

(19)日本国特許庁(JP)

(12)公表特許公報(A)

(11)公表番号
特表2024-531891
(P2024-531891A)

(43)公表日 令和6年9月3日(2024.9.3)

(51)国際特許分類		F I		テーマコード (参考)	
C 2 5 B	3/07 (2021.01)	C 2 5 B	3/07	4 B 0 6 4	
C 1 2 P	7/56 (2006.01)	C 1 2 P	7/56	4 D 0 0 6	
C 1 2 P	17/06 (2006.01)	C 1 2 P	17/06	4 D 0 6 1	
C 0 7 C	59/08 (2006.01)	C 0 7 C	59/08	4 H 0 0 6	
C 0 7 C	51/44 (2006.01)	C 0 7 C	51/44	4 J 0 2 9	
		審査請求	未請求	予備審査請求	未請求 (全18頁) 最終頁に続く

(21)出願番号	特願2024-505256(P2024-505256)	(71)出願人	504421730
(86)(22)出願日	令和4年7月28日(2022.7.28)		ピュラック バイオケム ビー. ブイ.
(85)翻訳文提出日	令和6年3月21日(2024.3.21)		オランダ国, 4 2 0 6 エーシー ゴリ
(86)国際出願番号	PCT/EP2022/071195		ンケム, アルケルセディーク 4 6
(87)国際公開番号	WO2023/006876	(74)代理人	100118599
(87)国際公開日	令和5年2月2日(2023.2.2)		弁理士 村上 博司
(31)優先権主張番号	21188937.3	(74)代理人	100160738
(32)優先日	令和3年7月30日(2021.7.30)		弁理士 加藤 由加里
(33)優先権主張国・地域又は機関	欧州特許庁(EP)	(74)代理人	100166718
			弁理士 石渡 保敬
(81)指定国・地域	AP(BW,GH,GM,KE,LR,LS,MW,MZ,NA, RW,SD,SL,ST,SZ,TZ,UG,ZM,ZW),EA(AM,AZ,BY,KG,KZ,RU,TJ,TM),EP(AL,A T,BE,BG,CH,CY,CZ,DE,DK,EE,ES,FI,FR ,GB,GR,HR,HU,IE,IS,IT,LT,LU,LV,MC,	(72)発明者	ファン ストレイエン, コルネリス, ヨハネス, ゴヴァールドゥス
	最終頁に続く		オランダ国, エヌエルー 4 2 0 6 エー
			シー ゴリンケム, アルケルセディーク
			4 6, ピュラック バイオケム ビー. ブ
			最終頁に続く

(54)【発明の名称】 乳酸を製造する方法

(57)【要約】

乳酸を調製する方法であって、

- a) 乳酸マグネシウムを含む水性媒体を用意すること ;
- b) 前記乳酸マグネシウムを含む水性媒体に一価の塩基を加えて、水溶性の一価の乳酸塩と固体のマグネシウム塩基とを含む水性媒体を形成すること ;
- c) 前記固体のマグネシウム塩基を前記水溶性の一価の乳酸塩を含む前記水性媒体から分離すること ;
- d) 前記水溶性の一価の乳酸塩を30重量%超~45重量%以下の濃度で含む水性媒体を用意すること ;
- e) 工程d) からの前記水溶性の一価の乳酸塩を含む前記水性媒体を水分解電気透析に付して、一価の塩基を含む第1の溶液、並びに乳酸と一価の乳酸塩とを含む第2の溶液を生成すること、ここで、前記電気透析が40~99モル%の部分転化率まで実施される、
- f) 乳酸と一価の乳酸塩とを含む前記第2の溶液から乳酸を回収すること
- の工程を含む、前記方法。

【選択図】 図 1

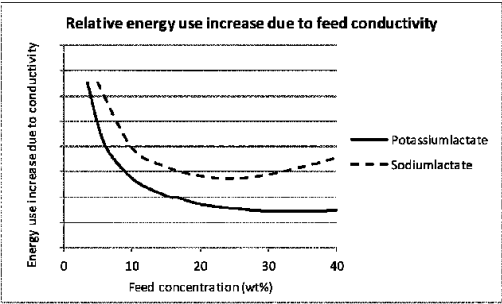


FIGURE 1 Energy profiles of water-splitting electrodiagnosis of concentrated monovalent lactate salt solutions.

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

乳酸を調製する方法であって、

- a) 乳酸マグネシウムを含む水性媒体を用意すること；
 - b) 前記乳酸マグネシウムを含む水性媒体に一価の塩基を加えて、水溶性の一価の乳酸塩と固体のマグネシウム塩基とを含む水性媒体を形成すること；
 - c) 前記固体のマグネシウム塩基を前記水溶性の一価の乳酸塩を含む前記水性媒体から分離すること；
 - d) 前記水溶性の一価の乳酸塩を30重量%超～45重量%以下の濃度で含む水性媒体を用意すること；
 - e) 工程d)からの前記水溶性の一価の乳酸塩を含む前記水性媒体を水分解電気透析に付して、一価の塩基を含む第1の溶液、並びに乳酸と一価の乳酸塩とを含む第2の溶液を生成すること、ここで、前記電気透析が40～99モル%の部分転化率まで実施される、
 - f) 乳酸と一価の乳酸塩とを含む前記第2の溶液から乳酸を回収すること
- の工程を含む、前記方法。

10

【請求項 2】

工程d)において、少なくとも32重量%、及び／又は40重量%以下、及び／又は32～38重量%、更により好ましくは34～36重量%、の濃度で水溶性の一価の乳酸塩を含む水性媒体が提供され、最も好ましい濃度が約35重量%の初期濃度である、請求項1に記載の方法。

20

【請求項 3】

工程d)が濃縮工程、希釈工程、又は濃度が更に調整されない工程であり、好ましくは水が除去される濃縮工程である、請求項1又は2に記載の方法。

【請求項 4】

工程f)から乳酸を回収することが、乳酸と一価の乳酸塩とを含む前記第2の溶液を、乳酸と1価の乳酸塩を含む溶液とに分離することを含み、ここで、該分離が、蒸気－液体分離、液体－液体分離及び固体－液体分離のうちの1以上を通じて実施される、請求項1～3のいずれか1項に記載の方法。

【請求項 5】

前記一価の乳酸塩を含む溶液が、水分解電気透析に、例えば、工程b)、c)、d)及びe)のうちの1以上に、提供されるように、該方法のより早い工程に少なくとも部分的に再循環させる、請求項4に記載の方法。

30

【請求項 6】

前記分離が蒸気－液体分離を通じて実施され、ここで、前記蒸気－液体分離が蒸留、特には減圧蒸留装置で実施される蒸留、を含む、請求項3又は4に記載の方法。

【請求項 7】

水分解電気透析が、少なくとも50モル%、特には少なくとも60モル%、より特には少なくとも70モル%、なおより特には少なくとも80モル%、特には少なくとも85モル%、又は少なくとも90モル%及び／又は98モル%以下、特には90～95モル%、又は98モル%超、及び99モル%以下、の部分転化率まで実施される、請求項1～6のいずれか1項に記載の方法。

40

【請求項 8】

前記一価の乳酸塩が、乳酸カリウム又は乳酸ナトリウム、特には乳酸カリウム、である、請求項1～7のいずれか1項に記載の方法。

【請求項 9】

前記一価の乳酸塩が乳酸カリウムであり、工程d)において、少なくとも32重量%、及び／又は40重量%以下、及び／又は32～38重量%、更により好ましくは34～36重量%、の濃度で乳酸カリウムを含む水性媒体が提供され、最も好ましい濃度が約35重量%の初期濃度である、請求項1～8のいずれか1項に記載の方法。

