



(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)



1-0052358

(51)^{2021.01} B01D 9/00; C01F 5/06; C07C 51/02;
C12P 7/56; C07C 51/43; C07C 51/47;
C07C 59/08; B01D 11/04; C07C 51/41

(13) B

(21) 1-2022-04640

(22) 15/01/2021

(86) PCT/EP2021/050810 15/01/2021

(87) WO 2021/144423 22/07/2021

(30) 20151907.1 15/01/2020 EP

(45) 27/10/2025 451

(43) 25/12/2023 429A

(73) PURAC BIOCHEM B.V. (NL)

Arkelsedijk 46, 4206 AC GORINCHEM, Netherlands

(72) VAN KRIEKEN, Jan (NL); LAKSMANA, Fesia, Lestari (NL).

(74) Công ty Luật TNHH Phạm và Liên danh (PHAM & ASSOCIATES)

(54) QUY TRÌNH LOẠI BỎ AXIT LACTIC, QUY TRÌNH SẢN XUẤT AXIT LACTIC
VÀ AXIT LACTIC ĐƯỢC TẠO RA BẰNG QUY TRÌNH NÀY

(21) 1-2022-04640

(57) Sáng chế liên quan đến quy trình loại bỏ axit lactic ra khỏi dung dịch nước magie clorua chứa axit lactic, tỷ lệ trọng lượng của magie clorua với axit lactic trong dung dịch nước magie clorua chứa axit lactic ít nhất là 1:1, quy trình này bao gồm các bước:

- đưa dung dịch nước magie clorua chứa axit lactic vào bước làm bay hơi, dẫn tới sự tạo thành huyền phù đặc của $\text{MgCl}_2 \cdot \text{MgL}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ trong dung dịch nước magie clorua,

- đưa huyền phù đặc vào bước tách rắn-lỏng, để tách rắn $\text{MgCl}_2 \cdot \text{MgL}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ra khỏi dung dịch nước magie clorua, dẫn đến loại bỏ axit lactic ra khỏi dung dịch nước magie clorua chứa axit lactic ở dạng $\text{MgCl}_2 \cdot \text{MgL}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$.

Quy trình theo sáng chế có thể loại bỏ hiệu quả axit lactic khỏi dung dịch nước magie clorua chứa axit lactic, dẫn đến tạo thành dung dịch magie clorua có hàm lượng axit lactic thấp có thể được xử lý tiếp theo như mong muốn. $\text{MgCl}_2 \cdot \text{MgL}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ rắn cũng có thể được xử lý như mong muốn, ví dụ, bằng cách đưa nó vào bước axit hóa trong đó magie lactat được cho phản ứng với HCl. Quy trình theo sáng chế rất hấp dẫn để kết hợp vào quy trình sản xuất axit lactic.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến quy trình tinh chế dung dịch magie clorua, đặc biệt là dung dịch magie clorua có chứa một lượng giới hạn axit lactic. Sáng chế cũng liên quan đến phương pháp sản xuất axit lactic thông qua quá trình lên men.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Axit lactic có thể được sản xuất thông qua quá trình lên men nguồn cacbon, chẳng hạn như hydratcacbon hoặc glyxerol, bởi các vi sinh vật. Trong quá trình lên men như vậy, nguồn hydratcacbon thường được lên men nhờ vi sinh vật để tạo thành axit lactic. Chất lỏng trong đó nguồn hydratcacbon được lên men được gọi là canh trường lên men hoặc môi trường lên men. Sự hình thành axit lactic trong quá trình lên men sẽ làm giảm độ pH của dịch lên men. Vì sự giảm pH như vậy có thể làm hỏng quá trình trao đổi chất của vi sinh vật, thông thường người ta thường thêm chất trung hòa, tức là bazơ, vào môi trường lên men để trung hòa độ pH. Kết quả là, axit lactic được tạo ra trong môi trường lên men thường có ở dạng muối lactat.

Để thu hồi axit lactic từ môi trường lên men sau khi lên men, cần phải xử lý tiếp theo. Một trong những bước của quá trình chế biến cuối cùng là bước axit hóa, trong đó muối lactat được tiếp xúc với axit vô cơ trong môi trường nước, dẫn đến sự hình thành axit lactic và muối vô cơ. Ví dụ, nếu muối lactat trong môi trường lên men là muối magie, quá trình axit hóa bằng HCl sẽ dẫn đến việc tạo thành dung dịch chứa axit lactic hòa tan và magie clorua hòa tan.

Bước tiếp theo là tách axit lactic khỏi dung dịch magie clorua. Vì cả axit lactic và magie clorua đều có độ hòa tan cao trong nước nên sự phân tách này không đơn giản.

Công bố đơn quốc tế số WO00/17378 mô tả việc sản xuất axit lactic thông qua quá trình lên men, điều chỉnh pH bằng $\text{Ca}(\text{OH})_2$ hoặc $\text{Mg}(\text{OH})_2$, bổ sung HCl và chiết axit lactic từ dung dịch magie clorua bằng dung môi được chọn từ amin, rượu, và ete, tốt nhất là rượu isoamyl, diisopropyl ete, và Alamine 336. Sau đó dung môi chứa

axit lactic được tiếp xúc với nước để tạo ra dung dịch axit lactic, dung dịch này được xử lý thêm.

Công bố đơn quốc tế số WO2013/093028 mô tả quá trình chiết axit lactic từ dung dịch magie clorua bằng cách sử dụng chất chiết được chọn từ nhóm C5+ keton, diethyl ete và metyl-bac ba-butyl ete, do đó thu được dung dịch axit lactic hữu cơ và dung dịch magie clorua.

Một vấn đề xảy ra trong quá trình chiết này là quá trình chiết axit lactic từ dung dịch magie clorua sẽ không hoàn toàn. Một lượng giới hạn axit lactic sẽ vẫn còn trong dung dịch magie clorua. Điều này là bất lợi vì hai lý do. Trước hết, sự có mặt của axit lactic trong dung dịch magie clorua sẽ làm giảm sản lượng axit lactic cho toàn bộ quá trình. Ở vị trí thứ hai, axit lactic có trong dung dịch magie clorua được phát hiện là có thể cản trở quá trình xử lý tiếp theo của dung dịch magie clorua, điều này đòi hỏi dung dịch phải có độ đậm đặc cao. Việc loại bỏ axit lactic gặp khó khăn, một mặt vì lượng axit lactic trong dung dịch magie clorua sẽ tương đối nhỏ so với lượng magie clorua trong dung dịch và mặt khác do cả hai magie clorua và axit lactic có độ hòa tan cao trong nước.

Do đó, vẫn cần có một quy trình để loại bỏ một lượng giới hạn axit lactic khỏi dung dịch magie clorua. Sáng chế đề xuất một quy trình như vậy.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Sáng chế đề cập đến quy trình loại bỏ axit lactic ra khỏi dung dịch nước magie clorua chứa axit lactic, tỷ lệ trọng lượng của magie clorua với axit lactic trong dung dịch nước magie clorua chứa axit lactic ít nhất là 1:1, quy trình này bao gồm các bước:

- đưa dung dịch nước magie clorua chứa axit lactic vào bước làm bay hơi, dẫn tới sự tạo thành huyền phù đặc của $MgCl_2.MgL_2.4H_2O$ trong dung dịch nước magie clorua,

- đưa huyền phù đặc vào bước tách rắn-lỏng, để tách rắn $MgCl_2.MgL_2.4H_2O$ ra khỏi dung dịch nước magie clorua. Việc tách rắn $MgCl_2.MgL_2.4H_2O$ ra khỏi dung dịch nước magie clorua dẫn đến loại bỏ axit lactic ra khỏi dung dịch nước magie clorua chứa axit lactic ở dạng $MgCl_2.MgL_2.4H_2O$.

