



República Federativa do Brasil  
Ministério da Economia  
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

**(11) BR 112014014882-1 B1**



**(22) Data do Depósito:** 21/12/2012

**(45) Data de Concessão:** 02/02/2021

**(54) Título:** MÉTODO PARA RECUPERAÇÃO DE ÁCIDO LÁCTICO DE UMA MISTURA AQUOSA

**(51) Int.Cl.:** C07C 51/48; C07C 59/08; B01D 11/04; C12P 7/00.

**(30) Prioridade Unionista:** 23/12/2011 EP 11195691.8; 23/12/2011 US 61/579,730.

**(73) Titular(es):** PURAC BIOCHEM B.V..

**(72) Inventor(es):** ANDRÉ BANIER DE HAAN; JAN VAN KRIEKEN; TANJA DEKIC ZIVKOVIC.

**(86) Pedido PCT:** PCT EP2012076696 de 21/12/2012

**(87) Publicação PCT:** WO 2013/093028 de 27/06/2013

**(85) Data do Início da Fase Nacional:** 17/06/2014

**(57) Resumo:** EXTRAÇÃO DE ÁCIDO LÁCTICO. A presente invenção refere-se a um método de recuperação de ácido láctico de uma mistura aquosa compreendendo as etapas de: - prover uma mistura aquosa contendo ácido láctico e pelo menos 5% em peso de cloreto de magnésio dissolvido, com base no peso total de água e material dissolvido na mistura aquosa, - extrair o ácido láctico da mistura aquosa para um primeiro líquido orgânico composto de um solvente orgânico selecionado no grupo que consiste de cetonas C5+, dietil éter e metil-butil terciário-éter, obtendo assim uma solução orgânica de ácido láctico e um líquido residual aquoso contendo cloreto de magnésio, e - extrair o ácido láctico da solução orgânica de ácido láctico para um líquido aquoso, obtendo assim uma solução aquosa de ácido láctico e um segundo líquido orgânico. O método de acordo com a invenção permite uma etapa combinada de purificação e concentração para soluções de alimentação de ácido láctico.

Relatório Descritivo da Patente de Invenção para "**MÉTODO PARA RECUPERAÇÃO DE ÁCIDO LÁCTICO DE UMA MISTURA AQUOSA**".

[001] A presente invenção refere-se a um método para preparar uma solução de ácido láctico usando extração.

[002] Isolar ácido láctico de uma mistura aquosa contendo impurezas como sais pode ser difícil. Ácido láctico pode ser fabricado via fermentação de uma fonte de carbono, como carboidratos ou glicerol, por micro-organismos. Em tal processo de fermentação uma fonte de carboidrato é tipicamente fermentada por meio de um micro-organismo para formar ácido láctico. O líquido em que a fonte de carboidrato é fermentada é chamado caldo de fermentação ou meio de fermentação.

[003] A formação de ácido láctico durante a fermentação resultará em um decréscimo do pH do caldo de fermentação. Como tal decréscimo no pH pode danificar o processo metabólico do micro-organismo, é prática comum adicionar um agente de neutralização, isto é, uma base, aos meios de fermentação para neutralizar o pH. Como resultado, ácido láctico produzido nos meios de fermentação está tipicamente presente na forma de um sal lactato. Embora haja micro-organismos que são, de algum modo, resistentes a ambientes ácidos, permitindo que a fermentação possa ser efetuada em pH baixo (por exemplo, em um pH de 3), mesmo nestes processos pelo menos parte do ácido láctico é obtida como sal lactato.

[004] Para recuperar o ácido láctico do caldo de fermentação após a fermentação, é necessário um processamento posterior. Em tal processamento, o sal lactato no caldo de fermentação precisa ser convertido em ácido láctico. Também, o ácido láctico (ou lactato, se ainda não convertido) precisa ser isolado do caldo de fermentação. Como um caldo de fermentação contém muitos compostos, inclusive

montantes significativos de biomassa (como micro-organismos) e sal (originário do agente de neutralização), a recuperação e isolamento de ácido láctico podem ser bastante complexos, tipicamente exigindo múltiplas etapas de processamento e produzindo um material residual, em particular resíduo de sal.

[005] WO 95/03268 descreve um processo para recuperar um ácido orgânico de um caldo de fermentação, clarificando o caldo para remover pelo menos uma porção substancial das impurezas, produzindo uma alimentação clarificada; acidulando a alimentação clarificada, com adição de uma quantidade de ácido mineral suficiente para abaixar o pH da alimentação a valor entre cerca de 1,0 e cerca de 4,5; produzindo uma alimentação acidulada substancialmente saturada em relação a pelo menos um eletrólito selecionado no grupo que consiste de  $MHSO_4$ ,  $M_2SO_4$ ,  $M_3PO_4$ ,  $M_2HPO_4$ ,  $MH_2PO_4$ , e  $MNO_3$  em que M é selecionado no grupo que consiste de Na,  $NH_4$  e K; extraíndo a alimentação acidulada com uma mistura de extração que inclui (a) água, (b) um ácido mineral, em quantidade adequada para manter o pH da alimentação entre cerca de 1,0 e cerca de 4,5, e (c) um solvente oxigenado, que tem miscibilidade limitada com água. A extração produz um extrato de solvente e um primeiro refinado. O extrato solvente é submetido à retroextração com um líquido aquoso, produzindo assim um extrato aquoso rico em ácido orgânico e um solvente refinado pobre em ácido orgânico.

[006] WO 00/17378 descreve a produção de ácido láctico por fermentação, ajuste de pH com  $Ca(OH)_2$  ou  $Mg(OH)_2$ , adição de HCl, e extração com um solvente selecionado entre aminas, alcoóis, e éteres, preferivelmente álcool isoamílico, éter di-isopropílico, e Alamine 336. O solvente contendo o ácido láctico é então contatado com água para gerar uma solução de ácido láctico, que é adicionalmente processada.

[007] CN 101979368 descreve extração de ácido de uma solução

contendo um sal. O sal pode ser cloreto de sódio. O extratante é metanol, etanol, n-propanol, dietil éter, acetato de metila ou acetato de etila.

[008] JP 8-337552 descreve conversão de um sal de ácido em ácido usando ácido sulfúrico ou ácido clorídrico. O ácido pode ser, por exemplo, ácido láctico. Extração é feita com um composto oxigenado saturado heterocíclico, por exemplo tetra-hidrofurano.

[009] Existem vários problemas associados com os processos descritos nas referências acima mencionadas. Um problema particular da sequência de extração seguida por retroextração é a formação de líquidos diluídos. Geralmente, quando um composto é extraído de água usando um líquido orgânico, e subsequentemente extraído do líquido orgânico usando água, a concentração do composto no produto líquido aquoso é mais baixa que a do líquido aquoso inicial. Isto é, naturalmente, desvantajoso, porque forma líquidos diluídos, que precisam de concentração adicional.

[0010] Existe, portanto, necessidade na arte de um processo de extração/retroextração para ácido láctico, que permita o isolamento de ácido láctico de uma solução de sal, sem a formação de soluções diluídas de ácido, e sem a formação de cristais de sal. A presente invenção provê um desses processos.

[0011] A presente invenção refere-se a um método para recuperar ácido láctico de uma mistura aquosa compreendendo as etapas de

- prover uma mistura aquosa contendo ácido láctico e pelo menos 5% em massa de cloreto de magnésio dissolvido, com base no peso total da água e do material dissolvido na mistura aquosa,

- extrair o ácido láctico da mistura aquosa para um primeiro líquido orgânico composto de um solvente orgânico selecionado no grupo que consiste de cetonas C5+, dietil éter e metil-butil terciário-éter, obtendo assim uma solução orgânica de ácido láctico e um líquido

residual aquoso contendo cloreto de magnésio, e

- extrair o ácido láctico da solução orgânica de ácido láctico para um líquido aquoso, obtendo assim uma solução aquosa de ácido láctico e um segundo líquido orgânico.

[0012] Foi verificado que o processo de acordo com a invenção, que é caracterizado pelo uso de um ácido específico, a saber, ácido láctico, em combinação com um sal específico, a saber, um cloreto de magnésio, em um montante específico, a saber, montante de pelo menos 5% em peso de cloreto de magnésio dissolvido, em combinação com um solvente específico, leva a um processo em que a concentração do ácido láctico na solução aquosa obtida após extração e retroextração é mais alta que na mistura aquosa antes da extração. Este efeito de concentração é, por exemplo, vantajoso quando a solução aquosa de ácido láctico obtida após retroextração deve ser concentrada, com o que custos de energia são economizados por ser menor a quantidade de água a ser evaporada para obter uma certa concentração de ácido láctico. Outras vantagens do processo de acordo com a invenção ficarão aparentes no relatório a seguir.

[0013] É de notar que US2710880 descreve a recuperação de ácido láctico de uma solução aquosa usando um solvente álcool ou cetona miscível com água, preferivelmente com 3-4 átomos de carbono. A solução contém um sal, que é preferivelmente um sulfato. O solvente é removido do extrato por destilação.

[0014] GB280969 descreve extração de ácido láctico usando um éter ou um álcool superior na presença de um sulfato solúvel, derivado de ácido sulfúrico. Ácido fosfórico e ácido oxálico são mencionados, como alternativas.

[0015] É de notar que CN101979368 descreve extração de ácido de uma solução contendo um sal. O extratante é metanol, etanol, n-propanol, isopropanol, n-butanol, isobutanol, acetona, etileno glicol,

dietil éter, acetato de metila ou acetato de etila.

[0016] JP8-337552 descreve conversão de um sal ácido a ácido, seguida por extração com um solvente oxigenado saturado heterocíclico.

[0017] GB173479 descreve uma reação de lactato de magnésio com um ácido adequado, seguida por extração. A acidificação é efetuada com ácido sulfúrico; a extração é efetuada com acetona ou éter, adequados para dissolver o ácido láctico. O solvente é removido por evaporação ou destilação.

[0018] Nenhuma das referências discutidas acima divulga um processo de retroextração. Portanto, estas referências não são relevantes. Não querendo ser limitados pela teoria, acredita-se que um ou mais dos seguintes efeitos pode(m) ocorrer em um processo de extração de acordo com a invenção.

