



(19)
Bundesrepublik Deutschland
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 600 06 702 T2 2004.09.30**

(12) **Übersetzung der europäischen Patentschrift**

(97) **EP 1 218 330 B1**

(21) Deutsches Aktenzeichen: **600 06 702.5**

(86) PCT-Aktenzeichen: **PCT/IL00/00573**

(96) Europäisches Aktenzeichen: **00 960 955.3**

(87) PCT-Veröffentlichungs-Nr.: **WO 01/027063**

(86) PCT-Anmeldetag: **17.09.2000**

(87) Veröffentlichungstag
der PCT-Anmeldung: **19.04.2001**

(97) Erstveröffentlichung durch das EPA: **03.07.2002**

(97) Veröffentlichungstag
der Patenterteilung beim EPA: **19.11.2003**

(47) Veröffentlichungstag im Patentblatt: **30.09.2004**

(51) Int Cl.⁷: **C07C 51/48**

**C07C 51/487, C07C 59/265, C07C 59/08,
C07C 67/08, C07C 69/68, C07D 319/12,
C08G 63/06**

(30) Unionspriorität:

13228999 08.10.1999 IL

(73) Patentinhaber:

A.E. Staley Mfg. Co., Decatur, Ill., US

(74) Vertreter:

derzeit kein Vertreter bestellt

(84) Benannte Vertragsstaaten:

**AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT,
LI, LU, MC, NL, PT, SE**

(72) Erfinder:

BANIEL, Avraham, 93107 Jerusalem, IL

(54) Bezeichnung: **EIN VERFAHREN ZUR RÜCKGEWINNUNG VON SÄURE**

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99 (1) Europäisches Patentübereinkommen).

Die Übersetzung ist gemäß Artikel II § 3 Abs. 1 IntPatÜG 1991 vom Patentinhaber eingereicht worden. Sie wurde vom Deutschen Patent- und Markenamt inhaltlich nicht geprüft.

Beschreibung

[0001] Die vorliegende Erfindung betrifft die Gebiete der Rückgewinnung von Carbonsäuren mittels Amin-Extraktionsmitteln und der Umwandlung der zurückgewonnenen Säuren in Derivate. Insbesondere betrifft die vorliegende Erfindung ein Verfahren für die Umwandlung einer extrahierten Carbonsäure in ein nichtionisiertes Derivat davon.

[0002] Im allgemeinsten Fall stellen diese Gebiete der Rückgewinnung von Säuren mittels Amin-Extraktionsmitteln und der Umwandlung der zurückgewonnenen Säuren in nichtionisierte Derivate – welche Gebiete und deren Techniken an sich bekannt sind – eine Abfolge von zwei unabhängigen Verfahren bereit: das erste für die Rückgewinnung einer Säure (als kristallines Produkt oder wässrige Lösung) und das zweite für die Umwandlung einer derartigen zurückgewonnenen Säure in ein gewünschtes Derivat, wie beispielsweise Salz, Ester, Polysäure usw.

[0003] Diese zwei Gebiete können jedoch mit Vorteil in Fällen kombiniert werden, in welchen die Säure umgewandelt werden kann, während sie noch durch ein wasserunlösliches Amin-Lösungsmittel getragen wird, nachstehend als „Extrakt“ bezeichnet, und das Säureumwandlungsprodukt direkt gewonnen werden kann. So kann ein Extrakt einer Säure, die wasserlösliche Salze bildet, mit einem wässrigen Alkali in einem einzigen Kontakt umgesetzt werden, um eine wässrige Salzlösung zu erzeugen, und wobei gleichzeitig das Amin-Lösungsmittel (nachstehend als „Extraktionsmittel“ bezeichnet) freigegeben wird. Durch eine derartige Verfahrensweise: wird der Arbeitsgang der „Rückextraktion“ des Säure-Rückgewinnungsverfahrens, bei welchem die Säure durch Wasser rückextrahiert wird, eliminiert.