Người ta nhận thấy rằng quy trình theo sáng chế có thể loại bỏ hiệu quả axit lactic khỏi dung dịch nước chứa magie clorua axit lactic, tạo ra dung dịch magie clorua có hàm lượng axit lactic thấp có thể được xử lý tiếp theo như mong muốn. $\text{MgCl}_2 \cdot \text{MgL}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ rắn cũng có thể được xử lý như mong muốn, ví dụ, bằng cách đưa nó vào bước axit hóa trong đó magie lactat được phản ứng với HCl. Các ưu điểm khác từ sáng chế và các phương án cụ thể của chúng sẽ trở nên rõ ràng từ đặc điểm kỹ thuật khác.

Mô tả chi tiết sáng chế

Sáng chế này sẽ được thảo luận chi tiết hơn bên dưới.

Điểm mấu chốt của sáng chế nằm ở chỗ để tách axit lactic và magie clorua đều có độ hòa tan cao trong nước, có thể tạo ra muối kép $\text{MgCl}_2 \cdot \text{MgL}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ có độ hòa tan thấp trong nước và thực sự có thể được sử dụng như một phương tiện để loại bỏ axit lactic khỏi dung dịch magie clorua.

Do đó, sáng chế có thể được gọi là quy trình loại bỏ axit lactic ra khỏi dung dịch nước magie clorua chứa axit lactic, quy trình này bao gồm các bước:

- đưa dung dịch nước magie clorua chứa axit lactic vào bước làm bay hơi, dẫn tới sự tạo thành huyền phù đặc, và

- đưa huyền phù đặc vào bước tách rắn-lỏng,

trong đó quá trình được đặc trưng ở chỗ:

- tỷ lệ trọng lượng của magie clorua với axit lactic trong dung dịch nước magie clorua chứa axit lactic ít nhất là 1:1,

- bước làm bay hơi is dẫn tới sự tạo thành huyền phù đặc của $\text{MgCl}_2 \cdot \text{MgL}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ trong dung dịch nước magie clorua, và

- bước tách rắn-lỏng là để tách $\text{MgCl}_2 \cdot \text{MgL}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ rắn ra khỏi dung dịch nước magie clorua, dẫn đến loại bỏ axit lactic ra khỏi dung dịch nước magie clorua chứa axit lactic ở dạng $\text{MgCl}_2 \cdot \text{MgL}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$.

Dung dịch nước chứa axit lactic chứa magie clorua được xử lý theo sáng chế có tỷ lệ trọng lượng của magie clorua với axit lactic ít nhất là 1:1. Nếu tỷ lệ khối lượng của magie clorua và axit lactic thấp hơn giá trị này thì hiệu suất của quá trình sẽ giảm.

Vì tỷ lệ cao hơn dẫn đến hiệu quả quá trình tăng lên, đặc biệt là về hàm lượng chất rắn của sản phẩm, nên ưu tiên vận hành ở tỷ lệ trọng lượng magie clorua so với axit lactic cao hơn, chẳng hạn như ít nhất là 1,5:1. Ngoài ra, có thể ưu tiên tỷ lệ trọng lượng của magie clorua với axit lactic ít nhất là 2:1. Cụ thể hơn, có thể ưu tiên tỷ lệ trọng lượng của magie clorua và axit lactic ít nhất là 4:1. cụ thể là ít nhất 5:1. nhiều hơn cụ thể là ít nhất 6:1. Nếu dung dịch magie clorua được xử lý trong đó magie clorua thành axit lactic thấp hơn giá trị hoạt động mong muốn, thì trước tiên dung dịch có thể phải trải qua bước loại bỏ axit lactic, ví dụ bằng cách chiết, tách màng, trao đổi ion, ion. hấp thụ, hoặc hấp phụ, để tăng tỷ lệ trọng lượng magie clorua với axit lactic đến giá trị hoạt động mong muốn.

Nếu lượng axit lactic trong môi trường chứa magie clorua axit lactic quá thấp, việc loại bỏ axit lactic thông qua quy trình theo sáng chế có thể không hấp dẫn về mặt kinh tế. Theo đó, tỷ lệ trọng lượng của magie clorua so với axit lactic nói chung sẽ tối đa là 70:1, cụ thể là tối đa là 50:1, cụ thể hơn là nhiều nhất là 40:1, theo một số phương án nhiều nhất là 20:1.

Nồng độ tuyệt đối của magie clorua và axit lactic trong dung dịch axit lactic chứa magie clorua được xử lý theo sáng chế ít liên quan hơn, vì bước đầu tiên của quy trình là loại bỏ nước, dẫn đến tăng nồng độ. Nói chung, nồng độ magie clorua của dung dịch sẽ nằm trong khoảng từ 5 đến 35% trọng lượng, cụ thể là trong khoảng 10 - 35% trọng lượng, đặc biệt hơn là trong khoảng 15-35% trọng lượng. Lượng axit lactic có thể được xác định từ các tỷ lệ quy định ở trên.

Dung dịch chứa magie clorua axit lactic là một dung dịch nước. Nó có thể chứa một lượng hạn chế các hợp chất khác có nguồn gốc, ví dụ, từ các bước trước trong sản xuất dung dịch, nhưng điều này là không cần thiết và không được mong muốn.

Ví dụ, theo một phương án, như sẽ được thảo luận chi tiết hơn dưới đây, dung dịch axit lactic chứa magie clorua trong nước được sử dụng làm nguyên liệu ban đầu theo sáng chế có thể thu được bằng cách chế biến môi trường lên men chứa magie lactat. Môi trường lên men chứa magie lactat có thể được axit hóa bằng axit hydro cloric và được phân tách để tạo thành axit lactic và dung dịch chứa chủ yếu là magie clorua và lượng axit lactic giới hạn. Giải pháp thứ hai này có thể được sử dụng làm

nguyên liệu ban đầu trong quy trình theo sáng chế. Trong trường hợp này, ưu tiên là dung dịch không chứa hoặc có một lượng khá hạn chế các chất gây ô nhiễm do quá trình lên men, bước axit hóa hoặc bước tách, vì những tạp chất này cũng có thể gây trở ngại một cách không mong muốn cho quá trình xử lý tiếp theo của dung dịch magie clorua theo quy trình theo sáng chế.