[0019] Pode ser que a presença do cloreto de magnésio na mistura aquosa aumente a extração do ácido láctico da mistura aquosa para o primeiro líquido orgânico. Isto contribuirá para o efeito de concentração descrito acima.

[0020] Segundo, pode ser que o cloreto de magnésio dissolvido diminua a solubilidade do solvente orgânico na água. Em particular, em concentrações mais altas de cloreto de magnésio dissolvido, menos solvente (como, por exemplo, MIBK) poderia se dissolver na mistura aquosa. Este efeito pode ser mais forte em temperaturas mais altas, em particular na faixa de temperaturas de 20° a 100°C. Assim, extração e/ou retroextração são preferivelmente efetuadas em uma temperatura de pelo menos 25°C, preferivelmente pelo menos 30°C, mais preferivelmente pelo menos 40°C. Considera-se que esse efeito é verdadeiro para cetonas e éteres em geral. A solubilidade menor do líquido orgânico em água resultará em correntes com pureza mais alta e menores perdas de solvente tanto na extração como na retroextração

e pode assim levar a um processo mais eficiente. Em contraste, a solubilidade de água em álcool e a solubilidade de álcool em água aumentam com o aumento da temperatura na faixa de temperaturas de 25°C e 100°C.

[0021] Terceiro, a solubilidade da água no solvente orgânico, na extração, pode também ser diminuída pela presença de cloreto de magnésio dissolvido.

[0022] Quarto, foi verificado que cloreto de magnésio dissolvido pode suprimir a formação de emulsão, melhorando assim a separação de fases entre os líquidos aquoso e orgânico. Isto é, em particular, vantajoso quando a mistura aquosa contém traços de biomassa. Biomassa originária de um processo de fermentação tipicamente contém compostos que podem agir como tensoativos. Consequentemente, quando uma mistura aquosa contendo biomassa é posta em contato com um solvente orgânico, tipicamente uma emulsão será formada. Tal formação de emulsão é indesejável, porque pode interromper o processo de extração e separação de fases.

[0023] Outras modalidades preferidas da presente invenção serão descritas abaixo.

[0024] A Figura 1 apresenta uma representação esquemática de uma modalidade da presente invenção. Na Figura 1, (1) é a mistura aquosa de partida, que é provida a um reator de extração (2), onde é contatada com o líquido orgânico (3). Uma corrente (4), contendo ácido carboxílico no líquido orgânico é retirada do reator de extração (2). Líquido residual aquoso (5) é também retirado do reator de extração (2). A corrente (4) contendo ácido carboxílico no líquido orgânico é provida ao reator de retroextração (6), onde é contatada com o líquido aquoso provido pela linha (7). O produto solução aquosa de ácido carboxílico é retirado pela linha (8). O líquido orgânico é retirado pela linha (9), e reciclado ao reator de extração (2) pela linha (3), opcionalmente após

estágios intermediários de purificação (não mostrados).

[0025] O termo "extração" neste contexto refere-se à extração líquido-líquido, também conhecida como extração por solvente. Extração por solvente é um método de extração baseado na diferença de solubilidade de um composto em dois líquidos diferentes, isto é, no presente caso, a solubilidade do ácido láctico em água (presente na mistura aquosa e no líquido aquoso) em relação à solubilidade do ácido láctico no solvente orgânico (presente no líquido orgânico). Extração direta é o processo em que o composto a ser extraído é extraído da mistura aquosa para o líquido orgânico. Retroextração é o processo em que o composto a ser extraído é extraído do líquido orgânico para um líquido aquoso.

[0026] O termo "solubilidade", neste contexto, refere-se ao peso máximo de um composto que pode ser dissolvido em certo montante de mistura aquosa, em certa temperatura.

[0027] Extração direta e retroextração no contexto do método da invenção são baseadas na diferença de solubilidade do ácido láctico na água e no solvente orgânico em diferentes temperaturas. A solubilidade de um composto em um solvente relativamente a outro solvente pode ser expressa em termos da razão de distribuição (distribution ratio) (DR). Esta relação dá uma indicação de como um composto será distribuído entre a fase aquosa (por exemplo a mistura aquosa) e a fase orgânica (por exemplo o líquido orgânico) em um sistema de duas fases em equilíbrio. A razão de distribuição pode ser definida como a razão entre a concentração de ácido láctico dissolvido na fase orgânica (*[ácido láctico]<sub>orgânico</sub>*) e a concentração do ácido láctico dissolvido em água (*[ácido láctico]<sub>água</sub>*), estando as duas fases em equilíbrio uma com a outra:

$$DR = [\text{ácido láctico}]_{\text{orgânico}} / [\text{ácido láctico}]_{\text{água}} \quad (1)$$

[0028] Da fórmula (1) pode-se concluir que quanto maior a razão de



distribuição, mais ácido láctico será dissolvido na fase orgânica.

[0029] A razão de distribuição depende de muitas variáveis, inclusive da temperatura e da composição específica das fases. Por exemplo, a concentração do cloreto de magnésio dissolvido na mistura aquosa e o tipo de solvente usado influenciará a razão de distribuição. Durante a extração direta, o ácido láctico deveria preferivelmente dissolver melhor no solvente orgânico do que na água.

[0030] Consequentemente, a razão de distribuição da extração direta deve ser a mais alta possível. Em particular, uma alta razão de distribuição durante a extração direta é desejável, pois qualquer ácido láctico ainda presente no líquido residual acarretará diretamente um decréscimo do rendimento total de ácido láctico quando este líquido residual não puder ser retrabalhado e/ou reciclado de volta ao processo, ou usado para outros fins, devendo ser descartado. Quando a razão de distribuição durante a extração direta é alta, quantidade relativamente pequena de ácido láctico será perdida, pois a maior parte do ácido láctico terá sido dissolvida no líquido orgânico.

[0031] É preferível que a DR na extração direta, também indicada como  $D_{FE}$  seja pelo menos 0,1, preferivelmente pelo menos 0,4 e ainda com maior preferência pelo menos 0,8.

[0032] Durante a retroextração, o oposto é verdadeiro. O ácido láctico deveria preferivelmente se dissolver melhor na fase aquosa que no líquido orgânico. É preferível que a DR na retroextração, também indicada como  $D_{BE}$  seja no máximo 0,5, preferivelmente no máximo 0,3 e ainda com maior preferência no máximo 0,1.

[0033] Se a razão de distribuição para extração direta é mais alta que a razão de distribuição para retroextração, isto contribuirá para um efeito de concentração, em que a solução aquosa de ácido láctico, obtida após a retroextração, tem uma concentração de ácido láctico mais alta que na mistura aquosa usada como material de partida na

extração direta. É preferível que a razão entre  $D_{FE}$  e  $D_{BE}$  seja de pelo menos 1,1, mais preferivelmente pelo menos 2. A razão entre  $D_{FE}$  e  $D_{BE}$  será geralmente de até 10. Uma faixa de 2 a 5 pode ser preferida.

[0034] O método da invenção compreende a etapa de prover uma mistura aquosa contendo ácido láctico e cloreto de magnésio dissolvido. A mistura aquosa é a mistura a ser extraída com o líquido orgânico.

[0035] A mistura aquosa é preferivelmente uma solução aquosa, pois a extração pode ser mais facilmente conduzida quando nenhuma matéria sólida está presente. Tal solução pode ser chamada de solução de alimentação aquosa. Entretanto, a presença de matéria sólida na mistura aquosa é possível até certo ponto, dependendo do equipamento usado, como será evidente para um especialista na arte. Assim, a mistura aquosa pode também ser uma suspensão. Exemplos de matérias sólidas que podem estar presentes em tal suspensão são ácido láctico em forma sólida, cloreto de magnésio não dissolvido e impurezas insolúveis.

[0036] O teor de ácido láctico na mistura aquosa é preferivelmente tão alto quanto possível. Por exemplo, a mistura aquosa pode conter pelo menos 5% em peso, preferivelmente pelo menos 10% em peso, mais preferivelmente pelo menos 15% em peso de ácido láctico, com base no peso total da mistura aquosa. Valores de pelo menos 20% em peso, mais em particular, de pelo menos 25% em peso podem ser particularmente preferidos. A água presente na mistura aquosa pode estar saturada com ácido láctico.

[0037] Em uma modalidade, a mistura aquosa tem um pH de 2 ou menos, tipicamente um pH inferior a 1, por exemplo um pH de 0-1. É preferível que o pH seja relativamente baixo, para assegurar que o ácido láctico esteja presente na mistura em forma de ácido, permitindo a extração.

[0038] A mistura aquosa pode conter adicionalmente impurezas, em

particular impurezas originárias de um processo de fermentação. Essas impurezas podem ser solúveis ou insolúveis na mistura aquosa. Exemplos de impurezas dissolvidas são açúcares, proteínas, e sais. Biomassa insolúvel (por exemplo, micro-organismos) e sais insolúveis são exemplos de impurezas insolúveis. Estas impurezas podem todas estar tipicamente presentes num caldo de fermentação. Mais detalhes de como obter a mistura aquosa são fornecidos abaixo.

[0039] A mistura aquosa inclui pelo menos 5% em peso de cloreto de magnésio dissolvido. A presença de cloreto de magnésio dissolvido na mistura aquosa tem um efeito vantajoso na extração, como descrito acima. Cloreto de magnésio dissolvido neste contexto refere-se a cloreto de magnésio em seu estado dissolvido, isto é, na forma de íons solvatados, em água.

[0040] A mistura aquosa inclui pelo menos 5% em peso de cloreto de magnésio dissolvido. Para aumentar o efeito da invenção, a concentração de sal é preferivelmente relativamente alta. Pode ser preferível que a concentração de sal seja de pelo menos 10% em peso, mais preferivelmente de pelo menos 15% em peso, ainda mais preferivelmente de pelo menos 20% em peso, ainda mais preferivelmente de pelo menos 25% em peso de cloreto de magnésio dissolvido. Dependendo da solubilidade do sal, pode ser possível usar pelo menos 30% em peso, ainda mais preferivelmente pelo menos 35% em peso de cloreto de magnésio dissolvido, com base no peso total da mistura aquosa, (isto é, o peso total da mistura aquosa excluindo qualquer matéria sólida). O valor máximo é geralmente determinado pela solubilidade do cloreto de magnésio, que é de cerca de 45% em peso.

