hợp của các muối kali, và sau đó tách hỗn hợp của các muối kali rắn ra khỏi dịch lên men được axit hóa. Sáng chế còn đề cập đến hỗn hợp của các muối kali mà có thể được sản xuất bằng quy trình này, phân bón chứa hỗn hợp này và phương pháp bón phân sử dụng phân bón này.

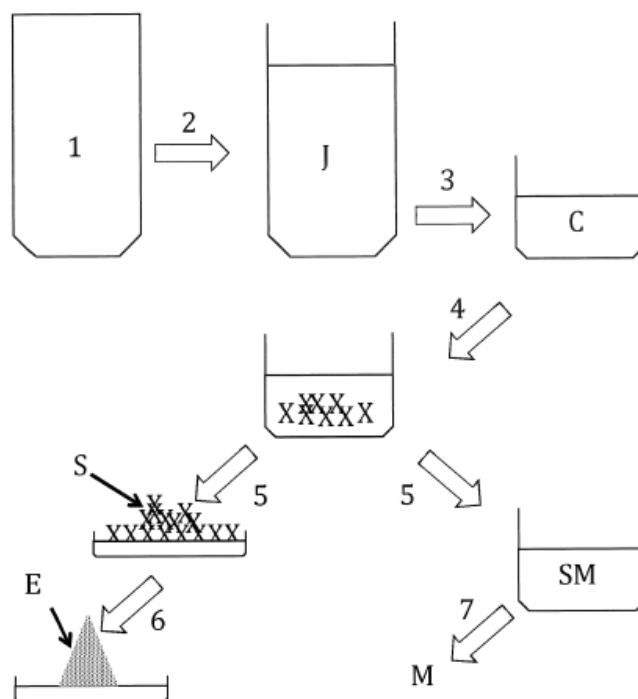


Fig. 1

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến quy trình mới để sản xuất hỗn hợp muối kali, cụ thể là syngenit và arcanit, dưới dạng sản phẩm phụ của quy trình lên men bởi vi sinh vật. Sáng chế còn đề cập đến hỗn hợp của các muối kali có thể thu được bằng quy trình này và việc sử dụng nó làm phân bón.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Nhiều phân bón trên cơ sở muối kali đã được biết đến và được sử dụng hàng nghìn năm qua. Một số muối kali có nguồn gốc tự nhiên, như syngenit và arcanit. Syngenit ($K_2Ca(SO_4)_2 \cdot H_2O$) là muối sulphat không phổ biến được phát hiện trong tự nhiên dưới dạng tinh thể trong hốc đá, trầm tích bay hơi ở biển, hoặc trong các mạch trường địa nhiệt. Nó có thể được sản xuất trong công nghiệp bằng cách trộn kali sulphat với canxi sulfat trong pha nước (US 3,334,988). Nó có thể được sử dụng kết hợp với struvit K để sản xuất các vật liệu xây dựng (US 2017/0008804). Arcanit (K_2SO_4) cũng là khoáng chất tương đối hiếm thuộc họ sulphat, mà cũng được phát hiện là trầm tích bay hơi trong các trường địa nhiệt. Nó đã được mô tả là có thể tham gia vào quá trình sản xuất phân bón, được nén dưới dạng hỗn hợp với rỉ đường (US 2017/129823) trong số các muối khác như kieserit ($MgSO_4 \cdot H_2O$), langbeinit ($K_2SO_4 \cdot 2MgSO_4$) và đặc biệt là polyhalit ($K_2SO_4 \cdot MgSO_4 \cdot 2CaSO_4 \cdot 2H_2O$).

Các khoáng chất này có thể được sử dụng làm phân bón nhưng nguồn gốc khoáng chất tự nhiên của chúng, kết hợp với các khoáng chất khác, như natri clorua, đòi hỏi việc xử lý tốn kém để khiến cho chúng thích hợp với việc sử dụng trong nông nghiệp.

Do đó, đáng chú ý khi phát hiện ra nguồn muối sulphat mới có thể tạo ra các ion canxi và kali, và thích hợp trực tiếp với việc sử dụng làm phân bón nông nghiệp.

Sự kết tủa của các muối kali ở độ pH trung tính bằng việc bổ sung các hỗn hợp nước thải có độ pH từ kiềm tính đến axit tính của quy trình chiết các sản phẩm sinh khối, cụ thể là trong công nghiệp sản xuất đường, đã được mô tả trong tình trạng kỹ thuật (FR 2,573,088, NL 9,200,402, NL 9,200,403, WO 97/47557).

Các kỹ thuật lên men, bằng vi sinh vật để sản xuất các hóa chất, đặc biệt là các hàng hóa từ sinh khối hiện đang phát triển nhanh chóng, thay thế cho ngành công nghiệp hóa dầu. Tuy nhiên, các phương pháp xử lý sinh khối để chiết xuất các sản phẩm mong muốn (hoặc "các sản phẩm chính") lại tạo ra nhiều sản phẩm thứ cấp mà có thể cần phải làm giá trị hóa.