Do đó, ưu tiên sử dụng dung dịch axit lactic chứa magie clorua trong nước chứa ít hơn 10% trọng lượng các thành phần khác (hơn nước, magie clorua, axit lactic và muối của chúng), tốt hơn là ít hơn 5% trọng lượng và hơn tốt hơn là nhỏ hơn 1% trọng lượng. Sự có mặt của các hợp chất hữu cơ dễ bay hơi (nghĩa là các hợp chất sẽ bay hơi khỏi dung dịch trong điều kiện bay hơi), ví dụ, chất chiết từ bước tách trước đó bằng quy trình chiết có thể ít bất lợi hơn các thành phần khác, vì chúng sẽ bị loại bỏ trong bước làm bay hơi. Theo đó, theo một phương án, dung dịch axit lactic chứa magie clorua chứa ít hơn 8% trọng lượng các hợp chất hữu cơ dễ bay hơi và ít hơn 4% trọng lượng các hợp chất khác (không phải là axit lactic, magie clorua, muối kép của chúng, hoặc dễ bay hơi hợp chất hữu cơ). Lượng các hợp chất hữu cơ dễ bay hơi được ưu tiên là nhiều nhất là 6% trọng lượng, cụ thể là nhiều nhất là 4% trọng lượng, đặc biệt hơn là nhiều nhất là 2% trọng lượng. Lượng các hợp chất khác được ưu tiên là nhiều nhất là 3% trọng lượng, cụ thể là nhiều nhất là 2% trọng lượng, đặc biệt hơn là nhiều nhất là 1% trọng lượng.

Dung dịch nước magie clorua chứa axit lactic được đưa vào bước làm bay hơi, dẫn tới sự tạo thành huyền phù đặc của $\text{MgCl}_2 \cdot \text{MgL}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ trong dung dịch magie clorua. Trong bước làm bay hơi, nước được loại bỏ dẫn đến việc tăng nồng độ của axit lactic và magie clorua đến một giá trị trên tích số tan của $\text{MgCl}_2 \cdot \text{MgL}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$.

Do đó, bước làm bay hơi sẽ dẫn đến việc tạo ra một dạng huyền phù đặc $\text{MgCl}_2 \cdot \text{MgL}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ trong dung dịch magie clorua. Nồng độ magie clorua tại đó bắt đầu kết tủa $\text{MgCl}_2 \cdot \text{MgL}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ sẽ phụ thuộc vào các điều kiện hiện hành, với nồng độ axit lactic cao hơn và nồng độ magie clorua sẽ thúc đẩy quá trình kết tủa. Nói chung, sự hình thành $\text{MgCl}_2 \cdot \text{MgL}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ rắn sẽ bắt đầu ngay cả khi nồng độ của axit lactic nhỏ hơn 1% trọng lượng, khi nồng độ magie clorua trên 31% trọng lượng, đặc biệt là trên 35% trọng lượng.

Thông thường, nhiệt độ trong bước làm bay hơi được ưu tiên trong khoảng 50-200°C, cụ thể là trong khoảng 80-150°C. Nhiệt độ cao hơn được ưu tiên để tăng khả năng hòa tan của MgCl_2 và kéo theo nồng độ của MgCl_2 trong dung dịch sản phẩm. Đáng ngạc nhiên, người ta thấy rằng việc lựa chọn nhiệt độ cao hơn được chỉ ra ở trên chỉ có ảnh hưởng hạn chế đến khả năng hòa tan của $\text{MgCl}_2 \cdot \text{MgL}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$. Do đó, nhiệt độ cao hơn sẽ dẫn đến sự hình thành $\text{MgCl}_2 \cdot \text{MgL}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ rắn hơn, vì nồng độ magie clorua cao hơn sẽ buộc nhiều $\text{MgCl}_2 \cdot \text{MgL}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ra khỏi dung dịch hơn. Hơn nữa, nhiệt độ cao hơn hỗ trợ loại bỏ nước.

Bước làm bay hơi có thể được thực hiện ở áp suất khí quyển, hoặc thậm chí ở áp suất tăng. Tuy nhiên, ưu tiên cho bước làm bay hơi được thực hiện ở áp suất giảm, vì điều này sẽ cho phép bay hơi hiệu quả ở nhiệt độ chấp nhận được. Do đó, theo một phương án, sự bay hơi của nước được thực hiện ở áp suất 0,01-0,9 bar, cụ thể là trong khoảng 0,01-0,35 bar.

Bước làm bay hơi được tiếp tục cho đến khi lượng $\text{MgCl}_2 \cdot \text{MgL}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ mong muốn được kết tủa. Yếu tố đầu tiên ảnh hưởng đến điều này là nồng độ magie clorua hòa tan trong chất lỏng. Nói chung, quá trình bay hơi sẽ được tiếp tục cho đến khi dung dịch có nồng độ magie clorua trong khoảng 30-47% trọng lượng, cụ thể là 33-45% trọng lượng, đặc biệt cao hơn trong khoảng 38-45% trọng lượng. Nếu ngừng bay hơi ở nồng độ thấp hơn thì lượng kết tủa $\text{MgCl}_2 \cdot \text{MgL}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ sẽ không đủ. Quá trình bay hơi tiếp tục đến nồng độ magie clorua quá cao, có nguy cơ kết tủa magie clorua, điều không mong muốn trong quy trình của sáng chế.

Bước làm bay hơi có thể tiến hành một bước hoặc nhiều bước. Trong trường hợp nồng độ của dung dịch ban đầu tương đối thấp và/hoặc tỷ lệ khối lượng giữa MgCl_2 và axit lactic tương đối cao, ví dụ, ít nhất là 6:1, cụ thể hơn là ít nhất 8:1, có thể hấp dẫn khi thực hiện bay hơi nhiều bước.

Sản phẩm thu được sau bước làm bay hơi là hỗn hợp $\text{MgCl}_2 \cdot \text{MgL}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ trong dung dịch magie clorua. Tùy thuộc vào lượng axit lactic trong dung dịch ban đầu và nồng độ của MgCl_2 trong dung dịch sản phẩm, huyền phù đặc có thể chứa ít nhất 2% trọng lượng $\text{MgCl}_2 \cdot \text{MgL}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, cụ thể là ít nhất 4% trọng lượng. Nói chung, huyền phù đặc sẽ chứa nhiều nhất 50% trọng lượng $\text{MgCl}_2 \cdot \text{MgL}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, cụ thể là nhiều nhất 40% trọng lượng $\text{MgCl}_2 \cdot \text{MgL}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, đặc biệt là nhiều nhất 30% trọng lượng

$\text{MgCl}_2 \cdot \text{MgL}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, cụ thể là nhiều nhất là 25% trọng lượng của $\text{MgCl}_2 \cdot \text{MgL}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, theo một số phương án, nhiều nhất là 20% trọng lượng của $\text{MgCl}_2 \cdot \text{MgL}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$.

Huyền phù đặc được đưa vào tách rắn-lỏng, trong đó $\text{MgCl}_2 \cdot \text{MgL}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ được tách ra khỏi dung dịch magie clorua. Trong quá trình phân tách rắn-lỏng, tốt nhất là huyền phù đặc có nhiệt độ tương tự như nhiệt độ của bước làm bay hơi. Bằng cách này, người ta hiểu rằng nhiệt độ tương tự ngụ ý rằng chênh lệch nhiệt độ giữa huyền phù đặc trong bước làm bay hơi và quá trình phân tách rắn-lỏng là nhỏ hơn 20°C , v.v. Việc tách rắn-lỏng có thể được thực hiện bằng các phương pháp đã biết trong lĩnh vực này, ví dụ, thông qua lọc hoặc ly tâm, hoặc thông qua sự kết hợp của chúng.