[0041] Preferivelmente, a mistura aquosa é concentrada até uma concentração de cloreto de magnésio dissolvido tão alta quanto possível, isto é, próxima à solubilidade do cloreto de magnésio, isto é,

próxima ao montante em peso máximo do cloreto de magnésio que pode ser dissolvido na mistura aquosa, medida na temperatura na qual a extração adiante é realizada. Embora cloreto de magnésio não dissolvido possa estar presente na mistura aquosa, isto não é desejável. Por isso, a concentração de sal na mistura aquosa é preferivelmente não superior à solubilidade do cloreto de magnésio na mistura aquosa, de modo a evitar precipitação. Assim, a mistura aquosa preferivelmente tem uma concentração de cloreto de magnésio dissolvido dentro dos limites de 10% em peso, preferivelmente dentro dos limites de 5% em peso da solubilidade do cloreto de magnésio na mistura aquosa.

[0042] O cloreto de magnésio dissolvido pode se originar de uma reação de acidulação em que um sal lactato é reagido com ácido clorídrico. O cloreto de magnésio dissolvido pode também se originar da adição de cloreto de magnésio a uma mistura aquosa para aumentar sua concentração de cloreto de magnésio dissolvido. Combinações são, naturalmente, também possíveis.

[0043] A mistura aquosa é, preferivelmente, preparada por acidificação do lactato de magnésio com ácido clorídrico, formando assim uma mistura aquosa contendo ácido láctico e um cloreto de magnésio. A etapa de acidulação é tipicamente realizada pondo o sal lactato em contato com uma solução ácida. Entretanto, em algumas modalidades, pode, também ser possível por em contato o sal lactato com HCl gasoso.

[0044] O sal lactato pode estar na forma sólida e/ou dissolvida. Em uma modalidade, o sal lactato é fornecido em forma sólida. Neste caso, a etapa de acidulação é realizada pondo o sal lactato em contato com uma solução ácida. A vantagem de preparar a mistura aquosa a partir de sal lactato em forma sólida é que ácido láctico com concentração muito alta pode, assim, ser obtido, tal como com a concentração de pelo menos 15% em peso, em particular de pelo menos 25% em peso, de

até, por exemplo, 50% em peso, ou de 40% em peso.

[0045] O sal lactato pode também estar em forma dissolvida, tipicamente como parte de uma solução aquosa. Neste caso, a etapa de acidulação pode ser realizada pondo o sal lactato em contato com uma solução ácida ou um gás ácido.

[0046] A etapa de acidulação pode também ser realizada em uma mistura de ácido láctico e sal lactato. Essa mistura pode, por exemplo, ser obtida em uma fermentação em baixo pH. A mistura pode, por exemplo, ser uma suspensão aquosa.

[0047] O ácido usado na etapa de acidulação é tipicamente um ácido forte, como ácido clorídrico ou ácido sulfúrico. Tendo em vista a presença requerida de pelo menos 5% em peso de cloreto de magnésio, o uso de ácido clorídrico é preferido. Nesse caso, é obtida uma mistura aquosa contendo ácido láctico e um sal cloreto. Acidulação com HCl pode, por exemplo, ser realizada pondo o sal em contato com uma solução aquosa de HCl ou pondo uma solução ou suspensão de sal lactato em contato com HCl gasoso.

[0048] Quando acidulação do sal lactato é realizada pondo-o em contato com uma solução ácida, ela preferivelmente tem uma concentração ácida tão alta quanto possível. Tal concentração alta de ácido resultará numa mistura aquosa com alta concentração de ácido láctico, que é desejável. A solução ácida, portanto, inclui pelo menos 5% em peso, mais preferivelmente pelo menos 10% em peso e ainda mais preferivelmente pelo menos 20% em peso de ácido, com base no peso total da solução ácida.

[0049] Acidulação é tipicamente realizada usando um excesso de ácido. O excesso é preferivelmente pequeno, de modo que a mistura aquosa obtida não é altamente ácida, o que pode não ser desejável em vista de processamento adicional de tal mistura. Por exemplo, o excesso de ácido usado pode ser tal que a mistura aquosa resultante tem um pH

2 ou inferior, preferivelmente um pH de 0-1.

[0050] No caso em que é usado um gás ácido (isto é, HCl gasoso), este pode ser posto em contato com uma solução ou suspensão de lactato. Em particular, HCL gasoso pode ser soprado através da solução ou suspensão. No caso de ser utilizado gás, o HCl pode se originar de uma etapa de decomposição térmica como descrito acima.

[0051] Preferivelmente, acidulação é realizada em uma temperatura de 75°C ou menos. Em temperaturas mais altas, se torna não econômico adaptar equipamento às condições adversas de um ambiente ácido em altas temperaturas.

[0052] Após acidulação, material sólido, se presente, pode ser removido da mistura aquosa, por exemplo, por filtração. Como descrito acima, a presença de material sólido na mistura aquosa não é desejável durante a extração.

[0053] A mistura aquosa pode ser concentrada após acidulação antes da extração a uma concentração de até a solubilidade do cloreto de magnésio, em particular a uma concentração desejável de cloreto de magnésio dissolvido. Valores específicos para esta concentração são descritos acima.

[0054] Em uma modalidade, é usado lactato de magnésio que se origina de um processo de fermentação. Assim, o método da invenção pode conter adicionalmente uma etapa de fermentação para formar o ácido láctico, processo de fermentação esse que inclui as etapas de fermentar uma fonte de carbono, como um carboidrato, por meio de um micro-organismo em um caldo de fermentação para formar ácido láctico e neutralizar pelo menos parte do ácido láctico adicionando uma base, em particular uma base de magnésio, obtendo, assim, um sal lactato de magnésio.

[0055] Processos de fermentação para a fabricação de ácidos carboxílicos são conhecidos na arte e não requerem elucidação

adicional aqui. Faz parte do escopo do especialista selecionar usando seu conhecimento geral comum, um processo de fermentação adequado, dependendo do ácido desejado a ser produzido, da fonte de carbono e do micro-organismo disponível.

[0056] O produto do processo de fermentação é um caldo de fermentação, que é um líquido aquoso contendo carboxilato de magnésio, biomassa, e opcionalmente outros componentes, como impurezas como açúcares, proteínas, e sais.

[0057] Se for desejado, o caldo de fermentação pode ser submetido a uma etapa de remoção de biomassa, por exemplo, uma etapa de filtração, antes do processamento adicional. Isto é geralmente preferível para melhorar a qualidade do produto.

[0058] Outra etapa intermediária pode ser a separação de produto de reação sólido, isto é, lactato de magnésio, do caldo de fermentação, antes, após, ou ao mesmo tempo da remoção de biomassa, e opcionalmente submetendo o lactato de magnésio a uma etapa de lavagem. Dependendo da concentração, lactato de magnésio pode precipitar no meio de fermentação. Em uma modalidade, o lactato de magnésio sólido é separado do meio de fermentação, por exemplo, por filtração, e submetido a uma etapa de acidificação como descrito acima.

[0059] Outra etapa intermediária pode ser submeter o caldo de fermentação a uma etapa de concentração para aumentar a concentração de lactato de magnésio na composição antes da acidificação. Esta etapa pode ser realizada antes, após, ou simultaneamente com a remoção de biomassa. Essa etapa pode ser atraente para aumentar o teor de lactato de magnésio sólido, que pode, então, ser separado do caldo de fermentação como descrito acima, e processado como lactato de magnésio sólido no processo de acordo com a invenção.

[0060] Outras etapas intermediárias, por exemplo, etapas de

purificação, podem ser realizadas como desejado, como será evidente para o especialista.

[0061] No método de acordo com a invenção, a mistura aquosa discutida acima é submetida a uma etapa de extração pondo-a em contato com um líquido orgânico contendo um solvente orgânico selecionado no grupo de cetonas C5+, dietil éter, e metil-butil terciário-éter, obtendo assim uma solução orgânica de ácido láctico e um líquido residual aquoso contendo cloreto de magnésio. Nesta extração direta, o ácido láctico é separado das impurezas presentes na mistura aquosa dissolvendo-o no primeiro líquido orgânico. As impurezas permanecerão na mistura aquosa.

[0062] Preferivelmente, o líquido orgânico inclui pelo menos 90% em peso do solvente orgânico, preferivelmente pelo menos 95% em peso, mais preferivelmente pelo menos 99% em peso. Em uma modalidade, o líquido orgânico é o solvente orgânico. Tipicamente, pequenos montantes de água podem estar presentes no primeiro líquido orgânico, em particular quando o líquido (parcialmente) inclui solvente orgânico reciclado de uma etapa de reciclo após extração.

[0063] O solvente orgânico é selecionado no grupo de cetonas C5+, dietil éter, e éter metil terciário-butilico. C5+ representa cetonas com pelo menos 5 átomos de carbono. Foi verificado que compostos solventes específicos apresentam boas propriedades no processo de acordo com a invenção, onde eles mostram bom efeito de concentração. Seleção de um solvente orgânico adequado pode contribuir para estabelecer uma alta razão de distribuição durante a extração direta. Nesse caso, somente um montante relativamente pequeno de ácido láctico será perdido no líquido residual aquoso.

[0064] Como é ilustrado no Exemplo 10 do presente pedido, os solventes de acordo com a invenção mostram um efeito de concentração na extração de ácido láctico. Em contraste, outros



solventes, incluindo álcool isoamílico, di-isopropil éter, e trioctilamina (Alamina 336) mencionada como preferida em WOQO/17378, não apresentam um efeito de concentração. O mesmo acontece para a mistura de 48% trioctilamina, 20% n-butanol, e 32% querosene mencionada no Exemplo 8 de WO00/17378.

[0065] Na presente invenção é preferível usar cetonas, em particular cetonas C5-C8. Misturas podem também ser usadas. O uso de cetonas C9+ é menos preferido, porque, acredita-se, que estes compostos apresentem um efeito de concentração menor, podendo resultar em mais contaminantes no produto final. O uso de metil-isobutil-cetona (MIBK) foi considerado particularmente atraente para obter um bom efeito de concentração.

