

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 378 946**

51 Int. Cl.:
C07C 67/08 (2006.01)
C07C 67/54 (2006.01)
C07C 69/68 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 96 Número de solicitud europea: **09780717 .6**
96 Fecha de presentación: **16.07.2009**
97 Número de publicación de la solicitud: **2321251**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **18.05.2011**

54 Título: **Procedimiento continuo de obtención de un éster láctico**

30 Prioridad:
30.07.2008 BE 200800424

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
19.04.2012

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
19.04.2012

73 Titular/es:
Galactic S.A.
Place d'Escaffles 23
7760 Escaffles, BE

72 Inventor/es:
HOTTOIS, Delphine;
BRUNEAU, Alexandre;
BOGAERT, Jean-Christophe y
COSZACH, Philippe

74 Agente/Representante:
Curell Aguilá, Mireia

ES 2 378 946 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Procedimiento continuo de obtención de un éster láctico.

5 Campo de la invención

La presente invención se refiere a un procedimiento continuo de obtención de un éster láctico purificado a partir de una disolución de ácido láctico en exceso y de un alcohol.

10 Ámbito de la invención

Los ésteres lácticos son unos ésteres hidroxilados, encontrándose algunos naturalmente en pequeñas cantidades en una gran variedad de alimentos que incluye el vino, los cítricos, etc. Se presentan en forma líquida, incoloros, poseen un olor característico y son miscibles en agua y en numerosos disolventes. Estos ésteres lácticos son unos disolventes sintetizados a partir de materias renovables, se trata por consiguiente de disolventes verdes o biodisolventes, utilizados comúnmente en las preparaciones farmacéuticas, como aditivo alimenticio y como aroma. Sin embargo, se utilizan más frecuentemente en combinación con otros disolventes o en sustitución de disolventes tóxicos.

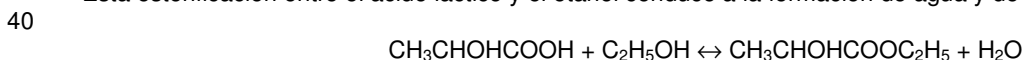
20 Estado de la técnica

Las dos formas ópticamente activas de ácido láctico (L-LA) y (D-LA) pueden dar un éster láctico en dos formas estereoisoméricas, el éster L-láctico y el éster D-láctico.

En la continuación de la descripción, se expondrá la invención a partir del ácido láctico de forma L(+), pero se podrá aplicar a la otra forma enantiomérica o a la mezcla de estas últimas. Se entiende por ácido láctico cualquier disolución acuosa de ácido láctico que tenga una pureza en ácido láctico variable y de concentración que puede variar entre 50 y 100% en masa y preferentemente entre 80 y 100% en masa. Se entiende que estas disoluciones son unas mezclas de agua y de monómeros, dímeros, trímeros de ácido láctico.

La presente invención es aplicable a diferentes ésteres plásticos y a sus alcoholes respectivos como por ejemplo, el metanol, en el caso del lactato de metilo o el butanol para el lactato de butilo. Sin embargo, en la continuación de la descripción, con el fin de simplificar su comprensión, se particularizará la invención al éster en forma de lactato de etilo.

El método de producción del lactato de etilo utilizado más frecuentemente a nivel industrial se realiza a partir de ácido láctico y de etanol, el cual puede ser obtenido asimismo a partir de recursos renovables, por medio de una reacción de esterificación, tal como se describe en particular en las patentes FR 2 848 208 A1 y FR 2 848 209 A1. Esta esterificación entre el ácido láctico y el etanol conduce a la formación de agua y de lactato de etilo:



La reacción de esterificación es una reacción química equilibrada, es decir que una parte del agua y del lactato de etilo formado pueden reaccionar juntos para volver a dar el ácido láctico y el etanol inicial. Se trata en este caso de una hidrólisis. Las reacciones de esterificación tienen la reputación de ser atérmicas, es decir que su $\Delta_r H^\ominus(298 \text{ K})$ es próximo a cero.

