(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2024-0042463
(43) 공개일자 2024년04월02일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C12P 7/56 (2006.01) *C07C 51/41* (2006.01)
C07C 51/44 (2006.01) *C07C 51/47* (2006.01)
C07C 51/48 (2006.01) *C07C 51/487* (2006.01)
C07C 59/08 (2006.01) *C07D 319/12* (2006.01)
C08G 63/06 (2006.01)
(52) CPC특허분류
C12P 7/56 (2013.01)
C07C 51/02 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2024-7006364
(22) 출원일자(국제) 2022년07월28일
심사청구일자 없음
(85) 번역문제출일자 2024년02월26일
(86) 국제출원번호 PCT/EP2022/071195
(87) 국제공개번호 WO 2023/006876
국제공개일자 2023년02월02일
(30) 우선권주장
21188937.3 2021년07월30일
유럽특허청(EPO)(EP)

(71) 출원인
푸락 바이오켐 비.브이.
네덜란드, 엔엘-4206 에이씨 고린켐, 아르켈세디이크 46
(72) 발명자
반 스트리엔, 코르넬리스, 요한네스, 고바르두스
네덜란드 4206 에이씨 고린켐 아르켈세디이크 46 푸락 바이오켐 비.브이. 내
메를레, 르노, 브노와
네덜란드 4206 에이씨 고린켐 아르켈세디이크 46 푸락 바이오켐 비.브이. 내
(74) 대리인
이은철, 이우영, 전병기

전체 청구항 수 : 총 15 항

(54) 발명의 명칭 **락트산 제조 공정**

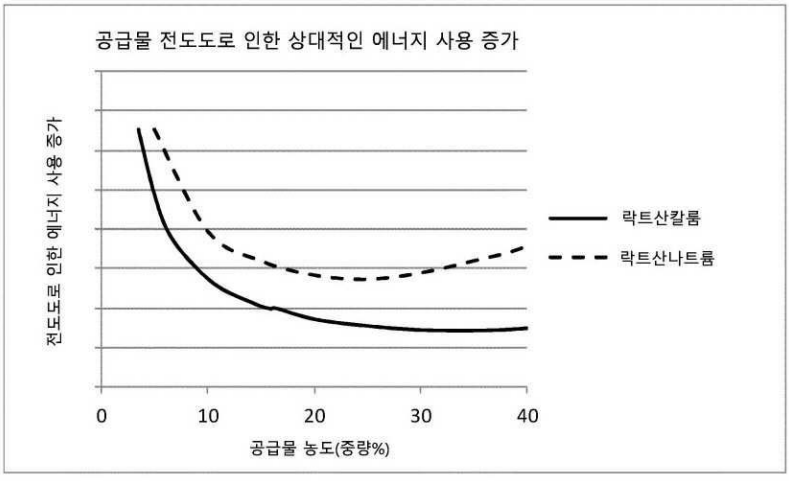
(57) 요 약

다음 단계들을 포함하는, 락트산의 제조 공정:

a) 마그네슘 락테이트를 포함하는 수성 매질을 제공하는 단계; b) 수용성 1가 락테이트 염 및 고체 마그네슘 염기를 포함하는 수성 매질을 형성하기 위해 마그네슘 락테이트를 포함하는 수성 매질에 1가 염기를 첨가하는

(뒷면에 계속)

대 표 도 - 도1



도 1 농축된 1가 락테이트 염 용액의 물 분할 전기투석의 에너지 프로파일

단계; c) 수용성 1가 락테이트 염을 포함하는 수성 매질로부터 고체 마그네슘 염기를 분리하는 단계; d) 수용성 1가 락테이트 염을 30 중량% 초과 및 최대 45 중량%의 농도로 포함하는 수성 매질을 제공하는 단계; e) 1가 염기를 포함하는 제1 용액 및 락트산과 1가 락테이트 염을 포함하는 제2 용액을 생산하기 위해, 단계 d)로부터의 수용성 1가 락테이트 염을 포함하는 수성 매질에 대해 물 분할 전기투석을 수행하는 단계로서, 전기투석은 40 내지 99 몰%의 부분 전환율로 수행; f) 락트산과 1가 락테이트 염을 포함하는 제2 용액으로부터 락트산을 회수하는 단계.

(52) CPC특허분류
C07C 51/412 (2013.01)
C07C 51/44 (2013.01)
C07C 51/47 (2013.01)
C07C 51/48 (2013.01)
C07C 51/487 (2013.01)
C07C 59/08 (2013.01)
C07D 319/12 (2013.01)
C08G 63/06 (2013.01)

명 세 서

청구범위

청구항 1

락트산의 제조 공정으로서,

a) 락트산마그네슘을 포함하는 수성 매질을 제공하는 단계;

b) 수용성 1가 락테이트 염 및 고체 마그네슘 염기를 포함하는 수성 매질을 형성하기 위해 락트산마그네슘을 포함하는 수성 매질에 1가 염기를 첨가하는 단계;

c) 수용성 1가 락테이트 염을 포함하는 수성 매질로부터 고체 마그네슘 염기를 분리하는 단계;

d) 수용성 1가 락테이트 염을 30 중량% 초과 및 최대 45 중량%의 농도로 포함하는 수성 매질을 제공하는 단계;

e) 1가 염기를 포함하는 제1 용액 및 락트산과 1가 락테이트 염을 포함하는 제2 용액을 생산하기 위해, 단계 d)로부터의 수용성 1가 락테이트 염을 포함하는 수성 매질에 대해 물 분할 전기투석을 수행하는 단계로서, 전기투석은 40 내지 99 몰%의 부분 전환율로 수행;

f) 락트산과 1가 락테이트 염을 포함하는 제2 용액으로부터 락트산을 회수하는 단계를 포함하는, 공정.

청구항 2

제1항에 있어서, 단계 d)에서 수용성 1가 락테이트 염을 적어도 32 중량% 및/또는 최대 40 중량%, 및/또는 32 내지 38 중량%, 더욱 더 바람직하게는 34 내지 36 중량%의 농도로 포함하는 수성 매질이 제공되고, 가장 바람직한 농도는 약 35 중량%의 초기 농도인, 공정.

청구항 3

제1항 또는 제2항에 있어서, 단계 d)는 농축 단계, 희석 단계, 또는 농도가 더 이상 조정되지 않는 단계, 바람직하게는 물이 제거되는 농축 단계인, 공정.

청구항 4

제1항 내지 제3항 중 어느 한 항에 있어서, 단계 f)로부터 락트산을 회수하는 단계는 락트산과 1가 락테이트 염을 포함하는 제2 용액을 락트산 및 1가 락테이트 염 포함 용액으로 분리하는 것을 포함하고, 상기 분리는 증기-액체 분리, 액체-액체 분리 및 고체-액체 분리 중 하나 이상을 통해 수행되는 공정.

청구항 5

제4항에 있어서, 1가 락테이트 염을 포함하는 용액은 물 분할 전기투석, 예를 들어 단계들 b), c), d) 및 e) 중 하나 이상에 제공되도록 공정의 초기 단계로 적어도 부분적으로 재순환되는, 공정.

청구항 6

제3항 또는 제4항에 있어서, 분리가 증기-액체 분리를 통해 수행되고, 상기 증기-액체 분리는 증류, 특히 진공 증류 장치에서 수행되는 증류를 포함하는, 공정.

청구항 7

제1항 내지 제6항 중 어느 한 항에 있어서, 물 분할 전기투석은 적어도 50 몰%, 특히 적어도 60 몰%, 더욱 특히 적어도 70 몰%, 더욱 더 특히 적어도 80 몰%, 특히 적어도 85 몰%, 또는 적어도 90 몰% 및/또는 최대 98 몰%, 특히 90-95 몰, 또는 98 몰% 초과 및 최대 99 몰%의 부분 전환율로 수행되는, 공정.