【請求項 10】

50

前記水分解電気透析が、陽イオン交換膜及びバイポーラ膜を備えている電気透析装置において実施される、請求項１～９のいずれか１項に記載の方法。

【請求項１１】

前記乳酸マグネシウムを含む前記水性媒体が発酵によって提供され、炭水化物源が、微生物によって発酵されて乳酸を形成し、ここで、発酵の間に中和剤としてマグネシウム塩基が添加されて、乳酸マグネシウムが提供される、請求項１～１０のいずれか１項に記載の方法。

【請求項１２】

前記マグネシウム塩基が水酸化マグネシウムである、請求項１１に記載の方法。

【請求項１３】

前記乳酸マグネシウムを含む前記水性媒体が、工程ｂ）の前に、微生物細胞物質を除去する為の分離工程に付される、請求項１１又は１２に記載の方法。

【請求項１４】

前記回収工程ｆ）の後に得られた前記乳酸が、少なくとも９５重量％の乳酸、特には少なくとも９７重量％の乳酸、より特には少なくとも９９重量％の乳酸、少なくとも９９.５重量％、最も特には少なくとも９９.９重量％の乳酸、を含む、請求項１～１３のいずれか１項に記載の方法。

【請求項１５】

ラクチド及び／又はポリ乳酸の調製の方法であって、請求項１～１４のいずれか１項に記載の方法を用いて乳酸を調製すること、及び前記乳酸を反応させてラクチド及び／又はポリ乳酸を形成することを含む、前記方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【０００１】

本発明の１つの観点は、経済的な様式で高純度の乳酸を製造する方法に関する。

【背景技術】

【０００２】

乳酸はしばしば、微生物による炭水化物の発酵を介して製造される。全ての発酵プロセスに対して共通する特性は、微生物によって排泄される酸を中和する必要があることである。該プロセスにおいて使用される微生物に依存して、pHが臨界値以下に低下することにより、微生物の代謝プロセスがダメージを受け、そして発酵プロセスが停止される可能性がある。それ故に、pHをコントロールする為に発酵媒体中に塩基を添加することが一般的である。このことにより、生産された乳酸が乳酸塩の形態で発酵媒体中に存在する結果を生じる。

【０００３】

発酵を介して乳酸を製造する為の長年の実践にも関わらず、乳酸の製造における課題の一つは、乳酸を比較的純粋な形態で得ると同時に、商業的に魅力的な規模で経済的な様式で該プロセスを実施することである。

【０００４】

電気透析は、発酵を介した乳酸の製造において使用されうる精製プロセスのうちの一つである。特には、水分解電気透析（water-splitting electrodialysis）により、該乳酸塩が乳酸と塩基とに直接変換されることを可能にする。この種類の電気透析において、バイポーラ膜（bipolar membranes）は一般的に、水を H^+ と OH^- に夫々分割する為に使用され、それにより、夫々の乳酸塩の陰イオンと陽イオンとが結合され、乳酸と塩基との別々の溶液が生成される。

【０００５】

発酵によって提供される水性媒体、特には有機酸を製造する為の水性媒体、に対する水分解電気透析の使用は、供給物（feed）からの発酵由来の生成物（例えば、糖、タンパク質及びアミノ酸）を除去する必要性によって制限されてきた。そのような発酵由来の物質は、例えばイオン透過性膜のファウリング（fouling）及び出力効率の低下によって、

10

20

30

40

50

水分解電気透析プロセスに悪影響を及ぼす。

【0006】

国際公開第W02011095631号パンフレットは、乳酸の調製の方法であって、

- a) 乳酸マグネシウムを含む水性媒体を用意すること；
 - b) 前記乳酸マグネシウムを含む水性媒体に一価の塩基を添加して、水溶性の一価の乳酸塩と固体のマグネシウム塩基とを含む水性媒体を形成すること；
 - c) 前記マグネシウム塩基を、前記水溶性の一価の乳酸塩を含む前記水性媒体から分離すること；
 - d) 前記水性媒体中の前記一価の乳酸塩の濃度を10～30重量%の値に調節すること；
 - e) 前記一価の乳酸塩を含む前記水性媒体を水分解電気透析に付して、一価の塩基を含む第1の溶液、並びに乳酸と一価の乳酸塩とを含む第2の溶液を生成すること、ここで、前記電気透析が、40～98モル%の部分転化率まで実行される；
 - f) 乳酸と一価の乳酸塩とを含む前記第2の溶液を蒸気-液体分離により、乳酸と前記一価の乳酸塩を含む溶液とに分離すること；
 - g) 前記一価の乳酸塩を含む工程f)の溶液を工程d)に再循環させること
- の工程を含む上記の方法に関する。

10

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0007】

高純度の乳酸を高収率で提供し、再利用不可能な成分（すなわち廃棄副産物）の大量発生を最小限に抑えながら、電力消費を抑えて経済的に実施されることができるところの乳酸の製造方法が依然として必要とされている。

20

【課題を解決するための手段】

【0008】

本発明の観点は、乳酸を調製する方法であって、

- a) 乳酸マグネシウムを含む水性媒体を用意すること；
 - b) 前記乳酸マグネシウムを含む水性媒体に一価の塩基を加えて、水溶性の一価の乳酸塩と固体のマグネシウム塩基とを含む水性媒体を形成すること；
 - c) 前記固体のマグネシウム塩基を前記水溶性の一価の乳酸塩を含む前記水性媒体から分離すること；
 - d) 前記水溶性の一価の乳酸塩を30重量%超～45重量%以下の濃度で含む水性媒体を用意すること；
 - e) 工程d)からの前記水溶性の一価の乳酸塩を含む前記水性媒体を水分解電気透析に付して、一価の塩基を含む第1の溶液、並びに乳酸と一価の乳酸塩とを含む第2の溶液を生成すること、ここで、前記電気透析が40～99モル%の部分転化率まで実施される、
 - f) 乳酸と一価の乳酸塩とを含む前記第2の溶液から乳酸を回収すること
- の工程を含む上記の方法に関する。

30

【図面の簡単な説明】

【0009】

【図1】図1は、同様の条件下で乳酸カリウム溶液の水分解電気透析が乳酸ナトリウム溶液の水分解電気透析を比較された場合に、該溶液の導電率によるエネルギー使用量の増加が乳酸ナトリウム溶液から開始した場合に大きいことが、実施された実験と一価の乳酸塩溶液の理論的な伝導率（データ及び理論モデルは図示されていない）から判ったことを示す。

40

【発明を実施するための形態】

【0010】

前記水分解電気透析を40～99モル%、特に40～98モル%、の部分転化率まで実施し、そして、所望により、引き続き、残りの乳酸塩を該電気透析工程に再循環することにより、有利的に、低い消費電力と高い収率とを併せ持つ最適なプロセスが結果として得られる。

50

【0011】

その上、本明細書に記載された方法は、異なる工程において形成され且つ分離された全ての化合物が再循環されうる故に、実質的に廃棄物の副生成物を生じない。工程c)において分離されたマグネシウム塩基は例えば、発酵プロセスにおいて使用されてもよく、工程e)の一価の塩基を含む溶液は、塩交換工程b)において使用されてもよい。回収工程f)は一般的に、一価の乳酸塩と任意的に乳酸とを含む溶液を生成する。この溶液は、所望により、水分解電気透析に先行する工程に、例えば、工程b)、c)、d)及びe)のうちの1以上に、少なくとも部分的に再循環されることができる。