Các tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng việc xử lý axit đối với các phân đoạn lỏng thu được từ dịch lên men giúp có thể lấy được các hỗn hợp muối kali bằng cách kết tủa với tiềm năng ứng dụng cao làm phân bón trong nông nghiệp đồng thời còn tạo điều kiện thuận lợi cho việc chiết xuất các hóa chất được sản xuất bằng quá trình lên men sinh khối.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Do đó, sáng chế đề cập đến quy trình sản xuất hỗn hợp của các muối kali rắn, đặc trưng trong đó quy trình này bao gồm bước bổ sung axit mạnh vào dịch lên men thu được từ canh trường lên men, với lượng đủ để làm kết tủa hỗn hợp muối kali và sau đó tách hỗn hợp muối kali rắn ra khỏi dịch lên men đã axit hóa.

Sáng chế là đặc biệt thích hợp để thực hiện trong quy trình lên men trong môi trường lên men có kiểm soát độ pH bằng cách bổ sung kali hydroxit, cụ thể là trong quy trình lên men với môi trường phức hợp dựa trên sinh khối có thể lên men chứa, ví dụ, các sản phẩm phụ của công nghiệp sản xuất đường như phoi củ cải đường, rỉ đường từ củ cải đường hoặc mía.

Sáng chế đặc biệt thích hợp hơn là đối với các dịch lên men có độ pH trung tính hoặc axit hoặc kiềm tính nhẹ, đặc biệt là trong quy trình sản xuất các axit hữu cơ bằng cách lên men.

Thuận lợi là, các muối kali rắn thu được còn chứa chất hữu cơ với lượng lên tới 20%, thậm chí lên tới 30% khối lượng.

Sáng chế còn đề cập đến hỗn hợp của các muối kali mà có thể thu được bằng quy trình theo sáng chế.

Sáng chế còn đề cập đến phân bón cho nông nghiệp chứa hỗn hợp của các muối kali mà có thể thu được bằng quy trình theo sáng chế.

Sáng chế còn đề cập đến việc sử dụng hỗn hợp của các muối kali mà có thể thu được bằng quy trình theo sáng chế làm phân bón trong nông nghiệp.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

FIG. 1 thể hiện sơ đồ quy trình lên men để sản xuất sản phẩm chính với bước kết tủa hỗn hợp muối kali theo sáng chế. Bước 1 là bước lên men kỵ khí, với việc bổ sung kali hydroxit để điều chỉnh độ pH. Bước 2 là bước tách các chất rắn và các chất lỏng để thu hồi dịch lên men. Bước 3 là bước cô đặc bằng cách bay hơi nước trong thiết bị bay hơi. Bước 4 là bước axit hóa theo sáng chế với việc bổ sung axit sulfuric đặc vào dịch đặc với sự kết tủa các muối kali. Bước 5 là bước tách các muối kali rắn (S) ra khỏi dung dịch chứa các phân tử quan tâm (MS), bằng cách gạn / ly tâm. Bước 6 là bước làm khô và nghiền các muối kali rắn (S) để thu được phân bón dạng bột theo sáng chế (E). Bước 7 là bước thu hồi các phân tử quan tâm (M) từ dung dịch (SM).

Mô tả chi tiết sáng chế

Do đó, sáng chế đề cập đến quy trình sản xuất hỗn hợp của các muối kali rắn, đặc trưng trong đó quy trình này bao gồm bước bổ sung axit mạnh vào dịch lên men thu được từ canh trường lên men, với lượng đủ để tạo ra kết tủa hỗn hợp muối kali, và sau đó tách hỗn hợp của các muối kali rắn ra khỏi dịch lên men được axit hóa.

Các quy trình lên men để sản xuất các hóa chất, đặc biệt là hàng hóa, mà để chỉ "các sản phẩm chính" hoặc "sản phẩm chính", thường bao gồm bước lên men bằng vi sinh vật trong môi trường nuôi cấy lỏng chứa nguồn cacbon thích hợp cho sự phát triển các vi sinh vật nhờ đó tạo ra sinh khối tỷ trọng cao mà sản xuất ra các sản phẩm tiện dụng mong muốn bằng cách tiêu thụ nguồn cacbon và các chất dinh dưỡng khác có trong môi trường nuôi cấy.

Dịch lên men thu được từ bước tách các hạt không hòa tan ra khỏi canh trường lên men ở cuối quá trình nuôi cấy. Bước tách các hạt không hòa tan này ra khỏi canh trường lên men là bước thông thường đã được người hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này biết rõ, được thực hiện bằng phương pháp tách rắn / lỏng bất kỳ đã biết và được làm thích hợp với môi trường nuôi cấy được sử dụng, thích hợp với phương pháp nuôi cấy và với các sản phẩm chính được sản xuất. Dịch lên men có thể là dịch làm trong nếu cần.

Dịch lên men là dung dịch chứa các sản phẩm chính mà sự sinh tổng hợp chúng là mong muốn, các chất hữu cơ hòa tan và các muối hữu cơ và vô cơ hòa tan, và các ion kali.

Việc tách và tinh chế các sản phẩm chính đòi hỏi việc tách chúng ra khỏi tất cả các chất hòa tan khác, bằng một kỹ thuật thông thường bất kỳ hoặc kết hợp các kỹ thuật thông thường bất kỳ, như chiết lỏng / lỏng, chưng cất, kết tủa, v.v.