청구항 8

제1항 내지 제7항 중 어느 한 항에 있어서, 1가 락테이트 염은 락트산칼륨 또는 락트산나트륨, 특히 락트산칼륨

인, 공정.

청구항 9

제1항 내지 제8항 중 어느 한 항에 있어서, 1가 락테이트 염은 락트산칼륨이고, 단계 d)에서 락트산칼륨을 적어도 32 중량% 및/또는 최대 40 중량%, 및/또는 32 내지 38 중량%, 더욱 더 바람직하게는 34 내지 36 중량%의 농도로 포함하는 수성 매질이 제공되고, 가장 바람직한 농도는 약 35 중량%의 초기 농도인, 공정.

청구항 10

제1항 내지 제9항 중 어느 한 항에 있어서, 물 분할 전기투석은 양이온 교환 멤브레인 및 양극성 멤브레인이 제공된 전기투석 장치에서 수행되는, 공정.

청구항 11

제1항 내지 제10항 중 어느 한 항에 있어서, 락트산마그네슘을 포함하는 수성 매질은 발효에 의해 제공되고, 탄수화물 공급원은 미생물에 의해 발효되어 락트산을 형성하고, 마그네슘 염기는 락트산마그네슘을 제공하기 위해 발효 동안 중화제로서 첨가되는, 공정.

청구항 12

제11항에 있어서, 마그네슘 염기는 수산화마그네슘인, 공정.

청구항 13

제11항 또는 제12항에 있어서, 단계 b) 전에 미생물 세포 물질을 제거하기 위해 락트산마그네슘을 포함하는 수성 매질은 분리 단계를 거치는, 공정.

청구항 14

제1항 내지 제11항 중 어느 한 항에 있어서, 회수 단계 f) 후에 얻은 락트산은 적어도 95 중량%의 락트산, 특히 적어도 97 중량%의 락트산, 더욱 특히 적어도 99 중량%의 락트산, 적어도 99.5 중량%, 및 가장 특히 적어도 99.9 중량%의 락트산을 포함하는, 공정.

청구항 15

락타이드 및/또는 폴리락트산의 제조 공정으로서, 제1항 내지 제14항 중 어느 한 항에 따른 공정을 사용하여 락트산을 제조하는 단계 및 락트산을 반응시켜 락타이드 및/또는 폴리락트산을 형성하는 단계를 포함하는, 공정.

발명의 설명

기 술 분 야

[0001] 본 발명의 양태는 경제적인 방법으로 고순도로 락트산을 제조하는 공정에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0002] 락트산은 종종 미생물에 의한 탄수화물 발효를 통해 제조된다. 모든 발효 과정의 공통적인 특징은 미생물이 배설한 산을 중화해야 한다는 것이다. 과정에 사용된 미생물에 따라 pH가 임계값 이하로 떨어지면 미생물의 대사 과정이 손상되고 발효 과정이 중단될 수 있다. 따라서 pH를 조절하기 위해 발효 배지에 염기를 첨가하는 것이 일반적인 실시이다. 이로 인해 생산된 락트산이 락테이트 염 형태로 발효 배지에 존재하게 된다.

[0003] 발효를 통해 락트산을 생산하는 오랜 실시에도 불구하고, 락트산 제조의 과제 중 하나는 비교적 순수한 형태로 산을 얻는 동시에 상업적으로 매력적인 규모로 경제적인 방식으로 공정을 수행한다.

[0004] 전기투석은 발효를 통해 락트산을 생산하는 데 사용될 수 있는 정제 공정 중 하나이다. 특히 물 분할(water-splitting) 전기투석은 락테이트 염을 락트산과 염기로 직접 전환시키는 것을 가능하게 한다. 이러한 유형의 전기투석에서 양극성(bipolar) 멤브레인(membrane)은 일반적으로 물을 각각 H^+와 OH^-로 분할하는 데 사용되며, 이는 각각 락테이트 염의 음이온 및 양이온과 조합하여 락트산과 염기의 별도 용액을 생산한다.

[0005] 특히 유기산 제조를 위해 발효에 의해 제공되는 수성 매질로부터 물 분할 전기투석을 사용하는 것은 공급물에서 발효 유래 생성물(예를 들어, 당, 단백질 및 아미노산)을 제거해야 하는 필요성으로 인해 제한되어 왔다. 이러한 발효 유래 물질은 예를 들어 이온 투과 멤브레인을 오손시키고 전력 효율을 감소시킴으로써 물 분할 전기투석 과정을 부정적으로 방해한다.

[0006] WO2011095631은 다음 단계들을 포함하는 락트산의 제조 공정에 관한 것이다:

[0007] a) 마그네슘 락테이트를 포함하는 수성 매질을 제공하는 단계;

[0008] b) 마그네슘 락테이트를 포함하는 수성 매질에 1가 염기를 첨가하여 수용성 1가 락테이트 염 및 고체 마그네슘 염기를 포함하는 수성 매질을 형성하는 단계;

[0009] c) 수용성 1가 락테이트 염을 포함하는 수성 매질로부터 마그네슘 염기를 분리하는 단계;

[0010] d) 수성 매질 중 1가 락테이트 염의 농도를 10 내지 30 중량%의 값으로 조정하는 단계,

[0011] e) 1가 락테이트 염을 포함하는 수성 매질에 대해 물 분할 전기투석을 수행하여 1가 염기를 포함하는 제1 용액 및 락트산과 1가 락테이트 염을 포함하는 제2 용액을 생산하는 단계로서, 전기투석은 40 내지 99 몰%의 부분 전환율로 수행으로 단계;

[0012] f) 증기-액체 분리에 의해 락트산과 1가 락테이트 염을 포함하는 제2 용액을 락트산과 1가 락테이트 염을 포함하는 용액으로 분리하는 단계;

[0013] g) 1가 락테이트 염을 포함하는 단계 f)의 용액을 단계 d)로 재순환시키는 단계.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0014] 재사용이 불가능한 성분(즉, 폐부산물)의 상당량 생산을 최소화하면서 낮은 전력 소비로 경제적으로 수행될 수 있는 고순도, 고수율의 락트산을 제공하는 락트산 제조 공정이 여전히 필요하다.

과제의 해결 수단

[0015] 본 발명의 양태는 다음 단계들을 포함하는 락트산의 제조 공정에 관한 것이다:

[0016] a) 마그네슘 락테이트를 포함하는 수성 매질을 제공하는 단계;

[0017] b) 마그네슘 락테이트를 포함하는 수성 매질에 1가 염기를 첨가하여 수용성 1가 락테이트 염 및 고체 마그네슘 염기를 포함하는 수성 매질을 형성하는 단계;

[0018] c) 수용성 1가 락테이트 염을 포함하는 수성 매질로부터 고체 마그네슘 염기를 분리하는 단계;

[0019] d) 수용성 1가 락테이트 염을 30 중량% 초과 및 최대 45 중량%의 농도로 포함하는 수성 매질을 제공하는 단계;

[0020] e) 단계 d)로부터의 수용성 1가 락테이트 염을 포함하는 수성 매질에 대해 물 분할 전기투석을 수행하여 1가 염기를 포함하는 제1 용액 및 락트산과 1가 락테이트 염을 포함하는 제2 용액을 생산하는 단계로서, 전기투석은 40 내지 99 몰%의 부분 전환율로 수행으로 단계;

[0021] f) 락트산과 1가 락테이트 염을 포함하는 제2 용액으로부터 락트산을 회수하는 단계.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0022] 40 내지 99 몰%, 특히 40 내지 98 몰%의 부분 전환율로 물 분할 전기투석을 수행하고, 원할 경우, 이어서 남은 락테이트 염을 전기투석 단계로 재순환시키는 것은 유리하게는 높은 수율과 함께 낮은 전력 소비로 최적의 공정을 생성한다.

