



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

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

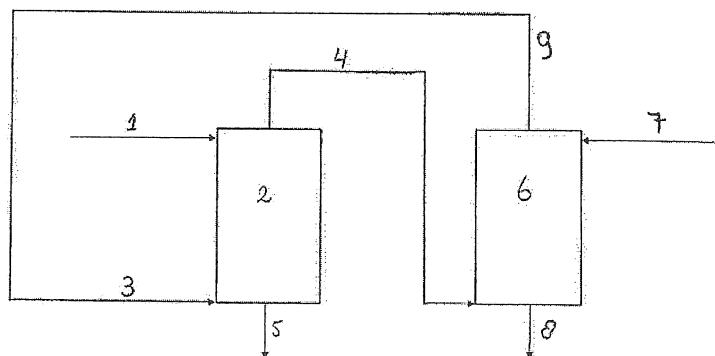
(11) 
1-0022515

(51)⁷ C07C 51/48, 59/08, B01D 11/04, C12P 7/00 (13) B

-
- | | | | | | |
|------|--|------------|------------|---------------|------------|
| (21) | 1-2014-02253 | (22) | 21.12.2012 | | |
| (86) | PCT/EP2012/076696 | 21.12.2012 | (87) | WO2013/093028 | 27.06.2013 |
| (30) | 11195691.8 | 23.12.2011 | EP | | |
| | 61/579,730 | 23.12.2011 | US | | |
| (45) | 25.12.2019 | 381 | (43) | 27.10.2014 | 319 |
| (73) | PURAC BIOCHEM BV (NL)
Arkelsedijk 46, NL-4206 AC Gorinchem, The Netherlands | | | | |
| (72) | DE HAAN André Banier (NL), VAN KRIEKEN Jan (NL), ĐEKIC ZIVKOVIC Tanja (NL) | | | | |
| (74) | Công ty Luật TNHH Phạm và Liên danh (PHAM & ASSOCIATES) | | | | |
-

(54) PHƯƠNG PHÁP THU HỒI AXIT LACTIC TỪ HỖN HỢP NƯỚC

(57) Sáng chế đề cập đến phương pháp thu hồi axit lactic từ hỗn hợp nước bao gồm các bước: tạo ra hỗn hợp nước gồm axit lactic và ít nhất là 5% khối lượng magie clorua hòa tan, tính theo tổng khối lượng của nước và chất liệu đã hòa tan trong hỗn hợp nước này, chiết axit lactic từ hỗn hợp nước này vào chất lỏng hữu cơ thứ nhất chứa dung môi hữu cơ được chọn từ nhóm gồm các keton có từ 5 nguyên tử cacbon trở lên, dietylete và metyl-tert-butyl-ete, nhờ đó tạo ra dung dịch axit lactic hữu cơ và chất lỏng thải trong nước chứa magie clorua, và chiết axit lactic từ dung dịch axit lactic hữu cơ vào dung dịch nước, nhờ đó tạo ra dung dịch axit lactic trong nước và chất lỏng hữu cơ thứ hai. Phương pháp theo sáng chế cho phép kết hợp bước tinh chế và cô đặc đối với các dung dịch cấp axit lactic.



Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến phương pháp điều chế dung dịch axit lactic bằng cách sử dụng quá trình chiết.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

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

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

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

WO95/03268 đề xuất quy trình thu hồi axit hữu cơ từ dịch lên men bởi việc làm trong dịch này để loại bỏ ít nhất phần đáng kể của các tạp chất có trong nó, tạo

ra liệu cấp đã làm trong; axit hóa liệu cấp đã làm trong bằng cách bổ sung một lượng axit vô cơ đủ hiệu quả để hạ thấp độ pH của liệu cấp nằm trong khoảng từ 1,0 đến 4,5, tạo ra liệu cấp đã axit hóa về cơ bản đã bão hòa đối với ít nhất một chất điện phân được chọn từ nhóm gồm MHSO_4 , M_2SO_4 , M_3PO_4 , M_2HPO_4 , MH_2PO_4 , và MNO_3 , trong đó M được chọn từ nhóm gồm Na, NH_4 , và K; chiết liệu cấp đã axit hóa này bằng hỗn hợp chiết gồm (a) nước, (b) axit vô cơ, với lượng đủ hiệu quả để duy trì độ pH của liệu cấp nằm trong khoảng từ 1,0 đến 4,5, và (c) dung môi bão hòa oxy có khả năng trộn lẫn với nước hạn chế. Quá trình chiết này tạo ra phần chiết dung môi và dịch tàn dư thứ nhất. Phần chiết dung môi này được thực hiện chiết ngược bằng dung dịch nước, nhờ đó tạo ra phần chiết nước giàu axit hữu cơ và dịch tàn dư dung môi nghèo axit hữu cơ.

WO00/17378 mô tả quá trình sản xuất axit lactic bao gồm quá trình lên men, điều chỉnh độ pH bằng $\text{Ca}(\text{OH})_2$ hoặc $\text{Mg}(\text{OH})_2$, bổ sung HCl, và chiết bằng dung môi được chọn trong số các amin, các rượu, và các ete, tốt hơn là rượu isoamyllic, diisopropyl ete, và Alamine 336. Dung môi chứa axit lactic tiếp đó được cho tiếp xúc với nước để tạo ra dung dịch axit lactic, nó được xử lý tiếp.

CN101979368 mô tả quá trình chiết axit từ dung dịch chứa muối. Muối này có thể là muối natri clorua. Chất chiết là metanol, etanol, n-propanol, isopropanol, n-butanol, isobutanol, axeton, etylen glycol, dietyl ete, metyl axetat hoặc etyl axetat.

JP8-337552 mô tả quá trình chuyển hóa muối axit thành axit bằng cách sử dụng axit sulphuric hoặc HCl. Axit này có thể, ví dụ, là axit lactic. Quá trình chiết xảy ra với một hợp chất loại dị vòng đã bão hòa oxy, ví dụ, tetrahydrofuran.

Có nhiều vấn đề khác nhau liên quan đến các quy trình được mô tả trong các tài liệu trích dẫn nêu trên. Một vấn đề đặc biệt liên quan tới trình tự của quá trình chiết trước khi chiết ngược đó là sự tạo thành của các chất lỏng loãng. Nói chung, khi một hợp chất được chiết từ nước bằng cách sử dụng chất lỏng hữu cơ, và sau đó được chiết từ chất lỏng hữu cơ bằng cách sử dụng nước, thì nồng độ của hợp chất này trong chất lỏng nước sản phẩm là sẽ thấp hơn so với trong chất lỏng nước ban đầu. Điều này tất nhiên là một bất lợi, bởi vì sẽ tạo ra các chất lỏng loãng đòi hỏi việc cô tiếp sau.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Do đó, có nhu cầu trong lĩnh vực kỹ thuật này cần đến các quy trình chiết/chiết ngược cho axit lactic, cho phép tách ra axit lactic từ dung dịch muối, mà không có sự tạo thành của các dung dịch axit loãng, và không có sự tạo thành của các tinh thể muối. Sáng chế đề xuất quy trình khắc phục các vấn đề như vậy.

Sáng chế đề cập đến phương pháp thu hồi axit lactic từ hỗn hợp nước bao gồm các bước:

- tạo ra hỗn hợp nước gồm axit lactic và ít nhất là 5% khối lượng magie clorua hòa tan, tính theo tổng khối lượng của nước và chất liệu đã hòa tan trong hỗn hợp nước này,
- chiết axit lactic từ hỗn hợp nước này vào chất lỏng hữu cơ thứ nhất chứa ít nhất là 90% khối lượng dung môi hữu cơ được chọn từ nhóm gồm các keton có từ 5 nguyên tử cacbon trở lên, dietylete và metyl-tert-butyl-ete, nhờ đó tạo ra dung dịch axit lactic hữu cơ và chất lỏng thải trong nước chứa magie clorua, và
- chiết axit lactic từ dung dịch axit lactic hữu cơ vào dung dịch nước, nhờ đó tạo ra dung dịch axit lactic trong nước và chất lỏng hữu cơ thứ hai.

