

(19)



Bureau voor de
Industriële Eigendom
Nederland

(11) 1013682

(12) C OCTROOI²⁰

(21) Aanvraag om octrooi: 1013682

(51) Int.Cl.⁷
C07C59/08, C07C51/44, B01D3/00

(22) Ingediend: 26.11.1999

(41) Ingeschreven:
30.05.2001

(47) Dagtekening:
30.05.2001

(45) Uitgegeven:
01.08.2001 I.E. 2001/08

(73) Octrooihouder(s):
PURAC BIOCHEM B.V. te Gorinchem.

(72) Uitvinder(s):
Hendrik Martinus Winkelaar te Hilversum
Jan van Breugel te Woudrichem
Margarita Camprubi Vila te Sabadell (ES)
José Maria Vidal Lancis te Vilassar de Mar (ES)

(74) Gemachtigde:
Dr. R. Jorritsma c.s. te 2517 KZ Den Haag.

(54) Werkwijze en inrichting voor het zuiveren van een waterige oplossing van melkzuur.

(57) De uitvinding heeft betrekking op een werkwijze en een inrichting voor het zuiveren van een waterige oplossing van melkzuur die ongeveer 250 g lactaation/l of minder en minder dan 1 gew.% ionogene verontreinigingen, berekend op de gehele oplossing, bevat, waarbij de oplossing aan twee of meer destillatiestappen onderworpen wordt, de eerste destillatiestap bij een temperatuur van 80 tot 150 °C en een druk van 50 tot 250 mbar en de tweede destillatiestap bij een temperatuur van 100 tot 200 °C en een druk van 0,1 tot 20 mbar uitgevoerd wordt.

Werkwijze en inrichting voor het zuiveren van een waterige oplossing van melkzuur

De uitvinding heeft betrekking op een werkwijze en een inrichting voor het zuiveren van een waterige oplossing van melkzuur die ongeveer 250 g lactaation/l of minder en minder dan 1 gew.% ionogene verontreinigingen, berekend op de gehele oplossing, omvat en in het bijzonder op een werkwijze en een inrichting voor het continu en op industriële schaal zuiveren en concentreren van een waterige oplossing van melkzuur. Onder melkzuur wordt in het kader van de uitvinding verstaan een mengsel van in hoofdzaak niet-gepolymeriseerd melkzuur en eventueel een kleine hoeveelheid gepolymeriseerd melkzuur.

In WO 98/55442 wordt een dergelijke werkwijze beschreven, waarbij een oplossing van melkzuur in water zoals die verkregen is uit fermentatie of een andere bron wordt onderworpen aan ten minste drie stappen. De eerste stap omvat het verwijderen van ionogene stoffen uit de waterige oplossing van melkzuur die de oligomerisatie van melkzuur kunnen katalyseren, waarbij de oplossing minder dan 80 %, bij voorkeur minder dan 50 % en in het bijzonder minder dan 30 % melkzuur bevat. Bij voorkeur worden met behulp van een kationenwisselaar kationogene stoffen en vervolgens met een anionenwisselaar anionogene stoffen verwijderd. De tweede stap omvat het concentreren van de oplossing tot een concentratie van 50 tot 90%, bij voorkeur 70 tot 90%, door verdamping onder verlaagde druk, waarbij de druk 50 tot 500 mbar en bij voorkeur 50 tot 250 mbar is en de temperatuur zo laag mogelijk gehouden wordt. Bij voorkeur wordt de verdamping uitgevoerd met behulp van stromende-filmverdamping. De derde stap omvat een destillatie bij een druk van 0,001 tot 100 mbar, bij voorkeur 0,1 tot 20 mbar en in het bijzonder 1 tot 10 mbar, waarbij de temperatuur van de wand van de verdampingsinrichting 80 tot 160°C en bij voorkeur 110 tot 160° is. De destillatie wordt bij voorkeur uitgevoerd met behulp van een mechanisch bewogen dunne-filmverdamer ("thin film evaporator") of een korte-wegverdamer ("short path evaporator") en verschaft zuiver melkzuur. Eventueel kan tussen de tweede en de derde stap een post-concentratiestap worden uitgevoerd. Deze post-concentratie wordt tevens bij voorkeur met een mechanisch bewogen dunne-filmverdamer of een korte-wegverdamer uitgevoerd bij een druk van 10 tot 500 mbar, bij voorkeur 50 tot 250 mbar, en bij een temperatuur van 50 tot 150°, bij voorkeur van 80 tot 120°. Beweerd wordt dat bij deze post-concentratie de concentratie van de oplossing zoals verkregen uit de eerste concentratiestap (stap twee) tot 100 % melkzuur kan worden verhoogd.

Een nadeel van deze werkwijze is dat bij de eerste concentratiestap (stap twee) een slechte scheiding wordt bewerkstelligd tussen de geconcentreerde melkzuur bevattende oplossing en de in hoofdzaak water bevattende fractie, zodat de in hoofdzaak water bevattende fractie een aanzienlijke hoeveelheid melkzuur en verontreinigingen zoals oligomeren van melkzuur bevat wat nadelig voor het rendement van de werkwijze is. Bovendien moet deze water bevattende fractie worden gezuiverd voordat deze kan worden geloosd of in de werkwijze kan worden teruggevoerd. Een ander nadeel van deze werkwijze is de plotselinge drukverlaging (van de eerste naar de tweede concentratiestap). Deze verstoring in de vloeistoffase bewerkstelligt een verlaging van de kwaliteit in de tweede concentratiestap en dit treedt in het bijzonder op wanneer het concentraat van de eerste concentratiestap opgeloste gassen of water bevat.