[0023] 더욱이, 본원에 기재된 공정은 사실상 폐부산물을 생산하지 않는데, 그 이유는 상이한 단계에서 형성되고 분리된 모든 화합물이 재순환될 수 있기 때문이다. 단계 c)에서 분리된 마그네슘 염기는 예를 들어 발효 과정에 사용될 수 있고, 단계 e)의 1가 염기를 포함하는 용액은 염 교환 단계 b)에 사용될 수 있다. 회수 단계 f)는 일반적으로 1가 락테이트 염 및 선택적으로 락트산을 포함하는 용액을 생성한다. 원하는 경우, 이 용액은 물 분할 전기투석 이전의 임의의 공정 단계, 예를 들어 단계 b), c), d) 및 e) 중 하나 이상으로 적어도 부분적으로 재

순환될 수 있다.

[0024] 단계 d)에서는 수용성 1가 락테이트 염을 30 중량% 초과 내지 최대 45 중량%의 농도로 포함하는 수성 매질이 제공된다. 단계 c)의 생성물이 매력적이지 않게 낮은 농축 단계를 갖는 경우, 상기 단계는 농축 단계를 포함할 수 있다. 이 단계는 또한 단계 c)에서 매우 높은 농도가 얻어지는 경우 희석 단계를 포함할 수 있다. c) 단계로부터의 생성물이 이미 원하는 범위의 농도를 갖고 있는 경우, 추가 농도 조정이 필요하지 않다. 이 경우 단계 d)는 일반적으로 단계 c)의 생성물을 단계 e)에 제공하는 것 이상을 포함하지 않을 것이다.

[0025] 수성 매질 중 1가 락테이트 염 농도의 농도가 상대적으로 높은 것이 바람직하며, 이는 락트산을 단리하기 위해 시스템으로부터 제거해야 하는 물의 양을 줄일 수 있기 때문이다. 추가적으로, 특히 1가 락테이트 염이 락트산칼륨인 경우, 상대적으로 높은 1가 락테이트 염 농도를 사용하면 물 분할 전기투석 단계의 성능이 개선되는 것으로 밝혀졌다.

[0026] 따라서, 단계 d)로부터의 수용성 1가 락테이트 염을 포함하는 수성 매질은 적어도 32 중량%의 수용성 1가 락테이트 염 농도를 갖는 것이 바람직하다. 농도가 너무 높으면 물 분할 전기투석이 어려워질 수 있다. 일부 구현예에서는 전류 효율이 영향을 받을 것이다. 따라서 1가 락테이트 염 농도가 최대 40 중량%인 것이 바람직할 수 있다. 추가 선호 사항은 아래에서 논의된다.

[0027] 위에 표현된 선호 사항은 모든 1가 락테이트 염에 적용되지만, 아래에서 더 자세히 논의되는 것처럼 1가 락테이트 염이 락트산칼륨인 경우 특히 매력적이다.

[0028] 락트산마그네슘 염을 포함하는 수성 매질은 바람직하게는 발효 과정에 의해 제공될 수 있다. 락트산마그네슘 염은 일반적으로 발효에서 나올 때 수성 매질에 이미 존재한다. 이러한 과정에서, 탄수화물 공급원은 락트산 생산 미생물에 의해 락트산으로 발효된다. 발효 동안, 마그네슘 염기가 중화제로 첨가된다. 이는 상응하는 락트산마그네슘 염을 포함하는 수성 매질의 형성을 초래한다.

[0029] 마그네슘 염기의 염기 음이온은 바람직하게는 수산화물, 탄산염 및 탄산수소염 중 적어도 하나로부터 선택되고, 보다 바람직하게는 수산화물이다. 염기 양이온으로서 마그네슘을 사용하는 것이 바람직하지만, 또 다른 알칼리 토류 금속 양이온, 예컨대 칼슘 양이온도 사용될 수 있다. 첨가된 알칼리 토금속 염기의 양은 생산된 락트산의 양에 의해 결정되며 발효 배지의 pH 제어를 통해 결정될 수 있다.

[0030] 바이오매스(즉, 미생물 세포 물질)는 락테이트 함유 배지를 추가로 가공하기 전에 발효 브로스(broth)로부터 제거될 수 있다. 바이오매스 제거는 예를 들어 여과, 부유, 침강, 원심분리, 응집 및 이들의 조합을 포함하는 기존의 방법에 의해 수행될 수 있다. 고체 락트산마그네슘 결정으로부터 바이오매스를 분리하는 것은 하이드로사이클론을 사용하여 수행될 수도 있다. 적절한 방법을 결정하는 것은 당업자의 범위 내에 있다. 추가 가공 전의 다른 선택적 처리에는 세척, 여과, (재)결정화, 농축 및 이들의 조합이 포함된다.

[0031] 마그네슘은 바람직한 알칼리 토금속인데, 그 이유는 마그네슘 염기를 사용하면 바이오매스를 포함하는 발효 브로스로부터 결정성 물질을 분리할 수 있는 적절한 결정성 형태의 락트산마그네슘이 유리하게 형성되기 때문이다. 락트산마그네슘의 분리는 고체/액체 분리를 위한 임의의 공지된 가공 기술에 의해 수행될 수 있다. 예를 들어 필터에 락트산마그네슘을 유지하고 필터 케이크를 세척하여 1불순물을 제거할 수 있도록 적절한 기공 크기를 가진 필터를 사용한 여과를 통해 수행할 수 있다. 전술한 바이오매스 분리는 특정 목적을 위해 남은 발효 브로스를 추가로 처리하거나 (재)사용하려는 경우가 아니면 원칙적으로 필요하지 않다.

[0032] 이렇게 정제된 락트산마그네슘은 본원에 기재된 추가 가공에 특히 적합하며, 특히 물 분할 전기투석을 사용할 때 발효 유래 생성물(예를 들어 설탕, 단백질, 아미노산)은 예를 들어, 전력 소비를 증가시키고 이온 투과멤브레인을 오손시킴으로써 부정적인 간섭을 일으킬 수 있다.

[0033] 알칼리 토금속 락테이트 염, 바람직하게는 락트산마그네슘 염을 포함하는 수성 매질은 염 교환 반응을 거치게 되며(단계 b), 여기서 1가 염기는 상기 수성 매질에 첨가되어 1가 락테이트 염 및 고체 알칼리 토금속 염기를 형성한다.

[0034] 락트산 발효에서 마그네슘 염기의 사용 및 락트산마그네슘과 1가 염기 사이의 염 교환 반응을 기재하는 WO 2005/123647도 참조한다.

[0035] 알칼리 토금속 락테이트를 함유하는 수성 매질이 발효에 의해 제공되는 경우, 염기 음이온은 일반적으로 발효 동안 중화제로 사용되는 염기 음이온에 상응하도록 선택된다.

[0036] 첨가된 1가 염기는 바람직하게는 1가 양이온의 수산화물, 탄산염 또는 탄산수소염 중 하나 이상, 보다 바람직하게는 수산화물이고, 1가 양이온은 나트륨, 칼륨, 리튬, 암모늄, 모노알킬암모늄, 디알킬암모늄, 트리알킬암모늄, 또는 테트라알킬암모늄, 바람직하게는 나트륨 또는 칼륨 및 더 바람직하게는 나트륨이다. 나트륨 및 칼륨 염기를 사용하면 암모늄 염기를 사용할 때보다 알칼리 토금속 락테이트 염의 1가 락테이트 염으로의 전환이 더 높아지는 것이 유리하다. 이는 물 분할 전기투석에 적합한 낮은 알칼리 토금속 이온 함량을 가진 생성물을 제조하는 데 적합하다. 그럼에도 불구하고 잔류 알칼리 토금속 이온은 이온 교환 수지의 사용과 같은 당업자에게 공지된 방법에 의해 제거될 수 있다.

