



(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) 
1-0022183

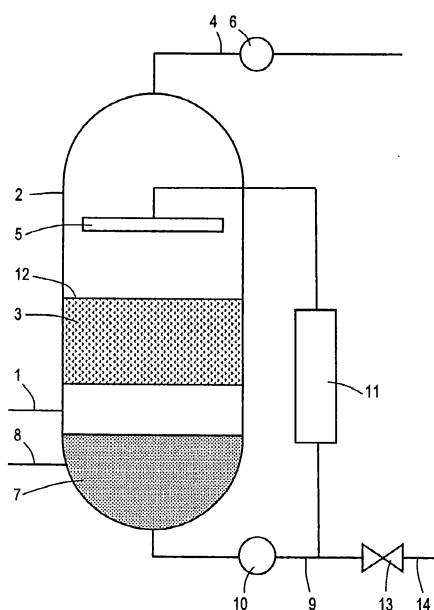
(51)⁷ **B01D 3/00, C07C 51/09, 59/08, C07D**
319/12, C07C 51/41

(13) **B**

-
- | | | | | | |
|------|--|------------|------------|---------------|------------|
| (21) | 1-2013-02935 | (22) | 29.03.2012 | | |
| (86) | PCT/EP2012/055706 | 29.03.2012 | (87) | WO2012/136568 | 11.10.2012 |
| (30) | 11161172.9 | 05.04.2011 | EP | | |
| | 61/471,925 | 05.04.2011 | US | | |
| (45) | 25.11.2019 | 380 | (43) | 27.01.2014 | 310 |
| (73) | PURAC BIOCHEM BV (NL)
Arkelsedijk 46, NL-4206 AC Gorinchem, The Netherlands | | | | |
| (72) | VAN KRIEKEN Jan (NL), DE VOS Siebe Cornelis (NL), KAMP Johannes Adrianus (NL) | | | | |
| (74) | Công ty Luật TNHH Phạm và Liên danh (PHAM & ASSOCIATES) | | | | |
-

(54) **PHƯƠNG PHÁP LOẠI BỎ DIESTE VÒNG CỦA AXIT 2-HYDROXY ALKANOIC RA KHỎI HƠI**

(57) Sáng chế đề cập đến phương pháp loại bỏ dieste vòng của axit 2-hydroxy alkanoic ra khỏi hơi chứa dieste nêu trên, trong đó hơi này được cho tiếp xúc với dung dịch nước để sao cho dieste hòa tan trong dung dịch này. Phương pháp theo sáng chế, khác biệt ở chỗ, dung dịch này là dung dịch kiềm, tốt hơn là có độ pH trên 10. Vấn đề về sự hình thành huyền phù dieste trong các dung dịch nước có thể tránh được nhờ phương pháp theo sáng chế. Phương pháp này có thể được áp dụng với rất nhiều ưu điểm trong quá trình sản xuất hoặc chuyển hóa lactit.



Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến phương pháp loại bỏ dieste vòng của axit 2-hydroxy alkanoic ra khỏi hơi chứa dieste nêu trên, trong đó hơi này được cho tiếp xúc với dung dịch nước để sao cho dieste hòa tan trong dung dịch này.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Các axit 2-hydroxy alkanoic và các dieste vòng của chúng hiện đang nhận được nhiều sự chú ý. Các axit và các dieste này có thể được sử dụng để tạo ra các polyme loại axit poly(2-hydroxy alkanoic). Một ví dụ đã biết rõ về các polyme như vậy là polyglycolit. Tuy nhiên, sự quan tâm đặc biệt được dành cho polylactit (còn được gọi là axit polylactic và được viết tắt là PLA). Nó là một polyester béo, có thể được sản xuất từ các nguồn nguyên liệu tái tạo. Quy trình sản xuất này có thể bao gồm quá trình lên men vi sinh các nguồn có sẵn trong tự nhiên như tinh bột hoặc các hydrat cacbon khác thành axit lactic. PLA thường được tổng hợp bởi quá trình trùng hợp mở vòng (ROP) của lactit, dieste vòng (hoặc dime vòng) của axit lactic (axit 2-hydroxy propanoic).

Cả trong quá trình tổng hợp các dieste vòng cũng như trong quá trình chuyển hóa chúng thành polyme, các dòng hơi đều chứa những lượng nhỏ của dieste vòng mà chúng cần phải được loại bỏ. Để giảm bớt thiệt hại, thì lượng dieste vòng như vậy trong các hơi cần phải được giảm đến mức tối thiểu. Ngoài ra, quá trình thủy phân các sản phẩm của các dieste này có thể gây ra các vấn đề về sự ăn mòn trong thiết bị dùng để tổng hợp hoặc chuyển hóa các dieste. Vấn đề này được đặc biệt lưu ý đối với axit lactic, là sản phẩm thủy phân của lactit. Các phương pháp ngưng tụ và rửa đã được đặc biệt phát triển nhằm giảm càng thấp càng tốt hàm lượng dieste trong các hơi thoát ra.