Andere werkwijzen voor het zuiveren van organische carbonzuren zoals melkzuur zijn beschreven in het Franse octrooischrift 1.290.212 en het Amerikaanse octrooischrift 1.594.843. In het Franse octrooischrift wordt de toepassing van ionenwisselaars beschreven voor het verwijderen van kationogene stoffen. In het Amerikaanse octrooischrift wordt het zuiveren van een waterige oplossing van melkzuur beschreven, waarbij een dunne-filmverdampner wordt toegepast die bedreven wordt bij een vacuüm van 27 inch kwik of meer en een temperatuur van 450° tot 600 °F. Deze omstandigheden komen overeen met een druk van ongeveer 436 mbar of lager en een temperatuur van ongeveer 232° tot 316°C. Deze werkwijzen verschaffen melkzuur met een onvolgende zuiverheid.

In voorbeeld 1 van het Belgische octrooischrift 9400242 wordt de korte-wegdestillatie van melkzuur op laboratoriumschaal beschreven (de toegepaste inrichting is van het type UIC KD-6 met een verdampings- en condensatieoppervlak van 0,06 m² en een doorzet van ongeveer 0,04 tot 5 kg/uur). De druk werd gevarieerd tussen 50 en 130 mbar, de temperatuur van de film tussen 100° en 125°C en het debiet tussen 325 en 1150 g/uur. Het rendement varieerde van 62 tot 95%, waarbij het hoogste rendement werd verkregen bij een druk van 50 mbar, een filmt temperatuur van 100°C en een debiet van 1150 g/uur.

De onderhavige uitvinding beoogt de nadelen van de werkwijzen volgens de stand van de techniek op te lossen. De onderhavige uitvinding heeft derhalve betrekking op een werkwijze voor het zuiveren van een waterige oplossing van melkzuur die ongeveer 250 g lactaation/l of minder en minder dan 1 gew.% bij voorkeur minder dan

0,1 gew.% en in het bijzonder 0,001 tot 0,01 gew.% ionogene verontreinigingen, berekend op de gehele oplossing, omvat, waarbij de oplossing aan twee of meer destillatiestappen onderworpen wordt. Een voordeel van deze werkwijze is dat bij de eerste destillatiestap, waarbij de melkzuurconcentratie wordt verhoogd tot ten minste 95 gew.% melkzuur, berekend op het gewicht van het product van deze eerste destillatiestap, een waterfractie wordt verkregen die minder dan 1 gew.% melkzuur en nauwelijks of geen oligomeren bevat, zodat deze waterfractie zonder verdere zuivering geloosd kan worden of in de werkwijze kan worden teruggevoerd.

Volgens de uitvinding wordt de waterige oplossing bij voorkeur onder verlaagde druk in een eerste destillatiestap gedestilleerd bij een temperatuur van 80° tot 150°C, in het bijzonder van 100° tot 140°C, en bij een druk van 50 tot 250 mbar, in het bijzonder van 60 tot 150 mbar. Indien de druk echter lager is dan 50 mbar, moet koelwater met een temperatuur van ongeveer -10°C worden toegepast voor het doen condenseren van de afgevoerde waterdamp wat nadelig is voor de bedrijfsvoering.

In de eerste destillatiestap wordt de waterige oplossing door middel van filmveramping in de dampfase gebracht. Deze filmveramping kan worden bewerkstelligd met toepassing van een of meer valfilmverdamper ("falling film evaporators"), gesmeerde filmverdamper ("wiped film evaporators") en/of dunne-filmverdamper ("thin film evaporators"). Dergelijke verdampingsinrichtingen zijn bekend in de stand van de techniek en worden bijvoorbeeld beschreven in Kirk-Othmer, Encyclopedia of Chemical Technology, vierde uitgave, deel 9, blz. 959 - 981 (1994). Vervolgens wordt de damp naar een eerste destillatiekolom gevoerd, waarbij scheiding in twee fracties onder terugvloeiakoelingsomstandigheden bewerkstelligd wordt. Op deze wijze wordt een eerste topfractie verkregen die in hoofdzaak uit water bestaat en die niet meer dan 1 gew.%, bij voorkeur niet meer dan 0,1 gew.% melkzuur bevat, berekend op het gewicht van de topfractie, en een eerste bodemfractie (product) die ten minste 95 gew.%, bij voorkeur 99 tot 99,9 gew.% monomeer melkzuur bevat, berekend op het gewicht van de bodemfractie. Het zal de deskundige duidelijk zijn dat het gewenst is dat de eerste bodemfractie een zo groot mogelijke hoeveelheid monomeer melkzuur bevat. Derhalve kan het eerste bodemproduct uit 100 gew.% melkzuur bestaan. Het zal de deskundige tevens duidelijk zijn dat bij de eerste destillatiestap meerdere destillatiekolommen kunnen worden toegepast.

De eerste destillatiekolom die in de eerste stap toegepast word, heeft bij voorkeur een schotelgetal van 1 tot 10, bij voorkeur 1 tot 5.

Het product van de eerste destillatiestap wordt vervolgens in een tweede destillatiestap bij voorkeur onder vacuüm gedestilleerd onder vorming van een topfractie die ten minste 99,5 gew.% zuiver monomeer melkzuur bevat, en een destillatieresidu (bodemfractie). In het kader van de uitvinding moet onder vacuüm een druk van 0,01 tot 50 mbar, met meer voorkeur 0,1 tot 20 mbar en in het bijzonder 2 tot 10 mbar worden verstaan. In deze tweede stap is de temperatuur bij voorkeur 100° tot 200°C en in het bijzonder 110° tot 140°C. De tweede destillatiestap wordt bij voorkeur uitgevoerd in een of meer korte-weg-destillatieinrichtingen ("short path distillation").