[0037] 칼륨의 사용은 30 중량% 초과, 더욱 더 특히 32 중량% 초과, 특히 33 중량% 초과의 락트산칼륨 농도와 조합될 때, 아래에 더 자세히 설명되어 있듯이 생성된 락트산칼륨 염의 후속 물 분할 전기투석과 관련된 이점과 관련하여 특히 바람직할 수 있다.

[0038] 1가 염기의 양은 화학양론적 및 pH 고려사항에 의해 결정된다. 높은 전환율을 얻고 락테이트로부터 거의 모든 알칼리 토금속 이온을 제거하려면 과잉 염기를 사용하는 것이 바람직할 수 있다. 일반적으로 염 교환 반응은 두 단계로 수행하는 것이 바람직하며, 제1 단계에서 pH는 9 내지 12, 바람직하게는 9.5 내지 11이고, 제2 단계에서는 pH는 10.5 내지 12의 pH로 약간 증가된다.

[0039] 염 교환 반응에서 형성된 알칼리 토금속 염기는 전형적으로 고체 형태인 반면, 1가 락테이트 염은 수성 매질에 용해된다. 따라서 두 성분은 여과, 침강 및 원심분리 중 하나 이상과 같은 기존의 고체-액체 분리 과정에 의해 분리될 수 있다.

[0040] 원할 경우, 분리 후 얻은 알칼리 토금속 염기는 선택적으로 세척하여 잔류 알칼리염을 제거한 후 발효 과정으로 재순환될 수 있다.

[0041] 이온 교환 처리, 활성탄 처리, 탈염 전기투석, 희석, 농도 (예를 들어, 열 또는 멤브레인 사용) 및 여과 (예를 들어, 나노여과) 중 하나 이상과 같은 추가 처리가 물 분할 전기투석 전에 수행될 수 있다. 예를 들어, 1가 락테이트 염을 포함하는 수성 매질 내 너무 높은 알칼리 토금속 수준을 방지하기 위한 안전 조치로서, 이온 교환 단계를 전기투석 전에 수행하여 이의 알칼리 토금속 함량을 낮출 수 있다.

[0042] 그러나, 일부 구현예에서, 특히 락테이트가 발효를 통해 제공되고 마그네슘 염기가 발효 과정에 첨가되어 락트산마그네슘 발효 브로스를 제공하는 경우, 본원에 기재된 과정은 유리하게도, 그러한 추가 처리를 필요로 하지 않는다. 특히, 상기에 논의한 바와 같이 적절한 결정질 형태의 락트산마그네슘을 제공하는, 발효 동안 중화를 위한 마그네슘 염기의 사용은 물 분할 전기투석에 사용하기 위해 공급물로부터 발효 유래 물질(예를 들어, 당, 단백질 및 아미노산)을 제거하는 데 일반적으로 필요한 추가 정제 단계가 필요하지 않은 것으로 밝혀졌다. 이는 이러한 전기투석 공정과 일반적으로 연관된 복잡성, 전력 수요 및 비용을 유리하게 낮춘다.

[0043] 그 다음, 1가 락테이트 염을 포함하는 수성 매질은 물 분할 전기투석을 거친다.

[0044] 위에서 명시한 바와 같이, 단계 d)로부터의 수용성 1가 락테이트 염을 포함하는 수성 매질은 30 중량% 초과 및 최대 45 중량%, 특히 32 중량% 초과의 수용성 1가 락테이트 염 농도를 갖는다. 이는 전기투석을 거친 수성 매체(공급 용액)의 초기 농도이다. 1가 락테이트 염 농도는 최대 40 중량%인 것이 바람직할 수 있다. 일 양태에서, 초기 농도는 바람직하게는 32 내지 38 중량%, 더욱 더 바람직하게는 34 내지 36 중량%이고, 가장 바람직한 농도로서 약 35 중량%의 초기 농도가 언급될 수 있다.

[0045] 염 농도에 따라, 염 교환 반응 후, 즉 분리 단계 c) 후에 얻은 1가 락테이트 염을 포함하는 수성 매질은 전기투석에 대한 공급물로 직접 사용될 수 있거나, 필요하면, 희석되거나 물 분할 전기투석 전 염 농도를 조정하기 위해 농축될 수 있다. 농축은 예를 들어 증발 또는 기존의 전기투석에 의해 수행될 수 있다. 농축은 바람직하게는 증발(예를 들어, 물의 증발)에 의해 수행될 수 있다. 증발에 의한 농축은 30 중량% 초과의 1가 락테이트 염 농도로 농축할 때 특히 바람직할 수 있다. 증발은 바람직하게는 기계적 증기 재압축을 갖춘 증발기에서 수행될 수 있다. 대안적으로, 멤브레인 농축이 사용될 수도 있고, 증발과 멤브레인 농축의 조합이 사용될 수도 있다.

[0046] 더 높은 1가 락테이트 염 농도(예를 들어, 적어도 30 중량% 초과)로 시작하면, 물 분할 전기투석 후에 얻은 생성된 용액의 락트산 농도도 더 높아질 것이다.

[0047] 예를 들어, 물 분할 전기투석을 통해 얻은 제2 용액 내의 락트산 농도는 14 중량% 내지 35 중량%일 수 있다. 작동 조건에 따라, 락트산 농도는 바람직하게는 적어도 20 중량%, 특히 적어도 22 중량%, 더욱 특히 적어도 25 중량%이다. 바람직한 상한은 30 중량%일 수 있다. 특정 구현예에서, 상한은 최대 29 중량%, 또는 28 중량%, 또는

심지어 27 중량%일 수 있다. 일반적으로 25 내지 30 중량% 범위가 바람직한 것으로 간주된다.

[0048] 이는 락트산을 단리하려는 경우 특히 유리할 수 있다. 이러한 상황에서, 시스템으로부터 모든 물을 제거해야 한다. 이제 30 중량% 이상의 농도, 예를 들어 30 내지 40 중량% 범위의 1가 락테이트 염의 농도로 시작하여, 유리하게는 물 분할 전기투석 전에, 예를 들어 1가 락테이트 염 농도를 증가시키기 위한 농도 조정 단계 동안 물의 제거를 허용한다. 이는 물 분할 전기투석의 성능에 유해한 영향을 주지 않고, 또는 아래에 더 자세히 설명된 바와 같이 물 분할 전기투석 과정을 개선하는 동시에 달성된다.

[0049] 물 분할 전기투석 단계 이전에 물을 제거한다는 것은 물 분할 전기투석 후에 제거해야 할 물의 양이 적다는 것을 의미한다. 이는 락트산 함유 용액(예컨대 물 분할 전기투석 후에 얻은 용액)으로부터 물을 제거하는 것이 1가 락테이트 염(예컨대 물 분할 전기투석 전의 시작 용액)으로부터 물을 제거하는 것보다 더 비용이 많이 들고 번거롭기 때문에 개선된 방법을 가져오는 것이 유리하다. 특히, 락트산 용액으로부터 물을 제거하는 경우 그에 따른 부식 문제가 더 많이 발생하고 더 값비싼 장비가 필요하게 된다.

[0050] 따라서, 본 발명의 여러 양태에서, 본원에 기재된 방법으로 물 분할 전기투석을 수행하기 전에, 수성 매질 중 1가 락테이트 염의 농도를 30 중량% 초과 및 최대 45 중량%의 값으로 조정하는 것은 물 제거 단계를 포함한다. 물 제거는 바람직하게는 기계적 증기 재압축을 갖춘 증발기에서 수행될 수 있다.