[0004] Die US-Patentschrift 4275234 von Baniel et al. ist veranschaulichend für die Rückgewinnung von Carbonsäuren als solchen mittels Extraktion und Rückextraktion mit einem Amin-Lösungsmittel. Ähnlich veranschaulicht die US-Patentschrift 5231225 von Baniel et al. die Rückgewinnung durch Alkali. Diese Beispiele sind nicht einmalig. Sie fallen in einen ausgiebig veröffentlichten Stand der Technik.

[0005] In Analogie zur Umwandlung von Säuren in Salze direkt in dem Extrakt könnte man nach direkter Umwandlung in andere Derivate streben. In der Tat stellt die bestehende Chemie die Umwandlung Amingebundener Säuren in typische Derivate, wie beispielsweise Ester, bereit. Dies gilt besonders für Carbonsäuren, die schwach an Amine binden, wie beispielsweise Trialkylamine mit 20 C-Atomen oder mehr, die typischerweise bei der Lösungsmittelextraktion verwendet werden. So kann Citronensäure in den Ethylester umgewandelt werden, kann Milchsäure verschiedenartig in den Ethylester, in Polymilchsäure und in Lactid umgewandelt werden. Ein schwaches Amin ist, ähnlich Kohlenwasserstoffen und anderen neutralen Lösungsmitteln, hinsichtlich derartiger Reaktionen im wesentlichen inert. Der Begriff

„neutral“, wie er hier verwendet wird, soll bedeuten, daß das Lösungsmittel nicht selbst direkt an der Reaktion teilnimmt, obwohl es sie direkt oder indirekt unterstützen mag.

[0006] Um die Anwendbarkeit von Reaktionen in Anwesenheit von Lösungsmitteln, die neutral sind, zu veranschaulichen, wird der Fall der Umwandlung von Milchsäure in eine Vielfalt ihrer nichtionisierten Derivate betrachtet.

[0007] Die US-Patentschriften 5420304 und 5750732, beide von Verser et al., lehren beide Verfahren zur Herstellung von cyclischen Estern von Hydroxysäuren einschließlich Lactid und Polymilchsäuren aus Milchsäure in Anwesenheit einer großen Vielfalt von neutralen Lösungsmitteln. Von derartigen Umwandlungen ist seit vielen Jahren bekannt, daß sie in Abwesenheit von Lösungsmitteln stattfinden, z.B.

[0008] Carothers et al. und andere, die in der gleichen Patentschrift angeführt sind. Die Lösungsmittel sind somit offensichtlich neutral in dem Sinn, der vorstehend diesem Wort gegeben wurde. Die Gründe für ihre Verwendung können mit Reaktionserleichterung verbunden sein oder damit, daß ihre Anwesenheit darauf zurückzuführen ist, daß sie bei der Rückgewinnung der Carbonsäure durch Lösungsmittelextraktion verwendet worden sind. Dieser letzte Fall, beansprucht von Verser et al ist von besonderer Relevanz für die vorliegende Erfindung, wie nachstehend ausführlich erklärt wird.

[0009] Die US-Patentschrift 5319107 von Benecke et al. beschreibt speziell „Alkyl- oder Arylaminsalze“ (ibid. S. 5, Zeilen 5–8) als bevorzugte Ausgangsmaterialien zur Herstellung cyclischer Ester aus Hydroxysäuren, wie beispielsweise Lactid aus Milchsäure. Es sollte vermerkt werden, daß der Begriff „Aminsalze“ ein akzeptierter Weg ist, um den Zustand einer Carbonsäure, getragen in einer Amin-Lösungsmittelphase, zu beschreiben, der so typischerweise durch Lösungsmittelextraktion unter Anwendung eines derartigen Amin-Lösungsmittels erhalten wird.