Một phương pháp đã được nêu trong phần mở đầu của tài liệu sáng chế số JP H10-17653. Cụ thể hơn, tài liệu này mô tả phương pháp sản xuất PLA từ lactit trong thùng phản ứng trùng hợp. Theo phương pháp này, lactit chưa phản ứng được loại bỏ dưới dạng hơi từ thùng phản ứng, hơi này hầu hết được hóa lỏng

trong bộ trao đổi nhiệt và sau đó được thu gom trong thùng tháo. Một phần nhỏ của lactit không hóa lỏng được vận chuyển bởi bộ phận đẩy vào bộ ngưng tụ khí áp. Trong bộ ngưng tụ này, lactit được cho tiếp xúc với dung dịch nước mà chủ yếu chứa lactit, sản phẩm thủy phân của nó là axit lactic và nước.

Trong thực tế, phương pháp đã biết này có một nhược điểm rõ rệt. Mức độ thủy phân tương đối thấp của lactit thành axit lactic trong dung dịch nước đi kèm với tính hòa tan thấp của lactit trong các dung dịch nước, có thể dẫn đến sự hình thành huyền phù lactit trong các dung dịch này. Điều này đặc biệt xảy ra trong trường hợp các thiết bị được vận hành ở áp suất thấp. Trong những trường hợp như vậy, nhiệt độ vận hành sẽ phải được chọn ở mức tương đối thấp nhằm tránh làm sôi dung dịch nước. Nhiệt độ vận hành thấp dẫn đến tốc độ thủy phân thấp. Theo giải pháp nêu trong đơn yêu cầu cấp patent nêu trên, các bộ lọc đặc biệt được áp dụng trong một kết cấu trong số các kết cấu của bộ ngưng tụ để lọc huyền phù lactit này. Theo cách này, có thể tránh được sự tắc của các bộ phận khác nhau của kết cấu của bộ ngưng tụ bởi huyền phù lactit. Tuy nhiên, việc bổ sung các bộ lọc trong kết cấu của bộ ngưng tụ làm tăng các chi phí không mong muốn về thiết bị.

Danh mục tài liệu trích dẫn

[Tài liệu patent]

Tài liệu patent 1 : Công bố đơn yêu cầu cấp patent số JP H10-17653 (A), công bố ngày 20/01/1998.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Sáng chế nhằm mục đích cải tiến phương pháp đã biết. Cụ thể, mục đích của sáng chế là đề xuất phương pháp mà có thể được ưu tiên thực hiện với hiệu quả cao hơn, thiết bị đơn giản hơn và/hoặc với các chi phí thấp hơn.

Mục đích này và các mục đích khác của sáng chế đạt được nhờ phương pháp loại bỏ dieste vòng của axit 2-hydroxy alkanoic ra khỏi hơi chứa dieste nêu trên, trong đó hơi này được cho tiếp xúc với dung dịch nước để sao cho dieste hòa tan trong dung dịch này, phương pháp này còn khác biệt ở chỗ, dung dịch này là một dung dịch kiềm. Theo định nghĩa, dung dịch như vậy có độ pH (độ axit) lớn hơn 7.

Sáng chế dựa trên cơ sở phát hiện của các tác giả sáng chế rằng quá trình thủy phân các dieste vòng của các axit 2-hydroxy alkanoic trong dung dịch nước có thể được tăng tốc nhiều nếu quá trình thủy phân này được thực hiện trong dung dịch kiềm. Do sự thủy phân của các dieste này trong nước, nên tính axit của dung dịch nước như vậy tăng. Điều này đặc biệt thấy trong trường hợp các dung dịch không được đệm. Sự thủy phân của phân tử dime vòng dẫn đến sự hình thành một phân tử dime mạch thẳng tương ứng của nó hoặc hai phân tử monome axit 2-hydroxy alkanoic tương ứng của nó. Sự hình thành các sản phẩm thủy phân này dẫn đến làm giảm độ pH của dung dịch tới trị số thấp hơn nhiều so với 7. Trong các điều kiện axit, quá trình thủy phân của các dieste đã nêu xảy ra tương đối chậm. Tuy nhiên, trong các điều kiện kiềm, quá trình thủy phân nhanh hơn nhiều sẽ xảy ra. Do quá trình thủy phân nhanh hơn được đề cập trong các điều kiện kiềm, nên vấn đề về sự tạo thành huyền phù lactit như đã được đề cập đối với các giải pháp thuộc tình trạng kỹ thuật được giảm nhiều và, khi các điều kiện được chọn tốt, thì hiện tượng này sẽ hoàn toàn không xảy ra.