[0051] 또한, 30 중량% 초과 및 바람직하게는 40 중량% 미만의 상기 지정된 범위 내의 1가 락테이트 염의 초기 농도가 물 분할 전기투석 단계의 성능을 개선하는 것으로 밝혀졌다. 이는 특히 1가 락테이트 염이 락트산칼륨인 경우에 그러할 수 있다.

[0052] 낮은 농도의 1가 락테이트 염 용액으로 시작할 때 동일한 전환 정도에 필요한 것보다 적은 에너지를 사용하여, 상기 지정된 농도의 1가 락테이트 염으로 시작하여 물 분할 전기투석은 주어진 전환 정도(예를 들어, 최대 99 몰% 또는 최대 98 몰 %)로 수행될 수 있는 것으로 밝혀졌다.

[0053] 마찬가지로, 상기 지정된 농도의 1가 락테이트 염으로 시작하여, 물 분할 전기투석은 더 낮은 1가 락테이트 염 농도로 시작할 때 더 낮은 전환 정도를 달성하는 데 필요한 것과 동일한 양의 에너지에 대해 더 높은 전환 정도로 수행될 수 있다.

[0054] 40 중량% 초과의 1가 락테이트 염 농도를 갖는 출발 용액은 물 분할 전기투석의 전류 효율에 해로운 영향을 미칠 수 있다.

[0055] 수성 매질 중 1가 락테이트 염의 농도는 당업자에게 공지된 방법에 의해, 예를 들어 전도도 측정 또는 유도 결합 플라즈마 질량 분광법 분석, 또는 적정 또는 Brix(굴절률측정)와 같은 방법을 사용하여 결정될 수 있다.

[0056] 물 분할 전기투석은 40 내지 99 몰%의 부분 전환율로 수행된다. 부분 전환율이 적어도 50 몰%, 특히 적어도 60 몰%, 더욱 특히 적어도 70 몰%, 더욱 더 특히 적어도 80 몰%, 특히 적어도 85 몰%, 또는 적어도 90 몰%인 것이 바람직할 수 있다. 부분 전환율은 최대 98몰%인 것이 바람직할 수 있다. 따라서, 일 구현예에서 물 분할 전기투석은 90 내지 98 몰%, 특히 90 내지 95 몰%의 부분 전환율로 수행된다. 다른 구현예에서, 물 분할 전기투석은 98 내지 99 몰 %, 특히 98 몰% 초과 및 최대 99 몰%의 전환율로 수행될 수 있다.

[0057] 이 공정에서는 1가 염기를 포함하는 제1 용액 및 락트산과 1가 락테이트 염을 포함하는 제2 용액이 생산된다.

[0058] 40 내지 99 몰%의 부분 전환은 공급 용액에 존재하는 1가 락테이트 염의 40 내지 99 몰%가 락트산으로 전환된다는 것을 의미한다. 이는 용액에 존재하는 락트산 및 락테이트 염의 총 몰량을 기준으로 계산하여 40 내지 99 몰%의 양으로 락트산을 포함하는 전기투석에 의해 생산된 제2 용액을 생산한다.

[0059] 전환 정도는 당업자에게 공지된 방법을 사용하여 제2 용액의 전도도를 측정함으로써 모니터링될 수 있다.

[0060] 전환 수준과 공급 용액의 초기 염 농도 외에도, 제2 용액의 전도도는 전기투석 공정의 온도에 따라 달라질 것이다. 전기투석이 수행되는 온도가 높을수록 전력 소비는 낮아질 것이다. 따라서 작동 온도는 이온 특이적 투과성 멤브레인의 성능과 수명을 손상시키지 않으면서 전력 소비를 최적화하도록 선택된다. 일반적으로 25 내지 80℃의 값이 언급될 수 있다. 통상적으로 물 분할 전기투석은 25℃ 내지 40℃의 온도에서 수행된다. 그러나, 낮은 전력 소비와 열 회수 가능성을 허용하기 위해 더 높은 온도, 예를 들어, 40℃ 초과, 예컨대 적어도 45℃, 또는 적어도 50℃, 예를 들어 60℃ 내지 80℃에서 전기투석을 수행하는 것이 가능하다.

[0061] 본원에 기재된 물 분할 전기투석은 기존의 장치 및 기존의 방법을 사용하여 수행될 수 있다. 바람직하게는 물 분할 전기투석은 양이온 교환 멤브레인 및 양극성 멤브레인이 제공된 전기투석 장치에서 수행된다.

[0062] 한 구현예에서, 물 분할 전기투석 셀은 2개 구획 장치(unit)를 포함한다. 1가 락테이트 염을 포함하는 수성 매질은 염/산 구획(또는 공급 구획)에 도입된다. 1가 양이온은 양이온 교환 멤브레인을 통해 염/산 구획에서 염기 구획으로 수송되어 1가 염기를 포함하는 제1 용액을 생산한다. 동시에, H^+ 이온은 염/산 구획으로 수송하여 락트산과 1가 락테이트 염을 포함하는 제2 용액을 생산한다.

[0063] 다른 구현예에서, 물 분할 전기투석 셀은 염 구획, 염기 구획 및 산 구획을 포함하는 3개의 구획 장치를 포함한다. 1가 락테이트 염을 포함하는 수성 매질은 염 구획(또는 공급 구획)에 도입된다. 1가 양이온은 양이온 교환 멤브레인을 통해 염 구획에서 염기 구획으로 수송되어 1가 염기를 포함하는 제1 용액을 생산한다. 동시에, 락테이트 음이온은 음이온 교환 멤브레인을 통해 염 구획에서 산 구획으로 수송되어 락트산을 포함하는 제2 용액을 생산한다. 1가 염 이온이 각각의 구획으로 수송됨에 따라, H+ 및 OH- 이온은 양극성 멤브레인으로부터 각각 산 및 염기 구획으로 수송된다.

[0064] 나트륨과 칼륨의 1가 락테이트 염에 물 분할 전기투석을 적용하는 것이 바람직하다. 락트산암모늄을 사용할 때는, 수산화암모늄 생성으로 인한 독성 암모니아 배출을 제어하기 위해 주의를 기울여야 한다.

[0065] 칼륨의 1가 락트산 염이 특히 바람직할 수 있는데, 그 이유는 락트산 칼륨이 다른 락테이트 염, 예를 들어 락트산 나트륨보다 낮은 에너지 소비를 요구함으로써 물 분할 전기투석 단계를 추가로 개선하는 것으로 밝혀졌기 때문이다. 이는 락트산칼륨 용액이 락트산나트륨 용액보다 전도도가 더 높다는 사실을 발견한 것일 수 있다. 락트산칼륨 용액의 최대 전도도는 30 중량% 초과 내지 약 45 중량%, 특히 40 중량%, 특히 약 35 중량%의 농도에서 식별되었다. 이론에 얽매이지 않고, 이러한 고전도도는 락트산칼륨으로 작업할 때 더 낮은 전압 강하와 더 낮은 에너지 사용을 설명할 수 있다. 또한, 락트산칼륨 용액은 예를 들어 락트산나트륨 용액보다 낮은 점도를 갖고, 이는 본원에 기재된 물 분할 전기투석에서 장비를 사용할 때 압력 강하를 낮추고 펌핑 에너지에 대한 요구 사항을 낮추는 결과를 유리하게 가져오는 것으로 밝혀졌다.

[0066] 본원에 기재된 방법은 락트산 및 1가 락테이트 염을 포함하는, 물 분할 전기투석에 의해 생산된 제2 용액으로부터 락트산을 회수하는 단계를 추가로 포함한다.

[0067] 여러 구현예에서, 물 분할 전기투석에 의해 생산된 제2 용액은 락트산과 1가 락테이트 염을 포함하는 용액으로 분리된다. 분리는 증기-액체 분리, 액체-액체 분리 및 고체-액체 분리 중 하나 이상에 의해 달성될 수 있다. 이온 교환 방법, 예를 들어 이온 교환 수지를 사용하여 물 분할 전기투석에 의해 생산된 제2 용액으로부터 락트산을 회수할 수도 있다.