Việc bổ sung axit mạnh vào trong dịch lên men dẫn đến sự kết tủa của các muối kali và các chất hữu cơ và vô cơ không hòa tan ở độ pH axit, như các protein, các axit amin, và các chất hữu cơ khác.

Quy trình theo sáng chế là đặc biệt thích hợp để sử dụng đối với dịch lên men của quy trình lên men mà sản phẩm chính hoặc các sản phẩm chính của nó là hòa tan ở độ pH axit. Quy trình theo sáng chế là đặc biệt thích hợp để làm giá trị hóa các phó sản phẩm của quy trình lên men được sử dụng để sản xuất các sản phẩm chính là các axit hữu cơ.

Tốt hơn là, dịch lên men chứa các axit hữu cơ làm các sản phẩm chính của quy trình lên men.

Môi trường nuôi cấy thường chứa các thành phần lớn và các thành phần nhỏ, mà đã được người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này biết rõ, mà có thể được tạo ra từ các sản phẩm có nguồn gốc thực vật, động vật hoặc vi sinh vật, như chiết xuất nấm men.

Các môi trường nuôi cấy này cụ thể là chứa các muối kali, như KH_2PO_4 , K_2HPO_4 , K_2SO_4 , KNO_3 , v.v.

Các vi sinh vật có thể là vi khuẩn, vi khuẩn cổ, sinh vật nhân thực hoặc các hỗn hợp của một số vi sinh vật.

Các sản phẩm hàng hóa được sản xuất thường là các phân tử hữu cơ phân tử lượng thấp thường thu được từ ngành công nghiệp hóa dầu và được sử dụng làm dung môi hoặc các monome để trùng hợp, như các rượu hữu cơ, các axit hữu cơ hoặc các axit amin. Các sản phẩm được sản xuất cũng có thể là các phân tử hữu cơ phức tạp hơn, tùy thuộc vào vi sinh vật được sử dụng hoặc hỗn hợp của các vi sinh vật được sử dụng.

Tùy thuộc vào sản phẩm mong muốn, việc nuôi cấy có thể được thực hiện theo cách hiếu khí, vi hiếu khí hoặc kỵ khí.

Nguồn cacbon có thể là nguồn đơn giản, như glucoza hoặc fructoza, được tiêu hóa bởi nhiều vi sinh vật, hoặc nguồn sinh khối có thể lên men phức hợp như các sản phẩm phụ của công nghiệp sản xuất đường như phoi củ cải đường, rỉ đường của củ cải đường hoặc mía, hoặc các hỗn hợp của chúng với tất cả các tỷ lệ.

Sự phát triển của các vi sinh vật bằng cách tiêu thụ các chất dinh dưỡng từ môi trường nuôi cấy và tạo ra các sản phẩm chính có thể dẫn đến sự thay đổi độ pH, thường là axit hóa. Sau đó độ pH có thể được điều chỉnh bằng cách bổ sung bazơ, cụ thể là kali hydroxit.

Đã biết rằng bazơ bất kỳ chứa chủ yếu là kali hydroxit có thể được sử dụng, bao gồm bazơ vô cơ bất kỳ được sử dụng trong lĩnh vực lên men công nghiệp, bao gồm bột tạt.

Môi trường lên men được trung hòa và độ pH của dịch lên men thường là trung tính hoặc có tính axit hoặc tính kiềm nhẹ tùy thuộc vào lượng bazơ được bổ sung, tức là độ pH nằm trong khoảng từ 5 đến 9, tốt hơn là ít nhất là bằng 6, tốt hơn nữa là từ khoảng 6 đến 8.

Quy trình theo sáng chế cụ thể là được làm thích hợp để được thực hiện cho quy trình lên men có môi trường lên men có kiểm soát độ pH bằng cách bổ sung bazơ gồm kali hydroxit. Cụ thể là trường hợp các quy trình sản xuất axit hữu cơ mà đòi hỏi sự trung hòa axit được tạo ra, axit này chủ yếu là trong dung dịch dưới dạng các muối kali và, nếu thích hợp, muối của bazơ khác, như muối amoni nếu amoniac cũng được sử dụng.

Các axit hữu cơ này cụ thể hơn là các axit hữu cơ bay hơi, như các axit axetic, butyric, propionic, isobutyric, isovaleric, valeric và caproic, và các hỗn hợp của chúng.

Thuận lợi là, kali trong dịch lên men có chủ yếu từ kali hydroxit được bổ sung trong quy trình để điều chỉnh độ pH.

Theo biến thể thứ nhất của quy trình theo sáng chế, kali hydroxit được sử dụng một mình. Theo biến thể khác của quy trình theo sáng chế, kali hydroxit có thể được kết

hợp với bazơ khác, như amoniac (NH_4OH). Việc bổ sung amoniac vào kali hydroxit sẽ dẫn đến muối kết tủa giàu nitơ, được sử dụng làm phân bón.

