



República Federativa do Brasil
Ministério do Desenvolvimento, Indústria
e do Comércio Exterior
Instituto Nacional da Propriedade Industrial.

(21) **PI 1009166-1 A2**

(22) Data de Depósito: 19/08/2010
(43) Data da Publicação: 15/01/2013
(RPI 2193)



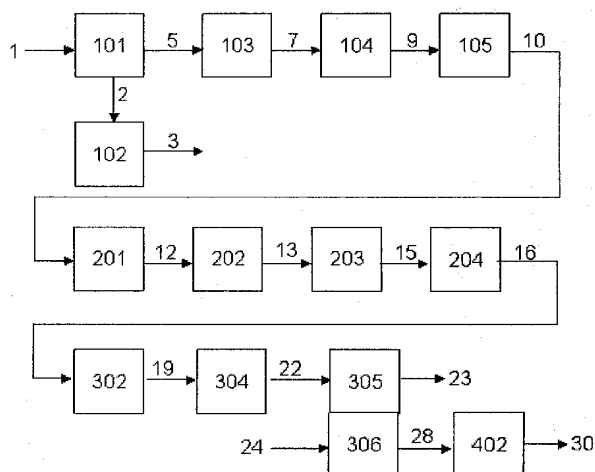
(51) *Int.Cl.:*
B01D 61/58
C12P 7/56
B01D 61/44
B01D 61/14
B01D 36/00

(54) **Título:** PROCESSO DE OBTENÇÃO DE ÁCIDO LÁTICO COM ELEVADO GRAU DE PUREZA A PARTIR DE LICOR FERMENTATIVO

(73) **Titular(es):** Companhia Refinadora da Amazônia

(72) **Inventor(es):** Art. 6 § 4º da LPI

(57) **Resumo:** PROCESSO DE OBTENÇÃO DE ÁCIDO LÁTICO COM ELEVADO GRAU DE PUREZA A PARTIR DE LICOR FERMENTATIVO. A presente invenção descreve um processo para obtenção de ácido lático com elevado grau de pureza a partir de um licor fermentativo (1) contendo lactato de sódio com vistas à produção de poli-ácido lático. O processo compreende as operações unitárias de centrifugação (101), decantação centrífuga (102), microfiltração (103), ultrafiltração (104), filtração primária em leito de carvão ativado (105), eletrodialise convencional (201), colunas de troca iônica em leito de resina quelante (202), eletrodialise bipolar (203), colunas de troca iônica (204), evaporação primária a vácuo (302), filtração secundária em leito de carvão ativado (304), extração líquido-líquido da fase aquosa para a fase orgânica (305), contra-extração da fase orgânica para a fase aquosa (306) e evaporação secundária atmosférica (402).



Relatório Descritivo da Patente de Invenção para: "**PROCESSO DE OBTENÇÃO DE ÁCIDO LÁTICO COM ELEVADO GRAU DE PUREZA A PARTIR DE LICOR FERMENTATIVO**".

CAMPO DA INVENÇÃO

5 A presente invenção pertence ao campo dos processos para a obtenção de ácido lático com elevado grau de pureza a partir de um licor fermentativo contendo lactato de sódio com vistas à produção de poli-ácido lático.

FUNDAMENTOS DA INVENÇÃO

10 O ácido lático (ácido 2-hidroxi-propanóico) vem sendo cada vez mais empregado mundialmente na produção de diversos polímeros biodegradáveis motivado pelas modernas aplicações na área médica (como, por exemplo, em próteses artificiais) e na área farmacêutica (como, por exemplo, em
15 medicamentos com liberação controlada) e pelo forte apelo ecológico da utilização de materiais poliméricos biodegradáveis à base de ácido lático (poli-ácido lático) proveniente de substratos vegetais em substituição aos plásticos de origem mineral. O sucesso do emprego de uma
20 rota verde para a produção de poli-ácido lático exige um processo complexo que garanta a retirada de todos os contaminantes presentes em uma matéria prima natural, o isolamento do ácido lático e a concentração do mesmo.

A seguir são citados os principais processos

apresentados no estado da técnica para a solução de problemas de regeneração, purificação e concentração do ácido lático produzido em meios fermentativos. Como as técnicas diferem significativamente em função da abordagem adotada em cada invenção são adotadas subseções em função da tecnologia utilizada como base de cada documento de patente.

De modo geral, verifica-se que todas essas tecnologias têm como enfoque a solução isolada de problemas de regeneração, purificação ou concentração, que, separadamente, são ineficazes na produção de ácido lático de elevada pureza a partir de um licor fermentativo dotado de fibras, cascas e demais impurezas de difícil retirada.

Processos de Permeação por Membranas

O documento de patente US 4,110,175 se refere a um processo de eletrodialise que utiliza membranas aniônicas e catiônicas com o propósito de remoção de ácidos orgânicos, incluindo ácido lático, presentes em sucos de fruta e demais soluções aquosas.

O documento de patente EP 230021 descreve um processo fermentativo contínuo acoplado a um processo de eletrodialise para a contínua retirada de ácido lático. No entanto, como não são feitas separações e filtrações preliminares, diversos componentes do licor de fermentação

são aderidos à superfície das membranas poliméricas, o que implica em um aumento significativo do consumo de energia elétrica.

Boyaval *et al.* (*Biotechnology Letters*, vol. 9, nº 5, págs. 207-212, 1987) apresentaram um processo composto de três operações unitárias: produção do lactato via fermentação, retirada de células e fragmentos de células através de ultrafiltração e concentração/purificação do ácido láctico via eletrodiálise. Porém, como não são feitas pré-filtrações, a permeabilidade das membranas de ultrafiltração reduz-se drasticamente ao longo do tempo, o que exige a frequente limpeza química dos módulos de ultrafiltração.

O documento de patente US 5,002,881 se refere a um processo fermentativo em que o produto de fermentação passa por uma operação de ultrafiltração onde o retido retorna para a dorna de fermentação e o permeado, correspondendo a uma solução de lactato de amônio, é concentrado através de uma operação de osmose inversa. O lactato de amônio concentrado é então alimentado à operação de eletrodiálise para a recuperação e purificação do ácido láctico. Durante a eletrodiálise forma-se hidróxido de amônio que pode ser retornado à fermentação para a correção do pH. Como desvantagem pode-se destacar o fato de que a solução de

lactato de amônio concentrado possui também açúcares não convertidos, vitaminas, proteínas e demais contaminantes, contribuindo para a diminuição da eficiência da eletrodialise e resultando em um produto termicamente instável.

O documento de patente US 5,503,750 se refere a um processo dotado de uma sequência de operações de separação por membranas (ultrafiltração, nanofiltração e osmose inversa) para concentração de uma solução de lactato de amônio e posterior conversão em ácido láctico. Como desvantagem desse processo pode-se destacar a baixa eficiência de recuperação (de aproximadamente 54%), além do fato de que a conversão do lactato de amônio em ácido láctico utiliza resinas de troca iônica (o que implica em uma grande quantidade de resinas, além de exigir sucessivas operações de regeneração).

O documento de patente US 4,882,277 tem por objetivo simplificar todas as etapas utilizadas para purificação do ácido láctico utilizando apenas três operações unitárias: microfiltração, ultrafiltração e eletrodialise, realizadas continuamente ao longo da fermentação. O enfoque desse documento está no arranjo da operação de eletrodialise convencional em uma escala de laboratório.

Complementando o documento anterior, o documento de

patente US 4,885,247 propõe um arranjo mais próximo da aplicação industrial, destacando a possibilidade de retorno do lactato residual ao fermentador de modo a diminuir a demanda de solução alcalina para controle da acidez do meio e reduzir as perdas do processo.

O documento de patente US 6,319,382 se refere a um processo de fermentação (utilizando-se amônia para correção do pH), purificação e regeneração de ácido láctico que consiste de uma etapa de fermentação, seguida de microfiltração e ultrafiltração para retirada das células, fragmentos de células e macromoléculas. O permeado passa por resinas de troca iônica (resina de quelato) para a substituição de cátions bivalentes por cátions monovalentes (como sódio), evitando a formação de sais insolúveis que poderiam danificar as membranas do processo de eletrodiálise subsequente. O permeado isento de cátions bivalentes passa então por um processo de eletrodiálise convencional para regeneração do ácido e, em seguida, para a eletrodiálise bipolar para concentração do ácido. Pode-se destacar como desvantagem desse processo o fato de haver um consumo elevado de produtos químicos para a regeneração das colunas de troca iônica, a perda de produto correspondente ao *hold-up* (retenção) das colunas de troca iônica em cada regeneração e a exigência de um monitoramento adequado da

contaminação das soluções de regeneração. Além disso, essas operações não garantem a retirada de contaminantes orgânicos que geram cor ao produto e levam à instabilidade térmica pela formação de compostos de Maillard.