Điều được nhấn mạnh là khí hoặc hơi chứa lactit có thể chứa các thành phần bổ sung. Tùy thuộc vào quy trình mà hơi các dieste được rút ra, mà có thể còn chứa các sản phẩm thủy phân của dieste vòng, nước và/hoặc các thành phần khác có nguồn gốc từ phương pháp này cũng như khí rò rỉ từ môi trường xung quanh. Các sản phẩm thủy phân như vậy của dime vòng có thể là dime mạch thẳng tương ứng hoặc monome axit 2-hydroxy alkanoic tương ứng.

Mô tả vắn tắt hình vẽ

Các khía cạnh đã nêu và các khía cạnh khác của sáng chế sẽ trở nên rõ ràng hơn qua phần mô tả liên quan tới các thử nghiệm được mô tả dưới đây có dựa vào hình vẽ, trong đó :

Fig.1 là hình vẽ thể hiện mặt cắt của thiết bị mà trong đó phương pháp theo sáng chế có thể được thực hiện.

Điều được nhấn mạnh là hình vẽ này chỉ minh họa dưới dạng sơ đồ và không tuân theo tỷ lệ tương xứng.

Mô tả chi tiết sáng chế

Theo một phương án đáng lưu ý, phương pháp theo sáng chế, khác biệt ở chỗ, dieste là lactit và axit 2-hydroxy alkanoic là axit lactic. Các thử nghiệm đã cho thấy rằng tốc độ của quá trình thủy phân lactit thành axit lactic sẽ tăng mạnh khi quá trình thủy phân xảy ra trong dung dịch nước có độ pH lớn hơn 7. Độ pH cao này khiến cho axit lactic sẽ chủ yếu là ở dạng lactat của nó. Ion trái dấu của phân tử lactat sẽ tùy thuộc vào bản chất của bazơ được sử dụng cho quá trình kiềm hóa thực tế.

Điều được lưu ý là hiệu ứng thủy phân này không chỉ giới hạn ở một loại lactit đặc biệt. Do sự có mặt của hai nguyên tử bất đối xứng trong lactit, nên phân tử này có thể tồn tại dưới ba dạng cấu trúc hình học khác nhau, chúng là các chất đồng phân không đối quang. Các cấu trúc khác nhau có thể được phân biệt là (R,R)-lactit (hoặc D-lactit), (S,S)-lactit (hoặc L-lactit) và (R,S)-lactit (hoặc meso-lactit). Cả ba chất đồng phân không đối quang của lactit đều thể hiện hiệu ứng tốc độ thủy phân cao trong các điều kiện kiềm.

Theo một phương án được ưu tiên, phương pháp theo sáng chế, khác biệt ở chỗ, độ pH của dung dịch này được duy trì ở mức trên 10. Trong điều kiện này, sự thủy phân của dieste vòng xảy ra hầu như chỉ thông qua quy trình được gọi là 'xà phòng hóa'. Quá trình thủy phân kiềm dưới cơ chế này cho phép phân hủy nhanh dieste thành dime mạch thẳng tương ứng. Trong những trường hợp này, sự cắt liên kết este tạo ra rượu cùng với muối của axit carboxylic. Trong trường hợp cụ thể này, rượu và axit carboxylic đã khử proton là các phần của cùng một phân tử (như lactat chẳng hạn). Trái ngược hẳn với sự thủy phân axit, mặc dù sự thủy phân kiềm không phải là một phản ứng cân bằng, song là một phản ứng xảy ra tới mức chuyển hóa 100%. Do đó, cơ chế thủy phân này là hoàn toàn khác hẳn với cơ chế tạo sự thủy phân trong các điều kiện axit. Khi độ pH của dung dịch này được duy trì ở mức trên 10, không thấy xuất hiện huyền phù lactit. Trong những trường hợp này, các biện pháp để lọc huyền phù lactit là không cần thiết và có được sự vận hành đáng tin cậy hơn của phương pháp này. Tốt hơn là, độ pH của dung dịch nước được duy trì ở mức trên 11. Trong các điều kiện này, tốc độ thủy phân este được tăng cao đáng kể. Tốc độ thủy phân các dieste vòng, và đặc biệt là lactit, được nâng cao hơn nữa khi độ pH của dung dịch nước ở mức trên 12.