[0010] EP 0789080 A2 von Kamm et al., betitelt: „Verfahren zur Herstellung von organischen Ammoniumlactaten und ihre Anwendung bei der Herstellung von Dilactid“, beansprucht eine spezielle Klasse von Aminen für Zwecke, die in der zuvor zitierten Patentschrift weitgehend definiert sind.

[0011] Das vorangegangene arbeitet die Wünschbarkeit heraus, Carbonsäuren, insbesondere Carbonsäuren, die in einem Verfahren zur Rückgewinnung des Lösungsmittels in einem Lösungsmittelphase-Extrakt erhalten werden, in Produktderivate umzuwandeln, während sie noch in der organischen Phase des Extrakts getragen werden. Zusätzlich zu möglichen Einsparungen bei der Rückextraktion und anschließenden Arbeitsgängen kann die einfache Tatsache, daß der Extrakt frei oder nahezu frei von Wasser ist, von beträchtlichem Vorteil bei Reaktionen sein, die Wassereliminierung einschließen, wie beispielsweise Veresterung, Lactonisierung usw., wie in

den zitierten Patentschriften und den zahlreichen darin zitierten Dokumenten herausgearbeitet ist.

[0012] Die ausgedehnte Verwendung dieser attraktiven Möglichkeiten wird jedoch durch die Divergenz zwischen den Anforderungen der Säurerückgewinnung durch Extraktion und den Anforderungen der Umwandlung der Säure, wie sie in dem Extrakt erhalten wird, begrenzt. Typischerweise enthält der Extrakt Säure mit einem niedrigen Konzentrationsniveau, wohingegen für die Umwandlung der Säure eine hohe Konzentration wünschenswert ist.

[0013] Der letzte Punkt bezieht sich auf den deutlichen Unterschied, der bei der Umwandlung von Carbonsäuren, getragen in einem Amin-Lösungsmittel-extrakt, in anorganische wasserlösliche Salze und deren Umwandlung in nichtionisierte organische Derivate, wie beispielsweise Ester, erhalten wird. In dem ersteren Fall wird die Konzentration des Salzes durch die Konzentration des Alkalis bestimmt, das verwendet wird, um mit der Säure zu reagieren; in dem letzteren Fall wirkt das Lösungsmittel als Verdünnungsmittel, welches im allgemeinen dazu neigt, Gleichgewichte, Reaktionsgeschwindigkeiten und Auftrennungskosten negativ zu beeinflussen.

[0014] Der Zweck der vorliegenden Erfindung ist, einfache Wege bereitzustellen, um diese Divergenz zu beheben, ebenso wie Mittel bereitzustellen, die leicht an gegenwärtig verwendete industrielle Verfahrensweisen anpaßbar sind.

[0015] Diesen Stand der Technik im Sinn wird nun gemäß der vorliegenden Erfindung ein Verfahren für die Umwandlung einer extrahierten Carbonsäure in ein nichtionisiertes Derivat davon bereitgestellt, umfassend Inkontaktbringen einer Carbonsäure enthaltenden wässrigen Lösung mit einem wasserunlöslichen Amin-Lösungsmittel, um die Säure daraus zurückzugewinnen und um einen Extrakt, tragend die Amin-gebundene Carbonsäure, zu erzeugen, dadurch gekennzeichnet, daß der Extrakt mit einer konzentrierten wässrigen Lösung der gleichen Säure von hoher Konzentration in Kontakt gebracht wird, wodurch zusätzliche Säure in den Extrakt überführt wird, um einen beladenen Extrakt zu erzeugen, und der beladene Extrakt umgesetzt wird, um durch Reaktionen, die an sich bekannt sind, ein nichtionisiertes Derivat der Säure zu erzeugen, wodurch die Säure in eine nichtionisierte Derivatform umgewandelt wird und das Amin-Lösungsmittel zur Wiederverwendung freigesetzt wird.

