(19)国家知识产权局

(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 113461517 B
(45)授权公告日 2023.09.12

(21)申请号 202110750798.1

(22)申请日 2021.07.02

(65)同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 113461517 A

(43)申请公布日 2021.10.01

(73)专利权人 魏琦峰
地址 264209 山东省威海市文化西路2号

(72)发明人 魏琦峰 任秀莲

(74)专利代理机构 北京圣州专利代理事务所(普通合伙) 11818
专利代理师 刘岩

(51)Int.Cl.
C07C 59/08(2006.01)
C07C 51/48(2006.01)

(56)对比文件
CN 103965037 A,2014.08.06
IN 78KOLNP2008 A,2008.09.12
US 5959144 A,1999.09.28
WO 2020210647 A2,2020.10.15
WO 0127064 A1,2001.04.19
CN 105367412 A,2016.03.02
CN 104549165 A,2015.04.29
CN 110845326 A,2020.02.28
CN 111359258 A,2020.07.03
JP 2011177159 A,2011.09.15
US 5786185 A,1998.07.28
朱化雷.乳酸萃取技术的研究进展.《当代化工》.2020,第49卷(第10期),第2332-2338页.

审查员 袁喆

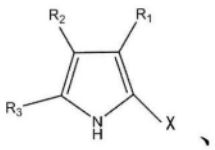
权利要求书1页 说明书3页

(54)发明名称

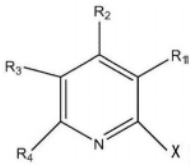
一种基于分子识别提取乳酸的有机液体及方法

(57)摘要

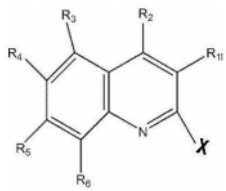
本发明公开了一种基于分子识别提取乳酸的有机液体及方法,所述有机液体选自结构通式(I)



、结构通式(II)



和结构通式(III)



中的一种或几种,式(I)-(III)中,R_1、R_2、R_3、R_4、R_5和R_6均独立选自氢原子、碳原子数为1-20的直链或支链的饱和或不饱和的烷烃,X选自氢原子、羰基、羟基和乙酰基。本发明采用上述结构的一种基于分子识别提取乳酸的有机液体及方法,有机液体通过离子间作用、氢键作用、π-π作用、偶极作用以及空间构型和位阻有效识别乳酸发酵液中的乳酸,并与其形成疏水有机相,将乳酸从水相转移到疏水有机相中,同时实现识别与分离的目的,分离简单快速。

CN 113461517 B

1.一种基于分子识别提取乳酸的方法,其特征在于,包括以下步骤:

1)将乳酸发酵液中加入α-羰基吡咯有机液体多次萃取,每次萃取在30-40℃下充分搅拌5min以上,静止分层,合并得到疏水有机相;在步骤1)中乳酸发酵液和α-羰基吡咯有机液体的体积比为1:2;

2)向疏水有机相中加入纯水进行多次洗涤,得到乳酸水溶液;

3)向乳酸水溶液中继续加入α-羰基吡咯有机液体,多次逆流洗涤并静止分层,直至乳酸水溶液中的乳酸浓度低于0.5g/L,得到二次疏水有机相;

4)向二次疏水有机相中加入纯水,多次逆流洗涤并静止分层,得到二次乳酸水溶液;

5)浓缩二次乳酸水溶液,得到乳酸产品。

2.根据权利要求1所述的一种基于分子识别提取乳酸的方法,其特征在于:在步骤2)中疏水有机相和纯水的体积比为1:1。

3.根据权利要求1所述的一种基于分子识别提取乳酸的方法,其特征在于:在步骤4)中二次疏水有机相和纯水的体积比为1:2。

一种基于分子识别提取乳酸的有机液体及方法

技术领域

[0001] 本发明涉及乳酸提取工艺技术领域，特别是涉及一种基于分子识别提取乳酸的有机液体及方法。

背景技术

[0002] 乳酸作为一种重要的有机酸，广泛存在于人体、动物体和植物中，乳酸、乳酸盐及其衍生物，在食品、饲料、化工和医药等领域具有广泛的应用。乳酸的生产方法包括发酵法、化学合成法和酶法。目前，高光学纯度乳酸的生产以微生物发酵为主，发酵菌种为乳杆菌、米根霉等。对乳酸发酵液的提取分离方法多种多样，如离子交换法、溶剂萃取法、蒸馏法、酯化法以及结晶法等，但是目前的工艺普遍存在提取率低，成品纯度不高，存放稳定性差、提取工艺时间长、操作困难等问题。