Theo một phương án đáng lưu ý, phương pháp theo sáng chế, khác biệt ở chỗ, độ pH của dung dịch kiềm được duy trì nằm trong khoảng mong muốn bằng cách bổ sung bazơ. Các loại bazơ khác nhau có thể được sử dụng cho mục đích này, như các bazơ Lewis (như pyridin) hoặc các bazơ Brønsted (như amoniac lỏng). Việc dùng các oxit kim loại hoặc cacbonat kim loại rẻ tiền cho các kết quả tốt hơn. Các hydroxit thông thường, như amoni hydroxit là được ưu tiên so với các bazơ đã nêu trên. Các kết quả tốt hơn nữa sẽ đạt được khi hydroxit kim loại được dùng làm bazơ, trong số đó natri hydroxit và kali hydroxit là các bazơ được chọn đầu tiên. Tốt hơn, nếu các bazơ được sử dụng dưới dạng các dung dịch nước đặc. Ở dạng này, chúng có thể được bổ sung một cách rất dễ dàng và chính xác vào dung dịch kiềm mà trong đó quá trình thủy phân xảy ra. Các dung dịch đặc như vậy có thể chứa khoảng 30-55% khối lượng bazơ đặc thù trong nước. Natri hydroxit và kali hydroxit làm cho axit lactic được tạo thành trong quá trình thủy phân lactit để chuyển hóa thành natri lactat và kali lactat, một cách tương ứng. Nhìn chung, các muối lactat thể hiện độ tan tốt trong các dung dịch nước. Điều này là đặc biệt đối với các muối Na- và K- của axit lactic.

Theo một phương án của sáng chế, có lợi nếu bazơ liên tục được bổ sung vào. Phương án như vậy có thể được sử dụng một cách hiệu quả trong các quy trình sản xuất liên tục trong đó dieste vòng, như lactit, được loại bỏ một cách liên tục ra khỏi dòng hơi hoặc dòng khí chứa dieste này.

Theo một phương án của phương pháp theo sáng chế, lượng bazơ được bổ sung vào dung dịch này được kiểm soát một cách tự động dựa trên cơ sở giá trị độ pH của dung dịch. Theo phương án này của sáng chế, việc cấp bazơ vào dung dịch nước được điều chỉnh bằng một cơ chế phản hồi trong đó độ pH của dung dịch cung cấp giá trị đầu vào. Phương án như vậy có thể là rất đáng xem xét để thực hiện trong các quy trình sản xuất liên tục.

Theo một phương án thực hiện cụ thể của phương pháp theo sáng chế trong đó nhiệt độ của dung dịch được duy trì nằm trong khoảng từ 5°C đến 40°C. Thực tế đã chỉ ra rằng trong các điều kiện khí quyển, phương pháp theo sáng chế có thể được thực hiện ở nhiệt độ bất kỳ nằm trong khoảng giữa điểm đông đặc và điểm sôi của dung dịch nước này. Trong thực tế, điều này có nghĩa là nhiệt độ bất kỳ nằm trong khoảng từ -20°C đến 110°C. Tuy nhiên, nhiều quy trình mà

trong đó các hơi chứa dieste vòng được loại bỏ và được làm sạch ra khỏi hơi được tiến hành ở các áp suất thấp, chúng thường nằm trong khoảng từ 100 đến 4000Pa và đặc biệt là nằm trong khoảng từ 200 đến 2500Pa. Trong các điều kiện này, quy trình này vận hành tối ưu ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 5°C đến 40°C và tốt hơn là nằm trong khoảng từ 10°C đến 25°C.

Điều ngạc nhiên đã phát hiện ra là quy trình theo sáng chế có thể được thực hiện ở các áp suất thấp hơn nhiều so với trường hợp được áp dụng trong các quy trình thuộc tình trạng kỹ thuật. Do vậy, khi các dung dịch nước có cùng nồng độ của axit lactic và các muối lactat được so sánh dưới cùng điều kiện áp suất giống nhau, thì điểm sôi của các dung dịch loại muối lactat dường như là cao hơn một cách đáng kể. Thực tế là việc quy trình này có thể được thực hiện ở một áp suất thấp trước khi dung dịch nước này bắt đầu sôi sẽ là một lợi thế quan trọng.

Theo một phương án thực hiện cụ thể khác của phương pháp theo sáng chế, hơi và dung dịch được cho tiếp xúc trong cột, trong đó dòng hơi và dòng dung dịch được dẫn theo hướng ngược nhau qua cột này. Với kết cấu dòng ngược này của phương pháp theo sáng chế, sự tiếp xúc rất mật thiết giữa hơi và dung dịch nước có thể đạt được do việc chảy ngược nhiều nhau của hơi và dung dịch. Đặc biệt là, phương án này của phương pháp theo sáng chế có thể được áp dụng rất thành công trong các điều kiện áp suất thấp.