Volgens een andere voorkeursuitvoeringsvorm van de uitvinding wordt in de tweede destillatiestap het product van de eerste destillatiestap door middel van filmverdamper in de dampfase gebracht en wordt daarna de damp naar een tweede destillatiekolom gevoerd, waarbij onder terugvloeiakoelingsomstandigheden scheiding in twee fracties bewerkstelligd wordt. Bij deze voorkeursuitvoeringsvorm wordt het product van de eerste destillatiestap bij voorkeur met toepassing van een of meer valfilmverdamper, gesmeerde filmverdamper en/of dunne-filmverdamper in de dampfase gebracht. Bij voorkeur bezit de tweede destillatiekolom een schotelgetal van 1 tot 10 en in het bijzonder van 1 tot 5. Op deze wijze wordt een tweede topfractie (product) verkregen die in hoofdzaak uit melkzuur bestaat en die ten minste 99,5 gew.% zuiver monomeer melkzuur bevat. Het residu (bodemfractie) van deze tweede destillatiestap bevat in hoofdzaak suikers en daarvan afgeleide producten, niet meer dan 1 gew.% monomeer melkzuur en voor het overige dimeren, trimeren en oligomeren van melkzuur. Het zal de deskundige duidelijk zijn dat in de tweede destillatiestap meerdere destillatiekolommen kunnen worden toegepast. Deze voorkeursuitvoeringsvorm wordt bij voorkeur onder een druk en bij een temperatuur uitgevoerd die gelijk zijn aan die van de eerste destillatiestap. Wanneer zeer zuiver melkzuur gewenst is, kan de met deze voorkeursuitvoeringsvorm verkregen topfractie worden onderworpen aan een destillatie onder vacuüm zoals hierboven beschreven is.

Volgens de uitvinding heeft het de voorkeur dat het product van de eerste destillatiestap aan een conditioneringsstap (een zogenaamde "preflash") onderworpen wordt voordat dit een tweede destillatiestap ondergaat, waarbij de druk bij voorkeur gelijk is aan die van de tweede destillatie. Echter, de druk mag ook 100% hoger zijn, d.w.z.

maximaal 50 mbar en bij voorkeur maximaal 20 mbar, en minimaal 10 mbar. Deze voorkeursuitvoeringsvorm heeft als voordeel dat een resterende hoeveelheid water en opgeloste gassen worden verwijderd voordat het product aan de tweede destillatiestap onderworpen wordt. Zo kan het product uit de eerste destillatiestap bijvoorbeeld 96
5 gew.% melkzuur bevatten, waarbij door het toepassen van een "preflash" het melkzuurgehalte verhoogd kan worden tot bijvoorbeeld 99 gew.%, zodat bij de tweede destillatiestap zuiverder melkzuur verkregen kan worden en een stabielere operatie wordt bewerkstelligd. De fractie water die met toepassing van een "preflash" verwijderd wordt, bevat in het algemeen 10 tot 20 gew.% melkzuur.

10 Het residu van de tweede destillatiestap kan in de werkwijze worden teruggevoerd, maar wordt bij voorkeur eerst aan een depolymerisatiestap onderworpen, in het bijzonder omdat het residu ongeveer 1 gew.% monomeer melkzuur en voor de rest oligomeren van melkzuur, berekend op de het gehele residu, en suikers bevat.

De depolymerisatiestap wordt bij voorkeur uitgevoerd door een mengsel van 30
15 tot 70 gew.%, bij voorkeur 40 tot 60 gew.%, van een waterige stroom die bij voorkeur 80 tot 100 gew.% water bevat, en 70 tot 30 gew.%, bij voorkeur 60 tot 40 gew.%, van het residu van de tweede destillatiestap, gedurende 1 tot 10 uur onder atmosferische druk bij een temperatuur van 60° tot 100°C te verwarmen. Deze waterige stroom is bij voorkeur afkomstig uit de eerste destillatiestap en/of de "preflash". Het product dat uit
20 de depolymerisatiestap wordt bij voorkeur naar de eerste destillatiestap teruggevoerd.

Met toepassing van de werkwijze volgens de uitvinding kan melkzuur worden verkregen dat na verhitten gedurende 2 uur onder terugvloeiakoeling niet meer dan 60 APHA-eenheden, bij voorkeur niet meer dan 40 APHA-eenheden en in het bijzonder niet meer dan 5 APHA-eenheden bezit.

25 In figuur 1 is een voorkeursuitvoeringsvorm van de werkwijze volgens de uitvinding weergegeven. Hierbij wordt een stroom [1] van een waterige oplossing van melkzuur aan een eerste destillatiestap onderworpen onder vorming van een bodemfractie [2] die in hoofdzaak melkzuur bevat, en een topfractie [3] die in hoofdzaak water bevat. Bij voorkeur wordt de bodemfractie [2] onderworpen aan een "preflash" onder vorming
30 van een topfractie [4] en een bodemfractie [5], waarbij de topfractie [4] in hoofdzaak uit water en de bodemfractie [5] in hoofdzaak uit melkzuur bestaat. De bodemfractie [5] wordt vervolgens aan een tweede destillatiestap onderworpen onder vorming van de topfractie [6] die in hoofdzaak of volledig uit zuiver melkzuur bestaat en een bodem-

fractie (residu) [7]. Deze bodemfractie [7] wordt bij voorkeur onderworpen aan een depolymerisatiestap, waarbij een waterstroom [10] wordt toegevoerd die bij voorkeur samengesteld is uit de topfracties [3] en [4] en eventueel extra water. Het residu van de depolymerisatiestap, stroom [9], wordt afgevoerd, en het product van de depolymerisatiestap, stroom [11], wordt teruggevoerd naar de eerste destillatiestap.