Dung dịch magie clorua thu được từ bước tách thường có nồng độ magie clorua trong khoảng 35-47% trọng lượng. Ở nồng độ dưới 35% trọng lượng, sự kết tủa của axit lactic dưới dạng $\text{MgCl}_2 \cdot \text{MgL}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ có thể không diễn ra ở mức độ mong muốn, để lại một lượng quá lớn axit lactic trong dung dịch. Ở nồng độ trên 47% trọng lượng magie clorua có thể đã kết tủa từ dung dịch. Có thể ưu tiên cho nồng độ magie clorua ít nhất là 37% trọng lượng, cụ thể là ít nhất 39% trọng lượng và/hoặc nhiều nhất là 47% trọng lượng, cụ thể là tối đa là 45% trọng lượng.

Nồng độ axit lactic trong dung dịch magie clorua thu được từ bước tách thường tối đa là 1% trọng lượng, cụ thể là nhiều nhất là 0,5% trọng lượng, đặc biệt nhiều nhất là 0,2% trọng lượng.

Theo một phương án, sáng chế đề cập đến quy trình trong đó dung dịch magie clorua chứa axit lactic có nồng độ axit lactic là 0,5-7% trọng lượng và nồng độ magie clorua là 15-25% trọng lượng được làm bay hơi một hoặc nhiều hơn các bước, tạo ra huyền phù đặc có nồng độ 4-40% trọng lượng $\text{MgCl}_2 \cdot \text{MgL}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ trong dung dịch magie clorua với nồng độ magie clorua là 35-47% trọng lượng, và huyền phù đặc phải qua bước tách rắn-lỏng dẫn đến $\text{MgCl}_2 \cdot \text{MgL}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ rắn và dung dịch magie clorua có nồng độ axit lactic nhỏ hơn 0,5% trọng lượng và tốt hơn là nhỏ hơn 0,2% trọng lượng.

Quá trình này đã được thấy là có tiện ích thương mại.

Quy trình theo sáng chế đặc biệt hấp dẫn để đưa vào phương pháp sản xuất axit lactic bằng cách sử dụng một bước lên men. Do đó, theo phương án này, quy trình loại bỏ axit lactic khỏi dung dịch nước chứa magie clorua axit lactic được sử dụng để

tách axit lactic khỏi dung dịch nước chứa magie clorua axit lactic thu được bằng quá trình lên men. Tốt hơn là dung dịch nước chứa axit lactic chứa magie clorua là nước thải đầu ra thu được bằng cách

- đưa nguồn cacbon vào bước lên men để tạo ra axit lactic, bước lên men này bao gồm các bước: lên men nguồn cacbon bằng phương pháp vi sinh vật trong môi trường lên men để tạo ra axit lactic,

- trung hòa ít nhất một phần của axit lactic bằng cách thêm bazơ magie được chọn từ magie oxit và magie hydroxit vào môi trường lên men, nhờ đó thu được magie lactat,

- đưa magie lactat vào bước axit hóa trong đó magie lactat được cho tiếp xúc với HCl trong môi trường nước để tạo ra hỗn hợp trong nước chứa axit lactic và magie clorua,

- đưa hỗn hợp trong nước chứa axit lactic và magie clorua vào bước tách, để tạo ra dòng chảy ra chứa axit lactic và dung dịch nước magie clorua chứa axit lactic, và thu hồi dòng chảy ra chứa axit lactic từ quy trình này.

Do đó, theo một phương án, sáng chế đề cập đến quy trình sản xuất axit lactic bao gồm các bước:

- đưa nguồn cacbon vào bước lên men để tạo ra axit lactic, bước lên men này bao gồm các bước: lên men nguồn cacbon bằng phương pháp vi sinh vật trong môi trường lên men để tạo ra axit lactic

- trung hòa ít nhất một phần của axit lactic bằng cách thêm bazơ magie được chọn từ magie oxit và magie hydroxit vào môi trường lên men, nhờ đó thu được magie lactat,

- đưa magie lactat vào bước axit hóa trong đó magie lactat được cho tiếp xúc với HCl trong môi trường nước để tạo ra hỗn hợp trong nước chứa axit lactic và magie clorua,

- đưa hỗn hợp trong nước chứa axit lactic và magie clorua vào bước tách, để tạo ra dòng chảy ra chứa axit lactic và dung dịch nước magie clorua chứa axit lactic, và thu hồi dòng chảy ra chứa axit lactic từ quy trình này,

- đưa dung dịch magie clorua chứa axit lactic, tỷ lệ trọng lượng của magie clorua với axit lactic trong dung dịch nước magie clorua chứa axit lactic ít nhất là 1:1, vào bước làm bay hơi, dẫn tới sự tạo thành huyền phù đặc của $\text{MgCl}_2 \cdot \text{MgL}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ trong dung dịch magie clorua,

- đưa huyền phù đặc của $\text{MgCl}_2 \cdot \text{MgL}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ trong dung dịch magie clorua vào bước tách rắn-lỏng, để tách $\text{MgCl}_2 \cdot \text{MgL}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ rắn ra khỏi dung dịch nước magie clorua.

$\text{MgCl}_2 \cdot \text{MgL}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ rắn có thể được tái chế ít nhất một phần đến bước axit hóa. Trong bước axit hóa, $\text{MgCl}_2 \cdot \text{MgL}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ sẽ hòa tan trong phản ứng với HCl để tạo thành axit lactic hòa tan và magie clorua.

Dung dịch magie clorua tạo ra từ sự phân tách rắn-lỏng của huyền phù đặc có hàm lượng magie clorua cao và hàm lượng axit lactic thấp. Nó phù hợp để xử lý thông qua quá trình phân hủy nhiệt. Trong quá trình phân hủy nhiệt, magie clorua phản ứng với nước (có trong dung dịch nước) ở nhiệt độ cao để tạo thành MgO ở thể rắn và HCl ở thể khí. Nếu muốn như vậy, MgO rắn có thể được tái chế ít nhất một phần cho bước lên men, như vậy hoặc sau khi được chuyển thành magie hydroxit. HCl dạng khí, nếu muốn, có thể được tái chế ít nhất một phần ở bước axit hóa. HCl dạng khí có thể được tái chế như vậy, hoặc sau khi được hòa tan trong nước để tạo thành dung dịch HCl.

Các bước khác nhau trong quy trình tích hợp bổ sung cho quá trình tinh chế dung dịch magie clorua chứa axit lactic sẽ được thảo luận dưới đây.

Trong bước đầu tiên, nguồn cacbon được đưa vào bước lên men để tạo ra axit lactic, bước lên men này bao gồm các bước: lên men nguồn cacbon bằng phương pháp vi sinh vật trong canh trường lên men để tạo ra axit lactic và trung hòa ít nhất một phần của axit lactic bằng cách thêm bazơ magie được chọn từ magie oxit và magie hydroxit, nhờ đó thu được a magie lactat.

Quá trình lên men để sản xuất axit lactic đã được biết đến trong lĩnh vực kỹ thuật này và không cần làm sáng tỏ thêm ở đây. Người có trình độ trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này sẽ lựa chọn, sử dụng kiến thức chung thông thường của mình, một quy trình lên men thích hợp, tùy thuộc vào loại axit mong muốn được sản xuất, nguồn cacbon và vi sinh vật có sẵn.