Một sự cải thiện khác theo phương án nêu trên của phương pháp theo sáng chế đạt được khi dung dịch này được phun trong cột nêu trên bởi bộ phân phối chất lỏng. Bằng bộ phân phối chất lỏng như vậy, các giọt nhỏ của dung dịch nước được tạo ra trong cột. Sự tạo thành của các giọt nhỏ trong cột làm tăng diện tích tiếp giáp lỏng-hơi, dẫn đến sự chuyển khối tốt hơn giữa chất lỏng và hơi. Kết quả là loại bỏ một cách hiệu quả hơn dieste vòng (đặc biệt là dưới dạng lactit) ra khỏi dòng hơi. Do huyền phù dieste vòng không được tạo ra trong chất lỏng, nên sự tắc của bộ phân phối chất lỏng không xảy ra. Do đó, các bộ phân phối chất lỏng có các lỗ phun chất lỏng rất nhỏ có thể được sử dụng trong những trường hợp này.

Một sự cải thiện khác của phương pháp theo sáng chế đạt được khi dung dịch và hơi được dẫn qua tầng nhồi, nó có mặt trong cột. Sự có mặt của tầng nhồi như vậy làm tăng hơn nữa diện tích tiếp giáp hơi-lỏng. Trong những trường hợp

này, tốc độ chuyển khối của dieste vòng như lactit từ hơi sang chất lỏng được tăng mạnh. Do dung dịch nước có tính kiềm, nên sự tắc của tầng nhồi do dieste vòng không hòa tan sẽ không xảy ra. Điều được lưu ý là các loại tầng nhồi khác nhau, như vật liệu nhồi xếp chồng và vật liệu nhồi ngẫu nhiên có thể được sử dụng trong phạm vi của sáng chế. Vật liệu nhồi ngẫu nhiên có thể gồm các vật liệu nhồi dạng vòng hoặc dạng hình yên ngựa.

Một phương án tiếp theo của phương pháp theo sáng chế, khác biệt ở chỗ, dung dịch được được tuần hoàn. Khi dung dịch nước được duy trì ở giá trị độ pH trên 7 và tốt hơn là trên 10, các dieste vòng được tạo ra của axit 2-hydroxy alkanoic bất kỳ sẽ bị thủy phân nhanh chóng chủ yếu thành muối của axit 2-hydroxy alkanoic tương ứng. Các sản phẩm thủy phân như vậy dường như là hòa tan ngay trong dung dịch nước kiềm tính. Nhờ việc thủy phân dieste nhanh chóng và độ tan cao của muối tương ứng, nên chỉ cần có một lượng tương đối nhỏ dung dịch kiềm trong quá trình rửa. Nhờ vậy, kích thước tích trữ dung dịch kiềm trong thiết bị có thể là tương đối nhỏ, dẫn đến sự hạ thấp các chi phí cho toàn bộ thiết bị.

Cũng đáng quan tâm là phương án của phương pháp theo sáng chế có dấu hiệu là dung dịch tuần hoàn được dẫn qua bộ trao đổi nhiệt. Phương án này đặc biệt hữu ích trong trường hợp hơi chứa dieste vòng có nhiệt độ khá cao. Nó chỉ nhiệt độ nằm trong khoảng từ 95°C đến 250°C. Trong trường hợp như vậy, nhiệt độ của dung dịch nước có thể tăng khá nhanh. Do phương pháp theo sáng chế được ưu tiên sử dụng trong các quy trình với các điều kiện áp suất thấp, nên điều đó là rất không được mong muốn. Vì vậy, việc sôi sớm của của dung dịch được gia nhiệt có thể dẫn đến kết quả không được mong muốn, đặc biệt là khi dung dịch rửa tuần hoàn. Sự có mặt của bộ trao đổi nhiệt có thể ngăn ngừa vấn đề này nhờ việc hấp thu một phần năng lượng của dung dịch nước.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Trong thử nghiệm thứ nhất theo sáng chế, hơi chứa lactit (cụ thể là dieste vòng đã loại nước của axit lactic hoặc axit 2-hydroxy propanoic) được dẫn qua đường ống dẫn hơi 1 vào cột rửa ướt 2 được thể hiện trong Fig.1. Hơi này có thể có nguồn gốc từ quy trình sản xuất lactit hoặc quy trình sản xuất axit polylactic

(PLA). Cột 2 bao gồm tầng nhồi 3, nó mở rộng trên toàn bộ đường trính trong của cột. Cột này còn được lắp cùng với đường ống thoát hơi 4 và bộ phân phối chất lỏng 5. Hơi đi qua tầng nhồi 3 và ra khỏi cột qua đường ống thoát hơi 4. Nhờ bơm chân không 6, áp suất thấp khoảng 1500Pa được tạo ra trong cột. Bơm 6 cũng hút hơi chứa dieste vòng, như lactit, từ đường ống dẫn vào 1, qua cột 2, tầng nhồi 3 và đường ống thoát 4 vào hệ thống thu gom khí xả (không được thể hiện).