Quy trình theo sáng chế đặc biệt thích hợp để được sử dụng đối với dịch lên men thu được từ canh trường lên men, thu được từ quy trình nuôi cấy trong môi trường lỏng với nguồn cacbon có từ sinh khối có thể lên men, ví dụ như các sản phẩm phụ của ngành công nghiệp sản xuất đường, cụ thể là phoi củ cải đường, rỉ đường từ củ cải đường hoặc mía, tốt hơn là phoi củ cải đường và rỉ đường và các hỗn hợp của chúng với tất cả các tỷ lệ, và độ pH của nó được điều chỉnh bằng cách bổ sung kali hydroxit. Quy trình theo sáng chế đặc biệt thích hợp hơn đối với việc xử lý dịch lên men của quy trình lên men kỵ khí trong môi trường lỏng với phoi củ cải đường, rỉ đường hoặc các hỗn hợp của chúng với tất cả các tỷ lệ. Theo một biến thể của sáng chế, môi trường nuôi cấy còn chứa cặn theo tỷ lệ khác nhau, cụ thể là cho nước vào môi trường lỏng.

Các quy trình như vậy đã được biết trong tình trạng kỹ thuật, cụ thể là được mô tả trong các đơn sáng chế có số công bố WO 2016/135396, WO 2016/135397, WO 2016/012701, WO 2017/013335, WO 2015/0536683, WO 2014/100424 và WO 2010/047815.

Nói chung, lượng ion kali trong dịch lên men là nằm trong khoảng từ 0,01 đến 1M, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,05 đến 0,5M, thuận lợi là lớn hơn 0,1M hoặc thậm chí là lớn hơn 0,2M.

Tùy thuộc vào nồng độ của các ion kali trong dịch lên men, dịch lên men có thể được cô đặc theo các phương pháp thông thường đã được người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này biết rõ, cụ thể là bằng cách bay hơi nước.

Vì đây là quy trình để giá trị hóa các phó sản phẩm từ các quy trình lên men nên mức độ cô đặc và các điều kiện vận hành của quy trình được sử dụng đầu tiên sẽ phụ thuộc vào các sản phẩm chính mong muốn, các điều kiện giá trị hóa của các phó sản phẩm phải không can thiệp đáng kể vào hiệu suất của các sản phẩm chính này.

Sau khi kết tủa, hỗn hợp của các muối kali được tách ra khỏi dịch axit hóa, sau đó tùy ý được làm khô và/hoặc được nghiền, bằng phương pháp thông thường bất kỳ đã được chuyên gia trong lĩnh vực này biết đến bằng cách lọc, làm khô và nghiền.

Theo phương án cụ thể của sáng chế, bước tách hỗn hợp muối kali rắn ra khỏi dịch lên men axit hóa được thực hiện bằng cách làm khô. Thuận lợi là, các hợp chất hóa học được sản xuất bằng quá trình lên men được cuốn vào hơi sấy, và sau đó được thu hồi bằng cách ngưng tụ hơi này.

Hỗn hợp của các muối kali kết tủa chứa:

- các ion kali với lượng từ 20 đến 70%, tốt hơn là từ 30 đến 60%,
- chất hữu cơ với lượng từ 5 đến 20%,

các giá trị phần trăm được nêu dưới dạng g so với tổng khối lượng của hỗn hợp của các muối đã được làm khô.

Hỗn hợp muối nêu trên có thể chứa chất hữu cơ với lượng lên tới 25%, thậm chí lên tới 30%.

Hàm lượng kali được biểu hiện theo hàm lượng K nguyên tố và / hoặc K_2O .

Hỗn hợp của các muối kali kết tủa cũng có thể chứa các ion canxi, magie và sắt, và cụ thể là các vết arsen, cadimi, crom, đồng, thủy ngân, molybden, niken, chì, selen và kẽm.

Theo phương án nhất định của sáng chế, hỗn hợp của các muối kali kết tủa chứa canxi với lượng lên tới 10%, có lợi là lên tới 7%.

Theo phương án khác của sáng chế, nó có thể chứa kẽm với lượng ít nhất là 0,0001%, có lợi là ít nhất 0,0003%, tốt hơn nữa là lên tới 0,005%, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,0003% đến 0,003%.

Cụ thể là, hỗn hợp của các muối kali kết tủa theo sáng chế chứa:

- các ion kali với lượng từ 20 đến 70%, tốt hơn là từ 30 đến 60%,
- chất hữu cơ với lượng từ 5 đến 20%,
- canxi với lượng từ 0 đến 10%, và
- kẽm với lượng từ 0 đến 0,005%, tốt hơn là với lượng từ 0,0003% đến 0,003%.

Axit mạnh được bổ sung vào dịch lên men, và cụ thể hơn là được bổ sung vào dịch lên men đã được cô đặc, được chọn từ axit sulfuric, axit phosphoric, axit nitric, axit clohydric và các hỗn hợp của chúng theo tất cả các tỷ lệ.

Hàm lượng lưu huỳnh và phosphat của hỗn hợp của các muối kali kết tủa theo sáng chế sẽ tùy thuộc vào axit được sử dụng.

Người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này sẽ có thể xác định lượng axit cần thiết để kết tủa hiệu quả trong trường hợp quy trình sản xuất sản phẩm chính, nghĩa là để không ảnh hưởng đến hiệu suất và chất lượng của các sản phẩm chính này.