[0016] In bevorzugten Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung wird der Extrakt mit Amingebundener Säure in zwei Ströme aufgespalten, von denen ein erster Strom mit Wasser rückextrahiert und eingeeengt wird, um die konzentrierte Lösung für die Wiedervereinigung mit dem zweiten Strom des Extrakts zu erzeugen.

[0017] In der vorliegenden Erfindung kann der beladene Extrakt, der die Amin-gebundene Carbonsäure trägt, umgesetzt werden, um ein nichtionisiertes Derivat der Säure durch intramolekulare oder intermole-

kulare Reaktionen der Säure oder Reaktionen der Säure mit einem Reagenz zu erzeugen, wobei alle diese Reaktionen an sich bekannt sind und keinen Teil der vorliegenden Erfindung bilden.

[0018] Wenn auch die Erfindung nun in Verbindung mit bestimmten bevorzugten Ausführungsformen in den folgenden Beispielen und mit Bezugnahme auf die begleitenden Figuren beschrieben wird, so daß deren Aspekte vollständiger verstanden und gewürdigt werden können, ist es nicht beabsichtigt, die Erfindung auf diese speziellen Ausführungsformen zu begrenzen. Im Gegenteil ist beabsichtigt, alle Alternativen, Modifizierungen und Äquivalente abzudecken, wie sie innerhalb des Schutzbereichs der Erfindung, wie er durch die anhängenden Ansprüche definiert ist, eingeschlossen sein können. So sollen die folgenden Beispiele, die bevorzugte Ausführungsformen einschließen, dazu dienen, die praktische Ausführung dieser Erfindung zu veranschaulichen, wobei selbstverständlich ist, daß die angegebenen Einzelheiten lediglich als Beispiel und für Zwecke der veranschaulichenden Diskussion bevorzugter Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung dienen und aus dem Grund dargestellt werden, um bereitzustellen, was angenommen wird, die nützlichste und am leichtesten verständliche Beschreibung von Formulierungsverfahren ebenso wie von den Prinzipien und konzeptionellen Aspekten der Erfindung zu sein.

[0019] In den Zeichnungen:

ist Fig. 1 ein schematisches Fließdiagramm eines bevorzugten Verfahrens gemäß der vorliegenden Erfindung; und

ist Fig. 2 ein schematisches Fließdiagramm einer Verfahrensvariante gemäß der vorliegenden Erfindung.

[0020] Bezugnehmend nun auf Fig. 1:

– stellt „Rückgewinnung“ ein Verfahren dar, das zu einem Extraktionsmittel (ein Amin-Lösungsmittel), das eine Säure trägt, dem Extrakt, führt.

– stellt „Umwandlung“ ein Verfahren dar, das Säure verbraucht, die durch das gleiche Extraktionsmittel getragen wird, in welchem die Säure chemisch umgewandelt wird und das Extraktionsmittel freigesetzt wird.

– ist **(1)** ein bei der Rückgewinnung hergestellter Säure-tragender Extraktstrom, der in zwei Ströme **(1a)** und **(1b)** aufgespalten wird;

– wird **(1a)** beim Beladen mit einer konzentrierten wässrigen Lösung der gleichen Säure **(2)** von hoher Konzentration in Kontakt gebracht, wodurch **(1a)** mit zusätzlicher Säure beladen wird, um einen Extraktionsmittelstrom **(3)** bereitzustellen, der Säure mit einem wünschenswert hohen Niveau trägt; da die Konzentration von **(2)** nach Belieben festgelegt werden kann ebenso wie das Verhältnis von **(1a)**, das mit **(2)** in Kontakt gebracht wird, wird ein einzelner Kontakt im allgemeinen ausreichen, um die gewünschte Zusammensetzung von **(3)** zu sichern;

– trägt **(3)** Säure in einer Menge, die ungefähr gleich derjenigen von **(1)** ist, und ist die Zufuhr zu der Um-

wandlung, in welcher die Säure in das gewünschte Produkt umgewandelt wird, wodurch das darin enthaltene Extraktionsmittel (7) freigesetzt wird, welches zur Rückgewinnung zurückgeführt wird.