【0012】

工程d)において、前記水溶性の一価の乳酸塩を30重量超～45重量%以下の濃度で含む水性媒体が提供される。この工程は、工程c)の生成物が魅力的でないほど低い濃度工程を有する場合に、濃縮工程を含んでいてもよい。非常に高い濃度が工程c)において得られた場合、この工程はまた希釈工程を含んでいてもよい。工程c)からの生成物が既に所望の範囲における濃度を有している場合に、それ以上の濃度調整は必要とされない。その場合に、工程d)は一般的に、工程c)の生成物を工程e)に提供すること以外に何も含まれない。

10

【0013】

該水性媒体中の一価の乳酸塩濃度は、乳酸を単離する為に系から除去されなければならない水がより少なくなるように、相対的に高いことが好ましい。加えて、特に該一価の乳酸塩が乳酸カリウムである場合に、相対的に高い一価の乳酸塩濃度の使用により、水分解電気透析工程の性能が向上されることが見出されている。

20

【0014】

従って、工程d)からの水溶性一価の乳酸塩を含む水性媒体は、少なくとも32重量%の水溶性の一価の乳酸塩濃度を有することが好ましい。該濃度が高すぎると、水分解電気透析を実施することが困難になりうる。幾つかの実施形態において、電流効率が影響を受けるであろう。それ故に、一価の乳酸塩の濃度は40重量%以下であることが好ましい場合がある。更に好ましいことが後述されるであろう。

【0015】

上述された好ましいことは、全ての一価の乳酸塩に当てはまるが、以下において更に詳述されるように、一価の乳酸塩が乳酸カリウムである場合が特に魅力的である。

30

【0016】

乳酸マグネシウム塩を含む水性媒体は好ましくは、発酵プロセスによって提供されうる。乳酸マグネシウム塩は一般的に、それが発酵から出たときに既に水性媒体中に存在する。そのような方法において、炭水化物源は、乳酸産生微生物によって乳酸に発酵される。発酵の間、マグネシウム塩基が中和剤として添加される。このことにより、対応する乳酸マグネシウム塩を含む水性媒体の形成を結果として生じる。

【0017】

マグネシウム塩基の塩基性アニオンは好ましくは、水酸化物、炭酸塩及び炭酸水素塩のうちの少なくとも1つから選択され、より好ましくは水酸化物である。塩基カチオンとしてマグネシウムを使用することが好ましいが、他のアルカリ土類金属カチオン、例えばカルシウムカチオン、がまた使用されうる。アルカリ土類金属塩基の量は、生成される乳酸の量によって決定され、且つ発酵媒体のpH制御を介して決定されうる。

40

【0018】

バイオマス（すなわち、微生物細胞物質）は、乳酸塩含有媒体（lactate-containing medium）を更に処理する前に、発酵プロセスから除去されてもよい。バイオマスの除去は例えば、慣用的な方法、例えば、濾過、浮遊、沈降、遠心分離、凝集及びそれらの組み合わせを包含する上記の慣用的な方法、によって行われうる。固体の乳酸マグネシウム結晶からバイオマスを分離することはまた、ハイドロサイクロン（hydrocyclone）を使用して実施されてもよい。適切な方法を決定することは当業者の範囲内である。更なる処理の前の他の任意的な処置は、洗浄、濾過、（再）結晶化、濃縮及びそれらの組み合わせ

50

を包含する。

【0019】

マグネシウム塩基の使用により、発酵ブロス、例えばバイオマスを包含する上記の発酵ブロス、からの結晶物質の分離を可能にする適切な結晶形態における乳酸マグネシウムの形成が有利に結果としてもたらされる故に、マグネシウムは好ましいアルカリ土類金属である。乳酸マグネシウムの分離は、固体分離／液体分離の為の任意の既知の処理技術によって行われうる。例えば、乳酸マグネシウムをフィルター上に保持する為の且つフィルターケーキを洗浄することによってその後の不純物の除去を可能にする為の適切な孔径を有するフィルターを用いた濾過を介して行われうる。上記されたバイオマス分離は、特定の目的の為に残りの発酵ブロスを更に処理又は（再）使用する希望がない限り、原則として

10

【0020】

このようにして精製された乳酸マグネシウムは、本明細書において記載されているような更なる処理の為に特に適しており、特に水分解電気透析を使用する場合に適しており、ここで、発酵由来の生成物（例えば、糖、タンパク質、アミノ酸）は、例えば電力消費の増加及びオン透過性膜のファウリングによって、悪影響を及ぼしうる、

【0021】

アルカリ土類金属乳酸塩、好ましくは乳酸マグネシウム塩、を含む水性媒体は、塩交換反応（工程b）に付され、ここで、一価の塩基が前記水性媒体に添加されて、一価の乳酸塩と固体のアルカリ土類金属塩基とが形成される。

20

【0022】

乳酸発酵におけるマグネシウム塩基の使用、並びに乳酸マグネシウムと一価の塩基との塩交換反応を記載した国際公開第W02005/123647号パンフレットをまた参照。

【0023】

アルカリ土類金属乳酸塩を含む水性媒体が発酵によって提供される場合に、塩基性アニオンが一般的に、発酵の間に中和剤として使用される塩基性アニオンに対応するように選択される。

【0024】

添加される一価の塩基は好ましくは、一価の陽イオンの水酸化物、炭酸塩又は炭酸水素塩の1以上、より好ましくは水酸化物、であり、ここで、一価の陽イオンは、ナトリウム、カリウム、リチウム、アンモニウム、モノアルキルアンモニウム、ジアルキルアンモニウム、トリアルキルアンモニウム又はテトラアルキルアンモニウムであり、好ましくはナトリウム又はカリウムであり、より好ましくはナトリウムである。ナトリウム塩基及びカリウム塩基の使用により、有利なことに、アンモニウム塩基が使用される場合よりも、アルカリ金属土類乳酸塩の一価の乳酸塩へのより高い転化率が結果として生じる。このことは、水分解電気透析の為に適した、低いアルカリ土類金属イオン含量を有する製品を調製することに関連する。それでもなお、残留するアルカリ土類金属イオンは、当業者に既知の方法、例えばイオン交換樹脂の使用、によって除去されうる。

30

【0025】

カリウムの使用が、下記において更に詳細に説明されているように、結果として得られる乳酸カリウム塩のその後の水分解電気透析に関連付けられた利点に関して、30重量%超の濃度、更により特に32重量%超の濃度、特に33重量%超の濃度、の乳酸カリウムと組み合わせた場合に、特に好ましい場合がある。

40

【0026】

一価の塩基の量は、化学量論及びpHを考慮することによって決定される。高い転化率を得る為に且つ該乳酸塩から実質的に全てのアルカリ土類金属イオンを確実に除去する為には、余剰の塩基を使用することが好ましい場合がある。一般的に、塩交換反応は二段階で行うことが好ましく、第一段階ではpHが9～12、好ましくは9.5～11、であり、第二段階ではpHがわずかに上げられて10.5～12のpHにする。

【0027】

50

塩交換反応において形成されるアルカリ土類金属塩基は典型的には、固体状であるが、一価の乳酸塩は水性媒体中に溶解している。それ故に、2つの成分は、慣用的な固体－気体分離プロセス、例えば、濾過、沈殿及び遠心分離のうちの1以上、によって分離される。