[0066] Adicionalmente, verificou-se que o uso de cetonas é preferido porque elas são estáveis nas condições de processo por não reagirem nem se decomporem em um grau substancial, dando lugar, assim, a poucos contaminantes e permitindo uma operação de processo estável.

[0067] Como éteres, dietil éter e éter metil terciário-butilico podem ser usados. Foi verificado, no entanto, que eles são menos preferidos porque o uso de éteres resulta em mais perda de solvente e em mais contaminantes no produto final.

[0068] O método da invenção não requer o uso de agentes de extração, como aminas. Na realidade, o uso de agentes de extração no solvente orgânico é, geralmente, indesejável. Um agente de extração é um composto que forma um complexo com o composto a ser extraído (neste caso ácido láctico). Entretanto, a formação (durante a extração direta) e ruptura do complexo requereria um montante relativamente grande de energia, de modo que a diferença de temperatura entre extração direta e retroextração necessitaria ser maior do que o necessário. Assim, o líquido orgânico preferivelmente não inclui nenhum

ou substancialmente nenhum agente de extração, em particular nenhum ou substancialmente nenhum agente de extração amínico. Portanto, o ácido láctico no método da invenção é preferivelmente extraído em sua forma ácida neutra e não na forma de um sal ou de um complexo.

[0069] O líquido orgânico é preferivelmente essencialmente livre de aminas, éteres, e alcoóis, o que significa que estes compostos, se de todo presentes, estão, cada um, presentes em um montante de menos de 2% em peso, preferivelmente menos de 1% em peso, mais preferivelmente menos de 0,5% em peso, calculados com base no peso do líquido orgânico.

[0070] A razão de líquido orgânico para mistura aquosa usada na extração é determinada pelas seguintes considerações. Por um lado, se o montante de líquido orgânico é relativamente alto, a eficiência da extração, expressa como a percentagem de ácido na mistura aquosa que é extraída para o líquido orgânico será alta. Por outro lado, uma grande quantidade de líquido orgânico terá de ser usado, e o efeito de concentração será reduzido. Reciprocamente, se o montante de líquido orgânico é relativamente baixo, o efeito de concentração será melhorado, mas a eficiência da extração será reduzida.

[0071] A razão de distribuição (Razão de distribuição (DR)) definida acima pode dar orientações a este respeito. Em uma modalidade, o montante de líquido orgânico usado na extração direta pode ficar na faixa de  $0,5/DR$  a  $1,5/DR$  vezes o montante de mistura aquosa. O uso de um montante de líquido orgânico na faixa de  $0,5/DR$  a  $0,8/DR$  vezes o montante de mistura aquosa para extração direta pode ser desejável para um bom efeito de concentração. No entanto, o rendimento da etapa de extração pode neste caso ser inferior a 99%. O uso de um montante de líquido orgânico na faixa de  $1,3/DR$  a  $1,5/DR$  vezes o montante de mistura aquosa para extração direta pode resultar em um rendimento da etapa de extração acima de 99%, mas tipicamente tem um efeito de

concentração menos pronunciado. O uso de um montante de líquido orgânico na faixa de 0,8/DR a 1,3/DR, e em particular na faixa de 1,0/DR a 1,2/DR, vezes o montante de mistura aquosa para extração direta é o mais desejável, porque tanto um bom efeito de concentração quanto um rendimento de extração de mais de 99% podem ser obtidos. O rendimento de extração, neste contexto, se refere à percentagem em peso do ácido láctico que é extraído para o líquido orgânico durante a extração.

[0072] Extração direta é tipicamente realizada pondo a mistura aquosa em contato com o primeiro líquido orgânico, obtendo assim uma solução orgânica de ácido láctico e um líquido residual aquoso contendo o cloreto de magnésio. Preferivelmente, a extração é uma extração em contracorrente, isto é, a mistura aquosa e líquido orgânico são contatados um com o outro usando correntes em contracorrente. Nessa configuração, uma extração muito eficiente de ácido láctico para o líquido orgânico pode ser obtida, em particular com relação ao rendimento. A extração é preferivelmente realizada em uma coluna de extração. No caso em que o solvente orgânico usado tem uma densidade menor do que a da água (por exemplo, no caso de MIBK), o solvente orgânico é preferivelmente alimentado ao fundo da coluna, enquanto a mistura aquosa é alimentada no topo da coluna. Consequentemente, duas fases se formarão: uma fase superior compreendendo o solvente orgânico e uma fase inferior compreendendo a mistura aquosa. Na interface das duas fases, qualquer biomassa e/ou outra matéria sólida presente na mistura aquosa se acumulará. Como descrito acima, a biomassa não causa emulsificação devido à presença do sal na mistura aquosa. Alimentando o solvente orgânico no fundo da coluna, o solvente orgânico se moverá para cima através da mistura aquosa, extraíndo assim o ácido láctico e formando uma solução orgânica de ácido láctico. No fundo da coluna um líquido residual aquoso pode ser obtido, tipicamente na forma de uma solução

aquosa de sal, solução essa que inclui o cloreto de magnésio. Extração direta pode ser realizada a uma temperatura de 20- 100°C, preferivelmente a uma temperatura de 30 - 80°C, por exemplo, a uma temperatura de 40 - 60°C. Para alcançar a temperatura desejável para extração direta, a mistura aquosa e/ou líquido orgânico podem ser aquecidos antes da extração direta. Como descrito acima, temperaturas mais altas na faixa de 20-100°C são vantajosas em relação a uma redução da solubilidade do solvente orgânico em água. Além disso, a razão de distribuição pode aumentar com o aumento das temperaturas e/ou pode levar a um efeito mais forte de concentração. Tendo em vista as possíveis condições corrosivas da mistura aquosa ácida, a temperatura superior a 60°C pode ser desvantajosa. Entretanto, corrosão pode, por exemplo, ser evitada usando equipamento de extração plástico ou revestido de vidro. O líquido residual aquoso formado na extração direta inclui o cloreto de magnésio. O líquido residual aquoso é tipicamente obtido na forma de uma solução aquosa de sal, solução essa que inclui o cloreto de magnésio. Esta solução é relativamente pura, já que as impurezas insolúveis tipicamente permanecem na interface água/orgânico durante a extração.

[0073] Para evitar perda de ácido do sistema, é preferível que a concentração de ácido láctico no líquido residual seja tão baixa quanto possível. Em uma modalidade, a concentração de ácido láctico no líquido residual é inferior a 1% em peso, em particular inferior a 0,5% em peso, mais particularmente inferior a 0,1% em peso. Foi verificado que extração usando o método de acordo com a invenção permite a obtenção destas perdas muito baixas de ácido.

[0074] Para evitar perda de solvente do sistema, e evitar problemas no processamento adicional, em particular quando se usa uma etapa de decomposição térmica, é preferível que a concentração de solvente no líquido residual seja tão baixa quanto possível. Em uma modalidade, a concentração de solvente no líquido residual é inferior a 1% em peso,

em particular inferior a 0,5% em peso, mais em particular inferior a 0,2% em peso, e preferivelmente inferior a 0,1% em peso. Foi verificado que extração usando o método de acordo com a invenção permite obter estas perdas muito baixas de solvente.

[0075] É preferível que pelo menos 80% do ácido presente no sistema esteja na fase orgânica após a extração direta, em particular pelo menos 90%, preferivelmente pelo menos 95%, mais preferivelmente pelo menos 98%, ainda mais preferivelmente pelo menos 99%.

[0076] É preferível que pelo menos 90% do cloreto de magnésio presente no sistema esteja presente no líquido residual aquoso após a extração direta, preferivelmente pelo menos 95%, mais preferivelmente pelo menos 98%, em particular pelo menos 99%.

[0077] A solução orgânica de ácido láctico é subsequentemente submetida a uma etapa de retroextração. Opcionalmente, a solução orgânica de ácido láctico obtida na extração direta é submetida a uma etapa intermediária de lavagem para remover quaisquer impurezas presentes na solução orgânica de ácido láctico. Essas impurezas são tipicamente arrastadas da mistura aquosa, por exemplo, cloreto ou íons metálicos. Nessa etapa de lavagem, a solução orgânica de ácido láctico é posta em contato com um líquido de lavagem. Essa etapa pode reduzir o montante de impurezas, como cloreto e/ou íons metálicos no produto final, isto é, a solução aquosa de ácido láctico. A remoção destes íons pode ainda evitar problemas de corrosão. O líquido de lavagem é tipicamente um líquido aquoso.

[0078] Em uma modalidade, parte da solução aquosa de ácido láctico formada como produto na retroextração é usada como líquido de lavagem. Nesta modalidade, uma pequena parte, por exemplo, 0,5-5% em peso, em particular 0,5-2% em peso, da solução aquosa total de ácido láctico produto pode ser usada para lavagem. O líquido de

lavagem pode subsequentemente ser reciclado de volta para a mistura aquosa, onde será novamente submetido à extração direta. Deve ser tomado cuidado durante a lavagem de não remover ácido demais do líquido orgânico, já que isso afetará prejudicialmente a concentração de ácido carboxílico no produto final. Faz parte do escopo do especialista determinar condições de lavagem adequadas.

[0079] A solução orgânica de ácido láctico formada na extração direta é, opcionalmente após ser lavada, retroextraída para um líquido aquoso, obtendo-se assim uma solução aquosa de ácido láctico e um segundo líquido orgânico. Esta etapa pode ser referida aqui como segunda extração ou retroextração. A retroextração resulta em uma solução aquosa de ácido láctico, que tem uma pureza mais alta e em particular uma concentração mais baixa de sal do que a mistura aquosa inicial. Como explicado acima, a solução aquosa de ácido láctico produto da presente invenção tipicamente tem uma concentração mais alta de ácido láctico do que a mistura aquosa.

[0080] A razão de líquido aquoso para solução orgânica de ácido usada na retroextração é determinada pelas seguintes considerações. Por um lado, se o montante de líquido aquoso é relativamente alto, a eficiência da extração, expressa como percentagem de ácido na solução orgânica de ácido que é extraído para o líquido aquoso será alta. Por outro lado, um grande montante de líquido aquoso terá de ser usado, e o efeito de concentração será reduzido. Reciprocamente, se o montante de líquido aquoso é relativamente baixo, o efeito de concentração será melhorado, mas a eficiência da extração será reduzida.