[0068] 일 구현예에서, 락트산은 증기-액체 분리에 의해 1가 락테이트 염으로부터 분리된다.

[0069] 증기-액체 분리는 증류 또는 증발에 의해 수행될 수 있다. 증류는 염으로부터 산의 실질적으로 완전한 분리를 제공하므로 바람직하다. 락트산과 1가 락테이트 염을 포함하는 용액은 증류 전에 농축될 수 있다. 증류는 바람직하게는 진공 증류 장치에서 수행된다. 진공 증류는 본원에 기재된 바와 같이 부분 전환을 위해 수행되는 물 분할 전기투석에 의해 락트산과 락테이트 염의 혼합물이 얻어지고 마그네슘 염기가 발효 중화를 위해 사용되는 상황에서 락테이트 염으로부터 락트산을 분리하는 데 특히 적합한 것으로 밝혀졌다.

[0070] 농축 및 진공 증류에 적합한 공정 및/또는 장치는 WO 01/38283에 기재되어 있다. 증류 공정은 2개 이상의 증류 단계를 포함할 수 있으며, 제1 증류 단계는 80 내지 150℃, 바람직하게는 100 내지 140℃의 온도, 및 40 내지 250 mbar, 바람직하게는 50 내지 150 mbar의 압력에서 수행되고, 제2 증류 단계는 바람직하게는 80 내지 200℃, 바람직하게는 100 내지 200℃의 온도, 및 0.01 내지 50 mbar, 바람직하게는 0.1 내지 20 mbar의 압력에서 수행된다.

[0071] 제1 증류 단계는 하나 이상의 필름 증발기와 증류 컬럼과의 조합을 포함할 수 있으며 락트산/락테이트 염 생성물 스트림을 가능한 한 높게 농축하는 목적을 제공한다.

[0072] 제2 증류 단계는 또한 하나 이상의 필름 증발기와 하나 이상의 증류 장치와의 조합을 포함할 수 있다. 제2 증류 단계에서, 제1 증류 단계의 생성물 중 대부분의 락트산은 바람직하게는 진공 하에서 증류되어 대부분의 락트산을 포함하는 상단 분획과 1가 락테이트 염을 포함하는 증류 잔류물(바닥 분획)을 형성한다. 제2 증류 단계는 내부 응축기를 갖는 하나 이상의 단경로 증류(SPD) 장치에서 수행될 수 있다. 다만, 응축된 락트산에 불순물이 비산되어 오염을 줄이기 위해, 즉 증류된 락트산 생성물 중의 알칼리 금속 함량을 최소화하기 위해, 전술한 WO 01/38283의 도 5a 및 5b(10페이지 17행 내지 11페이지 7행 참조)에 기재된 바와 같은 진공 증류 장치를 사용하는 것이 바람직한 것은 이 특정 설정이 비산이 일어나는 것을 방지하기 때문이다. 바람직하게는, 제2 증류 단계

는 증발기의 바닥에 환류 하에서 작동될 수 있도록 패킹 및 바람직하게는 냉각 장치를 포함하는 진공 증류 장치와 직접 연결되거나 U자형 연결을 통해 연결되는 필름 증발기(바람직하게는 낙하 필름, 와이핑 필름 또는 박막 증발기)를 포함한다. 필름 증발기에서 락트산은 증기상으로 유입된 후 바닥에 있는 연결부를 통해 진공 증류에 들어가고 이어서 증류된다.

[0073] 제1 증류 단계로부터의 생성물(제1 바닥 분획)이 제2 증류 단계를 거치기 전에 컨디셔닝 단계(소위 "프리플래시(preflash)")를 거치는 것이 더욱 바람직하며, 이 컨디셔닝 단계의 압력은 바람직하게는 제2 증류에 사용한 것과 동일하다. 이러한 바람직한 구현예는 생성물이 제2 증류 단계를 거치기 전에 잔량의 물 및 용해된 가스가 제거된다는 이점을 갖는다. 프리플래시를 사용하면 락트산/1가 락트산 함량이 증가하여 제2 증류 단계에서 더 순수한 락트산 생성물을 얻을 수 있고 보다 안정적인 조작을 달성할 수 있다.

[0074] 액체-액체 분리는 추출, 그리고 로딩된 용매로부터 락트산을 회수하기 위해 역추출 또는 다른 기술을 포함할 수 있다. 액체-액체 분리는 또한 여과, 예를 들어 한외여과, 미세여과, 나노여과, 역삼투, 경사분리, 확산 투석 또는 돈난(donnan) 투석을 포함할 수 있다.

[0075] 고체-액체 분리는 결정화 단계를 포함할 수 있다. 예를 들어, 락트산은 정적 결정화 장치에서, 분별 결정화, 현탁액 결정화 및/또는 세척 컬럼 결정화에 의해 결정화될 수 있다. 그 다음, 여과 또는 원심분리에 의해 결정을 용액 결정의 액상으로부터 분리할 수 있다. 결정화는 농축 단계, 예컨대 물 증발 단계, 냉각 단계, 시딩 단계, 및 하나 이상의 세척 단계 중 하나 이상을 포함할 수 있다. 고체-액체 분리, 특히 결정화는 고순도 생성물을 보장하기 위해 일반적으로 회수율이 낮다는 단점이 있다. 예를 들어, 제1 결정화 후 일부 공정에서 락트산 회수율은 약 46%이고 정제 계수는 15 내지 20이고, 이는 결정화 전후 생성물 내의 불순물 양의 비율이다. 100 내지 160의 정제 계수를 달성하려면, 제2 결정화 단계가 필요하며 전체 수율은 22%로 떨어진다.

[0076] 락트산은 또한 이온 교환 처리에 의해 락트산과 1가 락테이트 염을 포함하는 제2 용액으로부터 회수될 수 있으며, 이로써 제2 용액 내의 잔류 1가 양이온은 예를 들어 이온 교환 수지를 사용하여 양성자로 대체된다. 이 방법은 예를 들어 물 분할 전기투석이 높은 전환율, 예를 들어 적어도 90 몰%, 특히 적어도 95 몰%, 예를 들어 98 내지 99 몰%로 수행될 때 특히 적합할 수 있다.

[0077] 분리 후 얻은 1가 락테이트 염을 함유한 용액은 원하는 대로 가공할 수 있다. 원할 경우 물 분할 전기투석에 제공되도록 공정의 초기 단계로 재순환될 수 있다. 예를 들어, 이는 단계들 b), c), d) 및 e) 중 하나 이상으로 적어도 부분적으로 재순환될 수 있다. 이 재순환 단계는 물 분할 전기투석 동안 락테이트가 락트산으로 부분적으로 전환된 결과로 인해 실질적인 수율 손실이 발생하지 않도록 보장한다.

[0078] 회수 단계 f) 후에 얻은 락트산 생성물은 고체 형태, 액체 형태 또는 용액일 수 있으며 일반적으로 적어도 95 중량%의 락트산, 바람직하게는 적어도 97 중량%의 락트산, 더 바람직하게는 적어도 99 중량%의 락트산, 더욱 더 바람직하게는 적어도 99.5 중량%의 락트산 및 가장 바람직하게는 적어도 99.9 중량%의 락트산을 포함한다. 따라서 본 발명의 일 양태에 따른 공정으로 얻은 락트산은 순도가 높고, 예를 들어 합성 공정, 식품 적용 및 화장품 적용에 직접 사용하기에 적합하다.