Điều được chỉ ra là quy trình theo sáng chế được đặc tả bởi việc sử dụng một axit đặc biệt, cụ thể là axit lactic, kết hợp với một muối đặc biệt, cụ thể là magie clorua, với một lượng đặc biệt, cụ thể là với lượng ít nhất là 5% khối lượng magie clorua hòa tan, kết hợp với một dung môi đặc biệt dẫn đến quy trình mà trong đó nồng độ của axit lactic trong dung dịch nước thu được sau khi chiết xuôi và chiết ngược là cao hơn so với nồng độ này trong hỗn hợp nước trước khi chiết. Hiệu quả cô đặc này, ví dụ, là có lợi khi dung dịch axit lactic trong nước được tạo ra sau khi chiết ngược cần phải được cô, trong trường hợp này chi phí về năng lượng được tiết kiệm bởi chỉ cần phải làm bay hơi ít nước hơn để tạo ra một nồng độ axit lactic nhất định. Các ưu điểm khác của quy trình theo sáng chế sẽ trở nên rõ ràng hơn qua phần mô tả ở dưới.

Mô tả văn tắt hình vẽ

Fig.1 là hình vẽ thể hiện dạng sơ đồ của một phương án theo sáng chế.

Mô tả chi tiết sáng chế

Điều được lưu ý là US2710880 mô tả việc thu hồi axit lactic từ dung dịch nước bằng cách sử dụng dung môi keton hoặc rượu có thể trộn lẫn được với nước, tốt hơn là có 3-4 nguyên tử cacbon. Dung dịch này chứa muối, tốt hơn là một sulphat. Dung môi được loại bỏ ra khỏi phần chiết bằng cách chưng cất.

GB280969 mô tả quá trình chiết axit lactic bằng cách sử dụng ete hoặc rượu cao với sự có mặt của sulphat hòa tan được, có nguồn gốc từ axit sulphuric. Axit phosphoric và axit oxalic được kể đến làm các phương án tùy chọn.

Điều được lưu ý là CN101979368 mô tả quá trình chiết axit từ dung dịch chứa muối. Chất chiết là metanol, etanol, n-propanol, isopropanol, n-butanol, isobutanol, axeton, etylen glycol, dietyl ete, metyl axetat hoặc etyl axetat.

JP8-337552 mô tả quá trình chuyển hóa muối axit thành axit, tiếp đó là thực hiện quá trình chiết bằng dung môi loại dị vòng đã bão hòa chứa oxy.

GB173479 mô tả phản ứng của magie lactat với axit thích hợp, tiếp đó là quá trình chiết. Việc axit hóa được thực hiện với axit sulphuric; việc chiết được thực hiện với axeton hoặc ete, được làm thích ứng để hoà tan axit lactic. Dung môi được loại bỏ bằng cách bốc hơi hoặc chưng cất.

Không có một viện dẫn nào đã trích dẫn ở trên đề cập đến quy trình chiết ngược. Do đó, các viện dẫn này không được trích dẫn.

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

Có thể là sự có mặt của magie clorua trong hỗn hợp nước này tăng cường cho quá trình chiết axit lactic từ hỗn hợp nước này vào chất lỏng hữu cơ thứ nhất. Điều này sẽ góp phần hiệu quả cô đặc được mô tả ở trên.

Thứ hai là có thể là magie clorua hòa tan làm giảm độ tan của dung môi hữu cơ trong nước. Cụ thể, với các nồng độ cao của magie clorua hòa tan, thì ít dung môi hơn (ví dụ, như MIBK: metyl isobutyl keton) sẽ hoà tan trong hỗn hợp nước này. Hiệu quả này có thể là mạnh mẽ hơn ở nhiệt độ cao hơn, cụ thể là trong khoảng nhiệt độ từ 20°C đến 100°C. Do đó, quá trình chiết xuôi và/hoặc ngược được ưu tiên tiến hành ở nhiệt độ ít nhất là 25°C, tốt hơn là ít nhất là 30°C, tốt hơn nữa ít nhất là 40°C. Dự định rằng hiệu quả này cũng đúng đối với các keton và các ete nói chung. Độ tan thấp của của chất lỏng hữu cơ trong nước sẽ dẫn đến việc

các dòng có độ tinh khiết cao và mất ít dung môi hơn trong cả hai quá trình chiết xuôi và chiết ngược và do vậy có thể dẫn đến một quy trình có hiệu quả hơn. Trái lại, độ tan của nước trong rượu và độ tan của rượu trong nước tăng khi tăng nhiệt độ ở trong khoảng nhiệt độ từ 25°C đến 100°C.

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

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

Các phương án được ưu tiên khác theo sáng chế sẽ được mô tả ở dưới.

Fig.1 là hình vẽ thể hiện dạng sơ đồ của phương án theo sáng chế. Trong Fig.1, số chỉ dẫn (1) thể hiện cho hỗn hợp đầu vào trong nước, nó được cung cấp vào thiết bị phản ứng chiết 2, ở đó nó được cho tiếp xúc với chất lỏng hữu cơ 3. Dòng 4, bao gồm bao gồm axit carboxylic trong chất lỏng hữu cơ được tháo ra từ thiết bị phản ứng chiết 2. Chất lỏng thải trong nước 5 cũng được tháo ra từ thiết bị phản ứng chiết 2. Dòng 4 bao gồm axit carboxylic trong chất lỏng hữu cơ được cung cấp vào thiết bị phản ứng chiết ngược 6, ở đó nó được cho tiếp xúc với chất lỏng trong nước được cấp qua đường ống 7. Dung dịch axit carboxylic trong nước sản phẩm được tháo qua đường ống 8. Chất lỏng hữu cơ được tháo qua đường ống 9, và được tái tuần hoàn vào thiết bị phản ứng chiết 2 qua đường ống 3, tùy ý sau các bước tinh chế trung gian (không được thể hiện).

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

chiết xuôi là quy trình mà trong đó hợp chất cần được chiết được chiết từ hỗn hợp nước vào chất lỏng hữu cơ. Quá trình chiết ngược là quy trình mà trong đó hợp chất cần được chiết được chiết từ chất lỏng hữu cơ vào dung dịch nước.

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

Quá trình chiết xuôi và quá trình chiết ngược khi được sử dụng trong phương pháp theo sáng chế là dựa trên cơ sở sự khác nhau về độ tan của axit lactic trong nước và dung môi hữu cơ ở các nhiệt độ khác nhau. Độ tan của một hợp chất trong một dung môi so với một dung môi khác có thể được biểu hiện theo tỷ lệ phân bố (DR). Tỷ lệ này đưa ra một chỉ báo cho thấy cách thức của một hợp chất sẽ được phân bố trong pha nước (ví dụ, hỗn hợp nước) và pha hữu cơ (ví dụ, chất lỏng hữu cơ) trong một hệ hai pha ở trạng thái cân bằng. Tỷ lệ phân bố này có thể được xác định là tỷ lệ giữa nồng độ axit lactic được hòa tan trong pha hữu cơ ($[\text{axit lactic}]_{\text{hữu cơ}}$) và nồng độ của axit lactic được hòa tan trong nước ($[\text{axit lactic}]_{\text{nước}}$), với điều kiện hai pha này ở trạng thái cân bằng với nhau:

$$DR = [\text{axit lactic}]_{\text{hữu cơ}} / [\text{axit lactic}]_{\text{nước}} \quad (1)$$

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

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

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

phân bố trong quá trình chiết xuôi là cao, thì tương đối ít axit lactic sẽ bị mất đi do phần lớn axit lactic sẽ được hòa tan trong chất lỏng hữu cơ.

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

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

Nếu tỷ lệ phân bố cho quá trình chiết xuôi là cao hơn so với tỷ lệ phân bố cho quá trình chiết ngược, thì điều này sẽ góp phần tới hiệu quả cô đặc, trong đó dung dịch axit lactic trong nước tạo ra sau khi chiết ngược có nồng độ axit lactic cao hơn so với hỗn hợp nước được sử dụng làm nguyên liệu ban đầu trong quá trình chiết xuôi.

