

604c

59/08.



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ OPIS PATENTOWY

Nr 45082

Kl. 12 o, 11

Spółdzielnia Pracy Chemików *)

Gdańsk, Polska

Sposób oczyszczania kwasu d,l-mlekowego

Patent trwa od dnia 15 czerwca 1960 r.

Przedmiotem wynalazku jest sposób oczyszczania kwasu d, l-mlekowego od zanieczyszczeń, zwłaszcza od siarczanów i chlorków metali alkalicznych oraz soli innych metali rozpuszczalnych w wodzie, które występują w nim w końcowych fazach procesów wytwarzania.

Znane dotychczas sposoby oczyszczania kwasu mlekowego opierają się na następujących zasadach. Sposób wielokrotnej krystalizacji polega na krystalizacji mleczanów wapnia, na przykład z roztworów wodnych, odwirowywaniu kryształów, rozkładaniu ich kwasem siarkowym oraz ewentualnie ekstrakcji kwasu mlekowego z roztworu za pomocą rozpuszczalników organicznych.

Sposób estryfikacji polega na estryfikacji zanieczyszczonego wysoko stężonego kwasu

mlekowego za pomocą alkoholi, zwłaszcza metanolu, destylacji frakcjonowanej estrów, zmydleniu ich parą wodną i odpędzeniu alkoholu.

Znany jest też sposób, który polega na destylacji surowego kwasu mlekowego z parą wodną pod stosunkowo wysoką próżnią.

Sposób rafinacji metalami ziem alkalicznych polega na rozpuszczeniu kwasu mlekowego w eterze, związaniu zanieczyszczeń działaniem metali ziem alkalicznych, odsączeniu roztworu oczyszczonego kwasu w eterze i odpędzeniu eteru.

Sposób ekstrakcji polega na wielokrotnym działaniu w baterii ekstrakcyjnej rozpuszczalnikiem organicznym nie mieszającym się z wodą na zanieczyszczony roztwór kwasu mlekowego w wodzie, wyekstrahowaniu kwasu przez rozpuszczalnik, oraz na odpędzeniu rozpuszczalnika. Znany jest również sposób ekstrakcji i reekstrakcji, w którym kwas mlekowy jest

*) Właściciel patentu oświadczył, że współtwórcami wynalazku są Ryszard Cacha i Janusz Bołtrukiewicz.

ekstrahowany z surowego roztworu eterem izopropylowym i następnie reekstrahowany z roztworu eterowego za pomocą świeżej wody. Sposób ten może być realizowany w procesie okresowym ciągłym, lub cyklicznym.

W wymienionych sposobach opartych na zasadzie ekstrakcji, kwas mlekowy przechodzi zawsze z roztworu ekstrahowanego do ekstrahenta, natomiast zanieczyszczenia powinny pozostać w roztworze ekstrahowanym.

Wszystkie powyższe sposoby posiadają szereg wad, a mianowicie: sposób wielokrotnej krystalizacji jest mało wydajny, przy czym kwas otrzymany tym sposobem jest zanieczyszczony siarczanami; sposób estryfikacji jest jeszcze mniej wydajny, a kwas mlekowy zostaje zanieczyszczony kwasem masłowym lub jego pochodnymi; sposób rafinacji metalami ziem alkalicznych powoduje pozostawanie w produkcie siarczanów metali alkalicznych; natomiast sposoby ekstrakcji okresowej i w baterii oraz sposób ekstrakcji i reekstrakcji są mało wydajne i mają niską sprawność w związku ze stratami kwasu mlekowego w procesie ekstrakcji. W znanych dotychczas sposobach opartych na zasadzie ekstrakcji, zwłaszcza w procesie ekstrakcji i reekstrakcji, konieczne jest operowanie wielkimi ilościami rozpuszczalnika organicznego, ponieważ, ze względu na nie mieszanie się roztworów biorących udział w ekstrakcji stężenia kwasu mlekowego w roztworze surowym — a więc i w dalszych roztworach — muszą być niskie. W tych warunkach znaczna część zanieczyszczeń przedostaje się z roztworu surowego do ekstrahenta równocześnie z kwasem mlekowym, a w przypadku reekstrakcji — zanieczyszczenia przechodzą z powrotem do wodnego roztworu kwasu oczyszczonego. Produkt otrzymany w ten sposób jest jednak nadal zanieczyszczony w takim stopniu, że dla celów farmaceutycznych wymaga dodatkowego, kosztownego oczyszczania. W procesie reekstrakcji konieczne jest ponadto dodatkowe stężenie otrzymanego kwasu mlekowego.

Wyżej wymienionych wad nie posiada sposób według wynalazku polegający na tym, że z roztworu zawierającego techniczny kwas mlekowy rozpuszczony w rozpuszczalnikach organicznych, na przykład w eterze etylowym, zanieczyszczenia wymywa się za pomocą wody lub niemieszaniny się ze stosowanym rozpuszczalnikiem organicznym roztworów wodnych kwa-

su mlekowego albo kwasu fosforowego, przy czym kwas mlekowy pozostaje nadal w rozpuszczalniku organicznym.

Sposób według wynalazku charakteryzuje się o wiele większą wydajnością w porównaniu z innymi znanymi sposobami i umożliwia bezpośrednie otrzymanie kwasu mlekowego najwyższej czystości i o wysokim stężeniu.