Cột 2 còn bao gồm khoang chứa chất lỏng 7, nó chứa dung dịch nước. Chất lỏng bổ sung có thể được đưa vào khoang 7 qua đường ống dẫn chất lỏng lỏng vào 8. Trong thử nghiệm này theo sáng chế, dung dịch nước trong khoang 7 được tạo thành dung dịch kiềm bằng cách bổ sung bazơ. Dung dịch này được tuần hoàn qua hệ thống tuần hoàn chất lỏng bao gồm đường ống tuần hoàn chất lỏng 9, sự tuần hoàn này được dẫn động bởi bơm chất lỏng 10. Trong thực tế, dung dịch nước được bơm từ khoang chứa chất lỏng 7 qua đường ống 9 và bộ trao đổi nhiệt 11 vào bộ phân phối chất lỏng 5. Trong bộ phân phối 5, dung dịch kiềm được chuyển hóa từ dòng lỏng thành các giọt nhỏ. Các giọt nhỏ này rơi lên trên và phân bố trên bề mặt trên 12 của tầng nhồi 3. Do trọng lực, các giọt nhỏ của dung dịch nước đi qua tầng nhồi 3 và rơi vào trong dung dịch nước có mặt trong khoang chứa 7. Kích cỡ của khoang 7 tùy thuộc vào thời gian lưu trú cần thiết trong các điều kiện vận hành được áp dụng. Điều được lưu ý đối với sáng chế này là, không nhất thiết rằng khoang 7 phải được tích hợp trong cột 2 như được thể hiện theo phương án này.

Do sự có mặt của tầng nhồi 3, sự chuyển khối hiệu quả của dieste vòng của axit 2-hydroxy alkanoic (cụ thể là lactit) từ hơi vào dung dịch nước có thể đạt được. Do đó, lactit được rửa hết ra khỏi hơi vào dung dịch nước. Nhiệt có thể thâm nhập vào cột nhờ dòng hơi sẽ được chuyển một cách hiệu quả vào dung dịch nước kiềm tính và sau đó có thể được loại bỏ ra khỏi dung dịch này nhờ bộ trao đổi nhiệt 11.

Trong toàn bộ thử nghiệm, độ pH của dung dịch này được duy trì ở mức trên 10. Điều này đạt được bằng cách bổ sung bazơ. Trong thử nghiệm này, natri hydroxit được sử dụng làm bazơ. Được xem là có lợi nếu bổ sung bazơ một cách liên tục, tốt hơn là ở dạng lỏng. Đối với thử nghiệm này, dung dịch nguyên liệu

thương phẩm có 50% khối lượng NaOH trong nước (Brenntag, technical grade) được sử dụng. Về nguyên tắc, việc bổ sung hydroxit này vào dung dịch nước có thể được thực hiện thông qua đường ống dẫn bất kỳ vào hệ thống tuần hoàn.

Một số thử nghiệm được tiến hành với dung dịch nước kiềm tính có độ pH nằm trong khoảng từ 7 đến 10 cho thấy sự hình thành của các kết tủa lactit nhỏ có thể xảy ra trong các điều kiện này. Tuy nhiên, lượng của các kết tủa như vậy sẽ gia tăng khi độ pH tăng (độ pH nằm trong khoảng từ 7 đến 10). Ở giá trị độ pH trên 10, không thấy có các kết tủa lactit. Các kết tủa như vậy hoặc huyền phù vẫn không có mặt ngay cả sau khi cho tiếp xúc trong một khoảng thời gian dài hơi chứa lactit với dung dịch rửa kiềm tính tuần hoàn. Trong quá trình tuần hoàn trong khoảng thời gian dài này, nồng độ của natri lactat trong dung dịch nước tăng lên mạnh. Do natri lactat có độ tan cao (>70% khối lượng ở 20°C), nên nồng độ cao này không gây ra các vấn đề bất kỳ, do huyền phù không được hình thành.