【0028】

必要であれば、分離後に得られたアルカリ土類金属塩基は、任意で残留アルカリ塩を除去する為に洗浄した後に、発酵プロセスに再循環される。

【0029】

追加の処理、例えば、イオン交換処理、活性炭処理、脱塩電気透析、希釈、濃縮（例えば、熱又は膜を使用）及び濾過（例えば、ナノ濾過）のうちの1以上、が、水分解電気透析の前に実施されてもよい。例えば、前記一価の乳酸塩を含む水性媒体中のアルカリ土類金属レベルが高くなり過ぎないようにする為の安全対策として、イオン交換工程が電気透析の前に行われて、それらのアルカリ土類金属含有量が低下されてもよい。

【0030】

しかしながら、幾つかの実施形態において、本明細書において記載される方法は、特に、乳酸塩が発酵を介して提供され且つマグネシウム塩基が発酵プロセスにおいて添加されて乳酸マグネシウム発酵プロセスを提供する場合に、そのような追加の処理を有利に必要としない。特に、上述されたように適切な結晶形態における乳酸マグネシウムを提供する発酵の間の中和の為のマグネシウム塩基の使用により、水分解電気透析において使用する為の供給物からの発酵由来の物質（例えば、糖、タンパク質及びアミノ酸）を除去する為に一般的に必要とされる更なる精製工程の必要性が排除されることが見出されている。このことは、一般的にそのような電気透析プロセスに関連付けられたところの、複雑さ、電力需要及びコストを有利に低下させる。

【0031】

次に、一価の乳酸塩を含む前記水性媒体が水分解電気透析に付される。

【0032】

上記に示されているように、工程d)からの、水溶性の一価の乳酸塩を含む水性媒体は、30重量%超～45重量%以下、特に32重量%超、の水溶性の一価の乳酸塩濃度を有する。これは、電気透析に付される水性媒体（供給液）中の初期濃度である。一価の乳酸塩濃度は40重量%以下であることが好ましい場合がある。1つの観点において、初期濃度は好ましくは、32～38重量%、更により好ましくは34～36重量%、最も好ましい濃度として、約35重量%の初期濃度が言及される。

【0033】

塩濃度に依存して、塩交換反応の後、すなわち分離工程c)の後、に得られるような一価の乳酸塩を含む水性媒体は、電気透析への供給物として直接使用されてもよく、又は必要に応じて、水分解電気透析の前に塩濃度を調整する為に希釈又は濃縮されてもよい。濃縮は、例えば蒸発又は慣用的な電気透析によって実施されてもよい。濃縮は好ましくは、蒸発（例えば、水の蒸発）によって行われてもよい。蒸発による濃縮は、30重量%超の一価の乳酸塩濃度に濃縮する場合に特に好ましい場合がある。蒸発は好ましくは、機械的蒸気再圧縮（mechanical vapour recompression）を伴うエバポレーターで行われてもよい。代替的には、膜濃縮がまた使用されてもよく、又は蒸発と膜濃縮の組み合わせであってもよい。

【0034】

一価の乳酸塩濃度を高く（例えば少なくとも30重量%超）すると、水分解電気透析の後に得られる結果として生じる溶液の乳酸濃度がまた高くなるであろう。

【0035】

例えば、水分解電気透析によって得られる第2の溶液における乳酸濃度は、14重量%～35重量%であってもよい。操作条件に依存して、乳酸濃度は好ましくは、少なくとも20重量%、特に少なくとも22重量%、より特に少なくとも25重量%、である。好ましい上限は30重量%であってもよい。特定の実施形態において、該上限は29重量%以

下、又は28重量%以下、更には27重量%以下、であってもよい。25～30重量%の範囲が一般的に好ましいと考えられる。

【0036】

これは、乳酸の単離を目的とする場合に特に有利である場合がある。そのような状況において、全ての水が系から除去されなければならない。少なくとも30重量%、例えば30～40重量%の範囲、の一価の乳酸塩の濃度で、開始することにより、有利には、水分解電気透析の前に、例えば一価の乳酸塩濃度を増加させる濃度調整工程の間に、水を除去することができることが現在見出されている。これは、水分解電気透析の性能に有害な影響を与えること無しに、又は以下により詳細に説明されているように、水分解電気透析プロセスを改善しながらでさえ達成される。

10

【0037】

水分解電気透析工程の前に水を除去することは、該水分解電気透析の後に除去される必要がある水の量が少なくなることを意味する。乳酸含有溶液（例えば、水分解電気透析の後に得られる溶液）から水を除去することは、一価の乳酸塩（例えば、水分解電気透析の前の出発溶液）から水を除去することよりもコストがかかり且つ面倒である故に、これは有利には、改善された方法を結果として生じる。特に、乳酸水溶液からの水分除去は、それに関連付けられた多くの腐食問題を有し、且つより高価な装置を必要とする。

【0038】

従って、本発明の幾つかの態様において、本明細書において記載された方法において水分解電気透析を実施する前に、水性媒体中の一価の乳酸塩の濃度を30重量%超～45重量%以下の値に調整することは、水分除去工程を含む。水分除去は好ましくは、機械的蒸気再圧縮（mechanical vapour recompression）に関連付けられたエバポレーターで実施されてもよい。

20

【0039】

30重量%超～好ましくは40重量%未満の上記された範囲内の一価の乳酸塩の初期濃度により、水分解電気透析工程の向上された性能を結果としてもたらすことがまた見出されている。これは、一価の乳酸塩が乳酸カリウムである場合に特に当てはまりうる。

【0040】

より低濃度の一価の乳酸塩溶液から出発した場合に、上記に示された濃度を有する一価の乳酸塩から出発することにより、同じ変換度の為に必要なエネルギーよりも少ないエネルギーを使用しながら、所与の変換度まで（例えば、99モル%まで、又は98モル%まで）水分解電気透析が行われうることが見出された。

30

【0041】

同様に、より低濃度の一価の乳酸塩で開始した場合に、上記で示された濃度を有する一価の乳酸塩で開始することにより、低い変換度を達成する為に必要なエネルギーと同じエネルギー量で、より高い変換度まで水分解電気透析が行われうる。

【0042】

40重量%超の一価の乳酸塩濃度を有する出発溶液は、水分解電気透析の電流効率に悪影響を及ぼす場合がある。

【0043】

水性媒体中の一価の乳酸塩の濃度は、当業者に既知の方法、例えば、導電率測定若しくは誘導結合プラズマ質量分析（Inductively Coupled Plasma mass spectrometry analysis）、又は滴定若しくはブリックス（Brix）（屈折率）のような方法、によって決定されうる。

40

【0044】

該水分解電気透析は、40～99モル%の部分転化率まで実施される。部分転化率は、少なくとも50モル%、特に少なくとも60モル%、より特に少なくとも70モル%、なおより特に少なくとも80モル%、特に少なくとも85モル%、又は少なくとも90モル%、であることが好ましい場合がある。部分転化率が、98モル%以下であることが好ましい場合がある。それ故に、1つの実施形態において、水分解電気透析は、90～98モ

50

ル%、特に90～95モル%、の部分転化率まで実施される。他の実施形態において、該水分解電気透析は、98～99モル%、特に98モル%超、且つ99モル%以下、の転化率まで実施される場合がある。