5 O documento de patente norte-americano US 2004033573A1 se refere a um processo que utiliza etapas de separação por membranas incluindo ultrafiltração, nanofiltração, osmose inversa e eletrodiálise. Nessa proposta, o licor fermentativo é ultrafiltrado para a retenção das
10 substâncias de alto peso molecular. Em seguida, é feita a acidificação do permeado a um pH inferior a 3,9. A solução acidificada passa por uma etapa de isolamento via nanofiltração e/ou osmose inversa que promove a retenção dos íons bivalentes, proteínas, demais nutrientes e ânions
15 orgânicos (tal como o ânion lactato) e a permeação de moléculas isentas de carga (tal como o lactato de sódio). Em seguida, pode ser considerada a utilização da eletrodiálise bipolar para a concentração da solução de ácido láctico. A utilização da nanofiltração e/ou da osmose
20 inversa constitui uma alternativa ao processo de eletrodiálise convencional.

Processos de Troca Iônica

O documento de patente europeu EP 0393818 complementa o documento de patente americano US 4,885,247, incluindo

duas etapas de troca iônica posteriores à etapa de eletrodiálise. São utilizadas resinas de troca iônica ácida forte para a remoção dos cátions sódio que não foram retirados durante a eletrodiálise convencional e resinas de
5 troca iônica básica fraca para a remoção dos ânions sulfato.

O documento de patente US 5,571,657 propõe a modificação de resinas de troca iônica ácidas fortes através do contato com soluções de amônio e/ou amina, de
10 modo a aumentar sua seletividade ao cátion Na^+ , aumentando assim a eficiência do processo de regeneração de ácido láctico de soluções de lactato de sódio.

Processos Extrativos

O documento de patente US 4,275,234 apresenta um
15 processo de recuperação de soluções aquosas de ácidos orgânicos utilizando um extração inicial com solvente orgânico seguida de uma segunda extração com água aquecida. Cabe ressaltar que essa aplicação está restrita a soluções em que o ácido orgânico se encontra na sua forma livre.

20 O documento de patente brasileiro BR 8906651 propõe um processo para purificação e recuperação de ácido láctico a partir de soluções que o contém, através de uma sequência de extrações líquido-líquido. Inicialmente, uma solução aquosa de lactato e de ácido láctico recebe a adição de um

agente de formação de complexo (composto por pelo menos um octol macolítico) gerando octol-ácido láctico. Em seguida, essa fase aquosa passa por uma extração líquido-líquido com uma solução orgânica de ciclo-alcanos halogenados saturados, hidrocarbonetos aromáticos alquilados e/ou halogenados e éter de petróleo. A fase orgânica é separada e, em seguida, passa por uma extração líquido-líquido com água ou metanol. Como desvantagens, pode-se destacar o elevado tempo de reação para formação do complexo (cerca de 8 h), a necessidade de emprego de agentes complexantes dispendiosos e os riscos associados ao emprego de solventes orgânicos aromáticos que implicam em uma série de dificuldades operacionais.

Trabalhos como os de B. Bar e J. L. Geiner (1987), Malmarmy et al (1987), Hartl e Marr (1993) e San-Marín e Cheryan (1996) atestaram a eficiência de separação da extração de ácido láctico de uma solução aquosa através de triálquilaminas de cadeia longa e baixa basicidade, as quais são capazes de formar complexos com os ácidos carboxílicos mesmo para baixas concentrações de soluto, mantendo uma elevada seletividade.

O documento de patente US 4,444,881 apresenta um processo capaz de purificar ácidos orgânicos de uma solução diluída oriunda de fermentação. Essa solução é tratada com um carbonato de amina terciária (por exemplo, tributilamina ou tríciclohexilmetilamina), resultando em um precipitado de carbonato de cálcio e um sal orgânico de trialquilamônio. A solução do sal orgânico é isolada, concentrada através de uma extração com solvente, destilada e aquecida para a geração do ácido láctico e da amina terciária. Como desvantagem pode-se destacar o custo de produtos químicos específicos, tais como aminas terciárias, e a ausência de pós-tratamentos do ácido orgânico que garantam a ausência de impurezas.

O documento de patente US 4,771,001 apresenta um processo para retirada contínua de lactato ao longo do licor de fermentação de soro de queijo. Durante a fermentação é feita a separação e recirculação das células, via microfiltração e ultrafiltração, onde o permeado segue para as etapas de purificação. O permeado é acidificado e, em seguida, passa por uma operação de extração líquido-líquido com uma solução (imiscível em água) de uma trialquilamina terciária de 24 carbonos e um solvente orgânico. A fase orgânica é então separada e passa por uma operação de extração líquido-líquido utilizando uma

suspensão de sólidos alcalinos e sólidos alcalino-terrosos em uma solução aquosa de hidróxido de amônio, que promovem a remoção do ácido láctico e do lactato. Nesse documento de patente não são abordadas etapas de concentração ou mesmo o
5 isolamento do ácido láctico.

O documento de patente US 5,510,526 utiliza como fase extratora uma solução de trialquilamina com forte atração por ácido láctico (por exemplo, tri-n-octilamina e tri-n-dodecilamina) em uma extração com atmosfera de CO₂.
10 Cristais de bicarbonato de sódio são formados e separados da fase aquosa. Bicarbonato é convertido a carbonato e retorna ao processo de fermentação sendo usado para neutralização do pH. O tipo de alquilamina utilizado deve ser escolhido de forma que sua força de atração seja
15 elevada o suficiente para extrair o ácido láctico da solução de lactato e fraca o suficiente para entregar o ácido para a água. Por serem viscosas, essas alquilaminas devem ser adicionadas de querosene e/ou octanol. A retirada do ácido láctico da fase orgânica é feita através do contato com
20 água. No caso de ser utilizado querosene ou octanol, uma etapa anterior à lavagem com água deve ser feita para retirar esses solventes.

O documento de patente US 6,478,965 apresenta uma rota na utilização de aminas terciárias ou secundárias (por

exemplo, TEA, DIA ou DEMA) na extração da água de uma corrente diluída em ácido láctico (cerca de 3%) produzindo, assim, uma corrente concentrada de ácido láctico 15%. É necessária uma série de contactores para promover a
5 extração da água por parte da fase orgânica.

O documento de patente US 6,509,179 combina um conjunto de operações unitárias para purificação de ácido láctico constituído pelas etapas de acidificação, remoção do sal, filtração com carvão ativado, extração primária,
10 extração secundária, evaporação e destilação a vácuo.

O documento de patente US 7,026,145 propõe uma melhoria do processo de extração de ácido láctico usando alquilaminas terciárias através da utilização de ácido sulfúrico juntamente com a solução de amina, além de uma
15 etapa preliminar de acidificação utilizando esse mesmo ácido.

O documento norte-americano US 2004210088A1 descreve diversas rotas de produção de ácido láctico baseadas na extração líquido-líquido com aminas e/ou alcoóis
20 específicos, sendo a retirada do solvente feita através de colunas de destilação no produto de topo ou no produto de fundo (a depender da rota considerada).

O documento de patente US 7,019,170 descreve a recuperação do ácido láctico de uma solução de ácido láctico

e lactato através de uma sequência de operações de extração líquido-líquido. Uma primeira coluna de extração líquido-líquido promove a troca de massa entre uma corrente de ácido láctico e lactato e uma corrente de triálquilamina, gerando uma corrente de refinado primário e uma corrente de triálquilamina saturada. A corrente de triálquilamina saturada passa por uma coluna de extração líquido-líquido com água pura, gerando uma corrente de ácido láctico puro e uma corrente de triálquilamina "viva". Uma terceira coluna de extração líquido-líquido promove o contato entre a corrente de refinado primário e a corrente de triálquilamina "viva", gerando uma corrente de refinado secundário e uma corrente de triálquilamina recuperada (que pode ser retornada à primeira operação de extração).

15 Processos Evaporativos

O documento de patente US 6,489,508 detalha o processo de concentração do ácido láctico através de evaporação destacando as condições ótimas operacionais tanto de pressão (vácuo) quanto de temperatura, de modo a minimizar a alteração da cor do produto final.

A publicação internacional WO 00/56693A1 descreve um processo de destilação a vácuo seguido de cristalização, o qual permite a concentração de uma solução de ácido láctico 80% até uma concentração de 99%. O elevado consumo

energético do acoplamento de operações de evaporação e cristalização é uma desvantagem significativa dessa proposta.

O documento de patente US 6,384,276 propõe a
5 acidificação de uma solução de ácido láctico e lactato de sódio. Em seguida, é feita uma cristalização evaporativa na qual o lactato de sódio é cristalizado e o ácido láctico é mantido em solução. Observa-se, no entanto, que o sucesso
10 dessa proposta depende de haver como carga uma solução pura (isenta de açúcares, proteínas ou vitaminas), caso contrário, haverá contaminação do produto final e geração de um produto dotado de cor.

Processos Alternativos

O documento de patente US 5,177,008 propõe a
15 utilização de operações de separação cromatográfica para a separação do ácido láctico para o reaproveitamento desse produto a partir de correntes secundárias da indústria de etanol. Porém, o elevado custo desse processo, principalmente para produção de ácido láctico em grande
20 escala, restringe significativamente a aplicação dessa tecnologia.

O documento de patente CN 101234960 propõe um processo de concentração que promove a evaporação inicial do ácido láctico seguido de destilação rotativa (também chamada de

destilação molecular), gerando uma corrente de ácido láctico com altíssima pureza.