De uitvinding heeft tevens betrekking op een inrichting voor het zuiveren van een waterige oplossing van melkzuur die ongeveer 250 g lactaation/l of minder en minder dan 1 gew.% ionogene verontreinigingen, berekend op de gehele oplossing, omvat, waarbij de inrichting een eerste en een tweede destillatie-inrichting omvat.

Volgens een eerste voorkeursuitvoeringsvorm van de uitvinding omvat een eerste destillatie-inrichting een of meer filmverdampingsinrichtingen zoals valfilmverdampers, gesmeerde filmverdampers en/of dunne-filmverdampers en een of meer destillatiekolommen, waarbij de destillatiekolommen een schotelgetal van 1 tot 10 en bij voorkeur 1 tot 5 bezitten. Bij voorkeur omvat de tweede destillatie-inrichting een inrichting die onder vacuüm werkt (dat wil zeggen een inrichting die bij een druk van 0,01 tot 50 mbar, met meer voorkeur 0,1 tot 20 mbar en in het bijzonder 2 tot 10 mbar bedreven kan worden) en omvat deze inrichting een of meer korte-wegverdampers.

Volgens een tweede voorkeursuitvoeringsvorm van de uitvinding omvatten de eerste en de tweede destillatie-inrichtingen een of meer filmverdampingsinrichtingen en een of meer destillatiekolommen, waarbij de filmverdampingsinrichtingen valfilmverdampers, gesmeerde filmverdampers en/of dunne-filmverdampers kunnen zijn, en waarbij de destillatiekolommen een schotelgetal van 1 tot 10 en bij voorkeur 1 tot 5 bezitten.

In figuur 2 is schematisch een valfilmverdamer weergegeven (een uitwendige condenseerinrichting is gebruikelijk aanwezig, maar deze is niet weergegeven). Een dergelijke inrichting omvat een vat (20) waarin verwarmingselementen (21) aanwezig zijn waardoor via aan- en afvoeropeningen (22) en (23) een verwarmingsmedium wordt gevoerd. De te verdampen vloeistof wordt via aanvoeropening (24) in de verdamper gevoerd, waarbij de topfractie (25) de meest vluchtige component(en) en de bodemfractie (26) de minst vluchtige component(en) bevat. Via vacuümleiding (27) wordt de topfractie afgevoerd naar de uitwendige condenseerinrichting. Via afvoeropening (28) kan eventueel residu worden verwijderd. Nadelen van valfilmverdampers zijn dat de door laminaire films, die neerwaarts langs de verwarmingselementen stromen, aanlei-

ding geven tot zogenaamde "hot spots" waardoor het te zuiveren product oververhit en vervolgens ontleedt wordt. In het onderhavige geval kunnen dergelijke "hot spots" leiden tot ontleding en oligomerisatie van het melkzuur. Andere nadelen van dergelijke verdampers is dat door de grote temperatuurverschillen die heersen in het vat geen optimale destillatieresultaten verkregen kunnen worden en dat de druk in dergelijke verdampers niet lager dan 20 mbar kan zijn door de drukval die veroorzaakt wordt door dampen die stromen van het oppervlak van de verwarmingselementen naar de uitwendige condenseerinrichting.

In figuur 3 is schematisch een gesmeerde filmverdampers weergegeven. Een dergelijke inrichting omvat een vat (30) en een verwarmingsmantel (31) waardoor via aan- en afvoeropeningen (32) en (33) een verwarmingsmedium wordt gevoerd. In het vat is een roerder (34) aangebracht die voorzien is van schoepen, zodat de te verdampen vloeistof, die via aanvoeropening (35) in de inrichting gevoerd wordt, als een film langs de verwarmingswand van de inrichting wordt verdeeld. De meest vluchtige component(en) verlaten de inrichting via vacuümleiding (36) naar een uitwendige condenseerinrichting en de minst vluchtige component(en) via afvoeropening (37). Het meest belangrijke nadeel van gesmeerde filmverdampers is dat de werkdruk minimaal is (slechts enkele mbar) wat veroorzaakt wordt door de drukval van dampen die van het oppervlak van de verwarmingsmantel naar de uitwendige condenseerinrichting stromen. Een ander nadeel is dat naarmate de inwendige temperatuur lager wordt, de druk verlaagd moet worden wat leidt tot een grote toename van het dampvolume en hoge stroomweerstand. Het laatstgenoemde nadeel wordt ondervangen wanneer een uitwendige condenseerinrichting wordt vervangen door een inwendige condenseerinrichting die op korte afstand is aangebracht van de wand van de verwarmingsmantel, zodat in feite een korte-wegverdampers verkregen wordt.

Een schematische weergave van een korte-weg verdampers wordt getoond in figuur 4. Een dergelijke verdampers omvat een vat (40), een verwarmingsmantel (41), een door een uitwendige motor aangedreven rollenwissersysteem (42) voor het aanbrengen van een film van de te verdampen vloeistof, en een inwendige condenseerinrichting (43). Door de verwarmingsmantel wordt via aan- en afvoeropeningen (441) en (442) een verwarmingsmedium gevoerd, terwijl door aan- en afvoeropeningen (451) en (452) koelwater voor de condenseerinrichting wordt gevoerd. De te verdampen vloeistof wordt aan de verdampers toegevoerd via aanvoeropening (46). De meest vluchtige com-

ponenten worden via vacuümleiding (47) afgevoerd en het product via afvoerleiding (48). Voordelen van een korte-wegverdampers zijn in het bijzonder een doeltreffende warmteoverdracht en het voorkomen van "hot spots", het continu bedrijven van de destillatie met een korte verblijftijd van het te zuiveren product op de wand van de verwarmingsmantel en een werkdruk die wel 0,01 bar kan zijn.