Được ưu tiên nếu tỷ số giữa D_{FE} và D_{BE} ít nhất là 1,1, tốt hơn nữa ít nhất là 2. Tỷ số giữa D_{FE} và D_{BE} nói chung sẽ không lớn hơn 10. Khoảng từ 2 đến 5 có thể là được ưu tiên.

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

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

Tốt hơn, nếu hàm lượng axit lactic trong hỗn hợp nước này càng cao càng tốt. Ví dụ, hỗn hợp nước này có thể chứa ít nhất là 5% khối lượng, tốt hơn là ít nhất 10% khối lượng, tốt hơn nữa ít nhất là 15% khối lượng axit lactic, tính theo tổng khối lượng của hỗn hợp nước. Các trị số ít nhất là 20% khối lượng, đặc biệt

hơn ít nhất là 25% khối lượng có thể là được ưu tiên đặc biệt. Nước có mặt trong hỗn hợp nước này có thể được bão hòa bằng axit lactic.

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

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

Hỗn hợp nước bao gồm ít nhất là 5% khối lượng magie clorua hòa tan. Sự có mặt của magie clorua hòa tan trong hỗn hợp nước này có hiệu quả có lợi trong quá trình chiết như được mô tả ở trên. Magie clorua hòa tan khi được sử dụng ở đây dùng để chỉ magie clorua ở trạng thái đã hòa tan của nó, tức là ở dạng các ion đã solvat hóa, trong nước.

Hỗn hợp nước bao gồm ít nhất là 5% khối lượng magie clorua hòa tan. Để làm tăng mức độ ảnh hưởng của sáng chế, nồng độ muối được ưu tiên là tương đối cao. Có thể được ưu tiên nếu nồng độ muối ít nhất là 10% khối lượng tốt hơn nữa ít nhất là 15% khối lượng, thậm chí tốt hơn nữa ít nhất là 20% khối lượng, thậm chí tốt hơn nữa ít nhất là 25% khối lượng magie clorua hòa tan. Tùy thuộc vào độ tan của muối này, có thể sử dụng ít nhất là 30% khối lượng, thậm chí tốt hơn nữa ít nhất là 35% khối lượng magie clorua hòa tan, tính theo tổng khối lượng của hỗn hợp nước (tức là, tổng khối lượng của hỗn hợp nước không tính đến chất liệu rắn bất kỳ). Trị số tối đa nói chung được xác định bởi độ tan của magie clorua, là khoảng 45% khối lượng.

Tốt hơn là, hỗn hợp nước được cô tới một nồng độ magie clorua càng cao càng tốt, tức là gần với độ tan của magie clorua, tức là gần với hàm lượng khối lượng tối đa của magie clorua có thể hòa tan được trong hỗn hợp nước, được đo ở nhiệt độ mà ở đó quá trình chiết xuôi được thực hiện. Mặc dù magie clorua không

hòa tan có thể có mặt trong hỗn hợp nước, song điều này là không được mong muốn. Do đó, nồng độ muối trong hỗn hợp nước này tốt hơn là không cao hơn so với độ tan của magie clorua trong hỗn hợp nước, nhằm tránh sự kết tủa. Do đó, tốt hơn nếu hỗn hợp nước có nồng độ magie clorua hòa tan trong khoảng 10% khối lượng, tốt hơn trong khoảng 5% khối lượng của độ tan của magie clorua trong hỗn hợp nước.

Magie clorua hòa tan có thể có nguồn gốc từ phản ứng axit hóa trong đó các muối lactat phản ứng với axit clohydric. Magie clorua hòa tan cũng có thể có nguồn gốc từ việc bổ sung magie clorua vào hỗn hợp nước để làm tăng nồng độ magie clorua hòa tan của nó. Tất nhiên, sự kết hợp cũng có thể được tính đến.

Tốt hơn, nếu hỗn hợp nước được điều chế bằng cách axit hóa magie lactat bằng axit clohydric, nhờ đó tạo ra hỗn hợp nước gồm axit lactic và magie clorua. Bước axit hóa được thực hiện thông thường bằng cách cho muối lactat tiếp xúc với dung dịch axit. Tuy nhiên, theo một số phương án cũng có thể cho tiếp xúc muối lactat với HCl khí.

Muối lactat có thể ở dạng rắn và/hoặc đã hòa tan. Theo một phương án, muối lactat được cung cấp ở dạng rắn. Trong trường hợp này, bước axit hóa được thực hiện bằng cách cho muối lactat tiếp xúc với dung dịch axit. Lợi ích của việc điều chế hỗn hợp nước từ muối lactat ở dạng rắn đó là nồng độ axit lactic rất cao có thể đạt được như vậy, như nồng độ ít nhất là 15% khối lượng, cụ thể là ít nhất là 25% khối lượng, lên tới, ví dụ 50% khối lượng, hoặc 40% khối lượng.

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

Bước axit hóa cũng có thể được thực hiện trên hỗn hợp của axit lactic và muối lactat. Một hỗn hợp như vậy ví dụ, có thể đạt được trong quá trình lên men có độ pH thấp. Hỗn hợp này có thể, ví dụ, là huyền phù trong nước.

Axit được sử dụng trong bước axit hóa thường là một axit mạnh, như axit clohydric hoặc axit sulphuric. Xét theo khía cạnh đòi hỏi sự có mặt của ít nhất là 5% khối lượng magie clorua, thì việc sử dụng axit clohydric là được ưu tiên. Trong trường hợp như vậy, hỗn hợp nước được tạo ra chứa axit lactic và muối clorua. Quá trình axit hóa bằng HCl có thể, ví dụ, được thực hiện bằng cách cho muối lactat

tiếp xúc với dung dịch HCl trong nước hoặc bằng cách cho huyền phù hoặc dung dịch muối lactat tiếp xúc với khí HCl.

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

Quá trình axit hóa tiến hành thông thường bằng cách sử dụng một lượng dư axit. Tốt hơn nếu lượng dư này nhỏ, sao cho hỗn hợp nước tạo ra không có tính axit cao, điều này có thể là không được mong muốn xét về khía cạnh xử lý tiếp một hỗn hợp như vậy. Ví dụ, lượng dư axit được sử dụng có thể là sao cho hỗn hợp nước thu được có độ pH bằng hoặc thấp hơn 2, tốt hơn là độ pH nằm trong khoảng 0-1.

Trong trường hợp khí axit được sử dụng (tức là khí HCl), nó có thể được cho tiếp xúc bằng cách cho nó tiếp xúc với huyền phù hoặc dung dịch lactat. Cụ thể, khí HCl có thể được thổi qua dung dịch hoặc huyền phù này. Trong trường hợp khí HCl được sử dụng, thì HCl này có thể có nguồn gốc từ bước phân hủy nhiệt, như được mô tả ở trên.

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

Sau khi axit hóa, chất liệu rắn, nếu có mặt, có thể được loại bỏ ra khỏi hỗn hợp nước, ví dụ bằng cách lọc. Như được mô tả ở trên, sự có mặt của chất liệu rắn trong hỗn hợp nước này là không được mong muốn trong quá trình chiết.

Hỗn hợp nước có thể được cô sau khi axit hóa trước khi chiết tới nồng độ lên tới độ tan của magie clorua, cụ thể là tới một nồng độ mong muốn của magie clorua hòa tan. Các trị số cụ thể cho nồng độ này được mô tả ở trên.

Theo một phương án, magie lactat được sử dụng có nguồn gốc từ quy trình lên men. Do đó, phương pháp theo sáng chế có thể còn bao gồm bước lên men để tạo ra axit lactic, quy trình lên men này bao gồm các bước lên men nguồn cấp cacbon, như hydrat cacbon, bởi vì sinh vật trong dịch lên men để tạo ra axit lactic

và trung hòa ít nhất một phần của axit lactic bằng cách bổ sung một bazơ, cụ thể là ba zơ magie, nhờ đó tạo ra muối magie lactat.