【0045】

一価の塩基を含む第1の溶液、並びに乳酸と一価の乳酸塩とを含む第2の溶液が、この工程において製造される。

【0046】

40～99モル%の部分転化率とは、供給液中に存在する前記一価の乳酸塩の40～99モル%が乳酸へと転化されることを意味する。このことにより、電気透析によって生成された第2の溶液は、溶液中に存在する乳酸と乳酸塩との総モル量から計算すると、40～99モル%の量の乳酸が結果として生じる。

10

【0047】

転化の程度は、当業者に既知の方法を用いて該第2の溶液の導電率を測定することによってモニターされうる。

【0048】

転化レベルと供給液の初期塩濃度とに加えて、第2の溶液の導電率は、電気透析プロセスの温度に依存するであろう。電気透析が行われる温度が高いほど、消費電力は低くなる。従って、イオン透過性膜の性能と寿命とを損なうこと無しに、電力消費を最適化する為に使用温度が選択される。一般的には、25℃～80℃が挙げられうる。慣用的に、水分解電気透析は25℃～40℃の温度で実施される。しかしながら、電気透析をより高い温度、例えば40℃超、例えば少なくとも45℃、又は少なくとも50℃、例えば60℃～80℃、で実施することが可能であり、低消費電力と熱回収の可能性を可能にする。

20

【0049】

本明細書において記載された水分解電気透析は、慣用的な装置及び慣用的な方法を用いて実施されうる。好ましくは、該水分解電気透析は、陽イオン交換膜及びバイポーラ膜を備えている電気透析装置において実施される。

【0050】

1つの実施態様において、水分解電気透析セルは、2つのコンパートメントユニットを備えている。一価の乳酸塩を含む水性媒体は、塩／酸コンパートメント（又は供給物コンパートメント（feed compartment））内に導入される。一価の陽イオンは、陽イオン交換膜を通じて塩／酸コンパートメントから塩基コンパートメントに輸送されて、一価の塩基を含む第1の溶液を生成する。同時に、 H^+ イオンが塩／酸コンパートメントに輸送されて、乳酸と一価の乳酸塩とを含む第2の溶液が生成される。

30

【0051】

別の実施態様において、水分解電気透析セル（water splitting electrodialysis cell）は3つのコンパートメントユニットを備えており、該3つのコンパートメントは、塩コンパートメント、塩基コンパートメント、及び酸コンパートメントを備えている。一価の乳酸塩を含む水性媒体は、塩区画（又は、供給物コンパートメント）内に導入される。一価の陽イオンは陽イオン交換膜を通じて塩コンパートメントから塩基コンパートメントに輸送されて、一価の塩基を含む第1の溶液が生成される。同時に、乳酸塩アニオンが陰イオン交換膜を通じて塩コンパートメントから酸コンパートメントに輸送されて、乳酸を含む第2の溶液が生成される。一価の塩イオンがそれらの夫々のコンパートメント内に輸送されると同時に、 H^+ イオンと OH^- イオンがバイポーラ膜から酸コンパートメント及び塩基コンパートメント夫々に輸送される。

40

【0052】

ナトリウム及びカリウムの一価の乳酸塩に水分解電気透析を適用することが好ましい。乳酸アンモニウムを使用する場合は、水酸化アンモニウムの生成に起因する有毒なアンモニアの排出が制御されるように注意が払わなければならない。

【0053】

乳酸カリウムは、他の乳酸塩、例えば乳酸ナトリウム、よりも低いエネルギー消費を必

50

要とすることによって、水分解電気透析工程を更に改善することが見出されている故に、カリウムの一価の乳酸塩が特に好ましいと考えられる。これは、乳酸カリウム溶液が乳酸ナトリウム溶液よりも高い導電率を有するという発見によるものと考えられる。乳酸カリウム溶液の最大の導電率は、30重量%超～約45重量%、特に40重量%、特には約35重量%、の濃度で確認されている。いかなる理論に束縛されるものではないが、このより高い導電率により、乳酸カリウムを使用する際の低い電圧降下及び少ないエネルギー消費が説明されうる。乳酸カリウム溶液はまた、例えば乳酸ナトリウム溶液よりも低い粘度を有することが見出されており、このことは有利には、本明細書において記載されているような水分解電気透析において装置を使用する場合に、圧力降下を低下させ且つポンプエネルギーの要件を低下させるという結果を生じる。

10

【0054】

本明細書に記載された方法は、水分解電気透析によって生成された、乳酸と一価の乳酸塩とを含む第2の溶液から乳酸を回収することを更に含む。

【0055】

幾つかの実施態様において、水分解電気透析によって生成された第2の溶液は、乳酸と一価の乳酸塩を含む溶液とに分離される。該分離は、蒸気-液体 (vapour-liquid) 分離、液体-液体 (liquid-liquid) 分離及び固体-液体 (solid-liquid) 分離のうちの1以上によって達成されうる。イオン交換方法、例えばイオン交換樹脂の使用、がまた、水分解電気透析によって生成された第2の溶液から乳酸を回収する為に使用されうる。

【0056】

20

1つの実施態様において、乳酸は、蒸気-液体分離によって一価の乳酸塩から分離される。

【0057】

蒸気-液体分離は、蒸留又は蒸発によって行われうる。それは酸を塩から実質的に完全に分離をすることを提供する故に、蒸留が好ましい。乳酸と一価の乳酸塩とを含む溶液は、蒸留の前に濃縮されてもよい。蒸留は好ましくは、減圧蒸留ユニットで行われる。減圧蒸留は、乳酸と乳酸塩との混合物が、本明細書において記載されているような部分転化率まで実施される水分解電気透析によって得られ、マグネシウム塩基が発酵における中和の為に使用されるところの状況において、乳酸塩から乳酸を分離する為に特に適していることが見出される。

30

【0058】

濃縮及び減圧蒸留の為に好適な方法及び／又は装置が、国際公開第W001/38283号パンフレットにおいて記載されている。蒸留工程は、2以上の蒸留工程を含んでいてもよく、ここで、第1の蒸留工程は好ましくは、80～150℃、好ましくは100～140℃、の温度、及び40～250mbar、好ましくは50～150mbar、の圧力で実施され、並びに第2の蒸留工程は好ましくは、80～200℃、好ましくは100～200℃、の温度、及び0.01～50mbar、好ましくは0.1～20mbar、の圧力で実施される。

【0059】

第1の蒸留工程は、1以上のフィルムエバポレーター (film evaporator) と蒸留塔との組み合わせを備えており、及び乳酸／乳酸塩生成物の流れをできるだけ高く濃縮する目的で行われる。

40

【0060】

第2の蒸留工程は、1以上のフィルムエバポレーターと1以上の蒸留ユニットとの組み合わせで構成してもよい。第2の蒸留工程において、第1の蒸留工程の生成物中の乳酸の大部分が蒸留され、好ましくは真空下で蒸留され、乳酸の大部分を含む上部画分と、一価の乳酸塩を含む蒸留残渣 (下部画分) とが形成される。第2の蒸留工程は、内部凝縮器を有する1以上のショートパス蒸留 (SPD: short path distillation) 装置で実施されてもよい。しかしながら、凝縮された乳酸中への不純物の飛散による汚染を低減する為に、すなわち蒸留された乳酸生成物中のアルカリ金属含有量を最小化する為に、上記の国際公開第W001/38283号パンフレットの図5A及び図5B (第10頁17行目～第11頁7行