[0079] 얻은 락트산은 특히 락타이드 및/또는 폴리락트산의 제조에 적합하며, 여기서 락트산의 중합 동안 락테이트와 같은 불순물의 존재로 인해 락트산 모이어티의 바람직하지 않은 라세미화가 발생하여 품질이 낮은 락타이드 및 폴리락트산이 생성될 수 있다. 일반적으로 금속 이온의 양은 5ppm 미만이어야 한다. 예를 들어, 락트산에 20ppm 만큼 낮은 수량의 황화나트륨이 존재하면 폴리락트산 생성물의 광학 순도에 부정적인 영향을 미친다.

[0080] 당업자에게 공지된 임의의 기존의 공정은 락트산을 함유하는 출발 물질이 본원에 기재된 공정을 통해 제조된다면 락타이드 및/또는 폴리락트산의 상기 제조에 사용될 수 있다.

[0081] 본원에 기재된 공정은 유리하게는 낮은 전력 소비를 수반하고 폐부산물이 전혀 또는 실질적으로 생성되지 않는 것을 보장한다.

[0082] 본 발명의 양태는 하기 실시예에 의해 추가로 예시되지만, 이에 제한되거나 이에 의해 제한되지는 않는다.

[0083] 실시예 1: 락트산나트륨 용액의 부분 전기투석.

[0084] Electrocell 전기투석 모듈(스웨덴)에는 Fumatech FBM 양극성 멤브레인과 Neosepta CMB 양이온 교환 멤브레인이 장착되었다. 2개의 전극 구획과 1개의 공급 구획이 있는 설정이 사용되었다. 양극성 및 양이온 교환 멤브레인의 멤브레인 면적은 0.01 m^2이었다. 제1 구획은 양극성 멤브레인의 애노드 및 양이온 교환측으로 구성되었고,

제2 공급 구획은 양극성 멤브레인의 음이온 교환측 및 양이온 교환 멤브레인으로 구성되었고, 제3 구획은 양이온 교환 멤브레인 및 캐소드로 구성되었다. 높은 전도도를 보장하기 위해 물 중 2 중량% 황산을 애노드 구획을 통해 순환시켰다. 20 중량% 락트산나트륨 용액을 공급물로서 중간 구획을 통해 순환시켰다. 캐소드측에서 고전도도를 확보하고 생산된 수산화나트륨을 수집하기 위해 8 중량% 수산화나트륨 용액을 캐소드 구획을 통해 순환시켰다. 3개의 용액을 전기투석 모듈을 통해 500ml 유리 완충액으로부터 250ml/분의 속도로 연동 펌프로 순환시켰다. 유리 완충액 용기는 이중벽이 있고 3개 구획의 온도는 수조를 사용하여 40 내지 60℃에서 유지되었다. 황산, 수산화나트륨은 시약 등급이었고, Purac 락트산나트륨는 고순도 식품 등급 품질이었다.

[0085] 전기투석 실험은 일정한 7.5A DC 전류에서 수행되었다. 실험에서 모듈의 공급 구획 내의 락트산나트륨 용액은 양이온 교환 멤브레인을 통한 나트륨 제거를 통해 배치 방식으로 산성화되어 캐소드 구획에서 수산화나트륨을 형성하는 반면, 양극성 멤브레인에서 생성된 양성자는 원래 락테이트 염 이온과 함께 락트산을 형성하였다.

[0086] 실험은 모든 락테이트가 전환될 때까지 약 230분 동안 지속되었다. 실험 시작에 락트산나트륨 용액은 고전도도을 갖고 전압은 9.5 내지 10.5V에서 상대적으로 일정하였다. 180분 후 락트산나트륨의 80%가 락트산으로 전환되었으며 잔류 나트륨 함량은 0.84 중량%였고, 전압은 12V로 증가하였다. 용액의 pH는 초기 pH 6.0에서 3.1로 감소하였다. 210분 후, 전환율은 94%로 증가하였고, 잔류 나트륨 함량은 0.25 중량%로 감소했으며, 전압은 16V로 증가하였고, pH는 2.56으로 감소하였다. 225분 후, 전환율은 98%로 증가하였고, 잔류 나트륨 함량은 0.06 중량%로 감소했으며, 전압은 22.4V로 증가하였고, pH는 2.56으로 감소하였다. 이러한 시간 간격의 신속한 전압 증가는 공급 용액의 전도도가 점차 낮아지는 결과이다. 이러한 전압 증가로 인해 잔류 락트산나트륨을 전환하기 위한 전력 소비가 신속히 증가한다. 이러한 결과는 전기투석을 수행하여 최대 98%의 부분 전환율을 달성함으로써 경제적인 공정을 얻을 수 있음을 나타낸다.

[0087] 그러나, 상이한 조건 하에서, 특히 수성 매질 중 1가 락테이트 염의 초기 농도가 30 중량% 이상 및 최대 40 중량%인 경우, 충분히 경제적일 수 있는 전체 공정을 유지하면서 최대 99 중량%의 전기투석을 수행할 수 있다. 이는 예를 들어 락트산을 단리하기 위해 진공 증류를 수행하지 않고 락트산을 회수하기 위해 이온 교환 수지를 사용하는 것과 같은 다른 방법을 선택하는 방법의 경우일 수 있다. 이는 더 높은 시작 농도를 사용하고 전기투석 전에 물 제거의 일부를 수행하는 경우에도 해당될 수 있다. 이러한 상황에서, 진공 증류를 수행하지 않거나 물 분할 증발 전에 물 증발을 수행하여 절약된 에너지는 98 중량% 초과, 예를 들어, 최대 99 중량%의 전환율까지 올라가는 데 필요한 에너지를 보상할 수 있으며, 여전히 경제적으로 실행 가능한 공정을 제공한다.

[0088] 180 내지 210분의 시간 간격에서 전류와 패러데이 법칙에 기초한 이론적인 질량 흐름과 락테이트, 락트산 및 나트륨의 분석 데이터에 기초한 실제 질량 흐름으로 계산한 전류 효율은 0.68이었다. 210 내지 225의 시간 간격에서 전류 효율은 0.64로 떨어졌고, 98% 초과의 전환율에서 전류 효율이 0.36 이하로 떨어졌다. 이는 더 높은 전환율에서 에너지 투입 자체가 증가한다는 것을 의미하지만 소비되는 전기 에너지 중 점점 더 적은 양의 전기 에너지가 전환에 사용된다는 의미이기도 한다.

[0089] 실시예 2. 락트산과 락트산나트륨 용액으로부터의 락트산의 증류.

[0090] 98.4 그램의 60 중량% 식품 등급 락트산나트륨 용액을 4310 그램의 49 중량% 식품 등급 락트산 용액에 첨가하여 락트산과 락트산나트륨 용액을 제조하였다. 이 용액은 전기투석 후 부분 전환을 통해 얻어지고 물을 증발시켜 농축한 락트산과 락트산나트륨의 혼합물을 대표한다. 유리 실험실 단경로 증류(SPD) 장치를 사용하여 이 용액을 추가로 농축한 다음, 이로부터 락트산을 증류하였다.

[0091] 사용된 실험실 SPD 장치는 UIC에서 제작한 유리 KDL4 유형 장치였다. SPD 장치는 본질적으로 이중벽 컬럼으로, 오일 배스를 사용하여 100℃ 초과의 온도까지 가열할 수 있다. 액체(즉, 락트산/락트산 공급 용액)는 연동 펌프로 펌핑하여 SPD 장치의 상단으로 공급될 수 있다. 상단으로부터 펌핑되는 액체로부터 SPD 장치 컬럼의 내벽에 액체 필름이 생산될 수 있는 방식으로 SPD 장치에는 상단 교반기와 와이퍼가 장착되어 있다. SPD 장치의 상단은 -60℃에서 콜드 핑거에 의해 이중벽을 통해 간접적으로 냉각되는 유리 칼럼, 오일 작동식 진공 펌프 및 진공계와 압력 밸브를 갖춘 압력 제어 장치를 포함하는 진공 시스템에 연결된다. 진공과 고온을 적용하면 락트산과 같이 끓는점이 상대적으로 높은 화합물이 공급물로부터 증발될 수 있다. 증발된 락트산은 55℃의 물로 냉각되는 내부 응축기가 장착된 SPD 장치에서 응축될 수 있다. 락트산은 SPD 장치의 내부 응축기 바로 아래에 위치한 유리 전구에 수집될 수 있다. 증발되지 않은 공급물 일부는 이중벽 SPD 컬럼 바닥의 측벽에 있는 유출구를 사용하여 수집할 수 있다. SPD 장치의 내부 응축기에 갇혀 있지 않은 증기는 콜드 핑거로 작동되는 진공 섹션의 유리 기둥에 갇혀 있다.