Seria útil se a técnica dispusesse de um processo de obtenção de ácido láctico a partir de caldos fermentativos
5 que utilize clarificação, regeneração, purificação e concentração do licor, o processo operando em regime de eficiência energética por reciclo de correntes de processo, o produto final sendo ácido láctico concentrado e de elevado grau de pureza.

10 SUMÁRIO DA INVENÇÃO

De um modo amplo, para produzir um ácido láctico com elevado grau de pureza a partir de caldos fermentativos mantendo-se um elevado rendimento global desenvolveu-se na presente invenção um processo constituído de uma sequência
15 de operações unitárias e de diversas correntes de reciclo para o reaproveitamento de subprodutos e correntes intermediárias.

Essas operações envolvem:

- a) clarificação do licor fermentativo contendo lactato de
20 sódio através das operações de centrifugação, microfiltração, ultrafiltração tangencial e finalizando por filtração sobre carvão ativado, obtendo uma solução de lactato de sódio clarificado;
- b) regeneração da dita solução obtida na etapa a) pela

submissão da mesma à eletrodialise convencional (EDC) e eletrodialise bipolar;

c) submissão da solução à troca iônica com resinas, obtendo uma corrente com 80 a 200 g/L de ácido láctico e 10-20% de lactato de sódio;

d) purificação do ácido láctico da etapa c) por evaporação, gerando uma corrente de ácido láctico contendo de 1-5% de impurezas. O ácido láctico concentrado obtido é colocado em contato com carvão ativado, obtendo ácido láctico concentrado sem cor, que deve ser extraído com solução orgânica de álcool ou álcool-amina e, após extração, lavado com água para eliminar impurezas. Ao final da etapa, obtém-se ácido láctico purificado a 5-10 g/L contendo de 0,01 a 3% de impurezas; e

e) evaporação do ácido láctico purificado para obter ácido láctico concentrado a 80-90% e purificado.

A eficiência energética é garantida através de operações de reaproveitamento da energia térmica das correntes intermediárias.

Assim, a invenção provê um processo para a obtenção de ácido láctico concentrado e de alto grau de pureza através das etapas de clarificação, regeneração, purificação e concentração, o ácido láctico sendo proveniente de um licor fermentativo contendo lactato de sódio e diversos

contaminantes presentes nos substratos do processo de fermentação.

Adicionalmente, no processo de obtenção de ácido lático concentrado e de alto grau de pureza da presente invenção, as etapas propostas estão combinadas de forma sinérgica.

BREVE DESCRIÇÃO DAS FIGURAS

A Figura 1 anexa é um diagrama de blocos que representa de forma simplificada a sequência das operações unitárias principais conforme o processo da invenção, mostrando apenas as principais correntes de produtos e produtos intermediários.

A Figura 2 anexa apresenta um fluxograma do processo da invenção, o qual descreve as operações unitárias e as correntes principais do processo para produção de ácido lático concentrado e com alto grau de pureza, contendo algumas correntes de reciclo de subprodutos.

A Figura 3 anexa apresenta um fluxograma de processo conforme a invenção, o qual ilustra as operações unitárias e as correntes principais do processo para produção de ácido lático concentrado e com alto grau de pureza, considerando a integração energética.

A Figura 4 anexa apresenta um fluxograma de processo conforme a invenção, o qual ilustra as operações unitárias

e as correntes principais do processo para produção de ácido láctico concentrado e com alto grau de pureza considerando a integração energética e a integração mássica (com correntes de reciclo de subprodutos).

5 DESCRIÇÃO DETALHADA DA INVENÇÃO

A presente invenção descreve um processo para a obtenção de ácido láctico a partir das etapas de clarificação, regeneração, purificação e concentração de ácido láctico proveniente de um licor fermentativo contendo
10 lactato de sódio e diversos contaminantes presentes nos substratos do processo de fermentação.

O processo proposto tem como preocupação a eficiência energética. Por esse motivo, foram considerados diversos trocadores de reaproveitamento energético e não foram
15 utilizadas etapas de cristalização e lavagem, conforme sugerido em documentos do estado da técnica.

Outra preocupação atentada pelos inventores refere-se à utilização de produtos químicos que são de fácil obtenção no mercado e possuem custo reduzido, diferentemente do que
20 é preconizado em documentos anteriores que empregam solventes específicos.

O ácido láctico é produzido por fermentação, tipicamente a fermentação de um meio de crescimento que compreende uma solução de açúcar e uma proteína, por

exemplo, proteína do leite sob a forma de permeado de proteína do leite obtida do concentrado de proteína do leite. A fermentação é efetuada, de preferência, pela adição de uma ou mais enzimas proteases ao fermentador, para resultar em uma produção contínua de proteína hidrolisada simultaneamente com fermentação por meio de uma cultura bacteriana que produz ácido lático. Culturas bacterianas que produzem ácido lático são citadas, por exemplo, na publicação internacional WO 98/28433.

10 A presente invenção conjuga diversas tecnologias que podem ser divididas em quatro etapas: clarificação, regeneração, purificação e concentração.

O processo da invenção é efetuado de modo contínuo. Além disso, o processo da invenção admite ainda a operação em batelada.

15 O processo da invenção permite a obtenção de uma solução aquosa de ácido lático a 80-90% e 0,01 a 3% de impurezas.

O processo da invenção combina de forma sinérgica e sucessiva as etapas descritas, de modo a obter um produto concentrado e de alta pureza com eficiência energética.

Etapa de Clarificação

20 A carga do processo é proveniente de um licor fermentativo resultante de um processo de fermentação

láctica e consiste de uma solução aquosa contendo 50 a 80 g/L de lactato de sódio (mais especificamente entre 60 e 70 g/L), 3 a 5 g/L de massa de células (provenientes de micro-organismos responsáveis pelo processo de fermentação, tais como, por exemplo, *Lactobacillus casei*) e fibras (provenientes da matéria prima utilizada na fermentação, tal como, por exemplo, fibras de mandioca - *Manihot esculenta*), 10 a 50 g/L de polissacarídeos (mais especificamente entre 10 g/L e 30 g/L), 1 a 5 g/L de proteínas e vitaminas e 100 a 500 ppm de cátions bivalentes (Mg^{2+} , Ca^{2+} e Sr^{2+}).

O início do processo consiste na centrifugação do caldo fermentativo, de modo a promover a retirada de fibras e demais sólidos em suspensão, gerando uma corrente líquida de licor fermentativo pré-clarificado e uma lama úmida de fibras e material celular. Essa operação é fundamental para o tratamento de licores fermentativos que utilizam como substrato caldos extraídos de vegetais, mais especificamente de vegetais fibrosos.

A experiência prática demonstra que o emprego da centrifugação a montante de outras operações de filtração mais restritivas, tal como microfiltração por membranas, reduz a frequência de retrolavagem e aumenta o fluxo de permeado.

A lama úmida (contendo de 5 a 25% de licor fermentativo) gerada na centrifugação ainda está impregnada de licor fermentativo, o qual deve ser retirado dessa polpa, de modo a reduzir as perdas de lactato de sódio
5 nessa etapa de clarificação. Para isso, é utilizado um decantador centrífugo (*decanter*) que permite a formação de uma polpa seca com 0,5 a 2,5% de licor fermentativo residual. A polpa seca pode ser vendida como subproduto desse processo para emprego na adubação ou como ração
10 animal, a depender de uma análise prévia de tal viabilidade.

O licor pré-clarificado passa então por uma operação de microfiltração tangencial através de membranas poliméricas com diâmetro de poro de 50 μm ,
15 preferencialmente 30 μm , o que promove a separação de fibras residuais e células. A corrente de licor retido na microfiltração retorna para a entrada da centrifugação e a corrente de licor microfiltrado passa então para a próxima etapa de filtração.

20 O licor microfiltrado alimenta a operação de ultrafiltração tangencial através de membranas poliméricas com porosidade de 30 a 70 kDa, o que promove a separação de macromoléculas e fragmentos de células. A corrente de licor retido na ultrafiltração retorna para a entrada da

centrifugação e a corrente de licor ultrafiltrado passa então para a próxima etapa de filtração.

Opcionalmente, a corrente de licor ultrafiltrado pode ser submetida a uma etapa de nanofiltração com o objetivo de reduzir a concentração de cátions bivalentes presentes no meio filtrado. Diversas membranas podem ser utilizadas para essa aplicação, tais como, por exemplo, membranas poliméricas com porosidade de 1 a 30 kDa.

O licor resultante da ultrafiltração e/ou da nanofiltração (caso esse processo seja adicionalmente utilizado) alimenta a operação de filtração em leito de carvão ativado, o que permite a retirada de compostos orgânicos que conferem coloração à solução aquosa. Quando a carga de coloração aumenta consideravelmente, pode-se utilizar carvão ativado em pó com agitação de 200 rpm e tempo de contato de 10 a 60 minutos previamente ao leito. Como resultado, obtém-se uma solução aquosa de lactato de sódio clarificado e isento de cor.