50

目までを参照)に記載されているような減圧蒸留ユニットの使用が、この特定の設定が飛沫の発生を防止する故に好ましい。好ましくは、第2の蒸留工程は、フィルムエバポレーター(好ましくは、落下フィルム(falling film)、拭き取りフィルム(wiped film)又は薄膜エバポレーター(thin film evaporator))を含み、このフィルムエバポレーターは、該エバポレーターの底部に、パッキンと好ましくは、冷却装置とを備えている減圧蒸留ユニットと直接接続されているか、又は特にU字形の接続部を介して接続されており、従って、還流下で運転されてもよい。該フィルムエバポレーターにおいて、乳酸は蒸気相で運ばれ、その後、底部の接続部から減圧蒸留器に入り、引き続きそこで蒸留される。

【0061】

第1の蒸留工程からの生成物(第1の底部画分(bottom fraction))は、第2の蒸留工程を経る前に調整工程(所謂、「プレフラッシュ」(preflash))に付されることが更に好ましく、ここで、この調整工程における圧力は好ましくは、第2の蒸留において使用される圧力と同じである。この好ましい実施態様は、製品が第2の蒸留工程に付される前に残留量の水と溶存ガスが除去されるという有利点を有する。プレフラッシュを使用することにより、乳酸／一価の乳酸塩含量を増加させることができ、従って、第2の蒸留工程において、より純粋な乳酸生成物を得ることができ、且つより安定した運転を達成することができる。

【0062】

液体-液体分離は、抽出、及び負荷された溶媒からの乳酸の回収の為の逆抽出、又は他の技術を含んでいてもよい。液体-液体分離はまた、濾過、例えば、限外濾過、精密濾過、ナノ濾過、逆浸透、デカンテーション、拡散透析(diffusion dialysis)又はドナン透析(donnan dialysis)を含んでいてもよい。

【0063】

固体-液体分離は、結晶化工程を含んでいてもよい。例えば、乳酸は、静的結晶化ユニット(static crystallization unit)、分別結晶化(by fractional crystallisation)、懸濁結晶化(by suspension crystallisation)及び／又は洗浄カラム結晶化(wash column crystallisation)によって結晶化されうる。次に、該結晶は、濾過又は遠心分離によって溶液結晶の液相から分離されうる。結晶化は、濃縮工程(例えば、水蒸発工程)、冷却工程、種晶(seeding)工程、及び1以上の洗浄工程のうちの1以上を含んでいてもよい。固体-液体分離、特に結晶化は、高純度の生成物を確保する為に、回収の収率が一般的に低いという欠点を有する。例えば、最初の結晶化後の幾つかの工程において、乳酸の回収率は約46%であり、精製係数は15~20(結晶化前後の生成物中の不純物量の比である)である。100~160の精製度を達成する為には、2回目の結晶化工程が必要であり、全体の収率は22%まで低下する。

【0064】

乳酸はまた、乳酸と一価の乳酸塩とを含む前記第2の溶液から、イオン交換処理によって回収されてもよく、それによって、第2の溶液中の残留の一価陽イオンは、例えばイオン交換樹脂を用いることによってプロトンに置換される。この方法は、例えば、水分解電気透析が、例えば少なくとも90モル%、特に少なくとも95モル%、例えば98~99モル%、の高転化率で行われる場合に特に適しうる。

【0065】

分離後に得られた一価の乳酸塩を含む溶液は、所望に応じて処理されることができる。所望であれば、それが水分解電気透析に提供されるように、プロセスにおける初期の工程に再循環されることができる。例えば、工程b)、c)、d)及びe)うちの1以上に少なくとも部分的に再循環されることができる。この再循環工程により、水分解電気透析の間に乳酸塩が乳酸に部分的に転化される結果、実質的な収量損失が生じないことが保証される。

【0066】

回収工程f)の後に得られる乳酸生成物は、固体状、液体状又は溶液状であってもよく

10

20

30

40

50

、一般的に、少なくとも95重量%の乳酸、好ましくは少なくとも97重量%の乳酸、より好ましくは少なくとも99重量%の乳酸、更により好ましくは少なくとも99.5重量%の乳酸、最も好ましくは少なくとも99.9重量%の乳酸、を含む。それ故に、本発明の1つの観点に従う方法によって得られる乳酸は高純度であり、例えば合成プロセス、食品用途及び化粧品用途における直接使用の為に適している。

【0067】

得られた乳酸は、ラクチド及び／又はポリ乳酸の調製の為に特に適しており、ここで、乳酸の重合の間に、不純物、例えば乳酸塩、が存在することにより、乳酸部分の望ましくないラセミ化が結果として生じ、品質の低いラクチド及びポリ乳酸製品をもたらさうる。一般的に、金属イオンの量は5ppm未満であるべきである。例えば、乳酸中に20ppm程度の硫化ナトリウムが存在することにより、ポリ乳酸生成物の光学純度に悪影響を及ぼす。

10

【0068】

乳酸を含有する出発物質が本明細書において記載された方法を介して製造されることを条件として、当業者に既知の慣用的な方法が、ラクチド及び／又はポリ乳酸の上記製造の為に使用されうる。

【0069】

本明細書において記載された方法は有利なことに、低い消費電力を伴い、廃棄副産物が発生しないか又は実質的に発生しないことを保証する。

【0070】

本発明の観点は、それらに又はそれらによって限定されるものでなく、下記の実施例によって更に説明される。

20

【0071】

実施例1：乳酸ナトリウム溶液の部分電気透析

【0072】

電気セル電気透析モジュール (Electrocell electrodialysis module) (スウェーデン) にFumatech FBMバイポーラ膜とNeosepta CMB陽イオン交換膜とが備えられた。2つの電極コンパートメントと1つの供給物 (feed) コンパートメントとのセットアップ (set-up) が使用された。バイポーラ膜と陽イオン交換膜の膜面積は 0.01m^2 であった。第1コンパートメントは、陽極と、該バイポーラ膜の陽イオン交換側から構成され、第2の供給物コンパートメントはバイポーラ膜の陰イオン交換側と陽イオン交換膜から構成され、及び第3コンパートメントは陽イオン交換膜と陰極で構成された。高い導電率を確保する為に、水中の2重量%の硫酸が陽極コンパートメントを通じて循環された。20重量%の乳酸ナトリウム水溶液が供給物 (feed) として中間コンパートメントを通じて循環された。8重量%の水酸化ナトリウム水溶液がカソードコンパートメントを通じて循環されて、カソード側で高い導電率を確保し、生成された水酸化ナトリウムが回収された。3つの溶液が、電気透析モジュール上の500mlのガラスバッファーから250ml/分で蠕動ポンプ (peristaltic pump) を使って循環された。ガラスバッファー容器は二重壁であり、3つのコンパートメント全体の温度は水浴を用いて40~60°Cに保たれた。硫酸と水酸化ナトリウムは試薬グレードであり、Puracの乳酸ナトリウムは高純度食品グレードの品質であった。

30

40

【0073】

電気透析実験は、一定の7.5Aの直流電流 (DC current) で行われた。実験において、モジュールの供給物コンパートメント中の乳酸ナトリウム溶液は、陽イオン交換膜を通じてナトリウムを除去することによりバッチ的に酸性化されて、陰極コンパートメントで水酸化ナトリウムを形成し、一方、バイポーラ膜によって生成されたプロトンは元の乳酸イオンと乳酸を形成した。