– wird (1b) einer Rückextraktion mit Wasser unterworfen, wodurch die Säure, die es trägt, in einen wässrigen Strom (4) überführt wird; vereint sich das säurefreie Extraktionsmittel (6), das gleichzeitig erzeugt wird, wieder mit (7), wobei (8) erzeugt wird, welches das Extraktionsmittel zur Rückgewinnung zurückführt;

– wird (4), das Säure in ungefähr gleicher Menge wie das Inkrement enthält, durch welches (1a) beladen wurde, um (3) zu erzeugen, eingeengt, wie notwendig, um (5) als Auffrischung für die Beladungslösung (2) bereitzustellen.

[0021] Eine Variante des Verfahrens ist in Fig. 2 veranschaulicht.

[0022] In diesem Fall wird der Extraktionsmittelstrom (11), der die Säure von der Rückgewinnung trägt, nicht wie in der vorigen Variante vor der Beladung aufgespalten. Alles davon wird bis zu dem gewünschten Niveau beladen und der beladene Strom (13) wird in (13a), das zur Umwandlung geht, und (13b), das zur Rückextraktion geht, aufgespalten. Der ganze Rest ist mit dem vorherigen Schema identisch, aber der Strom (14) wird konzentrierter als in dem vorherigen Schema sein. Dies führt zu geringeren Anforderungen an die Einengung und möglicherweise zu deren vollständiger Eliminierung.

[0023] Beide Schemata gelten in allen Fällen. Jedoch kann, abhängig von den charakteristischen Eigenschaften jedes speziellen Falles das eine oder das andere vorzuziehen sein. Dies kann im allgemeinen aus Verteilungsdiagrammen, wenn verfügbar, abgeleitet werden oder durch wenige einfache Versuche festgestellt werden.

[0024] Die folgenden Beispiele veranschaulichen die vorhergehenden Arten der praktischen Ausführung der vorliegenden Erfindung. Der Klarheit wegen und zur Veranschaulichung werden Rückgewinnung, wo der Extrakt entsteht, und Umwandlung, wo die Säure, getragen durch den Extrakt, umgesetzt wird, nachstehend in Beispielen beschrieben, aber dadurch wird weder ein Anspruch auf diese Arbeitsgänge erhoben, noch ist irgendeine Begrenzung im Hinblick auf die Erfindung enthalten, die für sich die Änderung des Verhältnisses von Säure zu Amin-Lösungsmittel in dem Extrakt, erhalten bei der Rückgewinnung, für Vorteile, verwirklicht bei der Umwandlung, betrifft.

BEISPIEL 1

[0025] 100 g filtrierte Fermentierungsnährlösung, enthaltend 16 Gew.-% Citronensäure, wurden – gemäß der Lehre der US-Patentschrift 4275234 – bei 33°C durch ein Lösungsmittel, enthaltend 1 Mol Tridodecylamin und 5% n-Octanol (wobei der Rest Kohlenwasserstoffe sind), mit einem Gewichtsverhältnis

von 1,7:1 Lösungsmittel:wässrige Phase in fünf Gegenstrom-Stufen extrahiert, wodurch 178 g Extrakt erhalten wurden, die praktisch die gesamte Citronensäure enthielten. Der Extrakt enthielt nahezu 9% Citronensäure.

[0026] 82 g des Extrakts (entsprechend Strom (1a) in Fig. 1) wurden in 2 Gegenstrom-Stufen mit 300 g einer wässrigen Lösung mit 40% Citronensäure in Kontakt gebracht, wodurch 94 g eines beladenen Extrakts mit 17% Citronensäure und eine wässrige Phase, in der die Citronensäurekonzentration leicht erniedrigt war, erhalten wurden. Der Rest des Extrakts von etwa 96 g (entsprechend (1b) in Fig. 1) wurde durch 35 g Wasser bei 90°C in 5 Gegenstrom-Stufen rückextrahiert, wobei etwa 43 g einer wässrigen Lösung mit 20 % Citronensäure entsprechend Strom (4) in Fig. 1 erhalten wurden. Diese Lösung wurde auf etwa 42% eingeengt, um den Auffrischungsstrom (5) der Beladungslösung (2) bereitzustellen.