[0003] 在乳酸发酵液中，含有海藻糖、蔗糖、葡萄糖、果糖、异麦芽糖、麦芽酮糖、纤维二糖、异麦芽酮糖、麦芽糖、麦芽三糖及麦芽四糖等糖类，也含有多种有机羧酸，如丙酮酸、甲酸、乙酸、丙酸、苹果酸、富马酸、琥珀酸、乌头酸、衣康酸、草酸、柠檬酸等，也有无机离子如钾、钠、钙、镁等阳离子，氯离子、硫酸根等阴离子，还含有多种氨基酸，如丙氨酸、缬氨酸、丝氨酸、谷氨酰胺、甘氨酸等，还含有蛋白质和色素等。以乳酸为目标产物，上述所属的化合物或化合物类别均为乳酸的杂质，是分离除去的主要物质。在这些物质中，无机杂质与乳酸性质差距最大，最为相似的杂质是有机羧酸杂质，介于二者之间的则是氨基酸、糖和色素等杂质。从以上可以看出，有机羧酸由于与乳酸结构相似，性质相似，最难去除。

[0004] 目前从乳酸发酵液中提取乳酸的方法都存在相应的弊端，特别是将最为相似的有机酸杂质与乳酸分离，都没有建立基于分子识别的分离纯化体系。

发明内容

[0005] 本发明的目的是提供一种基于分子识别提取乳酸的有机液体及方法，以解决上述从乳酸发酵液中分离纯化乳酸的方法都存在相应的弊端，不能直接在众多杂质中有效识别乳酸并将其分离出来的问题。

[0006] 为实现上述目的，本发明提供了一种基于分子识别提取乳酸的有机液体及方法。

[0007] 有机液体提取乳酸的方法，包括以下步骤：

[0008] 1)将乳酸发酵液中加入有机液体多次萃取，每次萃取在在30-40℃下充分搅拌5min以上，静止分层，合并得到疏水有机相；

[0009] 2)向疏水有机相中加入纯水进行多次洗涤，得到乳酸水溶液；

[0010] 3)向乳酸水溶液中继续加入有机液体，多次逆流洗涤并静止分层，直至乳酸水溶液中的乳酸浓度低于0.5g/L，得到二次疏水有机相；

[0011] 4)向二次疏水有机相中加入纯水，多次逆流洗涤并静止分层，得到二次乳酸水溶液；

[0012] 5)浓缩二次乳酸水溶液，得到乳酸产品。

[0013] 进一步的，在步骤1)中乳酸发酵液和有机液体的体积比为1:2。

[0014] 进一步的，在步骤2)中疏水有机相和纯水的体积比为1:1。

[0015] 进一步的，在步骤4)中二次疏水有机相和纯水的体积比为1:2。

[0016] 因此，本发明采用上述结构的一种基于分子识别提取乳酸的有机液体及方法，具有以下有益效果：

[0017] 1、乳酸具有羟基和羧基两个官能团，是具有手性的α-羟基酸，有机液体中的分子含有一个、两个或多个羟基、羰基、氨基或酰胺基团，通过离子间作用、氢键作用、Π-Π作用、偶极作用以及空间位阻有效识别乳酸，并与其形成疏水有机相，将乳酸从水相转移到疏水有机相中，实现识别与分离的双重目的；

[0018] 2、用纯水把疏水有机相中的乳酸洗涤到水相中，然后得到乳酸产品，洗涤乳酸后的有机液体可以回到之前分离乳酸发酵液的分离中，是一个闭路循环系统，有机液体可以重复使用，避免其浪费；

[0019] 3、加入的有机液体与乳酸的结合力高于其与杂质的结合力，因此对乳酸分子具有定向识别作用；

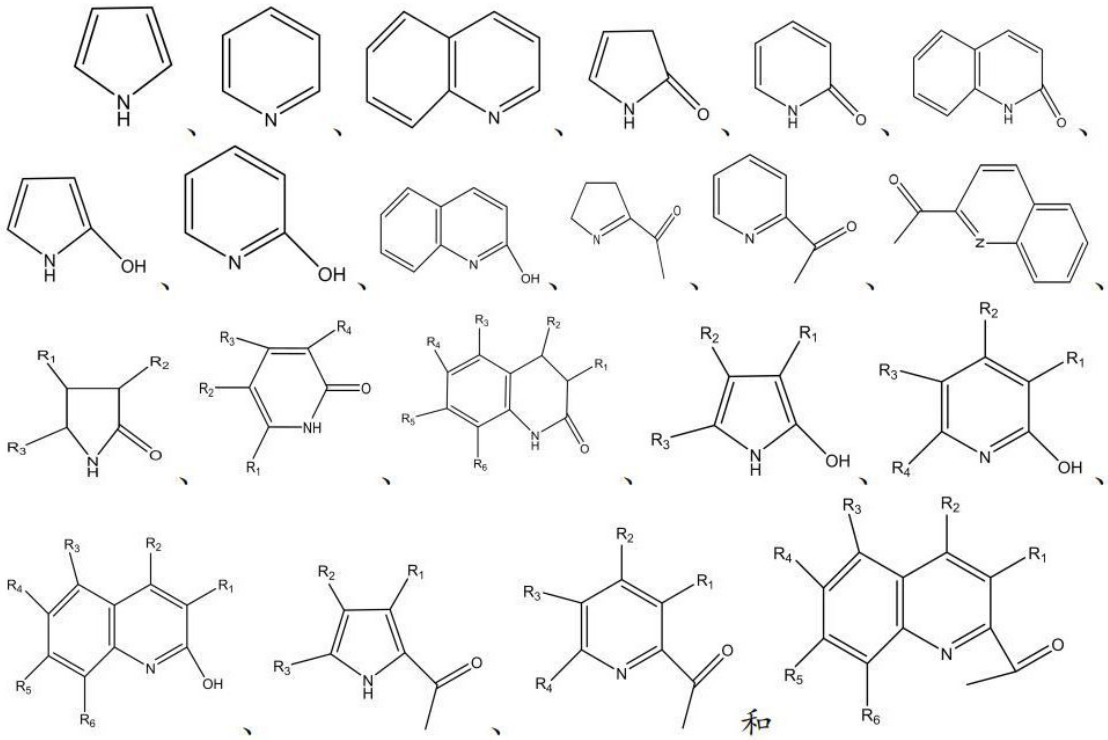
[0020] 4、有效减少分离步骤，直接将乳酸分离出来进行纯化，不用分步骤依次将其他杂质除去，减少成本。