【0074】

実験は約230分間続き、その時点で全ての乳酸塩が転化された。実験開始時の乳酸ナトリウム溶液は高い導電率を有し、及び電圧は9.5~10.5Vで比較的一定であった。18

50

0分後、乳酸ナトリウムの80%が乳酸に転化され、残留ナトリウム含有量は0.84重量%となり、電圧は12Vまで上昇した。溶液のpHは、初期pH6.0から3.1に低下した。210分後、転化率は94%に上昇し、残留ナトリウム量は0.25重量%に減少し、電圧は16Vに上昇し、及びpHは2.56に低下した。225分後、転化率は98%まで上昇し、残留ナトリウム量は0.0重量%まで減少し、電圧は22.4Vまで上昇し、及びpHは2.56まで低下した。これらの時間間隔での急激な電圧上昇は、供給物液の伝導率が徐々に低下した結果である。この電圧上昇は、残留乳酸ナトリウムを転化する為の消費電力における急激な増加を結果としてもたらす。これらの結果は、電気透析を98%以下の部分転化率まで実施することによって、経済的なプロセスが得られることを実証する。

【0075】

しかしながら、異なる条件下、特に水性媒体中の一価の乳酸塩の初期濃度が少なくとも30重量%以上～40重量%以下である場合には、99重量%までの電気透析が行われてもよく、その一方で、十分に経済的でありうる全体的な工程を有する。これは例えば、乳酸を単離する為に減圧蒸留を行わず、乳酸を回収する為に他の方法、例えばイオン交換樹脂を使用する方法、が選択される場合がある。これはまた、より高い出発濃度が使用され、及び水の除去の一部が電気透析の前に行われる場合がありうる。そのような状況において、減圧蒸留を行わないこと及び／又は水分解蒸発の前に水分蒸発を行うことによって、節約されたエネルギーが、98重量%超の高い転化率に、例えば99重量%まで、上げる為に必要なエネルギーを補い、且つ更に経済的に実行可能な方法を提供しうる。

【0076】

180～210分の時間間隔において、電流効率とファラデーの法則 (Faradays law) に基づく理論的な質量流量と、乳酸塩、乳酸及びナトリウムの分析データに基づく実際の質量流量を用いて計算された電流効率は0.68であった。210～225の時間区間において、電流効率は0.64に低下し、98%超の転化率では電流効率は0.36以下に低下した。これは、高い転化率ではエネルギー入力それ自体が増加するが、消費される電気エネルギーのうち転化の為に使用される電気エネルギーが益々少なくなることをまた意味する。

【0077】

実施例2. 乳酸及び乳酸ナトリウムの溶液からの乳酸の蒸留

【0078】

乳酸と乳酸ナトリウムとの溶液は、60重量%の食品グレード乳酸ナトリウム溶液98.4グラムを49重量%の食品グレード乳酸水溶液4310グラムに加えることによって調製された。この溶液は、乳酸と乳酸ナトリウムとの混合物の代表的なものであり、電気透析で部分転化した後に、水を蒸発させることによって濃縮されたものである。ガラスラボのショートパス蒸留 (SPD: Short Path Distillation) ユニットが、この溶液を更に濃縮し、引き続き乳酸を蒸留する為に使用された。

【0079】

使用されたラボ用SPDユニットは、UIC製のガラス製KDL4タイプユニットであった。該SPDユニットは基本的に、二重壁のカラムであり、それは油浴で100℃超に加熱されることができる。液体 (すなわち、乳酸塩/乳酸供給物液 (feed solution)) は、蠕動ポンプで該液体を汲み上げることによって、該SPDユニットの上部に供給されることができる。該SPDユニットは、該上部から送り込まれた該液体から該SPDユニットカラムの内壁上に液膜が生成されるように、上部の攪拌機とワイパーとを備えている。該SPDユニットの該上部はまた、-60℃でコールドフィンガー (cold finger) によって二重壁を通じて間接的に冷却されるガラス製カラム、油で作動する真空ポンプ、及び真空計と圧力バルブとを備えた圧力制御ユニットを備えている真空システムに接続されている。真空と高温を適用することによって、比較的沸点の高い化合物、例えば乳酸、を該供給物 (feed) から蒸発させることができる。次に、蒸発された乳酸は、55℃で、水によって冷却された内部コンデンサーを備えているSPDユニットで凝縮されることができる。該乳酸は、該SPDユニットの内部コンデンサーの真下に置かれたガラスバルブ内に集められることができる。蒸発しなかった供給物の一部は、該二重壁SPDカラムの下部で側

10

20

30

40

50

壁上の排出口を使って回収されることができる。該SPDユニットの該内部コンデンサー上に捕捉されなかった蒸気は、コールドフィンガーで操作される真空セクションにおけるガラスカラム内に捕捉される。

【0080】

まず、該供給物は脱水の為に該SPDユニットに導かれた。油温は120℃であり、及び真空圧は100mbarであり、及び供給速度は10ml/分であった。該SPDユニットの内部コンデンサーは水道水で作動された。乳酸と乳酸ナトリウムとの脱水された混合物336gの画分が回収され、そして、直ちに再び該SPDユニットを通過させた。ここで、該油温は130℃、真空圧は6mbar、供給流量は15ml/分、及び該SPDユニットの内部コンデンサーは55℃に冷却された。この第2のSPD工程において、該供給物の少なくとも半分が蒸留され、そして、精製された乳酸として回収され、乳酸の全回収率は（元の供給物中に存在する乳酸の総重量に対して）65%であった。この第2の工程における該SPD装置への供給物は5500～6000ppmのナトリウムを含んでおり、一方、乳酸生成物は112ppmのナトリウムしか含んでおらず、すなわち、精製係数は49～54であった。従って、ショートパス蒸留（SPD）装置を用いて、乳酸と乳酸ナトリウムとの元の混合物から乳酸の大部分が純粋な形態で回収されることができる。

10

【0081】

実施例3 乳酸カリウム溶液の部分電気透析

【0082】

バイポーラ膜と陽イオン膜との複数のセル対を備えたパイロット電気透析ユニットが、モデル乳酸カリウム溶液から乳酸を調製する為のバッチ実験において用いられた。該乳酸カリウム溶液は、食品グレードの60重量%乳酸カリウム溶液（PuracからのPURASAL登録商標 HiPure P）を34重量%濃度の乳酸カリウムに、水を加えることによって希釈することによって得られた。

20

【0083】

バッチモードにおいて、34重量%の乳酸カリウム水溶液の供給物20kgが上記パイロット電気透析ユニットにおいて水分解電気透析を介して乳酸に転化された。実験時間は76分続き、その後、88モル%の転化率が得られた。結果として得られた溶液は、26重量%の乳酸濃度を有し、及び残留乳酸カリウム濃度は2.0重量%であった。実験の最初の70分間の平均電圧は約42Vであり、最後の6分間で電圧は49Vまで上昇され、高い転化率でのエネルギー使用の増加を示した。平均電流効率は0.78であった。