Các quy trình lên men để sản xuất các axit carboxylic là đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này và không đòi hỏi quá trình axit hóa tiếp. Nằm trong phạm vi của chuyên gia trong lĩnh vực có thể lựa chọn, bằng cách sử dụng các hiểu biết thông thường, một quy trình lên men thích hợp, tùy thuộc vào axit mong muốn cần được tạo ra, nguồn cấp cacbon và vi sinh vật sẵn có.

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

Nếu muốn, dịch lên men có thể được thực hiện bước loại bỏ sinh khối, ví dụ, bước lọc, trước khi xử lý tiếp. Nói chung, bước này được ưu tiên để cải thiện chất lượng sản phẩm.

Một bước trung gian khác có thể là tách sản phẩm phản ứng rắn, tức là magie lactat, ra khỏi dịch lên men, trước khi, sau khi, hoặc đồng thời cùng với việc loại bỏ sinh khối, và tùy ý tiến hành bước rửa magie lactat. Tùy thuộc vào nồng độ, magie lactat có thể kết tủa trong môi trường lên men. Theo một phương án, magie lactat rắn được tách ra khỏi môi trường lên men, ví dụ bằng cách lọc, và tiến hành bước axit hóa như được mô tả ở trên.

Một bước trung gian khác có thể là tiến hành bước cô dịch lên men để làm tăng nồng độ của magie lactat trong hỗn hợp trước khi axit hóa. Bước này có thể được thực hiện trước khi, sau khi, hoặc đồng thời cùng với việc loại bỏ sinh khối. Một bước như vậy có thể được mong muốn để làm tăng hàm lượng magie lactat rắn, sau đó nó có thể được tách ra khỏi dịch lên men như được mô tả ở trên, và được xử lý dưới dạng magie lactat rắn trong quy trình theo sáng chế.

Các bước trung gian khác, ví dụ, bước tinh chế, có thể được thực hiện nếu muốn, sẽ là điều hiển nhiên đối với chuyên gia trong lĩnh vực kỹ thuật này.

Trong phương pháp theo sáng chế, hỗn hợp nước đã mô tả ở trên được thực hiện bước chiết bằng cách cho nó tiếp xúc với chất lỏng hữu cơ chứa dung môi hữu cơ được chọn từ nhóm gồm các keton có từ 5 nguyên tử cacbon trở lên, dietyl-ete, và metyl-tert-butyl-ete, nhờ đó tạo ra dung dịch axit lactic hữu cơ và chất lỏng thải trong nước chứa magie clorua. Trong quá trình chiết xuôi này, axit lactic được tách

ra khỏi các tạp chất có mặt trong hỗn hợp nước bằng cách hoà tan nó trong chất lỏng hữu cơ thứ nhất. Các tạp chất sẽ nằm lại trong hỗn hợp nước này.

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

Dung môi hữu cơ được chọn từ nhóm gồm các keton có từ 5 nguyên tử cacbon trở lên, dietyl-ete, và metyl-tert-butyl-ete. Trạng thái C5+ để chỉ cho keton có ít nhất 5 nguyên tử cacbon. Đã phát hiện ra rằng các hợp chất dung môi đặc biệt thể hiện các đặc tính tốt trong quy trình theo sáng chế, khi chúng thể hiện hiệu quả cô đặc tốt. Việc lựa chọn dung môi hữu cơ thích hợp có thể góp phần cho việc thiết lập tỷ lệ phân bố cao trong quá trình chiết xuất. Trong trường hợp này, chỉ một lượng tương đối nhỏ của axit lactic sẽ bị mất trong chất lỏng thải trong nước.

Như được minh họa trong ví dụ 10 của sáng chế, các dung môi theo sáng chế thể hiện hiệu quả cô đặc trong quá trình chiết axit lactic. Trái lại, các dung môi khác, bao gồm rượu isoamyl-ic, diisopropyl-ete, và trioctylamin (Alamine 336) được kể đến dưới dạng được ưu tiên trong WO00/17378 không thể hiện hiệu quả cô đặc. Cũng vậy đối với hỗn hợp gồm 48% trioctylamin, 20% n-butanol, và 32% kerosen đã kể đến trong Ví dụ 8 của WO00/17378.

Theo sáng chế, được ưu tiên nếu sử dụng các keton, cụ thể là các keton có từ 5 tới 8 nguyên tử cacbon. Các hỗn hợp cũng có thể được áp dụng. Việc sử dụng các keton có từ 9 nguyên tử cacbon trở lên là ít được ưu tiên, do các hợp chất này được tin là có hiệu quả cô đặc thấp, và có thể dẫn tới việc có nhiều tạp chất hơn trong sản phẩm cuối. Việc sử dụng metyl-isobutyl-keton (MIBK) đã cho thấy là đặc biệt có lợi để tạo ra hiệu quả cô đặc tốt. Ngoài ra, việc sử dụng các keton đã cho thấy là được ưu tiên do chúng bền trong các điều kiện quy trình, ở chỗ chúng không phản ứng hoặc phân hủy tới một mức độ đáng kể, do vậy dẫn đến tạo ra ít tạp chất, và cho phép vận hành quy trình ổn định.

Trong số các ete, dietyl-ete và metyl-tert-butyl-ete có thể được sử dụng. Tuy nhiên, điều đã được chỉ ra là chúng không được ưu tiên, do việc sử dụng các ete

này dẫn tới việc mất nhiều dung môi hơn và nhiều tạp chất hơn trong sản phẩm cuối.

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

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

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

Tỷ lệ phân bố (DR) đã được xác định ở trên có thể đưa ra một hướng dẫn về vấn đề này. Theo một phương án, lượng chất lỏng hữu cơ được sử dụng trong quá trình chiết xuôi so với lượng hỗn hợp nước có thể là nằm trong khoảng từ $0,5/DR$ tới $1,5/DR$ lần.

Việc sử dụng lượng chất lỏng hữu cơ so với lượng hỗn hợp nước cho quá trình chiết xuôi nằm trong khoảng từ $0,5/DR$ tới $0,8/DR$ lần có thể được mong muốn để có hiệu quả cô đặc tốt. Tuy nhiên, hiệu suất của bước chiết trong trường hợp này có thể là dưới 99%. Việc sử dụng lượng chất lỏng hữu cơ so với lượng hỗn

hợp nước cho quá trình chiết xuôi nằm trong khoảng từ 1,3/DR tới 1,5/DR lần có thể dẫn tới việc hiệu suất chiết trên 99%, nhưng thường có hiệu quả cô đặc kém hơn. Việc sử dụng lượng chất lỏng hữu cơ so với lượng hỗn hợp nước cho quá trình chiết xuôi nằm trong khoảng từ 0,8/DR tới 1,3/DR, và cụ thể nằm trong khoảng từ 1,0/DR tới 1,2/DR lần là được mong muốn nhất, do sẽ có thể đồng thời đạt được hiệu quả cô đặc tốt lẫn hiệu suất chiết trên 99%. Hiệu suất chiết khi được sử dụng ở đây dùng để chỉ phần trăm khối lượng của axit lactic được chiết vào chất lỏng hữu cơ trong quá trình chiết xuôi.