In figuur 5 is een destillatie-inrichting volgens de uitvinding weergegeven die een inrichting (50) omvat voor het verdampen van een film van het te verdampen product, waarbij de damp naar een destillatiekolom (51) gevoerd wordt.

De destillatiekolom bezit bij voorkeur een schotelgetal van 1 tot 10 en in het bijzonder van 1 tot 5. Bij voorkeur is inrichting (50) een valfilmverdampers, een gesmeerde filmverdampers of een dunne-filmverdampers. In de destillatiekolom (51) heersen terugvloeiakoelingsomstandigheden ("reflux conditions") waardoor door middel van destillatie een optimale scheiding bewerkstelligd wordt. Het bodemproduct uit de destillatiekolom (51) dat in het onderhavige geval in hoofdzaak water en verontreinigingen bevat, wordt bij voorkeur teruggevoerd naar inrichting (50). Het topproduct bevat in hoofdzaak zuiver monomeer melkzuur.

Tevens is gebleken dat de tweede destillatiestap met een destillatie-inrichting volgens figuur 5 geschikt kan worden uitgevoerd in plaats van met een korte-wegdestillatie-inrichting.

Volgens de uitvinding wordt een waterige oplossing van melkzuur dus bij voorkeur op de volgende wijze gezuiverd:

- (A) een eerste destillatiestap waarbij een of meer valfilmverdampers, gesmeerde filmverdampers en/of dunne-filmverdampers worden toegepast,
- (B) een "preflash",
- (C) een tweede destillatie-inrichting waarbij een of meer korte-wegdestillatie-inrichtingen wordt toegepast, en
- (D) een depolymerisatiestap.

Met meer voorkeur wordt volgens de uitvinding een waterige oplossing van melkzuur op de volgende wijze gezuiverd:

- (A) een eerste destillatiestap waarbij een of meer valfilmverdampers, gesmeerde filmverdampers en/of dunne-filmverdampers en een of meer destillatiekolommen worden toegepast,
- (B) een "preflash",

- (C) een tweede destillatie-inrichting waarbij een of meer korte-wegdestillatie-inrichtingen wordt toegepast, en
- (D) een depolymerisatiestap.

5 In het bijzonder wordt volgens de uitvinding een waterige oplossing van melkzuur op de volgende wijze gezuiverd:

- (A) een eerste destillatiestap waarbij een of meer valfilmverdampers, gesmeerde filmverdampers en/of dunne-filmverdampers en een of meer destillatiekolommen worden toegepast,
- (B) een "preflash",
- 10 (C) een tweede destillatie-inrichting waarbij een of meer valfilmverdampers, gesmeerde filmverdampers en/of dunne-filmverdampers worden toegepast, en
- (D) een depolymerisatiestap.

Conclusies

1. Werkwijze voor het zuiveren van een waterige oplossing van melkzuur die ongeveer 250 g lactaation/l of minder en minder dan 1 gew.% ionogene verontreinigingen, berekend op de gehele oplossing, omvat, waarbij de oplossing aan twee of
5 meer destillatiestappen onderworpen wordt.
2. Werkwijze volgens conclusie 1, waarbij de eerste destillatiestap bij een temperatuur van 80 tot 150 °C en een druk van 50 tot 250 mbar uitgevoerd wordt.
3. Werkwijze volgens conclusie 2, waarbij de temperatuur tussen 100 en 140 °C en de
10 druk tussen 60 en 150 mbar ligt.
4. Werkwijze volgens een der conclusies 1 tot 3, waarbij in de eerste destillatiestap de oplossing door middel van filmverdamping in de dampfase gebracht wordt en de damp naar een eerste destillatiekolom gevoerd wordt.
5. Werkwijze volgens conclusie 4, waarbij de filmverdamping gesmeerde filmverdamping, dunne-filmverdamping en/of valfilmverdamping omvat.
15
6. Werkwijze volgens conclusie 4 of 5, waarbij de destillatiekolom een schotelgetal van 1 tot 10 bezit.
7. Werkwijze volgens een der conclusies 1 tot 6, waarbij de bodemfractie van de eerste destillatiestap ten minste 95 gew.% monomeer melkzuur bevat, berekend op het
20 gewicht van de bodemfractie.
8. Werkwijze volgens een der conclusies 1 tot 7, waarbij de tweede destillatiestap bij een temperatuur van 100 tot 200 °C en een druk van 0,1 tot 20 mbar uitgevoerd wordt.
9. Werkwijze volgens conclusie 8, waarbij de temperatuur tussen 110 en 140 °C en de
25 druk tussen 2 en 10 mbar ligt.
10. Werkwijze volgens een der conclusies 1 tot 9, waarbij in de tweede destillatiestap het product van de eerste destillatiestap door middel van filmverdamping in de dampfase gebracht wordt en de damp naar een tweede destillatiekolom gevoerd wordt.
- 30 11. Werkwijze volgens conclusie 10, waarbij de filmverdamping gesmeerde filmverdamping, dunne-filmverdamping en/of valfilmverdamping omvat.
12. Werkwijze volgens conclusie 11 of 12, waarbij de destillatiekolom een schotelgetal van 1 tot 10 bezit.