Etapas de Regeneração

A corrente de lactato de sódio proveniente do leito de carvão ativado segue para a etapa de eletrodialise convencional (EDC), onde o lactato de sódio é purificado e concentrado. A EDC consiste na aplicação de uma diferença de potencial entre pares de membranas carregadas positiva

(membranas aniônicas) e negativamente (membranas catiônicas). A solução aquosa de lactato de sódio (50-80 g/L) é alimentada entre uma membrana catiônica e uma aniônica (célula) alternadamente com uma solução diluída de 1 a 10 g/L de lactato de sódio. Esta solução recebe o ânion lactato que migra pela membrana aniônica no sentido do anodo e o cátion sódio pelo lado carregado negativamente. Ao final do processo, a solução aquosa de lactato de sódio é exaurida e os polissacarídeos, proteínas e vitaminas não ionizáveis permanecem nesta corrente, a qual retorna para a etapa de centrifugação e/ou fermentação. O rendimento desta etapa varia de 70 a 90% de recuperação, dependendo das condições operacionais (vazão, pressão, corrente, DDP, pH, concentração, etc.). A solução diluída de lactato de sódio pode ser concentrada em até 20 vezes com teores de impurezas residuais totais de 1 a 10% e 50 a 200 ppm de cátions bivalentes (Mg^{2+} , Ca^{2+} e Sr^{2+}).

O lactato de sódio é convertido em ácido láctico através de eletrodiálise bipolar. O princípio de operação da eletrodiálise bipolar é semelhante à EDC, exceto pela adição de uma membrana bipolar (cargas positivas e negativas) em cada célula (1 membrana catiônica e 1 membrana aniônica). As membranas bipolares são sensíveis a cátions polivalentes que se depositam na superfície das

mesmas, diminuindo assim a eficiência de regeneração. Os cátions polivalentes são removidos da solução de ácido láctico para teores de até 10 ppm em filtros de resinas quelantes antes da eletrodiálise bipolar. Ao final da
5 eletrodiálise bipolar, obtém-se uma solução com concentrações entre 80 e 200 g/L de ácido láctico, 1 a 5% de impurezas totais e 10 a 20% de lactato de sódio. O polimento final para regeneração de todo o lactato de sódio em ácido láctico é realizado em uma coluna com resinas de
10 troca iônica forte. O produto regenerado é então encaminhado à etapa de purificação para remoção do restante das impurezas.

Etapa de Purificação

A solução de ácido láctico com 1 a 5% de impurezas é
15 enviada para uma coluna de evaporação, onde será concentrada em 40 a 60% em massa. A etapa de evaporação concentra compostos orgânicos que conferem cor ao produto, necessitando assim de uma nova etapa de filtração em carvão ativado para remoção completa da coloração. Esta corrente
20 de ácido láctico concentrado (400 a 600 g/L) e isento de cor é admitida em uma primeira coluna de extração líquido-líquido, onde entrará em contato com um álcool de peso molecular médio selecionado dentre álcoois C₄-C₁₂ lineares e/ou ramificados (por exemplo: butanol, pentanol, octanol,

decanol, dodecanol, etc.), aminas terciárias de alto peso molecular ou uma mistura destes alcoóis com aminas terciárias (por exemplo: tri-octil amina). A corrente alcoólica rica em ácido láctico segue para uma segunda
5 coluna, onde será lavada com água desmineralizada e retornará em circuito fechado para a primeira coluna. Ao final do ciclo, tem-se uma corrente aquosa com 5 a 20 g/L de ácido láctico e uma corrente exaurida que é descartada ou reutilizada no processo de fermentação. A solução aquosa de
10 5 a 20 g/L de ácido láctico isenta de cor com 0,01 a 3% de impurezas totais segue para a etapa de concentração.

Etapa de Concentração

A concentração da solução aquosa de ácido láctico purificada e regenerada é realizada em uma etapa de
15 evaporação simples com a temperatura da massa entre 100 e 150 graus Celsius e temperatura de topo em 100 graus Celsius submetida à pressão atmosférica. Ácido láctico a 80-90% em água isento de cor e com concentração de impurezas entre 0,01 e 3% é obtido ao final da evaporação.

20 Uma outra alternativa que torna a etapa de evaporação mais rápida é a aplicação de vácuo ao sistema de evaporação.

A passagem do produto final em filtros de carvão "Carbon Block" pode ser realizada para polimento final.

A seguir, são descritas as figuras que ilustram as diferentes modalidades do presente processo. Deve ficar bem claro para os especialistas no assunto, no entanto, que várias modificações e variações são possíveis para estas 5 figuras dentro do escopo da presente invenção.

As figuras anexas correspondem a fluxogramas de processo onde as operações unitárias são numeradas através das centenas 100 (etapa de clarificação), 200 (etapa de regeneração), 300 (etapa de purificação), 400 (etapa de 10 concentração) e 500 (etapa de fermentação) com correntes de materiais representadas pelos numerais de 1 a 38. São utilizadas linhas cheias para descrever correntes em estado líquido ou sólido e linhas tracejadas para descrever correntes de vapor.

15 A sequência básica de operações unitárias, incluindo as correntes principais, é descrita na Figura 1. As operações unitárias correspondem à centrifugação (101), decantação centrífuga (102), microfiltração (103), ultrafiltração (104), filtração primária em leito de carvão 20 ativado (105), eletrodiálise convencional (201), colunas de troca iônica em leito de resina quelante (202), eletrodiálise bipolar (203), colunas de troca iônica (204), evaporação primária a vácuo (302), filtração secundária em leito de carvão ativado (304), extração líquido-líquido da

fase aquosa para fase orgânica (305), contra-extração da fase orgânica para a fase aquosa (306) e evaporação secundária atmosférica (402).

O licor fermentativo (1) é centrifugado em (101),
5 gerando uma corrente de líquido sobrenadante, chamada de licor fermentativo pré-clarificado (5), e uma corrente densa, chamada de lama úmida (2), composta de fibras e material celular.

A lama úmida (2) é então desumidificada no decantador
10 centrífugo (102), gerando uma corrente de polpa seca (3).

O licor fermentativo pré-clarificado (5) passa por uma operação de microfiltração (103), gerando uma corrente de licor microfiltrado (7), a qual é alimentada à operação de ultrafiltração (104), gerando uma corrente de licor
15 ultrafiltrado (9). O licor ultrafiltrado (9) passa então por um processo de filtração em leito de carvão ativado (105), gerando uma solução aquosa de lactato de sódio (10) clarificado e isento de cor. Alternativamente, a corrente de licor ultrafiltrado (9) é submetida a uma etapa de
20 nanofiltração (não representada) com o objetivo de reduzir a concentração de cátions bivalentes presentes no meio filtrado.

A solução aquosa de lactato de sódio (10) é alimentada a uma operação de eletrodialise convencional (201), gerando

uma solução concentrada de lactato de sódio (12). A solução concentrada de lactato de sódio (12) passa então por uma operação de troca iônica com resinas quelantes (202), gerando uma solução concentrada de lactato de sódio estabilizada (13) isenta de cátions bivalentes.

A solução concentrada de lactato de sódio estabilizada (13) alimenta uma operação de eletrodiálise bipolar (203), promovendo a regeneração do ácido láctico e gerando uma corrente de ácido láctico pré-regenerado (15). A corrente de ácido láctico pré-regenerado (15) passa então por uma operação de troca iônica em leito de resina ácida forte (204), gerando uma corrente de ácido láctico regenerado (16).

A corrente de ácido láctico regenerado (16) é concentrada através de uma operação de evaporação primária a vácuo (302), gerando uma corrente de ácido láctico regenerado concentrado (19). A corrente de ácido láctico regenerado concentrado (19) passa então por um processo de filtração em leito de carvão ativado (304), gerando uma corrente de ácido láctico incolor (22). A corrente de ácido láctico incolor (22) passa por uma sequência de extrações líquido-líquido, a saber, da fase aquosa para a fase orgânica (305) e, em seguida, da fase orgânica para a fase aquosa (306) através do contato com uma corrente de água

desmineralizada (24), gerando uma corrente de ácido láctico impuro (23) e uma solução diluída de ácido láctico com elevado grau de pureza (28).

5 A solução diluída de ácido láctico com elevado grau de pureza (28) é concentrada através de uma operação de evaporação secundária (402), gerando uma corrente de ácido láctico concentrado e com elevado grau de pureza (30).

A Figura 2 detalha melhor as correntes do processo, incluindo subprodutos, produtos intermediários e insumos.

10 As correntes de concentrado da microfiltração (6), de concentrado da ultrafiltração (8) e de sobrenadante do decantador centrífugo (4) são retornadas para a alimentação da centrifugação (101).

A operação de eletrodialise convencional (201) gera
15 como subproduto uma corrente de lactato de sódio diluído (11).

A operação de eletrodialise bipolar (203) gera uma corrente concentrada de hidróxido de sódio (14), a qual pode ser utilizada como insumo para o processo.

20 As operações de evaporação (302 e 402) geram correntes de vapor d'água (37 e 31), as quais podem ser utilizadas como utilidades no processo.

As operações de filtração em meio de carvão ativado (105 e 304) geram, intermitentemente, correntes de rejeito

(21) durante os períodos de regeneração do leito de carvão ativado.