[0081] Um valor adequado para a razão de líquido aquoso para solução orgânica de ácido usada nessa retroextração pode ser derivado da Razão de distribuição (DR) definida acima. Em uma modalidade, o montante de líquido aquoso usado na retroextração é  $0,5 \cdot DR$  a  $1,5 \cdot DR$

vezes o montante da solução orgânica de ácido láctico. Estas razões podem, em particular, ser importantes em relação ao efeito de concentração do presente método. O uso de um montante de líquido aquoso na faixa de  $0,5 \cdot DR$  a  $0,8 \cdot DR$  vezes o montante de solução orgânica de ácido láctico para retroextração pode ser desejável para um bom efeito de concentração. No entanto, o rendimento da etapa de retroextração pode neste caso ser inferior a 99% de rendimento. O uso de um montante de líquido aquoso na faixa de  $1,3 \cdot DR$  a  $1,5 \cdot DR$  vezes o de solução orgânica de ácido láctico para retroextração pode resultar em um rendimento de retroextração de mais de 99%, mas tipicamente tem um efeito de concentração menos pronunciado. O uso de um montante de líquido aquoso na faixa de  $0,8 \cdot DR$  a  $1,3 \cdot DR$ , e em particular na faixa de  $1,0 \cdot DR$  a  $1,2 \cdot DR$  vezes o montante de solução orgânica de ácido láctico é o mais desejável, porque tanto um bom efeito de concentração quanto um rendimento de retroextração superior a 99% podem ser obtidos. O rendimento de retroextração aqui usado se refere à porcentagem em peso do ácido láctico que é extraído para o líquido aquoso durante a retroextração.

[0082] Retroextração é tipicamente realizada pondo em contato a solução orgânica de ácido láctico com o líquido aquoso, obtendo assim uma solução aquosa de ácido láctico e um segundo líquido orgânico. A solução aquosa de ácido láctico é a solução produto. Se desejado, o segundo líquido orgânico, em sua totalidade ou em parte, pode ser reciclado para a extração direta como primeiro líquido orgânico, opcionalmente após ter sido submetido a uma etapa de purificação. Preferivelmente, a extração é uma extração em contracorrente. Nessa configuração, uma extração muito eficiente de ácido láctico para o líquido aquoso pode ser obtida, em particular em relação ao rendimento.

[0083] A extração é preferivelmente realizada em uma coluna de extração. No caso em que o solvente orgânico usado tem uma

densidade menor do que a da água, o líquido aquoso é preferivelmente alimentado no topo da coluna, enquanto a solução orgânica de ácido láctico é alimentada no fundo da coluna. Consequentemente, duas fases se formarão: uma fase superior compreendendo o solvente orgânico e uma fase inferior compreendendo o líquido aquoso. Alimentando o líquido aquoso no topo da coluna, este atravessará a solução orgânica de ácido láctico, extraíndo assim o ácido láctico e formando uma solução aquosa de ácido láctico. Uma solução aquosa de ácido láctico pode, então, ser recuperada no fundo da coluna.

[0084] Deve-se observar que foi contemplado evaporar o solvente orgânico da solução orgânica de ácido láctico após extração direta, obtendo, assim, diretamente o ácido láctico. Entretanto, melhores resultados foram obtidos usando uma retroextração de acordo com a presente invenção. Retroextração resultou em menos impurezas e um processo mais eficiente em energia.

[0085] Retroextração pode ser realizada em uma temperatura de 20-100°C, preferivelmente em uma temperatura de 80°C ou menos, mais preferivelmente a uma temperatura de 60°C ou menos. Retroextração é preferivelmente realizada em uma temperatura acima de 0°C, preferivelmente uma temperatura de pelo menos 10°C devido a custos de energia associados com resfriamento. Temperaturas iguais ou próximas da temperatura de extração direta são particularmente preferidas para a retroextração. Isto pode economizar energia, porque menos aquecimento e/ou resfriamento é necessário entre as diferentes correntes no processo de extração. Assim, em uma modalidade, a retroextração é realizada em uma temperatura que fica nos limites de 10°C, por exemplo, dentro dos limites de 5°C da temperatura na qual extração direta é realizada. O uso de uma temperatura similar na extração direta e na retroextração é aqui também referida como condições isotérmicas. Extração direta e retroextração podem ser



realizadas em cerca da mesma temperatura, por exemplo, usando uma diferença de temperatura entre extração direta e retroextração de menos de 5°C

[0086] Em uma modalidade, a extração para o líquido orgânico (extração direta) é realizada em uma temperatura inferior à da extração para o líquido aquoso (retroextração). Tal método de extração é também conhecido como uma extração com mudança normal de temperatura. A temperatura durante retroextração é, neste caso 5-45°C, por exemplo, 10-20°C superior à temperatura na extração direta.

[0087] Em outra modalidade, a extração para o líquido orgânico (extração direta) é realizada em uma temperatura mais alta do que a extração para o líquido aquoso (retroextração). Tal método de extração pode ser indicado como uma extração com mudança inversa de temperatura. Na extração com mudança inversa de temperatura, a etapa de retroextração pode neste caso ser realizada em uma temperatura 10-50°C ou 20-30°C menor do que a temperatura na qual a extração direta é realizada. Foi verificado que operando a extração no modo de mudança inversa de temperatura pode levar a uma concentração aumentada de ácido no produto.

[0088] Em uma modalidade do processo de acordo com a invenção, a solução orgânica de ácido láctico é posta em contato térmico com o segundo líquido orgânico usando um trocador de calor. Isto é vantajoso quando extração direta e retroextração são realizadas em diferentes temperaturas.

[0089] A solução aquosa de ácido láctico obtida após a retroextração, realizada de acordo com a presente invenção tem uma concentração maior de ácido láctico que a mistura aquosa que foi alimentada à extração direta. Isto é também ilustrado nos exemplos abaixo.

[0090] A extensão do efeito de concentração do método da

invenção depende, entre outros, da razão de líquido orgânico para mistura aquosa usada na extração direta, da razão de líquido aquoso para solução orgânica de ácido láctico usada para retroextração, da temperatura na qual as etapas de extração são realizadas, do tipo de líquido orgânico usado e do montante de cloreto de magnésio dissolvido presente na mistura aquosa. Além disso, é preferível selecionar as condições de processo de forma a obter um alto rendimento de extração. Neste aspecto, é preferível que o montante em peso do líquido orgânico usado na extração direta seja de 1,0/DR a 1,2/DR vezes o montante em peso da mistura aquosa enquanto o montante em peso do líquido aquoso usado na retroextração é de 1,0\*DR a 1,2\*DR vezes o montante em peso da solução orgânica de ácido láctico. É ainda mais preferível que o montante em peso de líquido orgânico usado na extração direta seja de 1,1/DR a 1,2/DR vezes o montante em peso da mistura aquosa enquanto o montante em peso de líquido aquoso usado na retroextração é de 1,1\*DR a 1,2\*DR vezes o montante em peso da solução orgânica de ácido láctico. Estas razões em peso resultam em um efeito de concentração particularmente bom quando adicionalmente combinadas com uma temperatura de extração direta de 50-60°C e uma concentração de cloreto de magnésio dissolvido de pelo menos 10% em peso, com base no montante total de água e material dissolvido presentes na mistura aquosa. O líquido orgânico usado é neste caso preferivelmente uma cetona, mais preferivelmente MIBK. A retroextração é, neste caso, preferivelmente realizada a 20-60°C, mais preferivelmente a 50-60°C. Um efeito de concentração ainda melhor é obtido quando do uso de uma concentração de cloreto de magnésio de pelo menos 15% em peso em vez de pelo menos 10% em peso, com base no montante total de água e material dissolvido presentes na mistura aquosa. Assim, a seguinte combinação de parâmetros pode resultar em um efeito de concentração particularmente bom e pode, ao

mesmo tempo, resultar em um bom rendimento de extração:

[0091] - uma concentração de cloreto de magnésio de pelo menos 10% em peso, com base no montante total de água e material dissolvido presentes na mistura aquosa;

[0092] - uma temperatura de extração direta de 30-60°C, em particular 50-60°C;

[0093] - uma temperatura de retroextração de 20-60°C;

[0094] - um montante em peso de líquido orgânico usado na extração direta que é 1,1/DR a 1,2/DR vezes o montante em peso da mistura aquosa;

[0095] - um montante em peso de líquido aquoso usado na retroextração que é 1,1\*DR a 1,2\*DR vezes o montante em peso da solução orgânica de ácido láctico;

[0096] - o líquido orgânico sendo uma cetona C5+, preferivelmente uma cetona C5-C8, mais preferivelmente MIBK.

[0097] A combinação acima funciona ainda melhor quando se usa uma concentração de cloreto de magnésio de pelo menos 15% em peso, com base no montante total de água e material dissolvido presentes na mistura aquosa.

[0098] O rendimento total do método da invenção depende tanto do rendimento da extração na extração direta quanto do rendimento da extração na retroextração.

[0099] O rendimento de extração direta pode ser aumentado realizando a extração direta com correntes em contracorrente (ver também acima). Essa extração em contracorrente pode ser realizada em um ou mais vasos (por exemplo, um misturador ou decantador). O rendimento da etapa de extração pode ser aumentado, aumentando o tamanho e/ou o número de vasos. Quando do uso de mais de um vaso, os vasos são ligados em série. Neste caso, o segundo ou outro vaso extrai adicionalmente o líquido aquoso obtido após a extração no vaso

anterior. Preferivelmente, entretanto, extração direta é realizada em um único vaso (por exemplo uma coluna de extração) que seja suficientemente grande para se obter o alto rendimento desejado (tipicamente acima de 99%). Por exemplo, grandes colunas de extração com altura de 10-20 metros são conhecidas na arte. O especialista será capaz de ajustar o tamanho e/ou número de vasos para obter um rendimento de 99% ou mais.