Quá trình chiết xuôi được thực hiện thông thường bằng cách cho tiếp xúc hỗn hợp nước với chất lỏng hữu cơ thứ nhất, nhờ đó tạo ra dung dịch axit lactic hữu cơ và chất lỏng thải trong nước chứa magie clorua. Tốt hơn là, quá trình chiết này là quá trình chiết kiểu dòng ngược, tức là hỗn hợp nước và chất lỏng hữu cơ được tiếp xúc với nhau bằng cách sử dụng các dòng ngược chiều nhau. Với một cấu hình như vậy, sự chiết rất hiệu quả axit lactic vào chất lỏng hữu cơ có thể đạt được, đặc biệt là đối với hiệu suất. Tốt hơn, nếu quá trình chiết được thực hiện trong cột chiết. Trong trường hợp dung môi hữu cơ được sử dụng có tỷ trọng thấp hơn nước (ví dụ, trong trường hợp MIBK), thì tốt hơn nếu dung môi hữu cơ được cấp vào đáy của cột, trong khi hỗn hợp nước được cấp ở phía trên của cột. Do đó, hai pha sẽ tạo ra: pha bên trên chứa dung môi hữu cơ và pha bên dưới chứa hỗn hợp nước. Tại bề mặt chung giữa hai pha, sinh khối bất kỳ và/hoặc chất liệu rắn khác có mặt trong hỗn hợp nước sẽ tích tụ. Như được mô tả ở trên, sinh khối không gây ra sự nhũ hóa do sự có mặt của muối trong hỗn hợp nước này. Bằng cách cấp dung môi hữu cơ ở đáy của cột, dung môi hữu cơ sẽ dịch chuyển đi lên qua hỗn hợp nước, nhờ đó chiết axit lactic và tạo ra dung dịch axit lactic hữu cơ. Ở đáy của cột, chất lỏng thải trong nước có thể được tạo ra, thường là dưới dạng dung dịch nước muối, dung dịch này chứa magie clorua.

Quá trình chiết xuôi có thể được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng 20-100°C, tốt hơn là ở nhiệt độ nằm trong khoảng 30-80°C, ví dụ, ở nhiệt độ nằm trong khoảng 40-60°C. Để đạt được nhiệt độ mong muốn cho quá trình chiết xuôi, hỗn hợp nước và/hoặc chất lỏng hữu cơ có thể được gia nhiệt trước khi chiết xuôi. Như được mô tả ở trên, các nhiệt độ cao nằm trong khoảng 20-100°C là có lợi liên quan tới việc làm giảm độ tan của dung môi hữu cơ trong nước. Ngoài ra, tỷ lệ

phân bố này có thể tăng khi tăng nhiệt độ và/hoặc có thể dẫn đến hiệu quả cô đặc mạnh. Xét về các điều kiện ăn mòn có thể có của hỗn hợp nước có tính axit, nhiệt độ trên 60°C có thể là bất lợi. Tuy nhiên, sự ăn mòn có thể, ví dụ, tránh được bằng cách sử dụng thiết bị chiết được bọc bằng thủy tinh hoặc chất dẻo.

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

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

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

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

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

Dung dịch axit lactic hữu cơ sau đó được đưa vào bước chiết ngược. Tùy ý, dung dịch axit lactic hữu cơ đã tạo ra trong quá trình chiết xuôi được thực hiện bước rửa trung gian để loại bỏ các tạp chất bất kỳ có mặt trong dung dịch axit lactic hữu cơ. Các tạp chất như vậy thường bị cuốn theo ra khỏi hỗn hợp nước, ví dụ, các ion clorua hoặc kim loại. Trong bước rửa như vậy, dung dịch axit lactic

hữu cơ được cho tiếp xúc với chất lỏng rửa. Bước như vậy có thể làm giảm các lượng tạp chất, như các ion clorua và/hoặc kim loại trong sản phẩm cuối, tức là dung dịch axit lactic trong nước. Việc loại bỏ các ion này có thể còn tránh được các vấn đề ăn mòn. Chất lỏng rửa thường là dung dịch nước.

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

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

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

Một trị số thích hợp cho tỷ lệ giữa chất lỏng trong nước và dung dịch axit hữu cơ được sử dụng trong quá trình chiết ngược có thể được tính từ tỷ lệ phân bố

(DR) đã được xác định ở trên. Theo một phương án, lượng chất lỏng trong nước được sử dụng trong quá trình chiết ngược so với lượng dung dịch axit lactic hữu cơ là $0,5 \cdot DR$ tới $1,5 \cdot DR$ lần. Các tỷ lệ này có thể đặc biệt quan trọng đối với hiệu quả cô đặc của phương pháp theo sáng chế. Việc sử dụng lượng chất lỏng trong nước so với lượng dung dịch axit lactic hữu cơ để chiết ngược nằm trong khoảng từ $0,5 \cdot DR$ tới $0,8 \cdot DR$ lần có thể là được mong muốn để có hiệu quả cô đặc tốt. Tuy nhiên, hiệu suất của bước chiết ngược trong trường hợp này có thể là dưới 99%. Việc sử dụng lượng chất lỏng trong nước so với lượng dung dịch axit lactic hữu cơ để chiết ngược là $1,3 \cdot DR$ tới $1,5 \cdot DR$ lần có thể dẫn tới việc hiệu suất chiết ngược trên 99%, nhưng thường cho hiệu quả cô đặc kém hơn. Việc sử dụng lượng chất lỏng trong nước so với lượng dung dịch axit lactic hữu cơ là $0,8 \cdot DR$ tới $1,3 \cdot DR$ lần, và cụ thể là $1,0 \cdot DR$ tới $1,2 \cdot DR$ lần là được mong muốn nhất, do đồng thời có thể đạt được cả hiệu quả cô đặc tốt lẫn hiệu suất chiết ngược trên 99%. Hiệu suất chiết ngược khi được sử dụng ở đây dùng để chỉ phần trăm khối lượng của axit lactic được chiết vào chất lỏng trong nước trong quá trình chiết ngược.

Quá trình chiết ngược được thực hiện thông thường bằng cách cho tiếp xúc dung dịch axit lactic hữu cơ với chất lỏng trong nước, nhờ đó tạo ra dung dịch axit lactic trong nước và chất lỏng hữu cơ thứ hai. Dung dịch axit lactic trong nước là dung dịch sản phẩm. Nếu muốn, chất lỏng hữu cơ thứ hai, toàn bộ hoặc một phần của nó, có thể được tái tuần hoàn vào quá trình chiết xuôi làm chất lỏng hữu cơ thứ nhất, tùy ý sau khi tiến hành bước tinh chế. Tốt hơn là, quá trình chiết này là quá trình chiết kiểu dòng ngược. Với một cấu hình như vậy, sự chiết rất hiệu quả axit lactic vào chất lỏng trong nước có thể đạt được, đặc biệt là đối với hiệu suất.

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

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

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

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

Theo một phương án khác, quá trình chiết vào chất lỏng hữu cơ (chiết xuôi) được thực hiện ở nhiệt độ lớn hơn so với nhiệt độ thực hiện quá trình chiết vào chất lỏng trong nước (chiết ngược). Phương pháp chiết như vậy còn được gọi là sự chiết quay vòng nhiệt độ biến đổi. Trong quá trình chiết quay vòng nhiệt độ biến đổi, bước chiết ngược trong trường hợp này có thể được thực hiện ở nhiệt độ thấp hơn nhiệt độ mà ở đó quá trình chiết xuôi được thực hiện với mức chênh lệch trong

khoảng 10-50°C hoặc 20-30°C. Đã phát hiện ra rằng việc vận hành quá trình chiết theo chế độ quay vòng nhiệt độ biến đổi có thể dẫn đến sự gia tăng nồng độ của axit trong sản phẩm.

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

Dung dịch axit lactic trong nước tạo ra sau quá trình chiết ngược được thực hiện theo sáng chế có nồng độ axit lactic cao hơn so với hỗn hợp nước được cấp vào quá trình chiết xuôi. Điều này cũng được minh họa trong các ví dụ ở dưới.