Trong quá trình thử nghiệm, giá trị độ pH của dung dịch nước theo thời gian được giám sát liên tục thông qua bộ cảm biến pH (không được thể hiện) có mặt trong đường ống tuần hoàn chất lỏng 9. Trên cơ sở các thay đổi của giá trị độ pH đo được theo thời gian, lượng bazơ được bổ sung được tự động điều chỉnh thông qua bộ phận phản hồi ngược (cũng không được thể hiện) để duy trì độ pH của dung dịch ở một giá trị không đổi. Liên quan đến việc áp suất thấp trong cột 2, nhiệt độ của dung dịch nước được ưu tiên duy trì ở mức dưới 40°C nhờ bộ trao đổi nhiệt 11. Trong thử nghiệm này theo sáng chế, nhiệt độ của dung dịch nước được duy trì xung quanh 15°C.

Thể tích của khoang chứa chất lỏng 7 cho dung dịch kiềm sẽ tăng khi chất lỏng bổ sung đi vào cột. Về nguyên tắc, có hai cách thức có thể tạo ra sự tăng như vậy. Thứ nhất là, vòi phun hơi nước (không được thể hiện) có thể được gắn vào đường ống dẫn hơi vào 1. Vòi phun như vậy sẽ làm cho hơi đi vào bộ ngưng tụ 2 sẽ chứa lactit, nước và các sản phẩm thủy phân của lactit. Cách thứ hai là, việc bổ sung bazơ đặc qua đường ống dẫn chất lỏng 8 vào khoang 7 cũng dẫn đến làm tăng thể tích của dung dịch nước trong khoang 7. Tuy nhiên, tốt hơn nếu thể tích này được duy trì gần như không đổi. Điều này đạt được nhờ bộ cảm biến đo mức (không được thể hiện), cung cấp dữ liệu cho van 13 trên đường ống thoát

hơi 14. Nếu mức dung dịch kiềm trở nên quá cao, thì bộ cảm biết đo mức sẽ gửi một tín hiệu để mở van 13. Do đó, một thể tích được mong muốn của dung dịch được tháo ra qua đường ống 14 cho đến khi đạt được mức thể tích cần thiết của dung dịch trong khoang 7. Thể tích cần thiết này tương ứng với mức được mong muốn của dung dịch trong khoang 7.

Trong một thử nghiệm so sánh không theo sáng chế, nguyên liệu dung dịch kiềm ban đầu được sử dụng trong thử nghiệm được mô tả ở trên được thay thế bằng dung dịch nước có độ pH khoảng 7. Trong quá trình tuần hoàn của dung dịch nước, nó được cho tiếp xúc trong tầng nhồi 3 với dòng hơi chứa lactit. Do sự thủy phân, nên một phần lactit đã hòa tan trong dung dịch nước được chuyển hóa nhờ đime mạch thẳng thành axit lactic. Do đó, độ pH của dung dịch nước giảm từ độ pH 7 (gần như giống nước tinh khiết) xuống các giá trị độ pH dưới 4. Tùy thuộc vào lượng lactit được rửa ra khỏi dung dịch nước, một phần lactit đã hòa tan sẽ kết tủa trong dung dịch nước. Các kết tủa này có thể làm tắc nghẽn tầng nhồi 3 hoặc các bộ phận của hệ thống tuần hoàn (như bộ phân phối chất lỏng 5). Điều này là rất không được mong muốn.

Trong các thử nghiệm bổ sung theo sáng chế, lactit được thay thế bằng mandelit, là dieste vòng của axit 2-hydroxy-2-phenylaxetic (còn được gọi là axit mandelic). Mức độ hòa tan của mandelit trong dung dịch trung tính, dung dịch axit và dung dịch kiềm đã được kiểm tra và so sánh với nhau. Nhằm mục đích này, dung dịch nước có tính axit được tạo ra bằng cách hoà tan 10% khối lượng axit mandelic trong nước. Dung dịch nước kiềm tính được tạo ra bằng cách bổ sung NaOH cho đến khi đạt độ pH 13. Dung dịch nước trung tính gồm nước tinh khiết không được đệm. Ba dung dịch nước này được bổ sung 2% khối lượng mandelit. Tất cả các dung dịch được giữ ở 20°C và được khuấy trong vài giờ. Trong khoảng thời gian này, mức độ hòa tan của mandelit trong các dung dịch nước được đánh giá trực quan.

Có vẻ như là sau 60 phút, mandelit đã không được hòa tan hoàn toàn trong dung dịch trung tính. Điều này tiếp tục xảy ra trong dung dịch axit, gần như toàn bộ mandelit được bổ sung vẫn không được hòa tan sau 60 phút. Tuy nhiên, dường như là trong dung dịch kiềm thì khoảng 50% mandelit được bổ sung được hoà tan trong 60 phút.