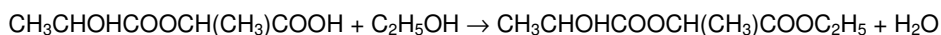
La reacción de esterificación se cataliza por los ácidos ya sean minerales, como por ejemplo el ácido sulfúrico, el ácido clorhídrico, el ácido paratoluensulfónico, u orgánicos (pudiendo el ácido láctico desempeñar él mismo el papel de catalizador).

Debido a la polifuncionalidad del ácido que comprende una función carboxílica y una función alcohol, es posible observar unas esterificaciones intermoleculares sucesivas que conducen a la formación de oligómeros:



Según la concentración inicial de las disoluciones de ácido láctico monomérico, se establece un cierto equilibrio de distribución entre los diferentes oligómeros. Esta reacción de oligomerización es una reacción espontánea entre dos moléculas de ácido láctico. Por el contrario, en presencia de alcohol, esta reacción es menor, incluso inexistente. En este ámbito y con el fin de suprimir estas reacciones, los procedimientos industriales se muestran en presencia de un gran exceso de etanol según, por ejemplo, las patentes FR 2 848 208 A1 y FR 2 848 209 A1 y, generalmente, la relación molar etanol/ácido láctico es superior a 2:1.

Por otra parte, el hecho de que el ácido láctico se oligomeriza espontáneamente puede inducir a la formación de oligómeros de lactato de etilo durante la esterificación. En efecto, tal como el ácido láctico, los diferentes oligómeros pueden reaccionar con el etanol según la reacción:



5 Por otra parte, durante la purificación del lactato de etilo, se puede observar asimismo la formación de oligómeros de lactato de etilo obtenidos mediante transesterificación de dos moléculas de ésteres:



10 Esta reacción tiene lugar durante el calentamiento del lactato de etilo durante la etapa de purificación y está favorecida por una catálisis ácida. Con el fin de evitar esta transesterificación, será preferible disminuir la temperatura de trabajo, por ejemplo trabajando al vacío.

15 La producción del lactato de etilo a partir de ácido láctico y de etanol no es, por lo tanto, evidente de aplicar debido a:

1. La formación espontánea de agua tras los diferentes mecanismos enunciados anteriormente durante la esterificación. Ahora bien, está última:

20 * provoca, bajo ciertas condiciones, la hidrólisis del lactato de etilo en ácido láctico,

* supone la formación de un azeótropo entre el etanol y el agua, que necesita una etapa suplementaria de purificación del etanol,

25 * puede suponer la formación de un azeótropo entre el lactato de etilo y el agua, complicando su separación,

2. La formación espontánea de oligómeros de lactato de etilo durante la reacción de esterificación, que complica la purificación del éster.

30 Descripción detallada de la invención

En la continuación de la descripción, los porcentajes indicados se expresarán siempre en peso y las relaciones se referirán a relaciones molares. Asimismo, el ácido láctico y el etanol son considerados puros o en disolución acuosa.

35 La presente invención evita estos inconvenientes permitiendo al mismo tiempo obtener el lactato de etilo purificado mediante esterificación de una disolución de ácido láctico por el etanol. El procedimiento se caracteriza porque 1) la reacción se realiza en presencia de un exceso de ácido láctico, en el que se introduce directamente el etanol con el fin de realizar una catálisis óptima, la reacción está por lo tanto auto-catalizada, 2) se extrae en continuo únicamente la fase vapor compuesta por agua, por etanol, por lactato de etilo formado así como por trazas de ácido láctico a una temperatura comprendida entre 110 y 140°C y preferentemente entre 115 y 125°C bajo un vacío de 15 a 40 kPa absoluto. Esta mezcla gaseosa se inyecta a aproximadamente media altura de una primera columna de destilación, que trabaja a esta misma presión reducida en la que se separan en dos fracciones: una primera recogida en la parte superior de la columna y rica en agua, etanol y lactato de etilo y una segunda mezcla obtenida en la parte inferior de la columna, rica en ácido láctico. La fracción que sale en la parte superior se dirige después a aproximadamente media altura de una segunda columna de destilación, que trabaja asimismo a presión reducida, preferentemente inferior a la primera columna, para separar el lactato de etilo de la mezcla etanol-agua.