Mức độ hiệu quả cô đặc của phương pháp theo sáng chế, không kể các yếu tố khác, phụ thuộc vào tỷ lệ giữa chất lỏng hữu cơ và hỗn hợp nước được sử dụng trong quá trình chiết xuôi, tỷ lệ giữa chất lỏng trong nước và dung dịch axit lactic hữu cơ được sử dụng cho quá trình chiết ngược, nhiệt độ mà ở đó bước chiết được thực hiện, loại chất lỏng hữu cơ được sử dụng và lượng magie clorua hòa tan có mặt trong hỗn hợp nước. Hơn thế nữa, được ưu tiên nếu lựa chọn các điều kiện quy trình theo cách sao cho để tạo ra hiệu suất chiết cao. Về khía cạnh này, sẽ tốt hơn nếu hàm lượng khối lượng của chất lỏng hữu cơ được sử dụng trong quá trình chiết xuôi so với hàm lượng khối lượng của hỗn hợp nước là 1,0/DR tới 1,2/DR lần trong khi hàm lượng khối lượng của chất lỏng trong nước được sử dụng trong quá trình chiết ngược so với hàm lượng khối lượng của dung dịch axit lactic hữu cơ là 1,0*DR tới 1,2*DR lần. Thậm chí được ưu tiên hơn nữa là hàm lượng khối lượng của chất lỏng hữu cơ được sử dụng trong quá trình chiết xuôi so với hàm lượng khối lượng của hỗn hợp nước là 1,1/DR tới 1,2/DR lần trong khi hàm lượng khối lượng của chất lỏng trong nước được sử dụng trong quá trình chiết ngược so với hàm lượng khối lượng của dung dịch axit lactic hữu cơ là 1,1*DR tới 1,2*DR lần. Các tỷ lệ khối lượng này dẫn tới cho phép có được hiệu quả cô đặc đặc biệt tốt khi kết hợp bổ sung với nhiệt độ chiết xuôi nằm trong khoảng 50-60°C và nồng độ magie clorua hòa tan ít nhất là 10% khối lượng, tính theo tổng lượng nước và chất liệu đã hòa tan có mặt trong hỗn hợp nước. Chất lỏng hữu cơ được sử dụng trong trường hợp này tốt hơn là keton, tốt hơn nữa là MIBK. Tốt hơn, nếu quá trình chiết ngược trong trường hợp này được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng 20-60°C,

tốt hơn nữa là ở nhiệt độ nằm trong khoảng 50-60°C. Một hiệu quả cô đặc thậm chí tốt nữa được tạo ra khi sử dụng nồng độ magie clorua ít nhất là 15% khối lượng thay vì ít nhất 10% khối lượng, tính theo tổng lượng nước và chất liệu đã hòa tan có mặt trong hỗn hợp nước.

Do vậy, sự kết hợp dưới đây của các thông số có thể dẫn tới hiệu quả cô đặc đặc biệt tốt và có thể đồng thời dẫn tới hiệu suất chiết tốt:

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

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

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

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

lớn có chiều cao nằm trong khoảng 10-20 mét là đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này. Chuyên gia trong lĩnh vực này có thể điều chỉnh được kích cỡ và/hoặc số lượng bình để tạo ra hiệu suất bằng hoặc trên 99%.

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

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

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

Theo một phương án, phương pháp theo sáng chế bao gồm bước tiến hành phân hủy nhiệt chất lỏng thải trong nước chứa magie clorua tạo ra trong quá trình chiết xuôi ở nhiệt độ ít nhất là 300°C, nhờ đó tạo ra magie oxit và HCl. Trong bước này, muối clorua được thủy phân nhiệt dưới sự tạo thành của magie oxit và HCl, các hợp chất này có thể được tái tuần hoàn trong các giai đoạn khác nhau trong quy trình để điều chế axit lactic. Ví dụ, magie oxit có thể được sử dụng trong quy trình lên men, ví dụ, làm chất trung hòa hoặc làm tiền chất của nó. Magie oxit cho mục đích này có thể được cho tiếp xúc với nước để tạo ra huyền phù đặc magie hydroxit. Hơn thế nữa, HCl có thể được sử dụng để axit hóa magie lactat đã tạo ra trong quy trình lên men. HCl thường được hòa tan trong nước trong khi hoặc sau khi phân hủy nhiệt, nhờ đó tạo ra dung dịch HCl. Do vậy, bước phân hủy nhiệt được đề xuất cho một quy trình trong đó chất thải được tái tuần hoàn và trong đó lượng chất thải tương đối nhỏ được tạo ra.

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

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sáng chế sẽ được minh họa tiếp bởi các ví dụ dưới đây, mà không nhằm mục đích giới hạn.

Ví dụ 1: Quá trình chiết axit lactic mà không có mặt muối hòa tan - So sánh

Dung dịch cấp axit lactic được điều chế bằng cách bổ sung 304g axit lactic tinh thể vào 745g nước và trộn tới khi hòa tan hoàn toàn. Dung dịch cấp đã điều chế như vậy gồm 29% khối lượng axit lactic.

Trong quá trình chiết xuôi, một lượng 101g MIBK được bổ sung vào 1000g của dung dịch cấp axit lactic (theo tỷ lệ khối lượng là 1:10). Hệ hai pha thu được được khuấy ở 20°C trong 30 phút với tốc độ đủ để đảm bảo rằng cả hai pha được phân tán kỹ. Sau đó, việc khuấy được dừng lại, các pha được để tách và lớp MIBK mang axit lactic được tách ra khỏi dung dịch được axit lactic trong nước đã làm nghèo.

Trong quá trình chiết ngược, 5,2g nước được bổ sung vào 53g của lớp MIBK mang axit lactic này (theo tỷ lệ khối lượng là 1:10). Hệ hai pha thu được được khuấy ở 20°C trong 30 phút với tốc độ đủ để đảm bảo rằng cả hai pha được phân tán kỹ. Sau đó, việc khuấy được dừng lại, các pha được để tách và mẫu được lấy ra từ pha đáy trong nước. Nồng độ của axit lactic trong mẫu này là 19,4% khối lượng (được xác định nhờ phương pháp chuẩn độ bằng điện thế kế).

Ví dụ này cho thấy rằng quá trình chiết được thực hiện mà không có mặt của magie clorua hòa tan như được sử dụng trong phương pháp theo sáng chế làm giảm nồng độ axit lactic từ 29% khối lượng trong dung dịch cấp xuống 19,4% khối lượng trong dung dịch nước sản phẩm.

Ví dụ 2: Quá trình chiết axit lactic với sự có mặt của muối đã hòa tan

Dung dịch cấp axit lactic (hỗn hợp nước) được điều chế bằng cách bổ sung magie clorua hexahydrat (790g) vào dung dịch của 700g axit lactic tinh thể trong

924g nước và trộn tới khi hòa tan hoàn toàn. Dung dịch cấp đã điều chế như vậy gồm 29% khối lượng axit lactic và 15,3% khối lượng magie clorua.

Trong quá trình chiết xuôi, một lượng 100g MIBK được bổ sung vào 1000g của dung dịch cấp axit lactic (theo tỷ lệ khối lượng là 1:10). Hệ hai pha thu được được khuấy ở 20°C trong 30 phút với tốc độ đủ để đảm bảo rằng cả hai pha được phân tán kỹ. Sau đó, việc khuấy được dừng lại, các pha được để tách và lớp MIBK mang axit lactic được tách ra khỏi dung dịch được axit lactic trong nước đã làm nghèo. Trong quá trình chiết ngược, 4,7 g nước được bổ sung vào 46,9g của lớp MIBK mang axit lactic này (theo tỷ lệ khối lượng là 1:10). Hệ hai pha thu được được khuấy ở 20°C trong 30 phút với tốc độ đủ để đảm bảo rằng cả hai pha được phân tán kỹ. Sau đó, việc khuấy được dừng lại, các pha được để tách và mẫu được lấy ra từ pha đáy trong nước. Nồng độ của axit lactic trong mẫu này là 34,8% khối lượng (được xác định nhờ phương pháp chuẩn độ bằng điện thế kế).

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

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

Ví dụ 3: Quá trình chiết axit lactic kiểu quay vòng nhiệt độ không đổi

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

các pha được để tách và mẫu được lấy ra từ pha đáy trong nước. Nồng độ của axit lactic trong mẫu này là 36,2% khối lượng (được xác định nhờ phương pháp chuẩn độ bằng điện thế kế).