13. Werkwijze volgens een der conclusies 1 tot 12, waarbij het product van de eerste destillatiestap aan een of meer indampstappen wordt onderworpen die bij een druk wordt uitgevoerd die hoger is dan de druk van de tweede destillatiestap.
14. Werkwijze volgens conclusie 13, waarbij de indampstappen bij een druk van 10 tot 500 mbar wordt uitgevoerd.
15. Werkwijze volgens conclusie 13 of 14, waarbij de indampstappen in een of meer valfilmverdamper, dunne-filmverdamper en/of gesmeerde filmverdamper worden uitgevoerd.
16. Werkwijze volgens een der conclusies 1 tot 15, waarbij het product van de eerste destillatiestap aan een conditioneringsstap onderworpen wordt.
17. Werkwijze volgens een der conclusies 1 tot 15, waarbij het residu van de tweede destillatiestap aan een depolymerisatiestap onderworpen wordt.
18. Werkwijze volgens conclusie 17, waarbij 30 tot 70 gew.% van een waterige stroom met 70 tot 30 gew.% van het residu van de tweede destillatiestap, berekend op het gewicht van het residu, met elkaar gemengd worden en het mengsel gedurende 1 tot 10 uur en onder atmosferische druk bij een temperatuur van 60 tot 100°C verwarmd wordt, waarbij de waterige stroom 80 tot 100 gew.% water bevat, berekend op het gewicht van de waterige stroom.
19. Werkwijze volgens conclusie 17 of 18, waarbij het product verkregen uit de depolymerisatiestap naar de eerste destillatiestap wordt teruggevoerd.
20. Werkwijze volgens een der voorgaande conclusies, waarbij de werkwijze continu wordt uitgevoerd.
21. Inrichting voor het zuiveren van een waterige oplossing van melkzuur die ongeveer 250 g lactaation/l of minder en minder dan 1 gew.% ionogene verontreinigingen, berekend op de gehele oplossing, omvat, waarbij de inrichting een eerste en een tweede destillatie-inrichting omvat.
22. Inrichting volgens conclusie 21, waarbij de destillatie-inrichtingen een filmverdampingsinrichting en een destillatiekolom omvatten.
23. Inrichting volgens conclusie 21 of 22, waarbij de filmverdampingsinrichting een gesmeerde filmverdamer, een dunne-filmverdamer en/of een valfilmverdampingsinrichting omvat.
24. Inrichting volgens een der conclusies 21 tot 23, waarbij de destillatiekolommen een schotelgetal van 1 tot 10 bezitten.

25. Inrichting volgens een der conclusies 21 tot 24, waarbij de inrichting een conditioneringsinrichting omvat.
26. Inrichting volgens een der voorgaande conclusies 21 tot 25, waarbij de inrichting een depolymerisatieinrichting omvat.
- 5 27. Melkzuur verkrijgbaar volgens de werkwijze volgens een der conclusies 1 tot 20.
28. Melkzuur volgens conclusie 27, waarbij na verhitten gedurende twee uur onder terugvloei-ei-ling het melkzuur een APHA-waarde van niet meer dan 60, bij voorkeur niet meer dan 40 en in het bijzonder niet meer dan 5 bezit.