[00100] O rendimento de retroextração pode ser aumentado da mesma maneira descrita acima para extração direta. No caso em que mais de um vaso é usado, o segundo ou outro vaso extrai adicionalmente o líquido orgânico obtido após extração no vaso anterior.

[00101] O método da invenção pode incluir adicionalmente a etapa de concentrar a solução aquosa de ácido láctico produto por evaporação de água. A água evaporada nesta etapa pode ser reciclada reutilizando-a como o líquido aquoso da retroextração. É possível que a solução aquosa de ácido láctico produto inclua um pequeno montante de solvente orgânico, e resíduo proveniente da etapa de extração, se presente é da ordem de 0,1-3% em peso com base no montante total da solução aquosa de ácido láctico. Quando uma etapa de evaporação é realizada, solvente orgânico é, também, tipicamente evaporado na etapa de concentração, frequentemente melhorada por um efeito de drenagem de água.

[00102] Como indicado acima, o segundo líquido orgânico obtido na retroextração pode ser reciclado, reutilizando-o como o primeiro líquido orgânico na extração direta.

[00103] Em uma modalidade, o método da invenção inclui a etapa de submeter o líquido aquoso residual contendo cloreto de magnésio obtido na extração direta a uma etapa de decomposição térmica em temperaturas de pelo menos 300°C, formando assim óxido de magnésio e HCL. Nesta etapa, o sal cloreto é termicamente hidrolisado na

formação de óxido de magnésio e HCL, compostos esses que podem ser reciclados em outros estágios num processo para preparação de ácido láctico. Por exemplo, o óxido de magnésio pode ser usado em um processo de fermentação, por exemplo, como um agente de neutralização ou como um precursor do mesmo. O óxido de magnésio pode, para isto, ser posto em contato com água para obter uma lama de hidróxido de magnésio. Além disso, HCL pode ser usado para acidificar o lactato de magnésio obtido em um processo de fermentação. HCL é tipicamente dissolvido em água durante ou após a decomposição térmica, obtendo assim uma solução de HCL. Assim, a etapa de decomposição térmica provê um processo em que o material residual é reciclado e em que, em consequência, relativamente pouco resíduo é produzido.

[00104] O método da invenção é preferivelmente um processo contínuo. Entretanto, pode, também, ser realizado como um processo em batelada.

[00105] A invenção será adicionalmente ilustrada pelos seguintes exemplos, sem ser limitada a eles.

#### Exemplo 1: Extração de ácido láctico na ausência de sal dissolvido - Comparativo

[00106] Uma solução de alimentação de ácido láctico foi preparada adicionando 304 g de ácido láctico cristalino a 745 g água e misturando até dissolução completa. A solução de alimentação assim preparada incluía 29% em peso de ácido láctico.

[00107] Na extração direta, um montante de 101 g MIBK foi adicionado a 1000 g da solução de alimentação de ácido láctico (razão baseada em peso de 1:10). O sistema bifásico resultante foi agitado a 20°C por 30 minutos com velocidade suficiente para assegurar que ambas as fases fossem bem dispersas. Em seguida, a agitação foi interrompida, as fases foram deixadas separar e a camada de MIBK

carregada com ácido láctico foi separada da solução aquosa de ácido láctico empobrecida.

[00108] Na retroextração 5,2 g de água foram adicionados a 53 g desta camada de MIBK carregada com ácido láctico (razão baseada em peso de 1:10). O sistema bifásico resultante foi agitado a 20°C por 30 minutos com velocidade suficiente para assegurar que ambas as fases fossem bem dispersas. A agitação foi interrompida, em seguida, as fases foram deixadas separar e uma amostra foi retirada da fase aquosa do fundo. A concentração de ácido láctico desta amostra foi de 19,4% em peso (determinada via titulação potenciométrica).

[00109] Este exemplo mostra que extração realizada na ausência de cloreto de magnésio dissolvido usada no método de acordo com a presente invenção reduz a concentração de ácido láctico de 29% em peso na solução de alimentação para 19,4% em peso na solução aquosa de produto.

#### Exemplo 2: Extração de ácido láctico na presença de sal dissolvido

[00110] Uma solução de alimentação de ácido láctico (mistura aquosa) foi preparada adicionando cloreto de magnésio hexa-hidratado (790 g) a uma solução de 700 g de ácido láctico cristalino em 924 g água e misturando até dissolução completa. A solução de alimentação assim preparada continha 29% em peso de ácido láctico e 15,3% em peso de cloreto de magnésio.

[00111] Na extração direta, um montante de 100 g de MIBK foi adicionado a 1000 g da solução de alimentação de ácido láctico (razão baseada em peso de 1:10). O sistema bifásico resultante foi agitado a 20°C por 30 minutos com velocidade suficiente para assegurar que ambas as fases fossem bem dispersas. Em seguida, a agitação foi interrompida, as fases foram deixadas separar e a camada de MIBK carregada com ácido láctico foi separada da solução aquosa de ácido láctico empobrecida. Na retroextração 4,7 g de água foram adicionados

a 46,9 g desta camada de MIBK carregada com ácido (razão baseada em peso de 1:10). O sistema bifásico resultante foi agitado a 20°C por 30 minutos com velocidade suficiente para assegurar que ambas as fases fossem bem dispersas. Em seguida, a agitação foi interrompida, as fases foram deixadas separar e uma amostra foi retirada da fase aquosa do fundo. A concentração de ácido láctico desta amostra foi de 34,8% em peso (determinada via titulação potenciométrica).

[00112] Este exemplo mostra que a presença de sal de cloreto de magnésio dissolvido na extração direta aumenta a concentração de ácido láctico de 29% em peso na solução de alimentação para 34,8% em peso na solução aquosa após retroextração. No caso em que a solução fosse submetida a uma etapa de evaporação após extração, a concentração aumentada de ácido láctico na solução aquosa da retroextração reduziria o montante de água que necessitaria ser evaporado do ácido láctico produto em comparação com a solução aquosa obtida após retroextração da solução de alimentação sem cloreto de magnésio dissolvido do exemplo 1 por um fator 2.

#### Exemplo 3: Extração de ácido láctico por mudança **normal** de temperatura

[00113] Na extração direta um montante de 100 g de MIBK foi adicionado a 1000 g da solução de alimentação de ácido láctico (razão baseada em peso de 1:10) preparada no exemplo 2 acima. O sistema bifásico resultante foi agitado a 20°C por 30 minutos com velocidade suficiente para assegurar que ambas as fases fossem bem dispersas. Em seguida, a agitação foi interrompida, as fases foram deixadas separar e a camada de MIBK carregada com ácido láctico foi separada da solução aquosa de ácido láctico empobrecida. Na retroextração 6,9 g de água foram adicionados a 67,2 g desta camada de MIBK carregada com ácido láctico (razão baseada em peso de 1:10). O sistema bifásico resultante foi agitado a 60°C por 30 minutos com velocidade suficiente

para assegurar que ambas as fases fossem bem dispersas. Em seguida, a agitação foi interrompida, as fases foram deixadas separar e uma amostra foi retirada da fase aquosa do fundo. A concentração de ácido láctico desta amostra foi de 36,2% em peso (determinada via titulação potenciométrica).

[00114] Este exemplo mostra que a aplicação de uma combinação de cloreto de magnésio dissolvido e uma temperatura mais alta na retroextração fornece uma concentração aumentada de ácido láctico de 36,2% em peso na solução aquosa após retroextração em comparação com as condições isotérmicas aplicadas no exemplo 2. Pode-se concluir que a aplicação de uma temperatura aumentada na retroextração é um meio eficiente de concentrar adicionalmente o ácido láctico durante a extração.

#### Exemplo 4: Extração de ácido láctico por mudança inversa de temperatura

[00115] Na extração direta um montante de 100 g MIBK foi adicionado a 997 g da solução de alimentação de ácido láctico (razão baseada em peso de 1:10) preparada no exemplo 2. O sistema bifásico resultante foi agitado a 60°C por 30 minutos com velocidade suficiente para assegurar que ambas as fases fossem bem dispersas. Em seguida, a agitação foi interrompida, as fases foram deixadas separar e a camada de MIBK carregada com ácido láctico foi separada da solução aquosa de ácido láctico empobrecida. Na retroextração 5,8 g de água foram adicionados a 58 g desta camada de MIBK carregada com ácido láctico (razão baseada em peso de 1:10). O sistema bifásico resultante foi agitado a 20°C por 30 minutos com velocidade suficiente para assegurar que ambas as fases fossem bem dispersas. Em seguida, a agitação foi interrompida, as fases foram deixadas separar e uma amostra foi retirada da fase aquosa do fundo. A concentração de ácido láctico desta amostra foi de 37,1% em peso (determinada via titulação



potenciométrica).

[00116] Este exemplo mostra que a aplicação de uma combinação de cloreto de magnésio dissolvido e uma temperatura mais alta na extração direta fornece uma concentração aumentada de ácido láctico de 37,1% em peso na solução aquosa após retroextração em comparação com as condições isotérmicas aplicadas no exemplo 2. Pode-se concluir que a aplicação de uma temperatura aumentada na extração direta é um meio eficiente de concentrar adicionalmente o ácido láctico durante a extração.

#### Exemplo 5 Extração de ácido láctico com temperatura aumentada

[00117] Na extração direta um montante de 100 g MIBK foi adicionado a 996 g da solução de alimentação de ácido láctico (razão baseada em peso 1:10) preparada no exemplo 2. O sistema bifásico resultante foi agitado a 60°C por 30 minutos com velocidade suficiente para assegurar que ambas as fases fossem bem dispersas. Em seguida, a agitação foi interrompida, as fases foram deixadas separar e a camada de MIBK carregada com ácido láctico foi separada da solução aquosa de ácido láctico empobrecida. Na retroextração 6,2 g de água foram adicionados a 63 g desta camada de MIBK carregada com ácido láctico (razão baseada em peso de 1:10). O sistema bifásico resultante foi agitado a 60°C por 30 minutos com velocidade suficiente para assegurar que ambas as fases fossem bem dispersas. Em seguida, a agitação foi interrompida, as fases foram deixadas separar e uma amostra foi retirada da fase aquosa do fundo. A concentração de ácido láctico desta amostra foi de 36,0% em peso (determinada via titulação potenciométrica).