Nói chung, lượng axit cần thiết sẽ được bổ sung để thu được dịch lên men, cụ thể là dịch lên men đặc, được axit hóa ở độ pH nhỏ hơn 5, cho tới 3 hoặc thậm chí nhỏ hơn 3. Trong trường hợp trong đó sản phẩm chính là các axit hữu cơ, sẽ có lợi nếu axit hóa dịch lên men, tùy ý là dịch lên men đặc, đến độ pH nhỏ hơn 4, tốt hơn là khoảng bằng 3.

Theo phương án thêm nữa của sáng chế, axit được sử dụng là axit sulfuric. Người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này sẽ có thể chọn axit sulfuric thích hợp để thực hiện quy trình công nghiệp của họ, thường là axit sulfuric đặc đến trên 90%, thuận lợi là trên 95%, tốt hơn nữa là trên 98%.

Hỗn hợp của các muối kali kết tủa thu được có lợi nếu có thành phần dưới đây (% khối lượng):

Bảng 1:

	%	% được ưu tiên
Tổng lượng nito	0,5 - 5	1 – 1,5
Cacbon hữu cơ	1 - 10	5 – 8
Tổng lượng P ₂ O ₅	0,1 - 5	0,3 – 0,5
Tổng lượng K ₂ O	30 - 50	40 – 50
Tổng lượng CaO	1 - 10	4 – 7
Tổng lượng MgO	0,05 – 0,5	0,15 – 0,20
Tổng lượng sulfat (SO ₃)	25 – 55	34 – 42
Tổng lượng kẽm	0,0001 – 0,005	0,0003 – 0,003
Nước	0 – 15	0 – 5

Tổng lượng có thể khác 100% do sự hao hụt các thành phần nhất định khi thực hiện các phương pháp phân tích.

Người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này đã quen với các phương pháp phân tích các muối kết tủa, cụ thể là phương pháp huỳnh quang tia X (X-ray fluorescence: FX) hoặc phương pháp nhiễu xạ tia X (X-ray diffraction: XRD). Việc phân tích có thể được thực hiện đối với kết tủa trước hoặc sau khi làm khô, hoặc sau khi nghiền.

Hỗn hợp của các muối kali thường thu được bằng cách bổ sung axit sulfuric vào dịch lên men, đặc biệt là dịch lên men đặc, từ quy trình lên men có độ pH được điều chỉnh bằng cách bổ sung kali hydroxit. Các muối kali của hỗn hợp chủ yếu bao gồm arcanit và syngenit. Tỷ lệ khối lượng arcanit / syngenit trong hỗn hợp muối kali có thể nằm trong khoảng từ 5/95 đến 70/30. Tỷ lệ khối lượng này sẽ thường phụ thuộc vào nguồn cacbon được sử dụng. Trong trường hợp nguồn sinh khối có thể lên men phức hợp như phoi củ cải đường, tỷ lệ khối lượng này sẽ thường nằm trong khoảng từ 5/95 đến 25/75. Trong trường hợp nguồn sinh khối có thể lên men phức hợp như rỉ đường, tỷ lệ khối lượng này sẽ thường nằm trong khoảng từ 30/70 đến 70/30.

Quy trình theo sáng chế có thể được thực hiện đối với dịch lên men của một mẻ lên men. Nó cũng có thể được sử dụng đối với hỗn hợp của các dịch lên men từ nhiều mẻ lên men được thực hiện trong các điều kiện giống hoặc khác nhau. Quy trình theo sáng chế thuận lợi là được thực hiện đối với hỗn hợp của các mẻ dịch lên men bắt nguồn từ các quá trình lên men trong môi trường lỏng, một mặt là với rỉ đường từ củ cải đường hoặc mía làm nguồn cacbon phức hợp và mặt khác là với phoi củ cải đường.

Quy trình sản xuất các hỗn hợp của các muối kali kết tủa thuận lợi là quy trình để giá trị hóa các phó sản phẩm từ các quy trình lên men được thực hiện trong công nghiệp. Trên thực tế, quy trình được thực hiện trên các thể tích dịch lên men mà tốt hơn là nằm trong khoảng từ vài trăm lít đến vài ngàn mét khối.

Khi trộn các dịch lên men từ một số mẻ, thuận lợi là làm như vậy trên các dịch cô đặc để giảm khối lượng cần xử lý và các chi phí liên quan.

Hỗn hợp của các muối thu được thuận lợi là được nghiền một cách đồng nhất cho mục đích sử dụng tiếp theo. Thuận lợi là vật liệu được nghiền có cỡ hạt nằm trong khoảng từ 50 đến 400 μm , đặc biệt là nằm trong khoảng từ 100 đến 400 μm . Các giá trị này được hiểu là ít nhất 80% lượng bột đi qua rây có cỡ lỗ thích hợp với các kích cỡ này.