fig - 1

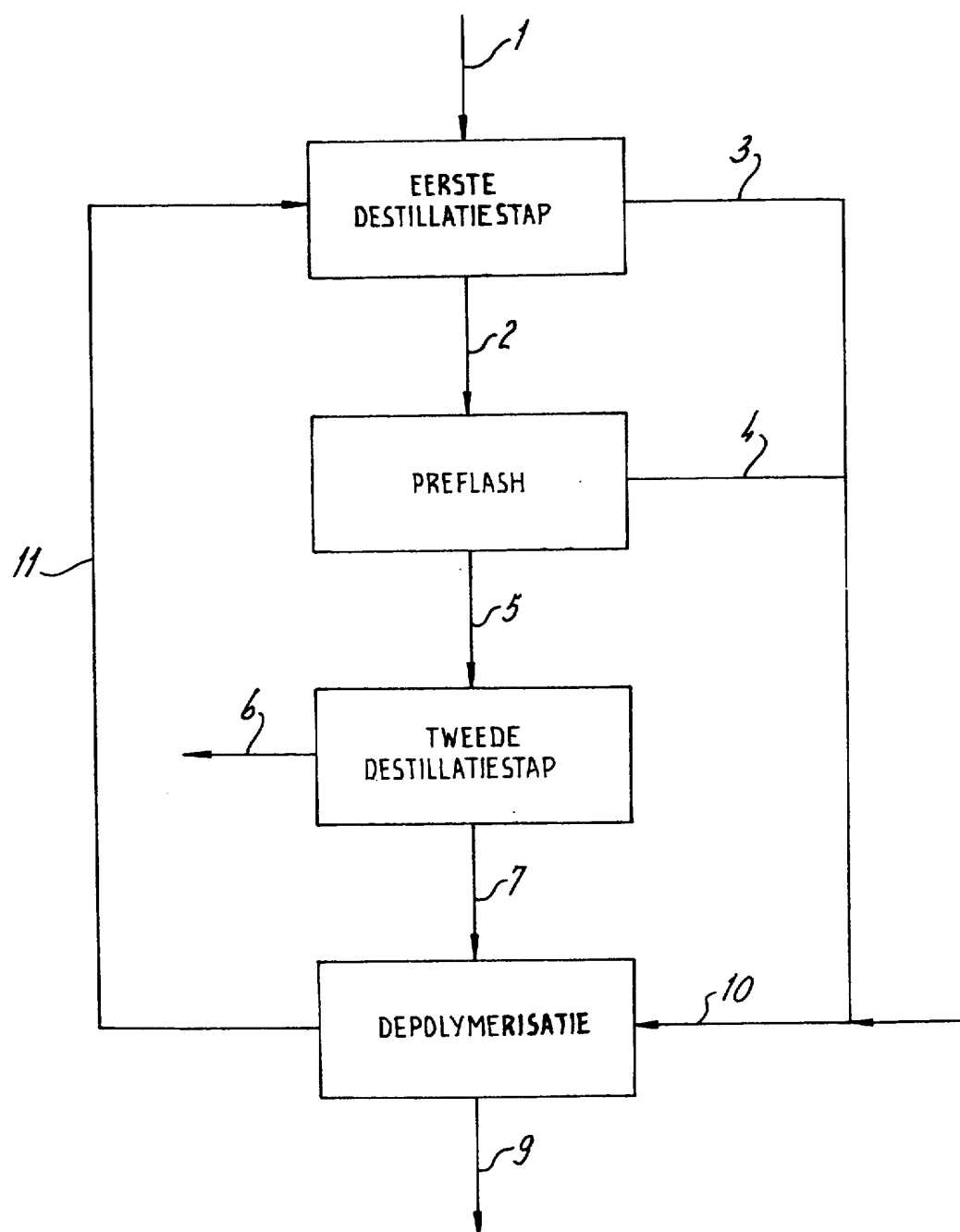


fig-2

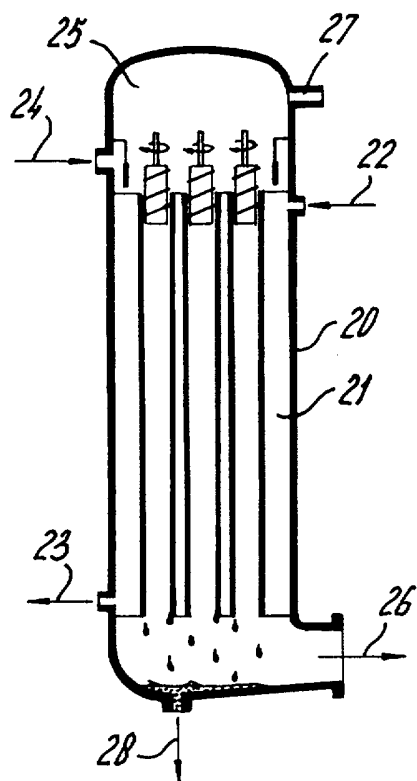


fig-3

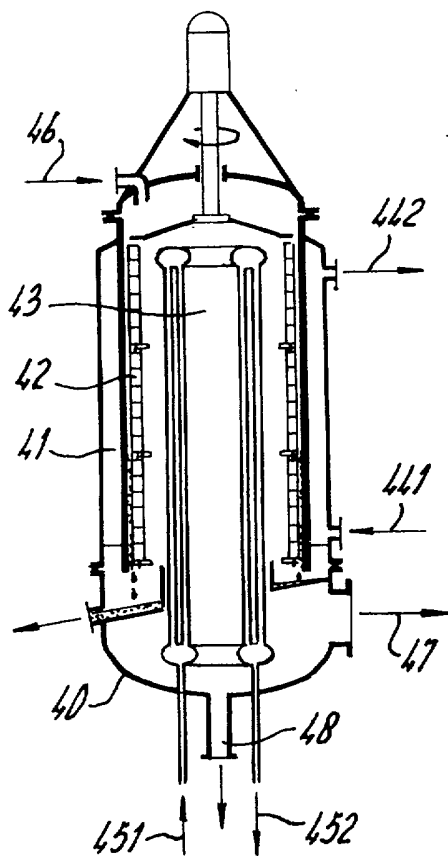
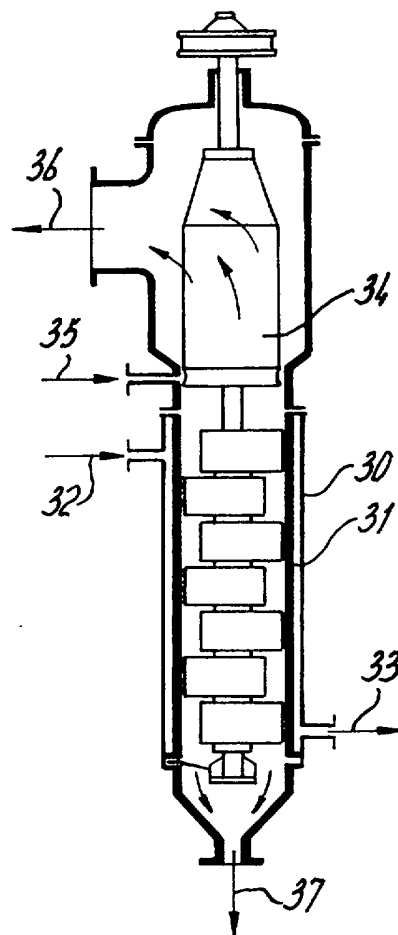
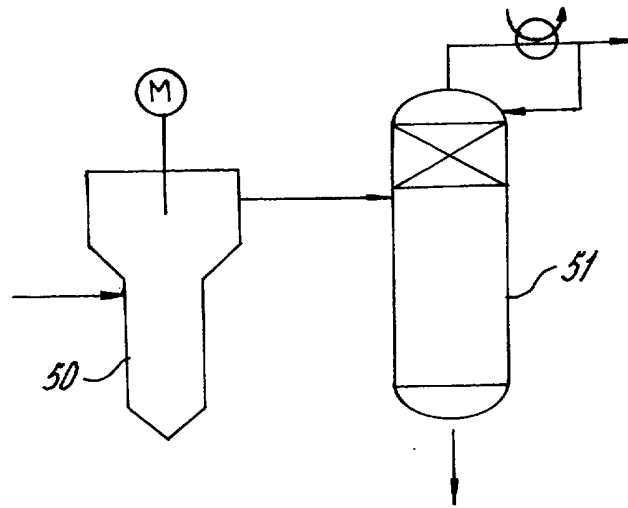