[00118] Este exemplo mostra que aplicando uma combinação de cloreto de magnésio dissolvido e uma temperatura mais alta na extração direta, bem como na retroextração fornece uma concentração aumentada de ácido láctico de 36,0% em peso na solução aquosa após

retroextração em comparação com as condições isotérmicas aplicadas no exemplo 2. Pode-se concluir que operação isotérmica a uma temperatura aumentada na extração direta é um meio eficiente de concentrar adicionalmente o ácido láctico durante a extração.

#### Exemplo 6: Comparação de MIBK e álcool isoamílico

[00119] Este experimento foi realizado para comparar a estabilidade de dois solventes, MIBK e álcool isoamílico em contato com a solução de alimentação de ácido láctico preparada no exemplo 1. Para cada solvente um reator de vidro fechado foi enchido com 20 g de solvente e 20 g da solução de alimentação de ácido láctico, e posto numa estufa para manter a temperatura de 60°C, sendo sacudido continuamente.

[00120] Após 3 hrs, 24 hrs (1 dia) e 168 hrs (1 semana) o processo de agitação foi interrompido por 1 hora para deixar as fases se assentarem, uma amostra foi retirada da camada de topo do solvente e a composição da camada de topo do solvente analisada por cromatografia gasosa. Os resultados mostram que mesmo após 168 hrs não puderam ser detectadas alterações na pureza do MIBK enquanto que no caso do álcool isoamílico 14,6 área% em área de lactato de isoamila foi formado após 3 hrs. Nas amostras de 24 hrs e 168 hrs verificou-se que a concentração de lactato de isoamila tinha aumentado adicionalmente para 22,5 área%.

[00121] Este exemplo mostra que são formados ésteres com o ácido láctico quando alcoóis como álcool isoamílico são usados como solvente orgânico de extração enquanto cetonas como MIBK são solventes orgânicos estáveis. Pode-se concluir que solventes orgânicos instáveis como alcoóis são inadequados como solvente de extração e que solventes orgânicos estáveis como cetonas são solventes de extração adequados.

#### Exemplo 7: Efeito da concentração de sal dissolvido e da temperatura na razão de distribuição

[00122] 100 g de solvente orgânico MIBK foram adicionados a 100 g de uma solução aquosa com o desejado  $\text{MgCl}_2$  e concentração inicial de ácido láctico de 20% em peso. O sistema bifásico resultante foi agitado a 20°C ou 60°C por 30 minutos com velocidade suficiente para assegurar que ambas as fases fossem bem dispersas. Em seguida, a agitação foi interrompida, as fases foram deixadas separar e amostras foram retiradas de ambas as fases. A concentração de ácido láctico (% em peso) nestas amostras foi determinada por titulação potenciométrica. Em seguida a razão de distribuição foi calculada como a razão da concentração de ácido láctico (% em peso) na fase de solvente orgânico MIBK dividida pela concentração de ácido láctico (% em peso) na fase aquosa. Os resultados são mostrados na Tabela 1.

Tabela 1

MgCl <sub>2</sub> (% em peso)	Razão de distribuição de ácido láctico (% em peso/% em peso)	
	20°C	60°C
0	0,16	0,19
10,5	0,33	0,37
16	0,49	0,56

[00123] Este exemplo mostra que com o aumento da concentração de sal a razão de distribuição de ácido láctico aumenta significativamente. Além disso, o exemplo também mostra que a razão de distribuição pode ser aumentada pela elevação de temperatura. Pode-se concluir que a presença de sal e/ou um aumento na temperatura aumenta significativamente a eficiência da extração de ácidos carboxílicos da corrente aquosa de alimentação para o solvente orgânico.

Exemplo 8: Efeitos da concentração de sal dissolvido e da temperatura na solubilidade do solvente

[00124] 50 g de solvente orgânico MIBK foram adicionados a 100 g de uma solução aquosa com uma concentração especificada de  $\text{MgCl}_2$

e o sistema bifásico resultante agitado a uma temperatura especificada por 30 minutos com velocidade suficiente para assegurar que ambas as fases fossem bem dispersas. Em seguida, a agitação foi interrompida, as fases foram deixadas separar e uma amostra foi retirada da fase aquosa do fundo. A concentração de MIBK nesta amostra foi determinada por cromatografia gasosa. O experimento foi realizado para três diferentes concentrações de  $\text{MgCl}_2$  (0, 15 e 30% em peso) em duas temperaturas diferentes (20°C e 60°C). Os resultados são mostrados na Tabela 2.

Tabela 2

MgCl <sub>2</sub> (% em peso)	Solubilidade em MIBK (% em peso)	
	20°C	60°C
0	1,8	1,4
15	0,48	0,20
30	0,17	0,11

[00125] Este exemplo mostra que a adição de sal reduz significativamente a solubilidade do solvente orgânico MIBK na fase aquosa. Pode-se concluir que a presença de sal reduz significativamente a perda de solvente orgânico na fase aquosa após a extração do ácido carboxílico.

#### Exemplo 9 Extração piloto de ácido láctico

[00126] Os experimentos piloto de extração foram realizados em uma aparelhagem piloto de Coluna pulsada de disco e anel (Pulsed Disc and Donut Column (PDDC)) contendo uma seção ativa de coluna de quatro segmentos de vidro termostatizados, cada um com 2,64 cm (1,04 pol.) de comprimento e 40 mm de diâmetro interno. Esta seção ativa era fechada nos dois lados por decantadores com 42 cm de comprimento, ambos tendo um diâmetro interno de 80 mm. Os internos da coluna consistiam de chicanas de disco e anel colocadas alternadamente com um espaçamento de 8,4 mm feitas de PVDF para assegurar

umidificação pela fase de solvente orgânico. O decantador do fundo era ligado a um pulsador tipo pistão para pulsar o líquido na coluna a uma desejada frequência e amplitude. As soluções aquosas foram introduzidas no topo e o solvente orgânico MIBK no fundo da coluna. A coluna foi operada com o solvente orgânico MIBK como fase contínua e soluções aquosas como a fase dispersa. O nível da interface no decantador do fundo foi observado visualmente e controlado via uma válvula manualmente operada na corrente aquosa do fundo da coluna. O solvente orgânico MIBK podia sair do decantador do topo da coluna através de um transbordo.

[00127] Na extração direta, a solução de alimentação de ácido láctico (7 kg/h), preparada de maneira semelhante à do Exemplo 2, foi posta em contato, em contracorrente, na aparelhagem de coluna pulsada de disco e anel (PDDC) piloto, com MIBK (9,3 kg/h) em uma temperatura de 60°C. O pulsador foi operado com uma frequência de 90 min<sup>-1</sup> e amplitude de 11 mm. O solvente orgânico MIBK carregado com ácido láctico foi coletado durante várias horas para coletar um montante suficiente para a retroextração. Na retroextração o solvente orgânico MIBK carregado com ácido láctico (10,4 kg/h) foi posto em contato, em contracorrente, com água (2,5 kg/h) na aparelhagem PDDC em uma temperatura de 20°C. O pulsador foi operado com uma frequência de 67,5 min<sup>-1</sup> e amplitude de 11 mm. Amostras foram retiradas da fase aquosa de fundo. A concentração de ácido láctico nesta amostra foi de 34,5% (determinada via titulação potenciométrica).

[00128] Este exemplo mostra que a aplicação de cloreto de magnésio dissolvido combinado com uma temperatura mais alta na extração direta aumenta a concentração de ácido láctico de 29% em peso na solução de alimentação para 34,5% em peso na solução aquosa após retroextração. Pode-se concluir que a aplicação de cloreto de magnésio dissolvido eventualmente combinado com uma

temperatura aumentada na extração direta em uma coluna de extração é um meio eficiente de concentrar o ácido láctico durante a extração.

#### Exemplo 10 Comparação de diferentes solventes na extração de ácido láctico

[00129] Soluções de alimentação contendo 29% em peso de ácido láctico e 15% em peso de cloreto de magnésio foram preparadas. As soluções foram agitadas de um dia para o outro. A extração foi realizada como a seguir:

[00130] 1000 g de uma solução de alimentação foram misturados com aproximadamente 100 g de solvente e agitados a 20°C por um mínimo de 15 minutos. A mistura foi transferida para um funil de separação onde fases foram separadas. Amostras das duas fases foram retiradas para análise. Aproximadamente 100 g de fase orgânica foram, então, misturados com 10 g de água pura e agitados por um mínimo de 15 min a 20°C. Subsequentemente a mistura total foi, novamente, transferida para o funil de separação, fases foram deixadas se separar e amostras das duas fases foram retiradas. Amostras foram analisadas quanto ao teor de ácido. Os resultados são apresentados na Tabela 3, onde "inv" representa "Exemplo de acordo com a invenção" e "comp" representa "Exemplo comparativo".

Tabela 3

	Solvente	[ácido láctico] Alimentação (% em peso)	[ácido láctico] Produto (% em peso)
1 inv	2-pentanona	29	30
2 inv	metil isobutil cetona	29	35
3 inv	ciclo-hexanona	29	32
4 inv	2-hexanona	29	35
5 inv	acetofenona	29	34
6 inv	2-heptanona	29	34
7 inv	2-octanona	29	30

	Solvente	[ácido láctico] Alimentação (% em peso)	[ácido láctico] Produto (% em peso)
8 inv	dietil éter	29	38
9 inv	éter metil terciário-butílico	29	37
10 comp	etil propil éter	29	25
11 comp	di-isopropil éter	29	21
12 comp	metil etil cetona	29	.*
13 comp	trioctilamina (TOA)	29	13
14 comp	N,N-dietil-m-toluamida	29	27
15 comp	tolueno	29	1
16 comp	álcool isoamílico	29	23
17 comp	TOA-BuOH-Querosene **	29	11

\*Nenhuma separação de fases ocorreu na extração. Nenhum resultado foi obtido

\*\* 48% em peso de trioctilamina, 20% em peso de n-butanol e 32% em peso de querosene.

[00131] Os dados da Tabela 3 mostram que para as cetonas C5+ ocorreu concentração, com os melhores resultados sendo obtidos para metil isobutil cetona.