Quy trình theo sáng chế là đặc biệt thích hợp để được sử dụng trong quy trình để sản xuất các axit hữu cơ như được mô tả trên đây. Quy trình lên men đòi hỏi trung hòa bằng cách bổ sung bazơ, tốt hơn là kali hydroxit hoặc hỗn hợp kali hydroxit và amoniac và dịch lên men có độ pH trung tính hoặc axit hoặc kiềm tính nhẹ tùy thuộc vào lượng bazơ được bổ sung, tức là nằm trong khoảng từ 5 đến 9, tốt hơn là ít nhất là bằng 6, tốt hơn nữa là từ khoảng 6 đến 8.

Sau đó dịch lên men được cô đặc, cho dù dịch lên men này là từ một mẻ lên men hay là hỗn hợp của một số mẻ lên men, và thực hiện bổ sung axit vào dịch được cô đặc này.

Bước kết tủa các muối kali tạo thành bột nhão mà khó có thể tách ra khỏi dịch axit hóa bằng các phương pháp thông thường như lọc.

Theo phương án cụ thể của sáng chế, bước tách được thực hiện bằng cách làm khô hỗn hợp của các muối kết tủa và dịch có tính axit này trong quá trình này axit được cuốn vào hơi làm khô.

Tất cả phần còn lại là để thu hồi hơi ngưng tụ và sau đó tách và tinh chế các axit hữu cơ theo các phương pháp thông thường để tách các phân tử khác nhau, cụ thể là bằng cách chưng cất. Người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này sẽ biết và có thể chọn các phương pháp để ngưng tụ hơi làm phương pháp tách axit hữu cơ thích hợp nhất đối với các phân tử hữu cơ cần được tách, bước này là không giới hạn theo sáng chế.

Tiếp theo các muối kali đã được làm khô được xử lý để sản xuất phân bón theo các phương pháp thông thường được mô tả trên đây.

Do đó, sáng chế còn đề cập đến phương pháp xử lý dịch lên men chứa các muối của các axit hữu cơ như được xác định trên đây dưới dạng các muối kali để một mặt là sản xuất các axit hữu cơ và mặt khác là sản xuất các muối kali rắn, mà bao gồm bước bổ sung axit mạnh vào dịch lên men với lượng đủ để gây ra sự kết tủa của hỗn hợp muối kali, và sau đó làm khô hỗn hợp của các muối kali kết tủa để một mặt là để thu hồi các axit hữu cơ được cuốn vào hơi và mặt khác là để thu hồi các muối kali được làm khô.

Quy trình này được thực hiện đối với dịch lên men đặc chứa các muối của axit với nồng độ từ 0,01M đến 2M.

Sáng chế còn đề cập đến hỗn hợp của các muối kali kết tủa mà có thể thu được bằng quy trình như được xác định trên đây.

Hỗn hợp muối kết tủa theo sáng chế có thể được phối chế để sử dụng làm phân bón trong nông nghiệp, được sử dụng dưới nguyên dạng như vậy hoặc được kết hợp với các phân bón khác hoặc các sản phẩm bảo vệ cây trồng khác.

Hỗn hợp phân bón có thể được điều chế bằng hỗn hợp một số muối kết tủa theo sáng chế từ một số mẻ; hỗn hợp này có thể được tạo ra trước hoặc sau khi làm khô và / hoặc nghiền.

Để sử dụng làm phân bón, hỗn hợp theo sáng chế sẽ có lợi là có cỡ hạt nhỏ hơn 315 micron.

Sáng chế còn đề cập đến phương pháp bón phân cho đất để gieo trồng thực vật bao gồm bước cung cấp phân bón chứa hỗn hợp của các muối kali rắn có thể thu được bằng quy trình như được xác định trên đây, trước, trong hoặc sau khi trồng thực vật. Người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này sẽ có thể xác định liều lượng thông thường được sử dụng trên cánh đồng để cung cấp lượng kali đủ và cần thiết bằng hỗn hợp của các muối kết tủa theo sáng chế.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Ví dụ 1

Trong thiết bị lên men công nghiệp, thực hiện quy trình lên men kỵ khí nhiệt độ trung bình đối với các sản phẩm phụ hữu cơ có nguồn gốc từ nhà máy sản xuất đường như rỉ đường của củ cải đường. Độ pH của canh trường lên men được điều chỉnh bằng kali hydroxit. Ở cuối quá trình lên men, dịch lên men được thu hồi và được cô bằng cách bay hơi.

Để thu hồi và tinh chế các sản phẩm cần quan tâm, dịch lên men đã được cô đặc được axit hóa bằng cách bổ sung axit sulfuric đặc đến độ pH bằng 3. Kết tủa thu được bằng cách bổ sung axit được thu hồi, sau đó được làm khô và nghiền để thu được phân bón dạng bột có giá trị trong nông nghiệp.

Phân tích hóa lý các thành phần chính của phân bón thu được được báo cáo trong bảng dưới đây. Các giá trị phần trăm là các giá trị phần trăm trung bình thu được bằng cách phân tích một số sản phẩm thu được từ các dịch lên men khác nhau.