Sản phẩm của quá trình lên men là canh trường lên men, là một chất lỏng trong nước chứa magie lactat, sinh khối và các thành phần tùy chọn khác như các tạp chất như đường, protein và muối.

Nếu muốn, canh trường lên men có thể được đưa vào bước loại bỏ sinh khối, ví dụ, bước lọc, trước khi chế biến tiếp. Điều này thường được ưu tiên để nâng cao chất lượng sản phẩm.

Magie lactat có thể ở dạng dung dịch hoặc ở dạng rắn. Ví dụ, magie lactat rắn cũng có thể có ở dạng hỗn dịch hoặc huyền phù đặc. Một bước trung gian khác có thể là tách magie lactat rắn khỏi môi trường lên men, trước, sau, hoặc đồng thời với việc loại bỏ sinh khối. Magie lactat có thể có ở dạng bánh ướt, ví dụ như sau bước loại bỏ sinh khối như vậy. Tùy chọn, magie lactat có thể được trải qua một bước rửa.

Một bước trung gian khác có thể là đưa canh trường lên men vào bước cô đặc để tăng nồng độ magie lactat trong chế phẩm trước khi axit hóa. Bước này có thể được thực hiện trước, sau hoặc đồng thời với việc loại bỏ sinh khối.

Các bước trung gian khác, ví dụ, các bước tinh chế, có thể được thực hiện như mong muốn, như người có chuyên môn sẽ thấy rõ. Ví dụ về quy trình thích hợp là quy trình trong đó môi trường lên men bao gồm magie lactat và sinh khối phải chịu bước loại bỏ sinh khối, bước loại bỏ magie lactat rắn, bước cô đặc trên môi trường lỏng còn lại để tạo thành magie lactat rắn hơn nữa, và loại bỏ magie lactat rắn hơn nữa khỏi môi trường lỏng. Sau đó, hai phần magie lactat rắn có thể được trải qua một bước axit hóa, như sẽ được thảo luận dưới đây.

Bước tiếp theo trong quy trình tích hợp theo sáng chế là đưa magie lactat vào bước axit hóa trong đó magie lactat được cho tiếp xúc với HCl trong môi trường nước để tạo ra hỗn hợp trong nước chứa axit lactic và magie clorua.

Có nhiều cách khác nhau để thực hiện bước này.

Bước axit hóa thường được tiến hành bằng cách đưa muối lactat tiếp xúc với dung dịch axit HCl. Tuy nhiên, theo một số phương án, cũng có thể cho muối lactat tiếp xúc với HCl ở dạng khí.

Muối lactat có thể ở dạng rắn và/hoặc dạng hòa tan. Theo một phương án, muối lactat được tạo ra ở thể rắn. Magie lactat rắn này cũng có thể có ở dạng huyền

phù hoặc huyền phù đặc. Hoặc nó có thể hiện diện ở dạng bánh ướt, ví dụ như bước lọc hoặc ly tâm với độ pha loãng lại hoặc sền sệt lại tùy chọn của bánh. Trong trường hợp này, bước axit hóa được tiến hành bằng cách đưa muối lactat tiếp xúc với dung dịch có tính axit. Ưu điểm của việc điều chế hỗn hợp nước từ muối lactat ở thể rắn là do đó có thể thu được nồng độ axit lactic rất cao, chẳng hạn như nồng độ ít nhất là 15% trọng lượng, cụ thể là ít nhất 25% trọng lượng, lên đến, ví dụ, 50% trọng lượng hoặc lên đến ví dụ, 40% trọng lượng.

Muối lactat cũng có thể ở dạng hòa tan, thường là một phần của dung dịch nước. Trong trường hợp này, bước axit hóa có thể được tiến hành bằng cách đưa muối lactat tiếp xúc với dung dịch axit hoặc khí có tính axit.

Bước axit hóa cũng có thể được tiến hành trên hỗn hợp axit lactic và muối lactat. Ví dụ, một hỗn hợp như vậy có thể thu được trong quá trình lên men có pH thấp. Ví dụ, hỗn hợp có thể là hỗn dịch nước.

Khi axit hóa muối lactat được tiến hành bằng cách cho nó tiếp xúc với dung dịch axit HCl, tốt nhất là nó có nồng độ HCl càng cao càng tốt. Nồng độ HCl cao như vậy sẽ tạo ra một hỗn hợp nước có nồng độ axit lactic cao là mong muốn. Do đó, dung dịch HCl chứa ít nhất 5% trọng lượng, tốt hơn là ít nhất 10% trọng lượng và tốt hơn nữa là ít nhất HCl 20% trọng lượng, dựa trên tổng trọng lượng của dung dịch HCl.

Quá trình axit hóa thường được tiến hành bằng cách sử dụng một lượng dư HCl. Tốt nhất là lượng dư nhỏ để hỗn hợp nước thu được không có tính axit cao, điều này có thể không được mong muốn khi chế biến tiếp một hỗn hợp như vậy. Ví dụ, lượng axit được sử dụng dư thừa có thể làm cho hỗn hợp nước tạo thành có độ pH là 2 hoặc thấp hơn, tốt nhất là pH từ 0-1.

Trong trường hợp sử dụng HCl ở thể khí, có thể tiếp xúc bằng cách cho tiếp xúc với dung dịch hoặc hỗn dịch lactat. Đặc biệt có thể thổi khí HCl đi qua dung dịch hoặc hỗn dịch.

Tốt hơn là, quá trình axit hóa được tiến hành ở nhiệt độ 75°C hoặc thấp hơn. Ở nhiệt độ cao hơn, việc thiết bị thích ứng với các điều kiện khắc nghiệt của môi trường axit ở nhiệt độ cao trở nên không kinh tế.

Bước axit hóa dẫn đến sự hình thành chất lỏng nước bao gồm axit lactic và magie clorua. Chất lỏng dạng nước này phải trải qua một bước tách, tùy chọn sau khi đã thực hiện các bước xử lý trung gian như bước cô đặc. Vì axit lactic sẽ được hòa tan trong chất lỏng nước, quá trình tách có thể diễn ra bằng bất kỳ kỹ thuật tách thích hợp nào, bao gồm chiết bằng chất chiết thích hợp, tách màng, trao đổi ion, hấp thụ ion hoặc hấp phụ.

Trong trường hợp chiết, điều quan trọng là chất chiết, cũng có thể được chỉ định là chất chiết, về cơ bản không thể trộn lẫn với nước. Việc sử dụng chất chiết dẫn đến việc hình thành hệ thống hai pha trong bước tách bao gồm lớp hữu cơ lỏng bao gồm chất chiết và axit lactic và lớp nước là dung dịch magie clorua có chứa một lượng nhỏ axit lactic làm chất gây ô nhiễm.

Ví dụ về các chất chiết thích hợp là các hydrocacbon béo và thơm, chẳng hạn như ankan và các hợp chất thơm, xeton và ete. Hỗn hợp các hợp chất khác nhau cũng có thể được sử dụng. Ví dụ về ankan béo thích hợp là ankan C5-C10 mạch thẳng, phân nhánh hoặc mạch vòng, ví dụ, octan, hexan, xyclohexan, 2-etyl-hexan và heptan. Ví dụ về các hợp chất thơm thích hợp là các hợp chất thơm C6-C10, ví dụ, toluen, xylenes và etylbenzen. Ví dụ về xeton thích hợp là xeton C5 +, cụ thể hơn là xeton C5-C8 theo sáng chế. C5 + là viết tắt của xeton có ít nhất 5 nguyên tử cacbon. Việc sử dụng xeton C9 + ít được ưu tiên hơn, Việc sử dụng metyl-isobutyl-xeton (MIBK) đã được nhận thấy là đặc biệt hấp dẫn. Ví dụ về các ete thích hợp là ete C3-C6, ví dụ, metyl tert-butyl ete (MTBE) và dietyl ete (DEE).