W sposobie według wynalazku surowy kwas mlekowy o stężeniu powyżej 70% rozpuszcza się w rozpuszczalniku organicznym, posiadającym niewielką rozpuszczalność w wodzie, najkorzystniej w eterze etylowym lub alkoholu amylovym, przy czym powstaje roztwór, który zawiera kwas mlekowy, wodę, rozpuszczalnik organiczny i zanieczyszczenia. W celu usunięcia zanieczyszczeń roztwór ten miesza się lub przepuszcza przez kolumnę z wodą destylowaną, roztworem wodnym kwasu fosforowego, o stężeniu poniżej 90%, najkorzystniej z roztworem wodnym kwasu mlekowego posiadającym stężenie co najmniej 2,5 razy większe od stężenia tego kwasu w eterze etylowym. Stwierdzono, iż do wodnego roztworu kwasu mlekowego o takim stężeniu przechodzą jedynie zanieczyszczenia rozpuszczalne w wodzie, podczas gdy kwas mlekowy pozostaje nadal rozpuszczony w eterze etylowym. Natomiast w przypadku stosowania wody destylowanej przechodzi do niej również kwas mlekowy, lecz jedynie w początkowym etapie wmywania zanieczyszczeń — do chwili samodzielnego ustalenia się równowagi stężeń kwasu w obu roztworach. Podobnie, do roztworu wodnego kwasu fosforowego przechodzą, praktycznie biorąc, wyłącznie zanieczyszczenia, ponieważ rozpuszczalność kwasu mlekowego w tym roztworze jest znacznie mniejsza niż w wodzie (stała dysocjacji kwasu mlekowego jest około 60-krotnie niższa).

Usuwanie zanieczyszczeń można przeprowadzić w mieszalniku, w którym roztwór kwasu mlekowego w rozpuszczalniku organicznym, na przykład w eterze etylowym, miesza się z wodą lub jednym z wymienionych roztworów wodnych, po czym mieszaninę poddaje się odstaniu i zlewa warstwę stanowiącą roztwór oczyszczonego kwasu mlekowego w eterze.

Zanieczyszczenia można również usunąć, przepuszczając roztwór surowego kwasu mlekowego w eterze etylowym przez kolumny częściowo wypełnione wodnym roztworem kwasu mlekowego.

Stężenie kwasu mlekowego w warstwie wodnej musi być ściśle dobrane tak, aby eterowy roztwór kwasu mlekowego przechodząc przez nią nie zmieniał stężenia, podczas gdy zanieczyszczenia rozpuszczają się w niej i tym samym zostają zatrzymane. Kolumna z roztworem kwasu mlekowego w wodzie spełnia więc jak gdyby rolę filtra, który selektywnie przepuszcza kwas mlekowy i eter i zatrzymuje zanieczyszczenia.

Proces może być prowadzony zarówno periodycznie jak i ciągle, przy czym roztwór stosowany do oczyszczania może być kilkakrotnie zwracany do procesu. Doświadczalnie stwierdzono, że do oczyszczenia jednej tony kwasu mlekowego do najwyższego stopnia czystości wystarcza 5 do 10 litrów wody destylowanej, lub roztworu kwasu mlekowego albo kwasu fosforowego w wodzie.

Przykład. W reaktorze kwasoodpornym zaopatrzonym w mieszadło i chłodnicę zwrotną rozpuszcza się przy ciągłym mieszaniu 200 kg surowego kwasu mlekowego o stężeniu 80% w 800 kg eteru etylowego technicznego. Tak przyrządzony roztwór podaje się za pomocą pompy kwasoodpornej do zbiornika umieszczonego ponad kolumną i następnie poprzez zawór regulacyjny i dyszę wprowadza do dołu do szklanej kolumny o średnicy wewnętrznej 150 mm i długości 3 m, która do $\frac{1}{3}$ wysokości jest wypełniona 45%-owym roztworem kwasu mlekowego w wodzie (w ilości około 17,5 l).

Szybkość przepływu roztworu eterowego przez kolumnę reguluje się zaworem regulacyjnym tak, by górna część kolumny była zupełnie klarowna. Spływający z górnej części kolumny roztwór eterowy kieruje się do wyparki kwasoodpornej, w której eter zostaje następnie odpędzony. Otrzymany kwas mlekowy o stężeniu 80 do 90% sący się z niewielką ilością węgla aktywnego, otrzymując kwas mlekowy o najwyższym stopniu czystości według norm.

W przypadku, gdy kwas mlekowy zawiera bardzo dużą ilość zanieczyszczeń należy zastosować 2 lub 3 płuczki kolumnowe, połączone ze sobą szeregowo.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób oczyszczania kwasu d,l-mlekowego do wysokiego stopnia czystości za pomocą rozpuszczalników organicznych, zwłaszcza eteru etylowego, znamienny tym, że surowy kwas mlekowy o stężeniu powyżej 70% rozpuszcza się w eterze etylowym i z roztworu tego usuwa się zanieczyszczenia przez działanie nań wodą lub roztworem wodnym kwasu mlekowego albo kwasu fosforowego, przy czym stężenie kwasu mlekowego w roztworze wodnym jest co najmniej 2,5 raza większe od stężenia kwasu mlekowego w oczyszczanym roztworze eterowym, a stężenie kwasu fosforowego nie przewyższa 90%.

Spółdzielnia Pracy Chemików

Zastępca: inż. Zbigniew Kamiński
rzecznik patentowy