As operações de extração líquido-líquido (305 e 306) possuem correntes internas de reciclo da fase orgânica rica em lactato de sódio (26) e da fase orgânica pobre em lactato de sódio (27).

A operação de evaporação secundária (402) pode gerar, a depender da contaminação, uma corrente (33) de lactato de sódio precipitado, caso este não seja completamente regenerado ao longo do processo.

A Figura 3 incorpora a possibilidade de reaproveitamento energético pela utilização de permutadores de calor (301, 303, 401 e 403) para o pré-aquecimento das correntes que alimentam as operações (302, 304 e 402). Além da economia do consumo de energia para evaporação da água e concentração das correntes (16) e (28), o permutador de calor (303) permite o aquecimento da corrente de água desmineralizada (24), o que garante uma melhoria no desempenho da operação de contra-extração (306).

A Figura 4 incorpora a possibilidade da integração do processo de regeneração, purificação e concentração de ácido lático ao processo fermentativo.

A dita Figura 4 inclui a operação de fermentação (501), a qual pode ser realizada na forma de bateladas

sucessivas ou na forma contínua.

A corrente (35) corresponde à alimentação de células, substrato e demais nutrientes à fermentação (501).

A corrente (36) corresponde à solução de soda cáustica
5 adicionada continuamente para o controle do pH da fermentação (501).

A corrente (2) de lama úmida é recirculada para a operação de fermentação (501).

As correntes de rejeito da microfiltração e da
10 ultrafiltração (6 e 8) são igualmente recirculadas para a operação de fermentação (501).

A corrente de soda cáustica (11) gerada na eletrodiálise convencional é também recirculada para a operação de fermentação (501), de modo a promover a
15 neutralização do ácido láctico.

As correntes de lactato de sódio diluído (14) gerado como subproduto da eletrodiálise bipolar (203), de ácido láctico diluído (23) exaurido da extração líquido-líquido (305) e de lactato de sódio precipitado (33) na evaporação
20 secundária (402) são recirculadas para a operação de fermentação (501).

A invenção será ilustrada a seguir por diversos exemplos, que não devem ser considerados limitativos da mesma.

EXEMPLO 1

Este exemplo ilustra o dimensionamento, testes e balanços de massa para a etapa de clarificação.

Para um processo dimensionado para o tratamento de 250
5 kg/h de lactato de sódio (70 g/L) em um licor fermentativo
obtido através de fermentação láctea, foram considerados
dois cenários distintos em função da composição do licor
fermentativo. O cenário 1 refere-se a um licor composto por
5 g/L de células de *Lactobacillus casei* e fibras de
10 mandioca (*Manihot esculenta*), 5 g/L de vitaminas e
proteínas e 30 g/L de polissacarídeos não consumidos
durante o processo fermentativo. O cenário 2 refere-se a um
licor composto por 3 g/L de células de *Lactobacillus casei*
e fibras de mandioca (*Manihot esculenta*), 1 g/L de
15 vitaminas e proteínas e 10 g/L de polissacarídeos não
consumidos durante o processo fermentativo.

Para a clarificação da solução de lactato de sódio são
utilizados uma centrífuga com capacidade para 40 m³/h de
alimentação e 4 m³/h de concentrado, um decantador
20 centrífugo com capacidade para 0,5 m³/h de alimentação e
0,05 m³/h de concentrado, sistemas de microfiltração e
ultrafiltração com capacidades de processamento de 4 m³/h e
3,5 m³/h de microfiltrado e ultrafiltrado, respectivamente,
e um filtro em leito de carvão ativado para filtração de

3,5 m³/h.

Em relação ao sistema de microfiltração, testes em escala piloto indicaram que esse sistema deve ser operado utilizando retrolavagem temporizada (com uma frequência de 5 15 a 60 minutos) caracterizada pelo bombeamento no sentido inverso do próprio licor microfiltrado. Estudos indicaram os seguintes parâmetros ótimos de projeto dos módulos de microfiltração: razão entre a vazão de permeado e a vazão de alimentação de cerca de 0,15, permeabilidade de 1,0 x 10 10⁻⁴ L/(h·m²·Pa) (10,0 L/(h·m²·bar)) e pressão transmembrana (diferença entre as pressões de alimentação e de permeado) igual a 1,0 x 10⁵ Pa (1,0 bar). A área de membrana necessária para essa operação é de cerca 400 m², o que corresponde ao uso de 8 módulos de fibra-oca com 50 m² 15 cada. A vazão da bomba de alimentação para essa aplicação é de 35 m³/h.

Em relação ao sistema de ultrafiltração, testes em escala piloto indicaram os seguintes parâmetros ótimos de projeto dos módulos de ultrafiltração: razão entre a vazão 20 de permeado e a vazão de alimentação de cerca de 0,50, permeabilidade de 1,5 x 10⁻⁴ L/(h·m²·Pa) (15,0 L/(h·m²·bar)) e pressão transmembrana (diferença entre as pressões de alimentação e permeado) de 1,5 x 10⁵ Pa (1,5 bar). A área de membrana necessária para essa operação é de cerca 150

m², o que corresponde ao uso de 6 módulos de membranas planas densas com 25 m² cada. A vazão da bomba de alimentação para essa aplicação é de 8 m³/h.

Em relação ao filtro de leito de carvão ativado, 5 testes em escala piloto indicaram os seguintes parâmetros ótimos de projeto: tempo de residência da solução em contato com o carvão igual a 4 horas e uma densidade de empacotamento de carvão de cerca de 800 kg/m³. Sendo assim, para o processamento de 3,5 m³/h de solução aquosa de 10 lactato de sódio é utilizado um vaso de 175 L de volume útil e uma massa de carvão de 140 kg. Verificou-se também a necessidade de regeneração do carvão a cada 3-6 horas de operação do sistema utilizando vapor à 120-150°C.

Testes em escala piloto permitiram determinar balanços 15 de massa para a etapa de clarificação para os dois cenários propostos, considerando a purga de 25% do rejeito da ultrafiltração (Tabelas 1 e 2 em anexo) e a purga de 10% do rejeito da ultrafiltração (Tabelas 3 e 4 em anexo). Cabe ressaltar que, como se trata de uma operação contínua e de 20 haver a concentração de contaminantes pela recirculação do rejeito de ultrafiltração, torna-se necessária a purga de parte dessa corrente de modo a evitar a elevação da concentração desses resíduos dentro das correntes que participam desse ciclo.

A partir das tabelas de 1 a 4 em anexo pode-se determinar o rendimento mássico da etapa de clarificação em relação ao lactato de sódio como sendo igual a cerca de 80% para os cenários 1 e 2 considerando uma purga de 25% e de
5 cerca de 90% para os cenários 1 e 2 considerando uma purga de 10%.

EXEMPLO 2

Este exemplo ilustra o dimensionamento, testes e balanços de massa para a etapa de concentração.

10 Para um processo dimensionado sem reaproveitamento energético para a concentração de 250 kg/h de lactato de sódio proveniente de uma solução aquosa de ácido láctico purificada e regenerada com concentração de ácido láctico igual a 15 g/L, é necessária a utilização de um evaporador
15 atmosférico com capacidade de troca térmica de cerca de 12 MW para a retirada de 16,3 toneladas/hora de vapor d'água dotado de um sistema para separação de 17 kg/h de impurezas insolúveis, conforme descrito na Tabela 5 em anexo que lista o balanço de massa da etapa de concentração. Dessa
20 tabela é possível estimar um consumo de energia de cerca de 172 MJ/kg de ácido láctico.

Já para um processo dimensionado com reaproveitamento energético, inclui-se um trocador de calor com capacidade de troca térmica de cerca de 1,3 MW para pré-aquecimento da

solução aquosa de ácido láctico purificada e regenerada de 25°C até 90°C, utilizando como fluido quente o vapor d'água gerado no evaporador atmosférico, conforme descrito na Tabela 6 em anexo. Dessa tabela, é possível estimar um
5 consumo de energia de cerca de 153 MJ/kg de ácido láctico.

EXEMPLO 3

Este exemplo ilustra o dimensionamento, testes e balanços de massa para a evaporação primária da etapa de purificação.

10 Para um processo dimensionado sem reaproveitamento energético para a concentração de 250 kg/h de lactato de sódio proveniente de uma solução aquosa de ácido láctico purificada e regenerada com concentração de ácido láctico igual a 125 g/L, é necessária a utilização de um evaporador
15 a vácuo ($2,5 \times 10^4$ Pa - 250 mbar) com capacidade de troca térmica de cerca de 1,0 MW para a retirada de 0,6 toneladas/hora de vapor d'água, conforme descrito na Tabela 7 em anexo que lista o balanço de massa da evaporação primária da etapa de purificação. A partir dessa tabela é
20 possível estimar um consumo de energia de cerca de 15,2 MJ/kg de ácido láctico.

Já para um processo dimensionado com reaproveitamento energético, inclui-se um trocador de calor com capacidade de troca térmica de cerca de 1,0 MW para pré-aquecimento e

evaporação da solução diluída de ácido láctico regenerado de 25°C até 80°C, utilizando como fluido quente vapor d'água a 120°C gerado no evaporador atmosférico, conforme descrito na Tabela 8 em anexo.