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

Ví dụ 4: Quá trình chiết axit lactic kiểu quay vòng nhiệt độ biến đổi

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

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

Ví dụ 5: quá trình chiết axit lactic nhiệt độ cao

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

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

Ví dụ 6: so sánh MIBK và rượu isoamyllic

Thử nghiệm này được thực hiện để so sánh độ bền của của hai dung môi, MIBK và rượu isoamyllic khi tiếp xúc với dung dịch cấp axit lactic như được điều chế trong Ví dụ 1. Đối với mỗi dung môi, thiết bị phản ứng bằng thủy tinh, kín được nạp 20g dung môi và 20 g dung dịch cấp axit lactic, đặt trong lò để duy trì nhiệt độ 60°C và lắc liên tục. Sau 3 giờ, 24 giờ (1 ngày) và 168 giờ (1 tuần), việc lắc được dừng lại trong 1 giờ để cho phép các pha tách lắng, mẫu được lấy từ lớp đỉnh trong dung môi, và thành phần của lớp đỉnh trong dung môi được phân tích bằng sắc ký khí. Các kết quả cho thấy rằng thậm chí sau 168 giờ vẫn không phát hiện được sự thay đổi về độ tinh khiết của MIBK trong khi trong trường hợp rượu isoamyllic 14,6 % isoamylactat được tạo ra sau 3 giờ. Ở 24 giờ và 168 giờ, các mẫu cho thấy nồng độ isoamylactat đã tăng lên tiếp 22,5%.

Ví dụ này cho thấy rằng các este cùng với axit lactic được tạo ra khi các rượu như rượu isoamylic được sử dụng làm dung môi chiết hữu cơ trong khi các keton như MIBK là các dung môi hữu cơ bền. Có thể kết luận rằng các dung môi hữu cơ không bền như các rượu là không thích hợp làm dung môi chiết và các dung môi hữu cơ bền như các keton là các dung môi chiết thích hợp.

Ví dụ 7: Hiệu quả của nồng độ muối đã hòa tan và nhiệt độ tới tỷ lệ phân bố

100g dung môi hữu cơ MIBK được bổ sung vào 100g của dung dịch nước có nồng độ $MgCl_2$ được mong muốn và nồng độ axit lactic ban đầu là 20% khối lượng. Hệ hai pha thu được được khuấy ở 20°C hoặc 60°C trong 30 phút với tốc độ đủ để đảm bảo rằng cả hai pha được phân tán kỹ. Sau đó, việc khuấy được dừng lại, các pha được để tách và các mẫu được lấy từ cả hai pha. Nồng độ của axit lactic (% khối lượng) trong các mẫu này được xác định bằng phương pháp chuẩn độ bằng điện thế kế. Dưới đây, tỷ lệ phân bố này được tính toán là tỷ lệ giữa nồng độ axit lactic (% khối lượng) trong pha dung môi hữu cơ MIBK chia cho nồng độ axit lactic (% khối lượng) trong pha nước. Các kết quả được thể hiện trong Bảng 1.

Bảng 1

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

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

Ví dụ 8: Các hiệu quả của nồng độ muối đã hòa tan và nhiệt độ tới độ tan dung môi

50g dung môi hữu cơ MIBK được bổ sung vào 100g của dung dịch nước có nồng độ MgCl_2 đặc trưng và hệ hai pha thu được được khuấy ở nhiệt độ đặc trưng trong 30 phút với tốc độ đủ để đảm bảo rằng cả hai pha được phân tán kỹ. Sau đó, việc khuấy được dừng lại, các pha được để tách và mẫu được lấy ra từ pha đáy trong nước. Nồng độ của MIBK trong mẫu này được xác định bằng sắc ký khí. Thử nghiệm được thực hiện cho ba nồng độ MgCl_2 khác nhau (0, 15 và 30% khối lượng) ở hai nhiệt độ khác nhau (20°C và 60°C). Các kết quả được thể hiện trong Bảng 2.

Bảng 2

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

Ví dụ này cho thấy rằng việc bổ sung muối làm giảm đáng kể độ tan của dung môi hữu cơ MIBK trong pha nước. Có thể kết luận rằng sự có mặt của muối làm giảm đáng kể tổn thất dung môi hữu cơ trong pha nước sau khi chiết axit carboxylic.

Ví dụ 9: Quá trình chiết axit lactic quy mô nhỏ

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

đưa vào đỉnh và dung môi hữu cơ MIBK ở đáy của cột. Cột này vận hành với dung môi hữu cơ MIBK làm pha liên tục và các dung dịch nước làm pha phân tán. Mặt phân cách trong bộ lắng đáy được quan sát bằng mắt và được kiểm soát thông qua van được vận hành bằng tay trong dòng nước rời khỏi đáy của cột. Dung môi hữu cơ MIBK được đưa vào bộ lắng đỉnh cột qua ống tràn.

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

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

Ví dụ 10: So sánh các dung môi khác nhau trong quá trình chiết axit lactic

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

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

được chuyển vào phễu tách, các pha được để phân tách và các mẫu của cả hai pha được lấy. Các mẫu được phân tích về hàm lượng axit. Các kết quả được đưa ra trong Bảng 3, trong đó chữ viết tắt “inv” thể hiện cho các ví dụ theo sáng chế và chữ viết tắt “comp” thể hiện cho các ví dụ so sánh.

Bảng 3

	Dung môi	liệu cấp [axit lactic] (% khối lượng)	sản phẩm [axit lactic] (% khối lượng)
1 inv	2-pentanone	29	30
2 inv	methylisobutyl ketone	29	35
3 inv	cyclohexanone	29	32
4 inv	2-hexanone	29	35
5 inv	acetophenone	29	34
6 inv	2-heptanone	29	34
7 inv	2-octanone	29	30
8 inv	diethyl ether	29	38
9 inv	methyl-tert-butyl ether	29	37
10 comp	ethyl propyl ether	29	25
11 comp	diisopropyl ether	29	21
12 comp	methyl ethyl ketone	29	.*
13 comp	trioctylamine (TOA)	29	13
14 comp	n,n-diethyl-m-toluidine	29	27
15 comp	Toluene	29	1
16 comp	isoamyl alcohol	29	23
17 comp	TOA-BuOH-Kerosene **	29	11

* không xảy ra sự tách pha trong quá trình chiết xuất, không thu được kết quả

** 48% khối lượng trioctylamine, 20% khối lượng n-butanol và 32% khối lượng kerosene

Dữ liệu trong bảng 3 cho thấy rằng đối với các keton có từ 5 nguyên tử cacbon trở lên, thì sự cô đặc xảy ra, cùng với các kết quả tốt thu được cho methyl isobutyl keton.

Trong số các ete, chỉ diethylete và methyl-tert-butyl-ete thể hiện hiệu quả cô đặc. Tuy nhiên, điều được lưu ý là mặc dù các hợp chất này thể hiện các đặc tính chiết tốt, song cũng kèm theo các nhược điểm của nó, thường là mất nhiều dung môi hơn và nhiều tạp chất hơn trong sản phẩm.

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

Các dung dịch cấp được điều chế gồm 29% khối lượng axit lactic và một lượng đặc trưng của một muối đặc biệt. Các dung dịch này được khuấy qua đêm. Các thử nghiệm chiết được thực hiện theo quy trình được mô tả ở Ví dụ 10, sử dụng methyl isobutylketon làm dung môi. Các kết quả được đưa ra trong Bảng 4, trong đó chữ viết tắt “inv” thể hiện cho các ví dụ theo sáng chế và chữ viết tắt “comp” thể hiện cho các ví dụ so sánh.