[0027] Der beladene organische Strom (3) enthielt ungefähr 16 g Citronensäure, eine Menge gleich der Citronensäure, die in dem Lösungsmittelextrakt (1) enthalten war. Diese Säure wurde mit Ethylenoxid umgesetzt. Diese bekannte Ethoxylierungsreaktion wandelt Citronensäure in eine wasserlösliche Verbindung um, die durch Zugabe von Wasser zu dem Reaktionsgemisch rückgewinnbar ist, wodurch das wasserunlösliche Lösungsmittel (7) freigesetzt wird, welches in den Prozeß zurückgeführt wurde.

[0028] In einem 9 %igen Extrakt war das Verhältnis von Lösungsmittel zu Säure nahe an 10; in dem 17 %igen beladenen Extrakt war es nahe an 5, d.h. die Menge von Lösungsmittel, die zur Umwandlung eingefüllt war, war um die Hälfte gekürzt.

BEISPIEL 2

[0029] Dieses Beispiel veranschaulicht die Verfahrensvariante, die durch Fig. 2 dargestellt ist.

[0030] 178 g eines Extrakts, identisch mit dem Extrakt von Beispiel 1, darstellend Strom (11), wurden mit 500 g einer wässrigen Citronensäure mit 40% in einer einzigen Stufe in Kontakt gebracht, wodurch 198 g beladener Extraktstrom (13) mit einer Citronensäurekonzentration von 17%, wie in dem vorherigen Beispiel, erhalten wurden. 94 g dieses beladenen Extrakts, darstellend (13a), wurden wie in Beispiel 1 zur Umwandlung geschickt; der Rest wurde in 5 Stufen durch 40 g Wasser bei 90°C rückextrahiert und die Citronensäure als 76 g wässrige Lösung mit über 42%, darstellend den Auffrischungsstrom (15), zurückgewonnen.

BEISPIEL 3

[0031] Dieses Beispiel folgt Fig. 1.

[0032] Ein Extrakt (1) – erhalten durch Extrahieren einer Milchsäure-Fermentationsflüssigkeit mit einem Lösungsmittel der gleichen Zusammensetzung wie in

Beispiel 1 – enthielt 3,2% Milchsäure. 120 g von diesem Extrakt wurden in 80 g Strom (1b) und 40 g Strom (1a) aufgespalten. Der letztere wurde durch Kontakt mit der Milchsäurebeladungslösung (2) mit 30% Milchsäure beladen, wobei 44 g von (3) mit 8,8% Milchsäure erhalten wurden, und diese Milchsäure wurde durch Veresterung mit Ethanol in dem Umwandlungsabschnitt in Ethyllactat umgewandelt, und das zurückgewonnene Lösungsmittel (7) wurde zur Rückgewinnung zurückgeführt. Der Strom (1b) wurde mit Wasser bei 85°C rückextrahiert und weiter zu 32% Milchsäure eingeeengt, um die Auffrischung (5) bereitzustellen.

BEISPIEL 4

[0033] Dieses Beispiel folgt Fig. 2.