Phân tích hóa lý	Trung bình	Đơn vị	Mức biến thiên
Hàm lượng nước	9,77	%	+/- 10%
Các thành phần chính và phụ	Trung bình	Đơn vị	Các biến số
Tổng lượng nitơ	1,19	%	+/- 10%
Cacbon hữu cơ	6,4	%	+/- 10%
Hao hụt do cháy	13,6	%	+/- 10%
Tổng lượng P ₂ O ₅	0,41	%	+/- 10%
Tổng lượng K ₂ O	33	%	+/- 10%
Tổng lượng CaO	5,14	%	+/- 10%
Tổng lượng MgO	0,18	%	+/- 10%
Tổng lượng sulfat (SO ₃)	38	%	+/- 10%
Các thành phần kim loại vết	Trung bình	Đơn vị	Mức biến thiên
Tổng lượng kẽm	0,00205	%	+/- 10%

Sau đó phân bón được sử dụng trên các cánh đồng theo các phương pháp nông nghiệp thông thường, bản chất của đất và giống cây được trồng.

Ví dụ 2

Trong thiết bị lên men công nghiệp, thực hiện quy trình lên men kỵ khí nhiệt độ trung bình đối với các sản phẩm phụ hữu cơ có nguồn gốc từ công nghiệp sản xuất đường: rỉ đường của củ cải đường. Độ pH của canh trường lên men được điều chỉnh bằng kali hydroxit để trung hòa dịch sản xuất các axit hữu cơ dễ bay hơi. Sau khi lên men, canh trường được cô đặc để một mặt là thu được sản phẩm ngưng và mặt khác là thu được dịch lên men có độ pH trung tính đặc. Sau đó dịch đặc này được axit hóa bằng cách bổ sung axit sulfuric để dẫn đến sự kết tủa các muối kali. Để tách pha lỏng được cô chứa các axit hữu cơ dễ bay hơi và pha rắn chứa chủ yếu là các muối kali, bước làm khô được thực hiện ở nhiệt độ 110°C. Sản phẩm được làm khô chứa các muối kali dùng cho công nghiệp phân bón trong nông nghiệp và pha lỏng chứa các axit hữu cơ dễ bay

hơi được thu hồi. Các axit hữu cơ dễ bay hơi này cuối cùng được tách bằng cách chưng cất.

Tài liệu tham khảo

FR 2 573 088, NL 9 200 402, NL 9 200 403, WO 97/47557, WO 2010/047815, WO 2014/100424, WO 2015/0536683, WO 2016/012701, WO 2016/135396, WO 2016/135397, WO 2017/013335

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Quy trình sản xuất các axit hữu cơ dễ bay hơi từ dịch lên men sinh khối chứa các muối kali của các axit hữu cơ dễ bay hơi này, quy trình này bao gồm các bước:
 - a) lên men, trong thiết bị lên men công nghiệp, sinh khối của các sản phẩm phụ từ công nghiệp sản xuất đường bằng cách sử dụng các vi sinh vật, trong đó độ pH của dịch lên men được điều chỉnh bằng cách bổ sung bazơ chứa kali,
 - b) tách dịch lên men ra khỏi sinh khối, trong đó dịch lên men có nồng độ ion kali nằm trong khoảng từ 0,01 đến 1 M,
 - c) bổ sung axit mạnh vào dịch lên men của bước b) cho đến khi độ pH nhỏ hơn 5 để tạo thành dịch lên men được axit hóa có độ pH nhỏ hơn 5, và gây ra sự kết tủa của hỗn hợp các muối kali,
 - d) làm khô hỗn hợp được axit hóa của bước c) chứa các muối kali kết tủa và dịch lên men được axit hóa,
 - e) thu hồi hỗn hợp các muối kali được làm khô của bước d), và
 - f) thu hồi các axit hữu cơ dễ bay hơi đã bay hơi bằng cách ngưng tụ các hơi của bước d).
2. Quy trình theo điểm 1, trong đó các sản phẩm phụ của công nghiệp sản xuất đường được chọn từ phôi củ cải đường, rỉ đường của củ cải đường và mía.
3. Quy trình theo điểm 1, trong đó các ion kali được phát hiện trong dịch lên men với lượng nằm trong khoảng từ 0,05 đến khoảng 0,5 M.
4. Quy trình theo điểm 1, trong đó các ion kali được phát hiện trong dịch lên men với lượng lớn hơn khoảng 0,1 M.
5. Quy trình theo điểm 1, trong đó các ion kali được phát hiện trong dịch lên men với lượng lớn hơn khoảng 0,2 M.
6. Quy trình theo điểm 1, trong đó quy trình này còn bao gồm bước cô đặc dịch lên men trước khi tách hỗn hợp các muối kali kết tủa ra khỏi dịch lên men được axit hóa.