Bảng 4

	muối (nồng độ)	liệu cấp [axit lactic] (% khối lượng)	sản phẩm [axit lactic] (% khối lượng)
1 inv	MgCl ₂ (15% khối lượng)	29	35
2 comp	CaCl ₂ (18% khối lượng)	29	18
3 comp	NaCl (19% khối lượng)	29	23
4 comp	KCl (24% khối lượng)	29	21
5 comp	NaNO ₃ (27% khối lượng)	29	24
6 comp	Na ₂ SO ₄ (23% khối lượng)	29	23
7 comp	Na ₃ PO ₄ (18% khối lượng)	29	6,4
8 comp	(NH ₄) ₂ SO ₄ (23% khối lượng)	29	26

Như có thể thấy được từ Bảng 4, duy nhất MgCl₂ cho hiệu quả cô đặc. Tất cả các muối còn lại đều có hiệu quả pha loãng. Điều này đặc biệt đáng kể do đối

với tất cả các muối, nồng độ là cao hơn so với được sử dụng cho MgCl_2 , và nồng độ này được tin là thúc đẩy hiệu quả cô đặc.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp thu hồi axit lactic từ hỗn hợp nước bao gồm các bước:
 - a) tạo ra hỗn hợp nước gồm axit lactic và ít nhất là 5% khối lượng magie clorua hòa tan, tính theo tổng khối lượng của nước và chất liệu đã hoà tan trong hỗn hợp nước;
 - b) chiết axit lactic từ hỗn hợp nước vào chất lỏng hữu cơ thứ nhất chứa ít nhất là 90% khối lượng dung môi hữu cơ được chọn từ nhóm bao gồm các keton có 5 nguyên tử cacbon trở lên, dietylete và metyl-tert-butyl-ete, nhờ đó tạo ra dung dịch axit lactic trong nước và chất lỏng thải trong nước chứa magie clorua; và,
 - c) chiết axit lactic từ dung dịch axit lactic trong nước vào dung dịch nước, nhờ đó tạo ra dung dịch axit lactic trong nước và chất lỏng hữu cơ thứ hai.
2. Phương pháp theo điểm 1, trong đó hỗn hợp nước chứa ít nhất là 15% khối lượng magie clorua hòa tan, tính theo tổng khối lượng của nước và chất liệu đã hoà tan trong hỗn hợp nước.
3. Phương pháp theo điểm 2, trong đó hỗn hợp nước chứa ít nhất là 20% khối lượng magie clorua hòa tan, tính theo tổng khối lượng của nước và chất liệu đã hoà tan trong hỗn hợp nước.
4. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 tới 3, trong đó dung môi hữu cơ là keton có 5 tới 8 nguyên tử cacbon.
5. Phương pháp theo điểm 4, trong đó dung môi hữu cơ là metyl isobutyl keton.
6. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 tới 5, trong đó bước chiết thứ nhất được thực hiện ở nhiệt độ ít nhất là 30°C.
7. Phương pháp theo điểm 6, trong đó bước chiết thứ nhất được thực hiện ở nhiệt độ ít nhất là 40°C.

8. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 tới 7, trong đó bước chiết thứ hai được thực hiện ở nhiệt độ thấp hơn so với nhiệt độ mà ở đó bước chiết thứ nhất được thực hiện.
9. Phương pháp theo điểm 8, trong đó bước chiết thứ hai được thực hiện ở nhiệt độ thấp hơn so với nhiệt độ mà ở đó bước chiết thứ nhất được thực hiện với mức chênh lệch trong khoảng 10-50°C.
10. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 tới 8, trong đó bước chiết thứ hai được thực hiện ở nhiệt độ so với nhiệt độ mà ở đó bước chiết thứ nhất (xuôi) được thực hiện với mức chênh lệch trong khoảng 10°C.
11. Phương pháp theo điểm 10, trong đó bước chiết thứ hai được thực hiện ở nhiệt độ so với nhiệt độ mà ở đó bước chiết thứ nhất (xuôi) được thực hiện với mức chênh lệch trong khoảng 5°C.
12. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 tới 11, trong đó chất lỏng hữu cơ không chứa chất chiết.
13. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 tới 12, trong đó chất lỏng hữu cơ không chứa chất chiết amin.
14. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 tới 13, trong đó chất lỏng hữu cơ về cơ bản không có các amin, các ete, và các rượu, điều đó có nghĩa là các hợp chất này, nếu có mặt toàn bộ, thì mỗi loại chỉ có mặt với hàm lượng dưới 2% khối lượng, tính theo khối lượng của chất lỏng hữu cơ.
15. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 tới 14, trong đó hỗn hợp nước có độ pH bằng hoặc thấp hơn 2.
16. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 tới 15, trong đó hỗn hợp nước của bước a) được tạo ra bởi việc axit hoá muối magie lactat bằng HCl.

17. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 tới 15, trong đó hỗn hợp nước của bước a) được tạo ra bởi việc axit hoá muối magie lactat bằng HCl và cô đặc hỗn hợp nước đã được tạo ra như vậy trước khi chiết tới nồng độ muối đã hoà tan ít nhất là 5% khối lượng, tính theo tổng khối lượng của nước và chất liệu đã hoà tan trong hỗn hợp nước này.

18. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 tới 15, trong đó hỗn hợp nước của bước a) được tạo ra bởi việc axit hoá hỗn hợp gồm axit lactic và muối magie lactat bằng HCl.

19. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 16 tới 18, trong đó muối magie lactat được tạo ra bởi quy trình lên men bao gồm các bước lên men nguồn cấp cacbon nhờ vi sinh vật trong dịch lên men để tạo ra axit lactic và trung hoà ít nhất một phần axit lactic này bằng các bổ sung bazơ magie vào.

20. Phương pháp theo điểm 19, trong đó phương pháp này còn bao gồm bước cô đặc dịch lên men để làm tăng nồng độ của magie lactat trước khi axit hóa.

21. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 tới 20, trong đó phương pháp này còn bao gồm bước phân huỷ nhiệt chất lỏng thải trong nước chứa magie clorua thu được ở bước b) ở nhiệt độ ít nhất là 300°C, nhờ đó phân huỷ $MgCl_2$ thành magie oxit (MgO) và HCl.

22. Phương pháp theo điểm 21, trong đó MgO được tái tuần hoàn để sử dụng trong quy trình lên men để làm chất trung hòa hoặc làm tiền chất của nó.

23. Phương pháp theo điểm 22, trong đó phương pháp này còn bao gồm việc cho MgO tiếp xúc với nước, nhờ đó tạo ra huyền phù đặc magie hydroxit.

24. Phương pháp theo điểm 21, trong đó HCl đã tạo ra trong bước phân huỷ nhiệt được sử dụng để axit hoá magie lactat đã tạo ra trong quy trình lên men dưới dạng

khí HCl hoặc dưới dạng dung dịch HCl trong nước, dung dịch này được tạo ra thông qua việc hoà tan HCl đã tạo ra trong bước phân huỷ nhiệt trong nước.

25. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 21 tới 23, trong đó phương pháp này còn bao gồm việc hoà tan HCl đã tạo ra trong bước phân huỷ nhiệt trong nước, nhờ đó tạo ra dung dịch HCl.

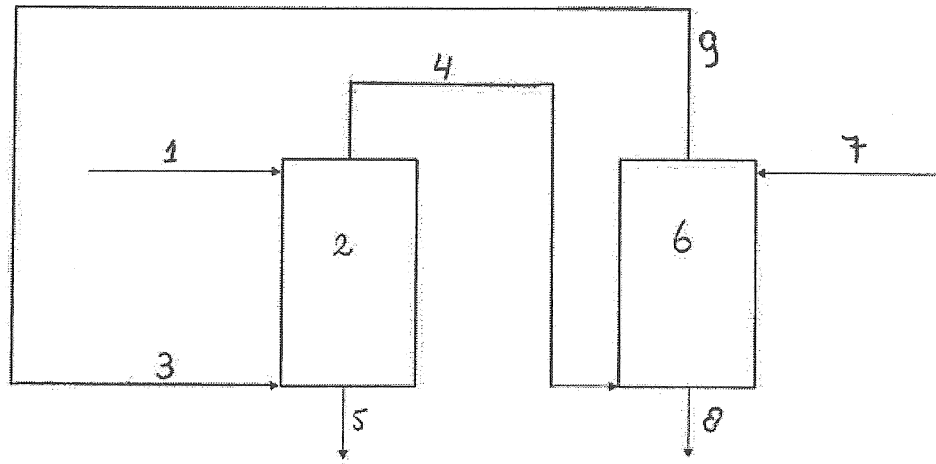


Fig.1