[0034] Ein Extrakt (11), bestehend aus 52% Tridodecylamin, 30% Kohlenwasserstoffen, 12% normal-Propanol (nPrOH) und 6% Milchsäure, wurde bei Raumtemperatur durch 3-Stufen-Gegenstromkontakt mit 32 %iger wässriger Milchsäure (12) beladen, um einen beladenen Extrakt (13), bestehend aus 57% Tridodecylamin, 33% Kohlenwasserstoffen und 10% Milchsäure, zu erzeugen. Dieser Beladungsvorgang wurde unter Verwendung von 200 g des wässrigen Stroms (12) mit 100 g des Extrakts (11) durchgeführt. Der nPrOH-Gehalt des organischen Extrakts (11) wurde in die aus der Beladung austretende wässrige Phase extrahiert und wurde durch Destillation (in Fig. 2 nicht gezeigt) vor der Wiedervereinigung (12) wiedergewonnen. Das destillierte nPrOH wurde zur Wiederherstellung des Extraktionsmittels in die Rückgewinnung geschickt. (13b) wurde bei 90°C rückextrahiert, um (14) mit über 26% Milchsäure zu erzeugen, deren Konzentration weiter eingestellt wurde, um die Auffrischung (15) zu erzeugen. Die Milchsäure in (13a) wurde zu Lactid umgewandelt, welches sich vermöge seiner Flüchtigkeit von dem Lösungsmittel trennt, und das freigegebene Lösungsmittel (17) wurde zur Rückgewinnung zurückgeführt.

[0035] Dieses Beispiel vereint den Vorteil der Bereitstellung einer höheren Konzentration von Säure zur Umwandlung mit dem zusätzlichen Vorteil der Eliminierung des nPrOH, welches, obgleich ein wesentlicher Verstärker der Extraktion, die bei der Rückgewinnung stattfindet, schädlich für die Umwandlung ist.

BEISPIEL 5

[0036] Der Verfahrensweise von Beispiel 4 wird gefolgt, außer daß die Umwandlung zu Polymilchsäure führt, die sich vermöge der Unlöslichkeit von dem Amin-Lösungsmittel trennt.

[0037] Die letzten zwei Beispiele zeigen, daß das Schema von Fig. 2 besonders gut an Fälle angepaßt ist, bei denen das bei der Rückgewinnung verwendete Extraktionsmittel einen rückführbaren „Extraktions-

verstärker“ enthält, wie in der US-Patentschrift 5780276 von Baniel beschrieben ist, einer Erfindung, die speziell Carbonsäuren betrifft und einen Arbeitsgang der „Extraktion von Extraktionsmittel-Lösung mit saurer RCOOH-Lösung“ umfaßt, der darin als (B) in Fig. 1 gezeigt ist. Dieser Arbeitsgang, der ein wesentlicher Teil der praktischen Ausführung der Erfindung der US-Patentschrift 5780276 ist, kann so eingestellt werden, auch als Beladung in Fig. 2 der vorliegenden Erfindung zu wirken.

[0038] Es ist dem Fachmann offensichtlich, daß die Erfindung nicht auf die Einzelheiten der vorhergehenden veranschaulichenden Beispiele begrenzt ist und daß die vorliegende Erfindung in anderen speziellen Formen verkörpert sein kann, ohne von ihren wesentlichen Attributen abzuweichen, und es wird deshalb gewünscht, daß die vorliegenden Ausführungsformen und Beispiele in jeder Hinsicht als veranschaulichend und nicht als einschränkend betrachtet werden, wobei Bezug eher auf die angefügten Ansprüche als auf die vorhergehende Beschreibung genommen wird, und es ist daher beabsichtigt, daß alle Änderungen, die in die Bedeutung und des Bereichs von Gleichwertigkeit der Ansprüche kommen, darin eingeschlossen sind.