7. Quy trình theo điểm 1, trong đó dịch lên men trong bước b) là hỗn hợp của dịch lên men thu được từ nhiều hơn một mẻ lên men.
8. Quy trình theo điểm 1, trong đó các axit hữu cơ dễ bay hơi được chọn từ axit axetic, axit butyric, axit propionic, axit isobutyric, axit isovaleric, axit valeric, axit caproic và các hỗn hợp của chúng.
9. Quy trình theo điểm 1, trong đó dịch lên men chứa các muối của các axit hữu cơ dễ bay hơi với lượng nằm trong khoảng từ khoảng 0,01M đến khoảng 2M.
10. Quy trình theo điểm 1, trong đó các axit hữu cơ dễ bay hơi thu hồi được được tách bằng cách chưng cất.
11. Quy trình theo điểm 1, trong đó hỗn hợp muối kali kết tủa chứa:
 - K_2O với lượng nằm trong khoảng từ khoảng 20% đến khoảng 70%, và
 - chất hữu cơ với lượng nằm trong khoảng từ khoảng 5% đến khoảng 30%,các giá trị phần trăm được nêu dưới dạng gam so với tổng khối lượng của hỗn hợp muối đã được làm khô.
12. Quy trình theo điểm 1, trong đó hỗn hợp muối kali kết tủa chứa K_2O với lượng nằm trong khoảng từ khoảng 30% đến khoảng 60%.
13. Quy trình theo điểm 1, trong đó axit mạnh là axit sulfuric.
14. Quy trình theo điểm 13, trong đó hỗn hợp muối kali kết tủa bao gồm hỗn hợp của arcanit và syngenit, với tỷ lệ khối lượng arcanit/syngenit nằm trong khoảng từ khoảng 5/95 đến khoảng 70/30.
15. Quy trình theo điểm 1, trong đó quy trình này còn bao gồm bước nghiền hỗn hợp các muối kali kết tủa.
16. Quy trình theo điểm 1, trong đó quy trình này còn bao gồm bước cô đặc dịch lên men thu được bằng cách tách ra khỏi sinh khối trong bước b), trước khi axit hóa trong bước c).

17. Quy trình theo điểm 1, trong đó các axit hữu cơ dễ bay hơi thu hồi được tinh chế thêm.

1/1

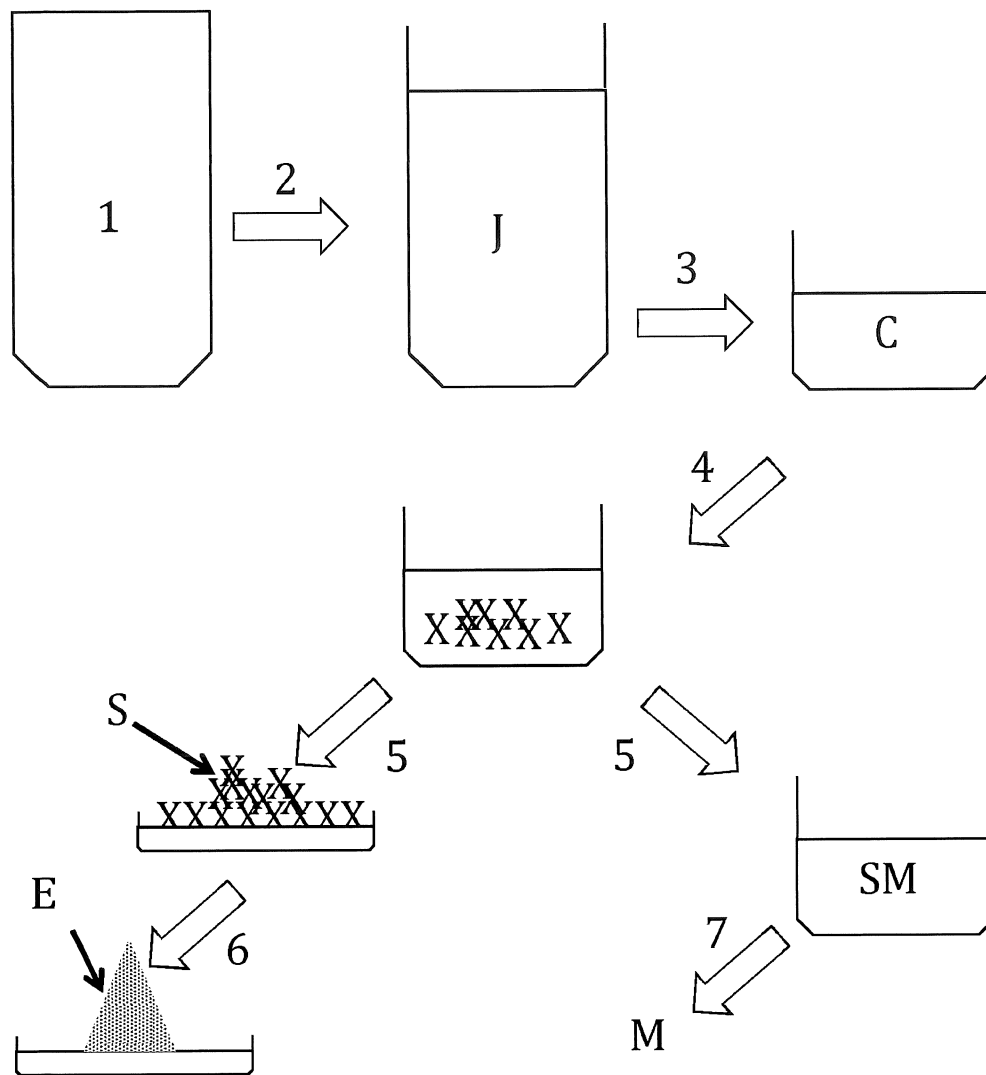


Fig. 1