[0021] 下面通过实施例，对本发明的技术方案做进一步的详细描述。

具体实施方式

[0022] 以下将对本发明进行进一步的描述，需要说明的是，本实施例以本技术方案为前提，给出了详细的实施方式和具体的操作过程，但本发明并不限于本实施例。

[0023] 一种基于分子识别提取乳酸的有机液体，有机液体的化学结构式如下，但是不限于以下结构：

[0024] 

；

[0025] 其中，R_1、R_2、R_3、R_4、R_5和R_6均独立选自氢原子、碳原子数为1-20的直链或支链的饱和或不饱和的烷烃。

[0026] 有机液体提取乳酸的方法，包括以下步骤：

[0027] 乳酸发酵液主要是通过发酵得到乳酸钙，乳酸钙加入浓硫酸得到游离乳酸钙酸解液，乳酸酸解液中含有18％的乳酸，将其应用于以下的提取步骤；

[0028] 1)将乳酸发酵液中加入α-羰基吡咯有机液体中进行多次萃取，直至乳酸发酵液中的乳酸含量达到目标设定值以下，乳酸发酵液和α-羰基吡咯的体积比为1:2，每次萃取在35℃下充分搅拌5min，在相同温度条件下静止分层，合并得到疏水有机相，其中76％的乳酸从乳酸发酵液中转移到疏水有机相中，其它有机酸杂质转移到疏水有机相中的转移率低于1％；

[0029] 2)向疏水有机相中加入纯水进行多次洗涤，疏水有机相和纯水的体积比为1:1，得到质量浓度为6.7％的乳酸水溶液，用纯水把疏水有机相中的乳酸洗涤到水相中，洗涤后的疏水有机相可以作为有机液体用于步骤1中分离乳酸发酵液的过程，避免浪费；

[0030] 3)向乳酸水溶液中继续加入α-羰基吡咯，经过8次逆流洗涤并静止分层，直至乳酸水溶液中的乳酸浓度低于0.5g/L，得到二次疏水有机相，乳酸从水相转移到二次疏水有机相的转移率为99.7％；

[0031] 4)向二次疏水有机相中加入纯水，二次疏水有机相和纯水的体积比为1:2，经过12次逆流洗涤并静止分层，得到质量浓度为17.58％的二次乳酸水溶液；

[0032] 5)浓缩二次乳酸水溶液，得到乳酸产品，乳酸收率为97.8％，乳酸浓度达到98.8％。

[0033] 需要说明的是本发明得到疏水有机相后，可以对原乳酸发酵液再次加入有机液体进行萃取，直至乳酸发酵液中乳酸的含量达到目标设定值，然后将多次萃取得到的疏水有机相进行合并进行下一个步骤，本发明中得到的乳酸水溶液可以进行多次溶于有机液体再用纯水洗涤的过程，直至乳酸的纯度达到所需纯度，本发明分离乳酸的收率远高于传统工艺技术，收率达到98％，得到的乳酸产品的化学纯度达到99％以上。

[0034] 因此，本发明采用上述结构的一种基于分子识别提取乳酸的有机液体及方法，有机液体通过离子间作用、氢键作用、π-π作用、偶极作用以及空间构型和位阻识别发酵液中的乳酸分子，有机液体中含有一种或几种疏水性分子，这些分子中含有一个、两个或多个羟基、羰基、氨基或酰胺基团与乳酸分子中的α-羟基和羧基发生相互作用，进而有效识别发酵液中的乳酸，并与其形成疏水新相，将乳酸从水相转移到疏水有机相中，同时实现识别与分离的目的，分离纯化简单。

[0035] 最后应说明的是：以上实施例仅用以说明本发明的技术方案而非对其进行限制，尽管参照较佳实施例对本发明进行了详细的说明，本领域的普通技术人员应当理解：其依然可以对本发明的技术方案进行修改或者等同替换，而这些修改或者等同替换亦不能使修改后的技术方案脱离本发明技术方案的精神和范围。