Từ những quan sát này, có thể kết luận rằng mức độ thủy phân mandêlit là thấp trong dung dịch nước trung tính, tốt hơn một chút trong dung dịch nước có tính axit và là tốt nhất trong dung dịch nước kiềm tính. Điều được tin chắc là sự hòa tan tương đối nhanh của mandêlit trong dung dịch nước kiềm tính là dựa trên cơ sở cùng cơ chế giống như quá trình xà phòng hóa tạo ra sự thủy phân nhanh chóng của lactit trong các điều kiện kiềm. Việc so sánh giữa sự thủy phân của lactit và mandêlit cho thấy rằng trong cùng một điều kiện (độ pH, nhiệt độ, nồng độ), lactit thủy phân nhanh hơn trong dung dịch kiềm so với mandêlit.

Tóm lại, phương pháp theo sáng chế đưa ra một phương pháp cải thiện để rửa các dieste vòng như lactit ra khỏi dòng hơi, đồng thời tránh được các vấn đề gây tắc trong quá trình rửa. Phương pháp này có thể được áp dụng với nhiều lợi thế trong các quy trình đòi hỏi việc loại bỏ lactit hoặc đime axit 2-hydroxy alkanolc vòng khác ra khỏi dòng hơi chứa đime như vậy. Nó là một trường hợp trong quá trình sản xuất hoặc đime vòng như vậy cũng như trong khi hoặc sau khi sử dụng đime như vậy trong quy trình trùng hợp.

Mặc dù sáng chế đã được minh họa và được mô tả chi tiết trong phần mô tả nêu trên, song sự mô tả như vậy chỉ được xem là để minh họa hoặc để lấy làm ví dụ và không nhằm mục đích giới hạn; sáng chế không chỉ giới hạn ở các phương án và các thử nghiệm đã được mô tả. Các biến thể của các phương án đã mô tả có thể được hiểu và được thực hiện bởi các chuyên gia trong lĩnh vực kỹ thuật này khi thực hành sáng chế trên cơ sở nghiên cứu phần mô tả và Yêu cầu bảo hộ kèm theo.

Trong phần Yêu cầu bảo hộ, thuật ngữ "bao gồm" không nhằm loại trừ các bước hoặc các thành phần khác, và tiếp đầu tố "một" không nhằm loại trừ đối với tiếp đầu tố "nhiều". Thực tế là cho dù một số phương án được xác định trong các điểm Yêu cầu bảo hộ phụ thuộc khác nhau sẽ không có nghĩa là sự kết hợp của các phương án như vậy không được áp dụng một cách có lợi.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp loại bỏ dieste vòng của axit 2-hydroxy alkanoic ra khỏi hơi chứa dieste, trong đó hơi này được cho tiếp xúc với dung dịch nước để sao cho dieste hòa tan trong dung dịch này, khác biệt ở chỗ, dung dịch này là dung dịch kiềm.
2. Phương pháp theo điểm 1, khác biệt ở chỗ, dieste nêu trên là lactit và axit hydroxy alkanoic nêu trên là axit lactic.
3. Phương pháp theo điểm 1 hoặc 2, khác biệt ở chỗ, độ pH của dung dịch này được duy trì ở mức trên 10.
4. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm 1, 2 hoặc 3, khác biệt ở chỗ, độ pH của dung dịch kiềm được duy trì nằm trong khoảng độ pH mong muốn bằng cách bổ sung bazơ.
5. Phương pháp theo điểm 4, khác biệt ở chỗ, bazơ là hydroxit kim loại.
6. Phương pháp theo điểm 4 hoặc 5, khác biệt ở chỗ, bazơ liên tục được bổ sung vào.
7. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm 4, 5 hoặc 6, khác biệt ở chỗ, lượng bazơ được bổ sung vào dung dịch này được kiểm soát một cách tự động dựa trên độ pH của dung dịch này.
8. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 tới 7, khác biệt ở chỗ, nhiệt độ của dung dịch được duy trì nằm trong khoảng từ 5°C đến 40°C.
9. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 tới 8, khác biệt ở chỗ, hơi và dung dịch được cho tiếp xúc trong cột, trong đó dòng hơi và dòng dung dịch được dẫn theo hướng ngược nhau qua cột này.
10. Phương pháp theo điểm 9, khác biệt ở chỗ, dung dịch này được phun trong cột bởi bộ phân phối chất lỏng.
11. Phương pháp theo điểm 9 hoặc 10, khác biệt ở chỗ, dung dịch và hơi được dẫn qua tầng nhồi có mặt trong cột.
12. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm 9, 10 hoặc 11, khác biệt ở chỗ, dung dịch này được tuần hoàn.
13. Phương pháp theo điểm 12, khác biệt ở chỗ, dung dịch tuần hoàn được dẫn qua bộ trao đổi nhiệt.