Lớp hữu cơ và lớp nước có thể được tách ra bằng cách sử dụng các phương pháp tách lỏng-lỏng thông thường, ví dụ, gạn, lắng, ly tâm, sử dụng máy tách tằm, sử dụng dụng cụ kết hợp và sử dụng hydroxycyclon. Cũng có thể sử dụng kết hợp các phương pháp và thiết bị khác nhau.

Lớp hữu cơ là dung dịch axit lactic trong chất chiết hữu cơ. Axit lactic có thể được tách ra khỏi dịch chiết theo ý muốn. Theo một phương án, điều này có thể được thực hiện bằng cách loại bỏ chất chiết bằng cách làm bay hơi. Theo một phương án khác, axit cacboxylic có thể được thu hồi từ chất chiết bằng cách chiết với nước hoặc chất lỏng chứa nước khác.

Axit lactic có thể được xử lý như mong muốn. Ví dụ về các bước xử lý tiếp theo là các bước tinh chế như một hoặc nhiều bước rửa, xử lý cacbon hoạt tính, kết tinh lại, chưng cất và lọc. Trong đó axit cacboxylic là axit lactic, nó có thể được chuyển đổi thành axit lactit và axit polylactic (PLA). Các phương pháp thực hiện các bước khác nhau là đã biết với người có trình độ trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này. Sáng chế cũng đề cập đến axit lactic, lactit và axit polylactic có thể thu được hoặc thu được bằng các phương pháp được mô tả ở đây.

Dung dịch magie clorua chứa axit lactic phải chịu bước loại bỏ axit lactic theo sáng chế như được mô tả ở trên.

Dung dịch magie clorua mà từ đó axit lactic đã được loại bỏ có thể trải qua bước phân hủy bằng nhiệt trong lò phản ứng nhiệt phân, nơi magie clorua phản ứng với nước tạo thành magie oxit và HCl.

Các thiết bị thích hợp để tiến hành bước nhiệt phân, cũng được chỉ ra ở đây là bước phân hủy nhiệt, đã được biết đến trong lĩnh vực kỹ thuật này. Ví dụ, có thể sử dụng máy rang dạng phun hoặc máy rang dạng lồng. Ví dụ, có thể lấy các thiết bị như vậy tại SMS Siemag, Andritz, Tenova và/hoặc JohnCockerill.

Việc sử dụng máy rang phun được ưu tiên. Máy rang phun có chi phí năng lượng thấp (so với máy rang tầng lồng), vì nó yêu cầu nhiệt độ tương đối thấp (như mô tả bên dưới). Một máy rang phun đã được phát hiện thêm để tạo ra các hạt MgO phản ứng, rất thích hợp để sử dụng làm chất trung hòa trong quá trình lên men. Quá trình phân hủy nhiệt được tiến hành ở nhiệt độ ít nhất là 300°C, là nhiệt độ tối thiểu mà $MgCl_2$ bị phân hủy. Tốt hơn là, phân hủy nhiệt được tiến hành ở nhiệt độ ít nhất là 350°C. Do chi phí năng lượng, nhiệt độ tốt nhất là dưới 1000°C, tốt hơn là dưới 800°C, vẫn tốt hơn là dưới 600°C. Ngoài ra, việc sử dụng nhiệt độ quá cao cho bước phân hủy nhiệt là không mong muốn, vì nó sẽ làm giảm khả năng phản ứng của MgO được tạo thành, do đó nó ít thích hợp để sử dụng làm chất trung hòa trong quá trình lên men. Ví dụ, nhiệt độ mà quá trình phân hủy nhiệt được tiến hành có thể là 350-600°C hoặc 400-500°C. Nhiệt độ được đề cập là nhiệt độ của các chất khí khi chúng được lấy ra khỏi đơn vị.

Tốt nhất nên tiến hành phân hủy nhiệt như áp dụng trong sáng chế ở áp suất 0,1-10 bar. Tuy nhiên, việc sử dụng áp suất cao có thể là không mong muốn, vì tăng nguy cơ ăn mòn ở các đơn vị phía dưới do HCl không thể ngưng tụ. Tốt hơn là, phân hủy nhiệt được thực hiện ở áp suất khí quyển, đặc biệt là khi sử dụng máy rang, để tránh chi phí năng lượng không cần thiết và nhu cầu về thiết bị áp suất cao đắt tiền. Áp suất trong khoảng 0,9-1 bar có thể được ưu tiên để ngăn chặn sự thoát khí của HCl.

Như sẽ được trình bày rõ ràng đối với người có trình độ trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này, những ưu thế đối với các khía cạnh khác nhau của sáng chế có thể được kết hợp, trừ khi chúng loại trừ lẫn nhau.

Fig. 1 minh họa một phương án của phương pháp sản xuất axit lactic theo sáng chế. Trong Fig. 1, một bước lên men được thực hiện trong lò phản ứng lên men (1), lò này được cung cấp nguồn cacbon và các thành phần tùy chọn khác như chất dinh dưỡng thông qua các đường không được trình bày. Trong bước lên men, một nguồn cacbon được lên men nhờ vi sinh vật trong môi trường lên men để tạo thành axit cacboxylic axit lactic và trung hòa ít nhất một phần axit lactic bằng cách thêm bazơ magie, do đó thu được magie lactat. Bazơ magie được thêm vào thông qua dòng (14). Môi trường lên men bao gồm muối magie lactat được cung cấp cho bước axit hóa (3) đến dòng (2). Các bước trung gian như loại bỏ sinh khối, tách sản phẩm rắn hoặc cô đặc có thể được thực hiện, nhưng không được hiển thị. Trong bước axit hóa (3) magie lactat được tiếp xúc với HCl trong môi trường nước để tạo thành hỗn hợp nước bao gồm axit lactic và magie clorua.