30

【0084】

この実験は、水分解電気透析を介して乳酸を得る為の出発溶液として、34重量%の一価の乳酸塩溶液の適切性を示す。更に、34重量%の一価の乳酸塩濃度で開始することにより、27重量%の乳酸溶液を結果として生じ、これは、より低濃度の一価の乳酸塩で開始した場合に得られる溶液よりもより濃縮されている（例えば、21～23重量%の一価の乳酸塩溶液で開始した場合に、17重量%の乳酸の溶液が典型的に得られうる）。このことは、出発物である一価の乳酸塩溶液の濃度が相対的に低い（例えば30重量%未満、25重量%未満、又は10重量%未満）。より高い一価の乳酸塩濃度、例えば少なくとも30重量%以上（例えば、34重量%の乳酸カリウム溶液）の乳酸塩濃度、で開始する為に、電気透析の前に水が除去されることが好ましい場合がある。その結果、水分解電気透析を行った後に除去されるべき必要がある水が少なくなる。これは、例えば、一価の乳酸塩が発酵プロセスに由来する場合でありうる。

40

【0085】

乳酸カリウム溶液の水分解電気透析が同様の条件下で乳酸ナトリウム溶液の水分解電気透析を比較された場合に、該溶液の導電率によるエネルギー使用量の増加が乳酸ナトリウム溶液から開始した場合に大きいことが、実施された実験と一価の乳酸塩溶液の理論的な伝導率（データ及び理論モデルは図示されていない）から判った（図1）。このことは、同じ条件下で、乳酸カリウム溶液を使用した場合に、乳酸ナトリウム溶液を使用した場合と比較して、より低いエネルギー消費が達成されうることを意味する。更に、図1から導

50

き出されることができるよう、乳酸カリウムについての最適な低エネルギーは、30～40重量%の濃度（図1）、特に30重量%超～40重量%以下の濃度、で作業する場合に見出される。

【図面】
【図1】

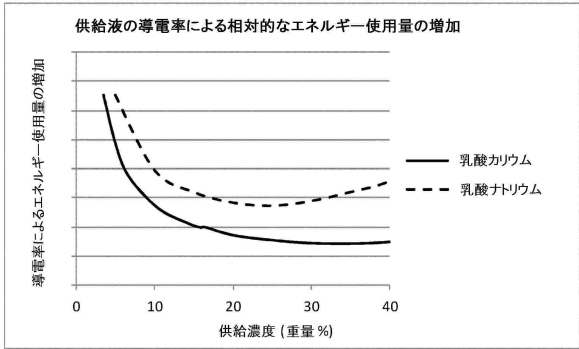


図1 濃縮された一価の乳酸塩溶液の水分解電気透析のエネルギープロフィール

10

20

30

40

50

【国際調査報告】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/EP2022/071195

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER		
INV.	C07C51/44 C07C51/487 C07C51/02 C07C51/47 C07C59/08	
ADD.	C07C51/41 B01D61/44 C12P7/56 C25B1/16 B01D61/42	
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
B. FIELDS SEARCHED		
Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) C07C C25B C12P B01D		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used) EPO-Internal		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	WO 2011/095631 A1 (PURAC BIOCHEM BV [NL]; BAETS PETER JOHANNES MARIE [NL] ET AL.) 11 August 2011 (2011-08-11) cited in the application claims 1-13 page 4, line 1 - page 8, line 28 page 8, line 30 - page 9, line 8 page 9, line 15 - line 23 -----	1-15
A	WO 2005/123647 A1 (PURAC BIOCHEM BV [NL]; VAN KRIEKEN JAN [NL] ET AL.) 29 December 2005 (2005-12-29) cited in the application abstract claims 1,15-18 example 5 page 8, line 33 - page 9, line 2 page 10, line 31 - page 11, line 10 -----	1-15
☐ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☒ See patent family annex.		
* Special categories of cited documents : "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier application or patent but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art "&" document member of the same patent family		
Date of the actual completion of the international search 3 October 2022		Date of mailing of the international search report 10/10/2022
Name and mailing address of the ISA/ European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016		Authorized officer Delanghe, Patrick

Form PCT/ISA/210 (second sheet) (April 2005)

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/EP2022/071195

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
WO 2011095631 A1	11-08-2011	AU 2011212354 A1	30-08-2012
		BR 112012019684 A2	15-09-2015
		CA 2787716 A1	11-08-2011
		CN 102753699 A	24-10-2012
		EP 2534252 A1	19-12-2012
		ES 2546199 T3	21-09-2015
		HU E025280 T2	29-02-2016
		JP 6223681 B2	01-11-2017
		JP 2013518865 A	23-05-2013
		JP 2016104771 A	09-06-2016
		KR 20120127485 A	21-11-2012
		MX 336925 B	05-02-2016
		PL 2534252 T3	30-11-2015
		US 2013225787 A1	29-08-2013
		WO 2011095631 A1	11-08-2011

WO 2005123647 A1	29-12-2005	AT 431325 T	15-05-2009
		BR PI0512167 A	12-02-2008
		CN 101018756 A	15-08-2007
		EP 1765757 A1	28-03-2007
		ES 2326899 T3	21-10-2009
		JP 4954873 B2	20-06-2012
		JP 2008502657 A	31-01-2008
		PL 1765757 T3	30-09-2009
		WO 2005123647 A1	29-12-2005

フロントページの続き

(51)国際特許分類	F I	テーマコード (参考)
C 2 5 B 15/029 (2021.01)	C 2 5 B 15/029	4 K 0 2 1
C 2 5 B 9/00 (2021.01)	C 2 5 B 9/00	G
C 0 8 G 63/06 (2006.01)	C 0 8 G 63/06	
C 0 7 D 319/12 (2006.01)	C 0 7 D 319/12	
C 0 2 F 1/469 (2023.01)	C 0 2 F 1/469	
B 0 1 D 61/46 (2006.01)	B 0 1 D 61/46	5 0 0
C 0 7 C 51/41 (2006.01)	C 0 7 C 51/41	

MK,MT,NL,NO,PL,PT,RO,RS,SE,SI,SK,SM,TR),OA(BF,BJ,CF,CG,CI,CM,GA,GN,GQ,GW,KM,ML,MR,N
E,SN,TD,TG),AE,AG,AL,AM,AO,AT,AU,AZ,BA,BB,BG,BH,BN,BR,BW,BY,BZ,CA,CH,CL,CN,CO,CR,CU,
CV,CZ,DE,DJ,DK,DM,DO,DZ,EC,EE,EG,ES,FI,GB,GD,GE,GH,GM,GT,HN,HR,HU,ID,IL,IN,IQ,IR,IS,IT,J
M,JO,JP,KE,KG,KH,KN,KP,KR,KW,KZ,LA,LC,LK,LR,LS,LU,LY,MA,MD,ME,MG,MK,MN,MW,MX,MY
,MZ,NA,NG,NI,NO,NZ,OM,PA,PE,PG,PH,PL,PT,QA,RO,RS,RU,RW,SA,SC,SD,SE,SG,SK,SL,ST,SV,SY,T
H,TJ,TM,TN,TR,TT,TZ,UA,UG,US,UZ,VC,VN,WS,ZA,ZM,ZW

イ．気付

(72)発明者 メルレ，ルノー，ブノワ
オランダ国，４２０６ エーシー ゴリンケム，アルケルセディーク ４６，ピュラック バイオケム
アイピー デパートメント気付

F ターム (参考) 4B064 AD02 AD83 AE46 CA01 CC30 CE01 CE06 DA16
4D006 GA03 GA17 KA01 KB11 KB12 KB14 MA11 PB20 PB70
4D061 DA10 DB18 EA09 EB13 EC01 FA02
4H006 AA02 AC47 AD11 BD80 BN10 BS10
4J029 AA02 AB05 AC01 EA05
4K021 AC05 AC09 BA02 BA18 BB01 CA10 CA11 CA15 DB31 DB38