Patentansprüche

1. Verfahren für die Umwandlung einer extrahierten Carbonsäure in ein nichtionisiertes Derivat davon, umfassend Inkontaktbringen einer Carbonsäure enthaltenden wässrigen Lösung mit einem wasserunlöslichen Amin-Lösungsmittel, um die Säure daraus zurückzugewinnen und um einen Extrakt, tragend die Amin-gebundene Carbonsäure, zu erzeugen, **dadurch gekennzeichnet**, daß der Extrakt mit einer konzentrierten wässrigen Lösung der gleichen Säure von hoher Konzentration in Kontakt gebracht wird, wodurch zusätzliche Säure in den Extrakt überführt wird, um einen beladenen Extrakt zu erzeugen, und der beladene Extrakt umgesetzt wird, um durch Reaktionen, die an sich bekannt sind, ein nichtionisiertes Derivat der Säure zu erzeugen, wodurch die Säure in eine nichtionisierte Derivatform umgewandelt wird und das Amin-Lösungsmittel zur Wiederverwendung freigesetzt wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1, wobei der Extrakt, tragend Amin-gebundene Carbonsäure, in zwei Ströme aufgespalten wird, ein ersten Strom von diesen mit Wasser rückextrahiert und eingeeengt wird, um die konzentrierte Lösung zur Wiedervereinigung mit dem zweiten Extraktstrom zu erzeugen.

3. Verfahren nach Anspruch 1, wobei der beladene Extrakt, tragend Amin-gebundene Carbonsäure, mit einem Reagenz umgesetzt wird.

4. Verfahren nach Anspruch 3, wobei das Reagenz ein Alkohol ist und das nichtionisierte Derivat

ein Ester ist.

5. Verfahren nach Anspruch 1, wobei Milchsäure, getragen durch einen beladenen Extrakt, umgesetzt wird, um Lactid als das nichtionisierte Derivat zu erzeugen.

6. Verfahren nach Anspruch 1, wobei Milchsäure, getragen durch einen beladenen Extrakt, umgesetzt wird, um Polymilchsäure als das nichtionisierte Derivat zu erzeugen.

7. Verfahren nach Anspruch 1, wobei das nichtionisierte Derivat durch intramolekulare Reaktionen der Säure, getragen durch den beladenen Extrakt, erzeugt wird.

8. Verfahren nach Anspruch 1, wobei das nichtionisierte Derivat durch intermolekulare Reaktionen der Säure, getragen durch den beladenen Extrakt, erzeugt wird.

Es folgt ein Blatt Zeichnungen

Fig.1.

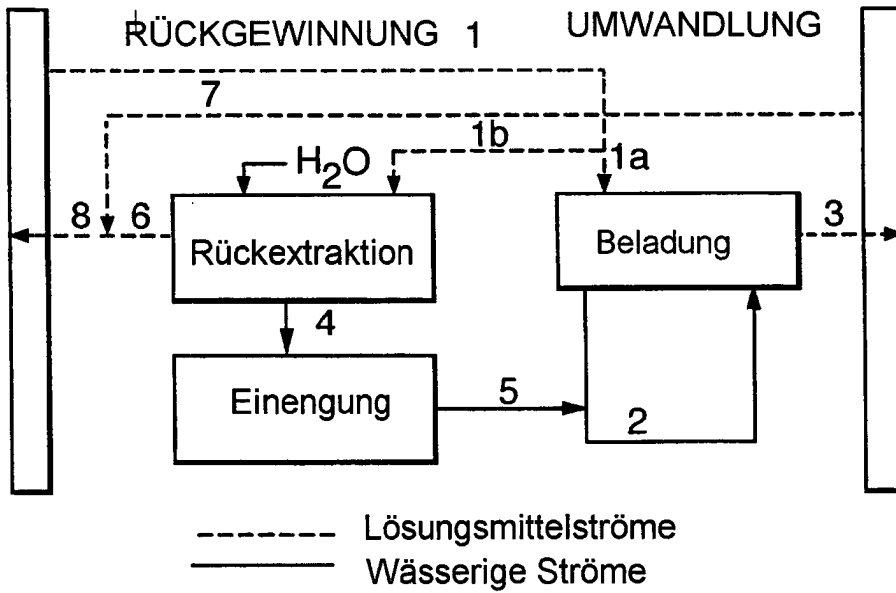


Fig.2.