Hỗn hợp nước bao gồm axit cacboxylic và magie clorua được đưa vào bước tách (5) đến vạch (4). Bước tách có thể được thực hiện thông qua chiết như đã mô tả ở trên. Bước tách (5) dẫn đến nước thải đầu ra bao gồm axit lactic và trong dung dịch axit lactic chứa magie clorua. Sản phẩm axit lactic được rút qua đường (6), thường ở dạng dung dịch axit lactic trong chất chiết. Axit lactic có thể được thu hồi từ dịch chiết như mô tả ở trên, và được xử lý thêm như mô tả ở trên (không được hiển thị). Dung dịch magie clorua chứa axit lactic được rút qua đường (7) và được cung cấp cho bước làm bay hơi (8). Ở bước làm bay hơi 8, nước bị bay hơi dẫn đến sự tạo thành hỗn hợp sệt của $MgCl_2 \cdot MgL_2 \cdot 4H_2O$ trong dung dịch magie clorua. Huyền phù đặc được cung cấp qua đường (9) đến bước tách (10), tại đây $MgCl_2 \cdot MgL_2 \cdot 4H_2O$ rắn được tách ra

khối dung dịch magie clorua. $\text{MgCl}_2 \cdot \text{MgL}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ rắn được rút qua đường (11) và được tái chế sang bước axit hóa (3). Dung dịch magie clorua được rút qua đường (12) và được cung cấp cho bước phân hủy nhiệt (13). Trong bước phân hủy nhiệt, dung dịch magie clorua được chuyển thành MgO rắn, có thể được cung cấp cho bước lên men qua đường (14), như vậy hoặc sau khi được chuyển thành $\text{Mg}(\text{OH})_2$ sau khi đã phản ứng với nước. Bước phân hủy nhiệt cũng tạo ra HCl , có thể được cung cấp cho bước axit hóa qua đường (15), ở thể khí, hoặc sau khi được hấp thụ trong chất lỏng nước ở bước hấp thụ (không được hiển thị).

Như sẽ được trình bày rõ ràng đối với người có trình độ trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này, những ưu thế đối với các khía cạnh khác nhau của sáng chế có thể được kết hợp, trừ khi chúng loại trừ lẫn nhau. Đặc biệt, các ưu tiên được mô tả đối với quy trình loại bỏ axit lactic khỏi dung dịch axit lactic chứa magie clorua cũng được áp dụng cho bước tương ứng trong quy trình sản xuất axit lactic.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sáng chế được minh họa thêm bằng ví dụ sau đây, mà không bị giới hạn ở các ví dụ này.

Ví dụ 1:

Biểu đồ pha rắn-lỏng bậc ba của hệ thống magie clorua - axit lactic - nước thu được ở 20°C , 50°C và 80°C . Biểu đồ này được xây dựng bằng cách đo độ hòa tan của hỗn hợp magie clorua hexahydrat ($\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), tinh thể axit axetic kép (S) và nước khử khoáng. Các đường độ hòa tan được xác định bằng cách thêm một lượng thích hợp các hóa chất nói trên vào một bình thủy tinh, làm nóng hệ thống đến nhiệt độ thích hợp và khuấy trong khoảng 30 phút. Tiếp theo, một lượng nhỏ nước hoặc dung dịch axit lactic được thêm vào để thay đổi thành phần tổng thể và hệ thống mới được khuấy ít nhất 10 phút.

Khi quan sát thấy chất rắn không tan, một lượng nhỏ nước khác được thêm vào sau đó khuấy trong ít nhất 10 phút. Điều này được lặp lại cho đến khi tất cả chất rắn tan hết. Cần thận để có thêm thời gian hòa tan gần với điểm hòa tan.

Sau khi thiết lập điểm hòa tan, chế phẩm được tính toán lại từ khối lượng ban đầu và thêm nước/hóa chất. Kết quả là giản đồ pha rắn-lỏng bậc ba của hệ thống magie clorua - axit lactic - nước như được mô tả trong Fig. 2.

Các tinh thể hình thành trong thử nghiệm trên đã được kiểm tra và các tinh thể magie clorua hydrat chỉ được quan sát thấy trong các mẫu không có axit lactic. Độ hòa tan của tinh thể magie clorua giảm đáng kể khi thêm axit lactic và hình thành các tinh thể hình kim.

Các tinh thể hình kim được phân lập bằng cách lọc (hai lần với các mẫu riêng biệt), bánh lọc được rửa bằng etanol để loại bỏ chất lỏng còn sót lại và làm khô ở nhiệt độ phòng. Chất rắn thu được được phân tích để xác định thành phần của chúng. Hàm lượng lactat/axit lactic được xác định bằng HPLC. Các axit hữu cơ được định lượng bằng HPLC với cột có pha tĩnh bao gồm nhựa trao đổi cation mạnh ở dạng canxi (Bio-Rad Aminex HPX-87C, 300x7,8 mm ở 85°C) và dung dịch rửa giải chứa 3mM Ca (H₂PO₄)₂ • H₂O và 0,015 M H₃PO₄ (pH = 2,2). Một hệ thống UV3000 đã được sử dụng làm máy dò. Hàm lượng nước được xác định bằng cách sử dụng quy trình chuẩn độ Karl Fisher (chuẩn độ KF) được mô tả nhiều trong các sách hướng dẫn và tài liệu. Vì imidazol cơ bản (Hydranal composit) đã được sử dụng. Magie được xác định bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử (AAS) trên ngọn lửa AAS Varian SpectrAA 300 (bao gồm cả PC với phần mềm SpectrAA). Các tinh thể rắn được hòa tan trong dung dịch axit nitric. Hàm lượng clorua được xác định bằng cách chuẩn độ với bạc nitrat, theo đó bạc clorua kết tủa về mặt định lượng. Điểm cuối được xác định bằng điện thế bằng điện cực vòng bạc. Kết quả xác nhận rằng thành phần của các tinh thể phù hợp với MgCl₂•MgL₂•4H₂O.

Ví dụ 2:

Dung dịch magie clorua chứa axit lactic với nồng độ magie clorua là 18,2% trọng lượng và nồng độ axit lactic là 2,3% trọng lượng được chuẩn bị bằng cách trộn một lượng thích hợp magie clorua hexahydrat (MgCl₂•6H₂O), kết tinh kép (S) - Tinh thể axit lactic và nước khử khoáng. Dung dịch nêu trên đã trải qua bước làm bay hơi đầu tiên trong đó nước được làm bay hơi ở nhiệt độ 65-80 °C và áp suất 0,35 bar, để tạo thành dung dịch magie clorua chứa axit lactic với nồng độ magie clorua là 28% và a nồng độ axit lactic 3,5% trọng lượng. Dung dịch này được làm bay hơi thêm một

bước, ở nhiệt độ 80 °C và áp suất 0,35 bar, dẫn đến sự tạo thành một chất rắn có nồng độ 9% trọng lượng là $\text{MgCl}_2 \cdot \text{MgL}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ trong dung dịch magie clorua với magie. nồng độ clorua là 32 trọng lượng.% magie clorua.

Huyền phù đặc được đưa vào bước ly tâm và bánh thu được được rửa bằng metanol (thể tích bánh gấp 3 lần) và sau đó được làm khô ở 70°C trong 1 giờ. Loại bánh cô lập này bao gồm nhiều tinh thể hình kim, với hàm lượng chất rắn trên 90% trọng lượng và nồng độ axit lactic dưới 0,4% trọng lượng. Tỷ lệ giữa khối lượng bánh khô và khối lượng huyền phù khoảng 9%. Bánh khô được phân tích bằng các phương pháp được mô tả trong ví dụ 1 đối với magie (% trọng lượng, AAS), axit lactic (% trọng lượng là axit lactic, HPLC), và lượng bao gồm clorua (% trọng lượng, chuẩn độ) và lượng cho biết được tìm thấy phù hợp với các giá trị lý thuyết của $\text{MgCl}_2 \cdot \text{MgL}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$. Điều này cũng chứng tỏ rằng nồng độ muối kép thu được sau bước kết tinh bay hơi là khoảng 9%.