[0092] 먼저 공급 용액을 탈수를 위해 SPD 장치 위로 유도하였다. 오일 온도는 120℃이고, 진공 압력은 100 mbar이고, 공급 속도는 10 ml/min이었다. SPD 장치의 내부 응축기는 수돗물로 작동되었다. 락트산과 락트산나트륨의 탈수 혼합물 336g의 분획을 수집하고 즉시 SPD 장치를 다시 통과시켰다. 이제 오일 온도는 130℃이고, 진공 압력은 6mbar이고, 공급 유량은 15ml/분이고, SPD 장치의 내부 응축기는 55℃로 냉각되었다. 이 제2 SPD 단계에서는 공급물의 최소 절반이 증류되어 정제된 락트산으로 회수되었으며, 락트산의 전체 회수 수율은 65%(원래 공급물에 존재하는 락트산의 총 중량을 기준으로 함)이다. 이 제2 단계에서 SPD 장치로의 공급물에는 5500 내지 6000ppm의 나트륨이 함유된 반면, 락트산 생성물에는 112ppm의 나트륨만 함유되어 있었고, 즉, 정제 계수는 약 49 내지 54이다. 따라서, 단경로 증류(SPD) 장치를 사용하여 락트산과 락트산나트륨의 원래 혼합물로부터 락트산의 대부분을 순수한 형태로 회수할 수 있다.

[0093] 실시예 3. 락트산칼륨 용액의 부분 전기투석.

[0094] 모델 락트산칼륨 용액으로부터 락트산을 제조하기 위해 양극성 및 양이온성 멤브레인의 다중 셀 쌍이 있는 파일럿 전기투석 장치를 배치 실험에 사용하였다. 락트산칼륨 용액은 식품 등급의 60 중량% 락트산칼륨 용액(Purac의 PURASAL® HiPure P)을 물의 첨가에 의해 34 중량% 농도의 락트산칼륨으로 희석하여 얻었다.

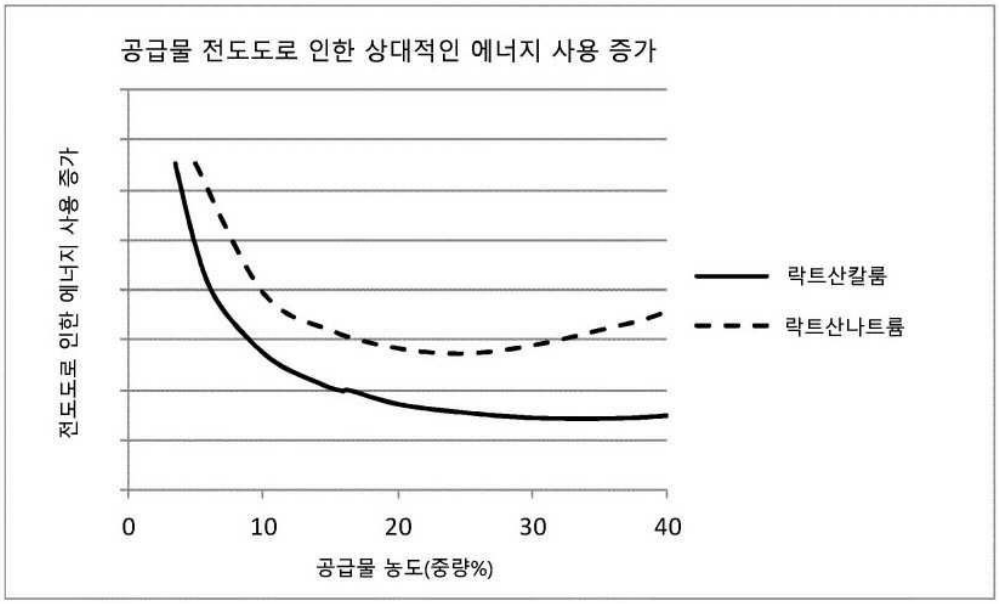
[0095] 회분식에서, 34중량% 락트산칼륨 용액의 20kg 공급물은 상기 파일럿 전기투석 장치에서 물 분할 전기투석을 통해 락트산으로 전환되었다. 실험은 76분 동안 지속되었으며, 그 후 88몰%의 전환율이 얻어졌다. 생성된 용액의 락트산 농도는 26 중량%이고, 잔류 락트산칼륨 농도는 2.0 중량%였다. 실험의 처음 70분에서, 평균 전압은 약 42V였으며 마지막 6분 동안 전압은 49V까지 상승하여 더 높은 전환율에서 에너지 사용량이 증가하는 것을 보여준다. 평균 전류 효율은 0.78이었다.

[0096] 이 실험은 물 분할 전기투석을 통해 락트산을 얻기 위한 시작 용액으로서 34 중량%의 1가 락테이트 용액의 적합성을 예시한다. 또한, 34 중량%의 1가 락테이트 농도에서 시작하면 27 중량%의 락트산 용액이 생성되는데, 이는 이는 더 낮은 농도의 1가 락테이트 염에서 시작할 때 얻은 용액보다 더 농축된다 (예를 들어, 21 내지 23 중량%의 1가 락테이트 염 용액으로 시작할 때 전형적으로 17 중량%의 락트산의 용액이 얻어질 수 있다). 이는 시작 1가 락테이트 염 용액의 농도가 상대적으로 낮은(예를 들어, 30 중량% 미만, 25 중량% 미만 또는 심지어 10 중량% 미만) 공정에서 물은 바람직하게는 더 높은 1가 락테이트 농도, 예를 들어 적어도 30 중량% 이상(예컨대 이 예에서와 같이 34 중량%의 락트산칼륨 용액)으로 시작하기 위해 전기투석 전에 제거될 수 있다는 것을 의미한다. 결과적으로 물 분할 전기투석을 수행한 후 제거해야 하는 물이 더 적다. 이는 예를 들어 1가 락테이트 염이 발효 과정에서 유래되는 경우일 수 있다.

[0097] 수행된 실험과 1가 락테이트 용액의 이론적 전도도(데이터 및 이론적 모델은 표시되지 않음)로부터, 유사한 조건에서 락트산나트륨 용액의 물 분할 전기투석을 젖산나트륨 용액의 물분해 전기투석과 비교하면, 용액의 전도성으로 인한 에너지 사용 증가는 락트산나트륨 용액으로 시작할 때 더 큰 것으로 밝혀졌다(도 1). 이는 동일한 조건에서 락트산나트륨 용액을 사용할 때와 비교하여 락트산칼륨 용액을 사용할 때 더 낮은 에너지 소비를 달성할 수 있음을 의미한다. 또한, 도 1에서 알 수 있듯이 락트산칼륨에 대한 최적의 낮은 에너지는 30 내지 40 중량%(도 1)의 농도, 특히 30 중량% 초과 및 최대 40 중량%의 농도에서 작업할 때 발견된다.

도면

도면1



도 1 농축된 1가 락테이트 염 용액의 물 분할 전기투석의 에너지 프로파일