- 5 Dessa forma, é possível promover a evaporação primária utilizando apenas o fluido quente gerado na etapa de concentração.

EXEMPLO 4

10 Este exemplo ilustra o dimensionamento, testes e balanços de massa para as extrações líquido-líquido da etapa de purificação.

15 Para um processo dimensionado para purificação de 250 kg/h de ácido láctico proveniente de uma solução aquosa de ácido láctico concentrado (500 g/L) são utilizadas uma primeira coluna convencional de extração líquido-líquido para contactar 500 L/h de solução de ácido láctico concentrado com 1,0 m³/h de octanol e uma segunda coluna convencional de contra-extração líquido-líquido para contactar 1,0 m³/h de octanol com 1,0 m³/h de água desmineralizada. Como resultado, é obtida uma corrente 20 aquosa com vazão de 1,0 m³/h de solução diluída de ácido láctico purificado na concentração de 15 g/L.

As correntes aquosas entram na parte inferior das colunas extratoras e as correntes alcoólicas na parte

superior, pois a densidade do octanol (0,8 g/mL) é menor que a da água (1,0 g/mL).

A primeira coluna convencional possui 20 pratos teóricos com 1,5 metros de diâmetro e possui um decantador
5 na saída da fase alcoólica para retenção de arraste da solução aquosa. O octanol proveniente da primeira coluna está sob pressão e transborda do decantador para a parte inferior da segunda coluna.

A segunda coluna convencional possui as mesmas
10 características que a primeira e o octanol exaurido proveniente do decantador é recuperado na primeira coluna, permanecendo assim em circuito fechado.

Testes em escala piloto forneceram uma recuperação de 70% de ácido láctico na primeira passagem pelo sistema. Cabe
15 ressaltar que os 30% de ácido láctico restantes podem ser novamente concentrados no sistema de evaporação e reenviados para nova extração líquido-líquido, não resultando, portanto, em perdas para o processo.

EXEMPLO 5

20 Este exemplo ilustra o dimensionamento, testes e balanços de massa para a eletrodíálise convencional da etapa de regeneração.

Para um processo dimensionado para concentração de 250 kg/h de lactato de sódio a partir de uma solução diluída de

70 g/L de lactato de sódio é utilizado um módulo (*stack*) de eletrodiálise convencional (EDC) com capacidade para tratamento de 3,6 m³/h. Considerando uma densidade de corrente de 110 A/m² com eficiência de corrente de 80% e
5 uma voltagem de 155 V, são necessários 175 m² de área de membrana.

Esse processo possui um rendimento de cerca de 80%, a partir de 6,5 m³/h de uma solução de lactato de sódio a 5 g/L, e gera como subproduto 6,5 m³/h de uma solução aquosa
10 pobre em lactato de sódio (14 g/L) contendo polissacarídeos, proteínas e vitaminas. Os eletrólitos consomem 3 m³/h de uma solução de ácido sulfúrico a 2%. A corrente de produto corresponde a uma vazão de 3,5 m³/h de uma solução de ácido láctico com concentração de 125 g/L.

15 EXEMPLO 6

Este exemplo ilustra o dimensionamento, testes e balanços de massa para a eletrodiálise bipolar da etapa de regeneração.

Para um processo dimensionado para regeneração de 200
20 kg/h de lactato de sódio a partir de uma solução de 125 g/L de lactato de sódio é utilizado um módulo (*stack*) de eletrodiálise bipolar (EDBM) com capacidade para tratamento de 3,0 m³/h. Considerando uma densidade de corrente de 600 A/m² com eficiência de corrente de 70%, uma corrente média

de 2,5 A e uma voltagem de 165 V, são necessários 85 m² de área de membrana.

Esse processo apresenta um rendimento de cerca de 90% de ácido láctico em relação ao lactato de sódio alimentado.

- 5 A corrente de produto corresponde a uma vazão de 3,0 m³/h de uma solução de ácido láctico com concentração de 112,5 g/L de ácido láctico e 12,5 g/L de lactato de sódio.

Deve ficar bem claro para os especialistas no assunto que, embora a presente invenção tenha sido descrita em
10 relação ao ácido láctico, muitos outros ácidos carboxílicos também podem ser submetidos a um processo semelhante, tais ácidos incluindo: ácido fórmico, ácido acético, ácido butírico, ácido propiônico, ácido valérico, ácido isovalérico, ácido caprônico, ácido heptanóico, ácido
15 octânico, ácido oxálico, ácido malóico, ácido glutárico, ácido adípico, ácido glicólico, ácido glicínico, ácido acrílico, ácido tartárico, ácido fumárico, ácido benzóico, ácido maléico, ácido ftálico ou ácido salicílico.

TABELA 1: Balanço de massa da etapa de clarificação para o cenário 1 com purga de 25% do rejeito da ultrafiltração.

	Lícor Fermentativo	Lama úmida (decanado da centrifugação)	Polpa seca (células e fibras)	Sobrenadante do decantador centrífugo	Lícor pré-clarificado (sobrenadante da centríf.)	Rejeito da Microfiltração	Lícor Microfiltrado	Rejeito da Ultrafiltração	Lícor Ultrafiltrado	Sol. Aquosa de Lactato de Sódio	Purga de rejeito da ultrafiltração
Índices	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	
Vazão Volumétrica (L/h)	3571	179	24	155	37968	32273	5695	2848	2848	2148	700
Concentração (g/L)											
Fibras e Células	5,0	200,0	750,0	115,4	10,5	12,4	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Lactato de Sódio	70,0	70,2	70,2	70,2	70,2	70,2	70,2	70,2	70,2	70,2	70,2
Cátions Bivalentes	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
Proteínas e Vitaminas	5,0	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0	20,0	0,0	0,0	20,0
Polissacarídeos	30,0	30,0	30,0	30,0	30,0	30,0	30,0	30,0	30,0	25,0	30,0
Vazão Mássica (kg/h)											
Fibras e Células	18	36	18	18	399	399	0	0	0	0	0
Lactato de Sódio	250	13	2	11	2667	2267	400	200	151		49

Fibras e Células	3,0	200,0	750,0	152,2	10,9	12,9	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Lactato de Sódio	70,0	70,2	70,2	70,2	70,2	70,2	70,2	70,2	70,2	70,2	70,2	70,2
Cátions Bivalentes	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
Proteínas e Vitaminas	1,0	4,0	4,0	4,0	4,0	4,0	4,0	5,7	0,0	0,0	5,7	5,7
Polissacarídeos	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0	25,0	10,0
Vazão Mássica (kg/h)												
Fibras e Células	11	36	11	25	791	791	0	0	0	0	0	0
Lactato de Sódio	250	13	1	12	5082	4320	762	534	229	208	21	21
Cátions Bivalentes	2	0	0	0	36	31	5	4	2	1	0	0
Proteínas e Vitaminas	4	1	0	1	290	246	43	43	0	0	2	2
Polissacarídeos	36	2	0	2	724	615	109	76	33	74	3	3

TABELA 5

	Solução diluída de ácido láctico puro	Solução concentrada de ácido láctico puro	Vapor d'água	Lactato de Sódio precipitado
Índices	28	30	31	32
Temperatura (°C)	25	120	120	120
Vazão Mássica (kg/h)	12500	333	12165	1

Vazão Volumétrica (L/h)	12500	278	-	1
Concentração (g/L)				
Lactato de Sódio e Impurezas	0,1	0,0	0,0	1000,0
Ácido Láctico	20,0	900,0	0,0	20,0
Vazão Mássica (kg/h)				
Lactato de Sódio e Impurezas	1,3	0	0	1,3
Ácido Láctico	250	250	0	0,0

TABELA 6

	Solução diluída de ácido láctico puro	Solução diluída de ácido láctico pré-aquecida	Solução concentrada de ácido láctico puro	Vapor d'água	Vapor d'água após reaproveitamento energético	Lactato de Sódio precipitado
Índices	28	29	30	31	31	32
Temperatura (°C)	25	90	120	120	100	120
Vazão Mássica (kg/h)	16666	16666	333	16316	16316	17
Vazão Volumétrica (L/h)	16666	16666	277	-	-	14

Concentração (g/L)							
Lactato de Sódio e Impurezas	1,0	1,0	0,0	0,0	0,0	0,0	1000,0
Ácido Láctico	15,0	15,0	900,0	0,0	0,0	0,0	20,0
Vazão Mássica (kg/h)							
Lactato de Sódio e Impurezas	16,7	16,7	0	0	0	0	16,7
Ácido Láctico	250	250	250	0	0	0	0,3

TABELA 7

	Solução diluída de ácido láctico regenerado	Solução concentrada de ácido láctico regenerado	Vapor d'água
Índices	16	19	37
Temperatura (°C)	25	80	80
Vazão Mássica (kg/h)	2000	600	1400
Vazão Volumétrica (L/h)	2000	500	-
Concentração (g/L)			
Lactato de Sódio e Impurezas	25	100,0	0,0
Ácido Láctico	125,0	500,0	0,0
Vazão Mássica (kg/h)			