fig-4

fig-5



RAPPORT BETREFFENDE
NIEUWHEIDSONDERZOEK VAN INTERNATIONAAL TYPE

IDENTIFIKATIE VAN DE NATIONALE AANVRAGE	Kenmerk van de aanvrager of van de gemachtigde BO 42972 EE
Nederlandse aanvrage nr. 1013682	Indieningsdatum 26 november 1999
	Ingeroepen voorrangsdatum
Aanvrager (Naam) PURAC BIOCHEM B.V.	
Datum van het verzoek voor een onderzoek van internationaal type	Door de Instantie voor Internationaal Onderzoek (ISA) aan het verzoek voor een onderzoek van internationaal type toegekend nr. SN 34492 NL
I. CLASSIFICATIE VAN HET ONDERWERP (bij toepassing van verschillende classificaties, alle classificatiesymbolen opgeven)	
Volgens de Internationale classificatie (IPC) Int.Cl.7: C07C51/44, C07C59/08	
II. ONDERZOCHE GEBIEDEN VAN DE TECHNIEK	
Onderzochte minimum documentatie	
Classificatiesysteem	Classificatiesymbolen
Int.Cl.7:	C07C
Onderzochte andere documentatie dan de minimum documentatie voor zover dergelijke documenten in de onderzochte gebieden zijn opgenomen	
III. ☐ GEEN ONDERZOEK MOGELIJK VOOR BEPAALDE CONCLUSIES (opmerkingen op aanvullingsblad)	
IV. ☐ GEBREK AAN EENHEID VAN UITVINDING (opmerkingen op aanvullingsblad)	

**VERSLAG VAN HET NIEUWHEIDSONDERZOEK VAN
INTERNATIONAAL TYPE**

Nummer van het verzoek om een nieuwheidsonderzoek

NL 1013682

A. CLASSIFICATIE VAN HET ONDERWERP
IPC 7 C07C51/44 C07C59/08

Volgens de Internationale Classificatie van octrooien (IPC) of zowel volgens de nationale classificatie als volgens de IPC.

B. ONDERZOCHE GEBIEDEN VAN DE TECHNIEK

Onderzochte minimum documentatie (classificatie gevolgd door classificatiesymbolen)
IPC 7 C07C

Onderzochte andere documentatie dan de minimum documentatie, voor dergelijke documenten, voor zover dergelijke documenten in de onderzochte gebieden zijn opgenomen

Tijdens het internationaal nieuwheidsonderzoek geraadpleegde elektronische gegevensbestanden (naam van de gegevensbestanden en, waar uitvoerbaar, gebruikte trefwoorden)
CHEM ABS Data, WPI Data, PAJ

C. VAN BELANG GEMAKTE DOCUMENTEN

Categorie	Geciteerde documenten, eventueel met aanduiding van speciaal van belang zijnde passages	Van belang voor conclusie nr.
X	WO 98 55442 A (BRUSSELS BIOTECH) 10 December 1998 (1998-12-10) in de aanvraag genoemd	21-23, 27
A	conclusies; figuur 2; voorbeelden	1
A	US 1 594 843 A (J. W. LAWRIE) 3 Augustus 1926 (1926-08-03) in de aanvraag genoemd het gehele document	1
A	BE 1 008 099 A (BRUSSELS BIOTECH) 16 Januari 1996 (1996-01-16) in de aanvraag genoemd voorbeeld 1; tabel 1	1



Verdere documenten worden vermeld in het vervolg van vak C.



Leden van dezelfde octrooifamilie zijn vermeld in een bijlage

Speciale categorieën van aangehaalde documenten

"A" document dat de algemene stand van de techniek weergeeft, maar niet beschouwd wordt als zijnde van bijzonder belang

"E" eerder document, maar gepubliceerd op de datum van indiening of daarna

"L" document dat het beroep op een recht van voorrang aan twijfel onderhevig maakt of dat aangehaald wordt om de publikatiedatum van een andere aanhaling vast te stellen of om een andere reden zoals aangegeven

"O" document dat betrekking heeft op een mondelinge uiteenzetting, een gebruik, een tentoonstelling of een ander middel

"P" document gepubliceerd voor de datum van indiening maar na de ingeroepen datum van voorrang

"T" later document, gepubliceerd na de datum van indiening of datum van voorrang en niet in strijd met de aanvraag, maar aangehaald ter verduidelijking van het principe of de theorie die aan de uitvinding ten grondslag ligt

"X" document van bijzonder belang; de uitvinding waarvoor uitsluitende rechten worden aangevraagd kan niet als nieuw worden beschouwd of kan niet worden beschouwd op inventiviteit te berusten

"Y" document van bijzonder belang; de uitvinding waarvoor uitsluitende rechten worden aangevraagd kan niet worden beschouwd als inventief wanneer het document beschouwd wordt in combinatie met één of meerdere soortgelijke documenten, en deze combinatie voor een deskundige voor de hand ligt

"&" document dat deel uitmaakt van dezelfde octrooifamilie

Datum waarop het nieuwheidsonderzoek van internationaal type werd voltooid

30 Juni 2000

Verzenddatum van het rapport van het nieuwheidsonderzoek van internationaal type

Naam en adres van de instantie

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

De bevoegde ambtenaar

Wright, M

VERSLAG VAN HET NIEUWHEIDSONDERZOEK VAN
INTERNATIONAAL TYPE

Informatie over leden van dezelfde octrooifamilie

Nummer van het verzoek om een nieuwheidsonderzoek

NL 1013682

In het rapport genoemd octrooi ¹ geschrift	Datum van publicatie	Overeenkomend(e) geschrift(en)	Datum van publicatie
WO 9855442	A	10-12-1998	BE 1011197 A 01-06-1999
			AU 7632398 A 21-12-1998
			EP 0986532 A 22-03-2000
			NO 995999 A 07-02-2000
US 1594843	A	03-08-1926	GEEN
BE 1008099	A	16-01-1996	GEEN