[00132] Dos éteres, somente dietil éter e metil- butil terciário- éter apresentaram um efeito de concentração. Deve ser notado, entretanto, que embora estes compostos na realidade apresentem boas propriedades de extração, eles possuem desvantagens associadas, quais sejam, entre outras, mais perda de solvente e mais contaminantes no produto.

#### Exemplo 11: Comparação de diferentes sais nas extrações de ácido láctico

[00133] Soluções de alimentação contendo 29% em peso de ácido láctico e um montante especificado de um sal específico foram preparadas. As soluções foram agitadas de um dia para o outro. Experimentos de extração foram realizados de acordo com o

procedimento descrito no Exemplo 10, usando metil-isobutil-cetona como solvente. Os resultados são apresentados na Tabela 4, em que "inv" representa "Exemplo de acordo com a invenção" e "comp" representa "Exemplo comparativo".

Tabela 4:

	Sal (concentração)	[ácido láctico] Alimentação (% em peso)	[ácido láctico] produto (% em peso)
1 inv	MgCl <sub>2</sub> (15% em peso)	29	35
2 comp	CaCl <sub>2</sub> (18% em peso)	29	18
3 comp	NaCl (19% em peso)	29	23
4 comp	KCl (24% em peso)	29	21
5 comp	NaNO <sub>3</sub> (27% em peso)	29	24
6 comp	Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> (23% em peso)	29	23
7 comp	Na <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> (18% em peso)	29	6,4
8 comp	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> (23% em peso)	29	26

[00134] Como pode ser visto na Tabela 4, somente MgCl<sub>2</sub> fornece um efeito de concentração. Todos os outros sais fornecem um efeito de diluição. Isto é particularmente notável porque para todos os sais a concentração é maior do que a usada para MgCl<sub>2</sub>, e, acredita-se que uma concentração maior promova um efeito de concentração.



## REIVINDICAÇÕES

1. Método para recuperação de ácido láctico de uma mistura aquosa, caracterizado por compreender as seguintes etapas:

(a) prover uma mistura aquosa contendo ácido láctico e pelo menos 5% em peso de cloreto de magnésio dissolvido, com base no peso total de água e material dissolvido na mistura aquosa,

(b) extrair o ácido láctico da mistura aquosa para um primeiro líquido orgânico composto de pelo menos 90% em peso de um solvente orgânico selecionado no grupo que consiste de cetonas C5+, dietil éter e éter metil terciário-butilico, obtendo assim uma solução orgânica de ácido láctico e um líquido residual aquoso contendo cloreto de magnésio, e

(c) extrair o ácido láctico da solução orgânica de ácido láctico para um líquido aquoso, obtendo assim uma solução aquosa de ácido láctico e um segundo líquido orgânico.

2. Método, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que a mistura aquosa inclui pelo menos 15% em peso de cloreto de magnésio dissolvido, com base no peso total de água e material dissolvido na mistura aquosa.

3. Método de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que a mistura aquosa compreende pelo menos 20% em peso de cloreto de magnésio dissolvido, com base no peso total de água e material dissolvido na mistura aquosa.

4. Método, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 3, caracterizado pelo fato de que o solvente orgânico é uma cetona C5-C8.

5. Método de acordo com a reivindicação 4, caracterizado pelo fato de que o solvente orgânico é metil isobutil cetona.

6. Método, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 5, caracterizado pelo fato de que a primeira etapa da extração (b) é

realizada a uma temperatura de pelo menos 30° C.

7. Método de acordo com a reivindicação 6, caracterizado pelo fato de que a primeira etapa da extração (b) é realizada a uma temperatura de pelo menos 40° C.

8. Método, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 7, caracterizado pelo fato de que a segunda etapa da extração (c) é realizada em uma temperatura inferior à temperatura em que a primeira extração é realizada.

9. Método de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 8, caracterizado pelo fato de que a segunda etapa da extração (c) é realizada em a uma temperatura de 10 a 50° C inferior à temperatura em que a primeira extração (b) é realizada.

10. Método, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 8, caracterizado pelo fato de que a segunda etapa da extração (c) é realizada dentro dos limites de 10°C da temperatura na qual a primeira extração (direta) na etapa (b) é realizada.

11. Método de acordo com a reivindicação 10, caracterizado pelo fato de que a segunda etapa da extração (c) é realizada dentro dos limites de 5°C da temperatura na qual a primeira extração (direta) na etapa (b) é realizada.

12. Método, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 11, caracterizado pelo fato de que o primeiro líquido orgânico não inclui nenhum extratante, os ditos extratantes sendo compostos que formam um complexo com o ácido láctico a ser extraído.

13. Método de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 12, caracterizado pelo fato de que o primeiro líquido orgânico compreende nenhuma amina extratante, a referida amina extratante sendo compostos de amina que formam um complexo com ácido carboxílico a ser extraídos.

14. Método, de acordo com qualquer uma das reivindicações

1 a 13, caracterizado pelo fato de que o primeiro líquido orgânico é essencialmente livre de aminas, éteres, e alcoóis, o que significa que estes compostos, se de todos presentes, estão, cada um, presentes em um montante de menos de 2% em peso, calculados com base no peso do líquido orgânico.

15. Método, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 14, caracterizado pelo fato de que a mistura aquosa tem um pH de 2 ou menos.

16. Método, de acordo com qualquer das reivindicações 1 a 15, caracterizado pelo fato de que a mistura aquosa da etapa (a) é fornecida por acidificação do lactato de magnésio com HCl.

17. Método, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 15, caracterizado pelo fato de que a mistura aquosa da etapa (a) é fornecida pela acidificação de lactato de magnésio com HCl e concentrar a mistura aquosa assim obtida antes da extração a uma concentração de sal dissolvido de pelo menos 5% em peso, com base no peso total de água e material dissolvido na mistura aquosa.

18. Método de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 15, caracterizado pelo fato de que a mistura aquosa da etapa (a) é fornecida pela acidificação da mistura de ácido láctico e sal de lactato de magnésio com HCl.

19. Método, de acordo com qualquer das reivindicações 16 a 18, caracterizado pelo fato de que o referido sal de lactato de magnésio é fornecido por um processo de fermentação que compreende as etapas de fermentar uma fonte de carbono por meio de um micro-organismo em um caldo de fermentação para formar ácido láctico, e neutralizar pelo menos parte do ácido láctico com a adição de uma base de magnésio.

20. Método de acordo com a reivindicação 19, caracterizado pelo fato de que o caldo de fermentação é submetido a uma etapa de

concentração para aumentar a concentração de lactato de magnésio antes da acidificação.

21. Método de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 10, caracterizado pelo fato de que ainda compreende submeter o líquido aquoso residual compreendendo cloreto de magnésio obtido na etapa (b) para uma etapa de decomposição térmica em uma temperatura de pelo menos 300° C, decompondo assim o  $\text{MgCl}_2$  a óxido de magnésio ( $\text{MgO}$ ) e  $\text{HCl}$ .

22. Método de acordo com a reivindicação 21, caracterizado pelo fato de que o  $\text{MgO}$  é reciclado para uso em um processo de fermentação como um agente neutralizante ou um precursor do mesmo.

23. Método de acordo com a reivindicação 21, caracterizado pelo fato de que compreende ainda colocar o  $\text{MgO}$  em contato com água, obtendo assim uma lama de hidróxido de magnésio ( $\text{Mg(OH)}_2$ ).

24. Método de acordo com a reivindicação 23, caracterizado pelo fato de que a lama de hidróxido de magnésio ( $\text{Mg(OH)}_2$ ) é reciclada para uso em um processo de fermentação como um agente neutralizante.

25. Método de acordo com qualquer uma das reivindicações 21 a 24, caracterizado pelo fato de que o referido  $\text{HCl}$  obtido na etapa de decomposição térmica é utilizado para acidificar o lactato de magnésio obtido em um processo de fermentação ou como gás  $\text{HCl}$  ou como uma solução aquosa  $\text{HCl}$ , a referida solução sendo obtida através de dissolução do  $\text{HCl}$  formado na etapa de decomposição térmica em água.

26. Método de acordo com qualquer uma das reivindicações 21 a 25, caracterizado pelo fato de que ainda compreende dissolver o  $\text{HCl}$  formado na etapa de decomposição térmica em água, obtendo assim uma solução de  $\text{HCl}$ .

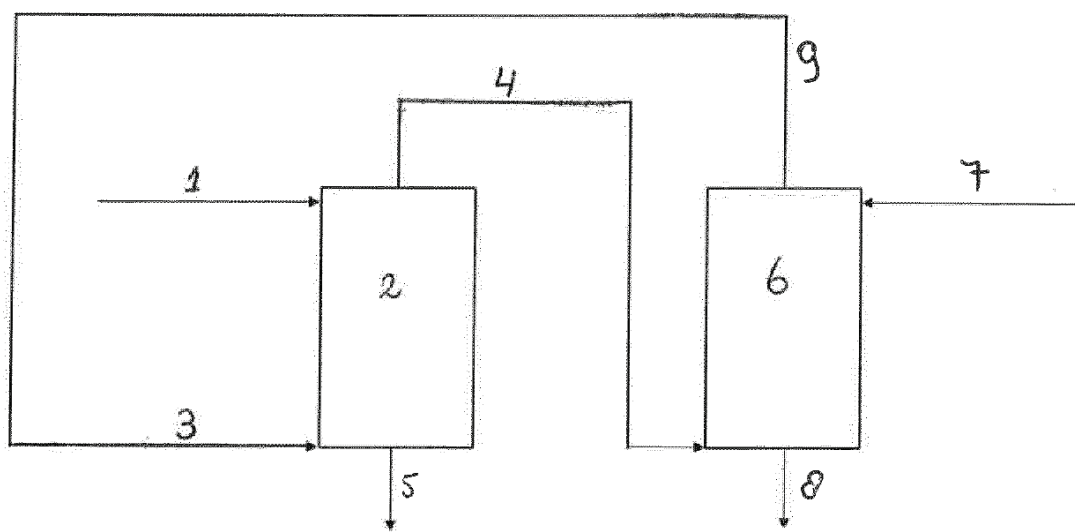


FIG. 1