Lactato de Sódio e Impurezas	50	50	0
Ácido Láctico	250	250	0

TABELA 8

	Solução diluída de ácido lático regenerado	Solução diluída de ácido lático regenerado pré-aquecida	Solução concentrada de ácido lático regenerado	Vapor d'água	Vapor d'água antes do reaproveitamento energético	Condensado após reaproveitamento energético
Índices	17	18	19	37	32	38
Temperatura (°C)	25	80	80	80	100	100
Vazão Mássica (kg/h)	2000	2000	600	1400	1603	1603
Vazão Volumétrica (L/h)	2000	2000	500	-	-	-
Concentração (g/L)						
Lactato de Sódio e Impurezas	25,0	25,0	100,0	0,0	0,0	0,0
Ácido Láctico	125,0	125,0	500,0	0,0	0,0	0,0
Vazão Mássica (kg/h)						

Lactato de Sódio e Impurezas	50,0	50	50	0	0	0,0
Ácido Láctico	250	250	250	0	0	0,0

REIVINDICAÇÕES

1. Processo de obtenção de ácido láctico com elevado grau de pureza a partir de licor fermentativo contendo lactato de sódio, fibras vegetais e polissacarídeos **caracterizado por**

5 compreender as etapas de:

a) Clarificação, compreendendo as seguintes subetapas:

10 a1) centrifugar em (101) o licor fermentativo (1), gerando uma corrente sobrenadante de licor fermentativo pré-clarificado (5) e uma corrente densa de lama úmida (2) composta de fibras e material celular contendo de 5 a 25% de licor fermentativo, a dita lama úmida (2) sendo desumidificada em um decantador centrífugo (102), gerando uma corrente de polpa seca (3) com 0,5 a 2,5% de licor fermentativo residual;

15 a2) microfiltrar por microfiltração tangencial em (103) o licor fermentativo pré-clarificado (5) da subetapa a1), gerando uma corrente de licor microfiltrado (7);

20 a3) alimentar a corrente (7) da subetapa a2) a uma operação de ultrafiltração tangencial (104), gerando uma corrente de licor ultrafiltrado (9);

a4) filtrar em leito de carvão ativado (105) o licor ultrafiltrado (9) da subetapa a3), gerando uma solução aquosa de lactato de sódio (10) clarificado e isento de cor;

b) Regeneração, compreendendo as seguintes subetapas:

b1) alimentar a dita solução aquosa de lactato de sódio (10) da subetapa a4) a uma operação de eletrodiálise convencional (201), gerando uma solução concentrada de lactato de sódio (12);

b2) submeter a dita solução (12) da subetapa b1) à troca iônica com resinas quelantes (202), gerando uma solução concentrada de lactato de sódio estabilizada (13) isenta de cátions bivalentes;

b3) alimentar a dita solução (13) da subetapa b2) a uma operação de eletrodiálise bipolar (203), promovendo a regeneração do ácido láctico e gerando uma corrente de ácido láctico pré-regenerado (15) com uma concentração de 80-200 g/L de ácido láctico e 10-20% de lactato de sódio;

b4) submeter a dita corrente (15) da subetapa b3) a uma operação de troca iônica em leito de resina ácida forte (204), gerando uma corrente de ácido láctico regenerado (16);

c) Purificação, compreendendo as seguintes subetapas:

c1) concentrar a dita corrente (16) da subetapa b4) por evaporação primária a vácuo (302), gerando uma corrente de ácido láctico regenerado concentrado com 1-5% de impurezas (19);

c2) filtrar em leito de carvão ativado (304) a dita

corrente (19) da subetapa c1), gerando uma corrente de ácido láctico incolor (22) com 0,1 a 3% de impurezas;
c3) submeter a dita corrente (22) da subetapa c2) a uma sequência de extrações líquido-líquido, a primeira
5 extração sendo da fase aquosa para a fase orgânica (305) e a segunda extração sendo da fase orgânica para a fase aquosa (306) através do contato com uma corrente de água desmineralizada (24), gerando, respectivamente, uma corrente de ácido láctico impuro (23) e uma solução
10 diluída de ácido láctico com grau de pureza elevado (28);
e

d) Concentração, compreendendo concentrar a solução diluída de ácido láctico com grau de pureza elevado (28) da subetapa c3) por evaporação secundária em (402), gerando uma
15 corrente (30) de ácido láctico com grau de pureza elevado e na concentração de 80-90%.

2. Processo, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado por** retornar para a alimentação da centrifugação (101) as correntes de concentrado da microfiltração (6), de
20 concentrado da ultrafiltração (8) e de sobrenadante (4) do decantador centrífugo (102).

3. Processo, de acordo com a reivindicação 1 ou 2, **caracterizado por** adicionalmente efetuar uma operação de nanofiltração em membranas entre as subetapas a3) e a4).

4. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 3, **caracterizado pelo** fato de que a operação de eletrodiálise convencional (201) gera como subproduto uma corrente de lactato de sódio diluído (11).
- 5 5. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 4, **caracterizado pelo** fato de que a operação de eletrodiálise bipolar (203) gera como subproduto uma corrente concentrada de hidróxido de sódio (14).
6. Processo, de acordo com a reivindicação 5, **caracterizado**
10 **pelo** fato de que a referida corrente concentrada de hidróxido de sódio (14) pode ser usada como insumo para o processo.
7. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 6, **caracterizado pelo** fato de que as operações de
15 filtração em meio de carvão ativado (105, 304) geram, intermitentemente, correntes de rejeito (21) durante os períodos de regeneração do leito de carvão ativado.
8. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 7, **caracterizado pelo** fato de que na subetapa c3) de
20 extração líquido-líquido é empregado um álcool de peso molecular moderado selecionado dentre álcoois entre C₄ e C₁₂, uma amina terciária de alto peso molecular ou uma mistura em qualquer proporção do dito álcool C₄-C₁₂ e da dita amina.

9. Processo, de acordo com a reivindicação 8, **caracterizado pelo** fato de que a amina terciária é a tri-octil amina.

10. Processo, de acordo com a reivindicação 8, **caracterizado pelo** fato de que o álcool C_4-C_{12} é selecionado
5 do grupo compreendido por butanol, pentanol, octanol, decanol, dodecanol ou similares.

11. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 10, **caracterizado pelo** fato de que as correntes de vapor d'água (37, 31) geradas respectivamente
10 pelas operações de evaporação (302, 402) são utilizadas como utilidades no processo.

12. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 11, **caracterizado pelo** fato de que as operações de extração líquido-líquido (305, 306) geram
15 correntes internas de reciclo de uma fase orgânica rica em lactato de sódio (26) e de uma fase orgânica pobre em lactato de sódio (27).

13. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 12, **caracterizado pelo** fato de que a
20 operação de evaporação secundária (402) pode gerar uma corrente (33) de lactato de sódio precipitado.

14. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 13, **caracterizado por** ser efetuado em regime de aproveitamento energético pelo uso de

permutadores de calor (301, 303, 401 e 403) utilizados para o pré-aquecimento das correntes que alimentam as operações (302, 304, 402).

15. Processo, de acordo com a reivindicação 14,
5 **caracterizado pelo** fato de que o permutador de calor (303) aquece a corrente de água desmineralizada (24) que segue para a operação de contra-extração (306).

16. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 15, **caracterizado por** incluir
10 adicionalmente a operação de fermentação (501) em batelada, sendo adicionados ao fermentador uma corrente de alimentação (35) e uma corrente de soda cáustica (36).

17. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 15, **caracterizado por** incluir
15 adicionalmente a operação de fermentação (501) de modo contínuo, sendo adicionados ao fermentador uma corrente de alimentação (35) e uma corrente de soda cáustica (36).

18. Processo, de acordo com a reivindicação 16 ou 17, **caracterizado pelo** fato de que a corrente de alimentação
20 (35) é constituída de um caldo fermentativo obtido através de fermentação láctea contendo 50 a 80 g/L de lactato de sódio, 3 a 5 g/L de massa de células e fibras, 10 a 50 g/L de polissacarídeos, 1 a 5 g/L de proteínas e vitaminas e 100 a 500 ppm de cátions bivalentes.

19. Processo, de acordo com a reivindicação 18, **caracterizado pelo** fato de que a concentração de lactato de sódio é preferencialmente de 60 a 70 g/L.

20. Processo, de acordo com a reivindicação 18,
5 **caracterizado pelo** fato de que a concentração de polissacarídeos é preferencialmente de 10 a 30 g/L.

21. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 20, **caracterizado pelo** fato de que a corrente (2) de lama úmida, as correntes de rejeito da
10 microfiltração (6) e da ultrafiltração (8), a corrente de soda cáustica (11) gerada na eletrodiálise convencional, a corrente de lactato de sódio diluído (14) gerado como subproduto da eletrodiálise bipolar (203), a corrente de ácido láctico diluído (23) exaurido da extração líquido-
15 líquido (305) e a corrente de lactato de sódio precipitado (33) na evaporação secundária (402) são recirculadas para a operação de fermentação (501).