Yêu cầu bảo hộ

1. Quy trình loại bỏ axit lactic ra khỏi dung dịch nước magie clorua chứa axit lactic, tỷ lệ trọng lượng của magie clorua với axit lactic trong dung dịch nước magie clorua chứa axit lactic ít nhất là 1:1, quy trình này bao gồm các bước:

- đưa dung dịch nước magie clorua chứa axit lactic vào bước làm bay hơi, dẫn tới sự tạo thành huyền phù đặc của $\text{MgCl}_2 \cdot \text{MgL}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ trong dung dịch nước magie clorua,

- đưa huyền phù đặc vào bước tách rắn-lỏng, để tách rắn $\text{MgCl}_2 \cdot \text{MgL}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ra khỏi dung dịch nước magie clorua, dẫn đến loại bỏ axit lactic ra khỏi dung dịch nước magie clorua chứa axit lactic ở dạng $\text{MgCl}_2 \cdot \text{MgL}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$.

2. Quy trình theo điểm 1, trong đó tỷ lệ trọng lượng của magie clorua với axit lactic ít nhất là 1,5:1, đặc biệt là ít nhất 2:1, đặc biệt hơn là ít nhất 4:1 và nhiều nhất 70:1, đặc biệt là nhiều nhất 50:1, đặc biệt hơn là nhiều nhất 40:1, theo một số phương án nhiều nhất 20:1.

3. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó dung dịch magie clorua chứa axit lactic có nồng độ magie clorua nằm trong khoảng từ 5 đến 35% trọng lượng, đặc biệt là nằm trong khoảng từ 10-35% trọng lượng, đặc biệt hơn là nằm trong khoảng từ 15-35% trọng lượng.

4. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó bước làm bay hơi được thực hiện theo một hoặc nhiều bước, ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 50-200°C, đặc biệt là nằm trong khoảng từ 80-150°C và/hoặc ở áp suất giảm, đặc biệt là ở áp suất nằm trong khoảng từ 0,01-0,9 bar, đặc biệt hơn là nằm trong khoảng từ 0,01-0,35 bar.

5. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên trong đó, bước làm bay hơi được tiếp tục cho đến khi dung dịch có nồng độ magie clorua nằm trong khoảng từ 30-47% trọng lượng, đặc biệt là nằm trong khoảng từ 38-45% trọng lượng.

6. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó huyền phù đặc của $\text{MgCl}_2 \cdot \text{MgL}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ trong dung dịch magie clorua chứa ít nhất 2% trọng lượng $\text{MgCl}_2 \cdot \text{MgL}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, đặc biệt là ít nhất 4% trọng lượng và nhiều nhất 50% trọng lượng

$\text{MgCl}_2 \cdot \text{MgL}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, đặc biệt là nhiều nhất 40% trọng lượng, đặc biệt hơn là nhiều nhất 30% trọng lượng, theo một số phương án nhiều nhất 20% trọng lượng.

7. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó dung dịch magie clorua thu được từ bước tách có nồng độ magie clorua nằm trong khoảng từ 35-47% trọng lượng, đặc biệt là ít nhất 37% trọng lượng, đặc biệt là ít nhất 39% trọng lượng, và/hoặc nhiều nhất 47% trọng lượng, đặc biệt là nhiều nhất 45% trọng lượng.

8. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó nồng độ axit lactic trong dung dịch magie clorua thu được từ bước tách nhiều nhất là 1% trọng lượng, đặc biệt là nhiều nhất 0,5% trọng lượng, đặc biệt hơn là nhiều nhất 0,2% trọng lượng.

9. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó dung dịch magie clorua chứa axit lactic có nồng độ axit lactic là 0,5-7% trọng lượng và nồng độ magie clorua là 15-25% trọng lượng được đưa vào một hoặc nhiều bước làm bay hơi, dẫn đến tạo thành huyền phù đặc của 4-40% trọng lượng $\text{MgCl}_2 \cdot \text{MgL}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ trong dung dịch magie clorua với nồng độ magie clorua là 35-47% trọng lượng, và huyền phù đặc được đưa vào bước tách rắn-lỏng dẫn đến tạo thành $\text{MgCl}_2 \cdot \text{MgL}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ rắn và dung dịch magie clorua có nồng độ axit lactic là nhỏ hơn 0,5% trọng lượng.

10. Quy trình sản xuất axit lactic, quy trình này bao gồm các bước:

- đưa nguồn cacbon vào bước lên men để tạo ra axit lactic, bước lên men này bao gồm các bước: lên men nguồn cacbon bằng phương pháp vi sinh vật trong môi trường lên men để tạo ra axit lactic

- trung hòa ít nhất một phần của axit lactic bằng cách thêm bazơ magie được chọn từ magie oxit và magie hydroxit vào môi trường lên men, nhờ đó thu được magie lactat,

- đưa magie lactat vào bước axit hóa trong đó magie lactat được cho tiếp xúc với HCl trong môi trường nước để tạo ra hỗn hợp trong nước chứa axit lactic và magie clorua,

- đưa hỗn hợp trong nước chứa axit lactic và magie clorua vào bước tách, để tạo ra dòng chảy ra chứa axit lactic và dung dịch nước magie clorua chứa axit lactic, và thu hồi dòng chảy ra chứa axit lactic từ quy trình này,

- đưa dung dịch nước magie clorua chứa axit lactic, tỷ lệ trọng lượng của magie clorua với axit lactic trong dung dịch nước magie clorua chứa axit lactic ít nhất là 1:1, vào bước làm bay hơi, dẫn tới sự tạo thành huyền phù đặc của $\text{MgCl}_2 \cdot \text{MgL}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ trong dung dịch nước magie clorua,

- đưa huyền phù đặc vào bước tách rắn-lỏng, để tách $\text{MgCl}_2 \cdot \text{MgL}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ rắn ra khỏi dung dịch nước magie clorua.

11. Quy trình theo điểm 10, trong đó $\text{Mg MgCl}_2 \cdot \text{MgL}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ rắn được tái chế ít nhất một phần vào bước axit hóa.

12. Quy trình theo điểm 10 hoặc 11, trong đó dung dịch magie clorua thu được từ bước tách rắn-lỏng được cung cấp ít nhất một phần vào bước phân hủy bằng nhiệt, trong đó magie clorua được cho phản ứng với nước để tạo ra magie oxit rắn và HCl khí, trong đó MgO rắn có thể được tái chế ít nhất một phần vào bước lên men, nguyên như thế hoặc sau khi được chuyển hóa thành magie hydroxit và khí HCl nếu muốn, có thể được tái chế ít nhất một phần vào bước axit hóa nguyên như thế, hoặc sau khi được hòa tan trong nước để tạo ra dung dịch HCl trong nước.

13. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 10 đến 12, trong đó axit lactic được tách ra từ dung dịch magie clorua chứa axit lactic được đưa vào một hoặc nhiều bước được chọn từ tách ra khỏi chất chiết, và tinh chế, ví dụ một hoặc nhiều bước tinh chế được chọn từ nhóm bao gồm rửa, xử lý bằng cacbon hoạt tính, tái kết tinh, cất, và lọc.

14. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 10 đến 13, trong đó axit lactic được chuyển hóa thành lactit hoặc axit polylactic.

15. Axit lactic thu được theo quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 10 đến 13, hoặc lactit hoặc axit polylactic thu được theo quy trình theo điểm 14.