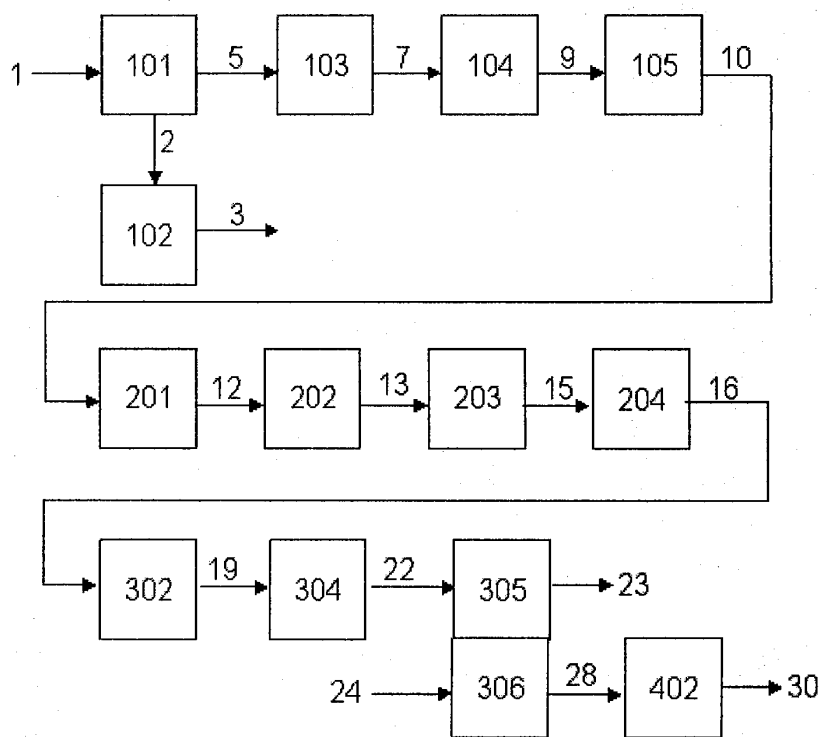


FIG. 1

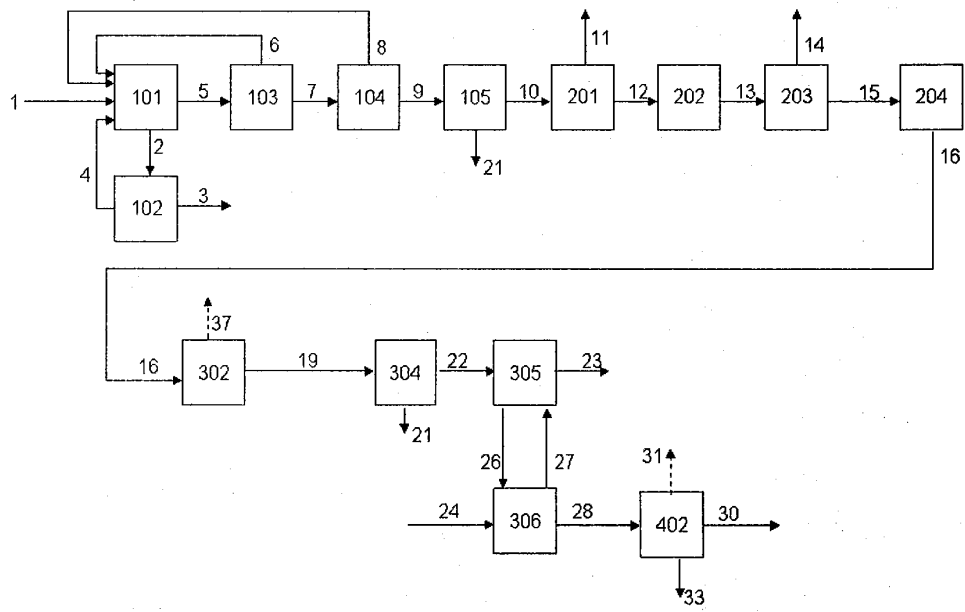


FIG. 2

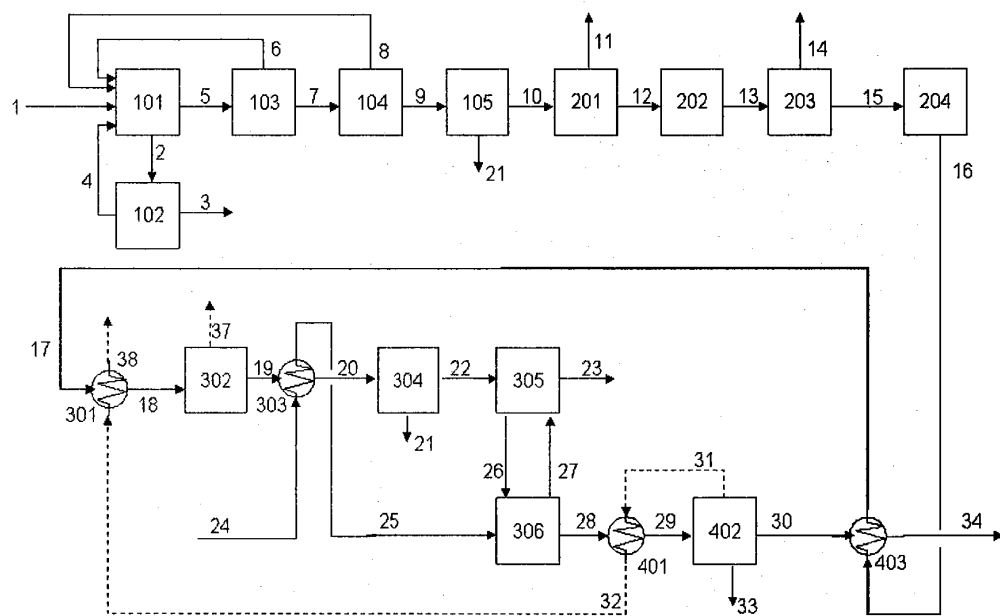


FIG. 3

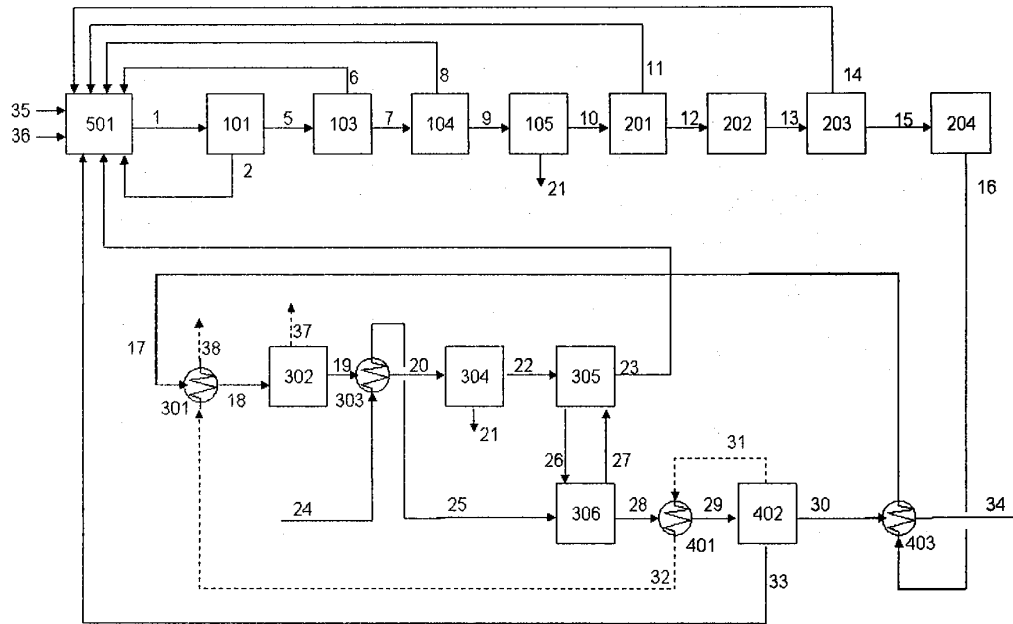


FIG. 4

Resumo da Patente de Invenção para: **"PROCESSO DE OBTENÇÃO DE ÁCIDO LÁTICO COM ELEVADO GRAU DE PUREZA A PARTIR DE LICOR FERMENTATIVO"**.

A presente invenção descreve um processo para obtenção
5 de ácido láctico com elevado grau de pureza a partir de um
licor fermentativo (1) contendo lactato de sódio com vistas
à produção de poli-ácido láctico. O processo compreende as
operações unitárias de centrifugação (101), decantação
centrífuga (102), microfiltração (103), ultrafiltração
10 (104), filtração primária em leito de carvão ativado (105),
eletrodiálise convencional (201), colunas de troca iônica
em leito de resina quelante (202), eletrodiálise bipolar
(203), colunas de troca iônica (204), evaporação primária a
vácuo (302), filtração secundária em leito de carvão
15 ativado (304), extração líquido-líquido da fase aquosa para
a fase orgânica (305), contra-extração da fase orgânica
para a fase aquosa (306) e evaporação secundária
atmosférica (402).