De manera más general, el procedimiento se caracteriza porque comprende las etapas siguientes:

50 a) Reacción de esterificación de una composición que comprende un alcohol en presencia de una composición que comprende ácido láctico en exceso, estando el exceso caracterizado por una relación molar ácido láctico/alcohol comprendida entre 1,1:1 y 50:1;

b) Extracción de una fase vapor de este medio de reacción, cargada en éster láctico, alcohol, agua y trazas de ácido láctico;

55 c) Destilación de la fase vapor obtenida en la etapa b) para recuperar en la parte superior el éster láctico, el alcohol y el agua;

60 d) Destilación de la fracción obtenida de la etapa c) para recuperar en la parte inferior el éster láctico purificado.

El procedimiento descrito en la presente invención se caracteriza por lo tanto porque el etanol puede ser sustituido por un alcohol que contiene de 1 a 12 carbonos, tal como el metanol, el etanol, el n-butanol, el isobutanol, el sec-butanol, el terc-butanol, el n-propanol, el isopropanol, el 2-etilhexanol, el 2-etilbutanol, el hexanol.

65 El éster láctico purificado y en particular el lactato de etilo purificado obtenido mediante el procedimiento descrito en la invención corresponde al grado convencional disponible en el mercado y está caracterizado por una pureza igual

o superior a 97%, un contenido en agua igual o inferior a 0,3%, una acidez inferior a 0,1% y un color inferior a 50 Hazen.

5 Según la presente invención, la reacción de esterificación se puede llevar a cabo a presión atmosférica o bajo presión, preferentemente entre 15 y 300 kPa absolutos y a una temperatura comprendida entre 110 y 200°C.

10 El reactor de esterificación se llena previamente con una carga de ácido láctico y se calienta a 100°C. La reacción consiste, a partir de los 100°C, en la adición continua de una disolución de ácido láctico por la parte alta del reactor y de etanol anhidro o azeotrópico, líquido o gaseoso, por el fondo, con el fin de dispersarlo en todo el volumen de reacción gracias al móvil de agitación. Cualquier equipo que permita mejorar la dispersión del etanol en el medio (difusor, spray u otro) se puede considerar en el ámbito de la presente invención. Asimismo, cualquier perfil de agitación que permita mejorar la dispersión del etanol en el medio (agitador mono-escalonado o multi-escalonado, turbina de tipo "rushton" u otro) se puede considerar en el ámbito de la presente invención. El reactor tendrá idealmente una geometría que favorece la dispersión del etanol (aumentada por la altura del líquido) y la vaporización de la fase gaseosa (aumentada por el diámetro del reactor). La utilización de etanol anhidro es preferible pero no indispensable. El etanol se caracteriza porque contiene como mínimo 30% de etanol. La relación molar etanol/ácido láctico con el que se alimenta el reactor de esterificación está comprendida preferentemente entre 1:1 y 5:1.

20 En el marco de la presente invención, una parte del etanol reacciona con el ácido láctico para producir lactato de etilo y agua. Además, se utiliza como agente separador para favorecer la extracción de los volátiles del medio de reacción. Sin embargo, se debe tener cuidado al controlar esta fracción con el fin de evitar un procedimiento de alto consumo energético debido a un bucle demasiado importante de etanol.

25 La particularidad de la presente invención reside en el hecho de que:

- aunque la alimentación de los agentes reactivos se realiza de tal manera que el etanol esté en exceso, debido a su acción de separador, la reacción de esterificación tiene lugar en medio ácido. La esterificación es posible por lo tanto por la extracción en continuo de la fase gaseosa limitando al mismo tiempo el arrastre de acidez.
- no es necesario emplear un catalizador, puesto que el agente catalizador está ya en cantidad suficiente en el medio de reacción debido al exceso de ácido láctico, estando la reacción por consiguiente auto-catalizada.

35 Según dicho procedimiento, la fracción recogida en la parte superior de la primera columna presenta una acidez residual inferior a 0,5% (para 100% de lactato de etilo), y preferentemente inferior a 0,2% con el fin de evitar la oligomerización del éster, reacción descrita anteriormente. Este valor de acidez se puede obtener, por ejemplo, ajustando el porcentaje de reflujo de la columna de destilación.

40 Según la invención, estos condensados que salen en la parte superior son dirigidos a continuación hacia una segunda columna de destilación en la que se inyectan a media altura de la columna. Esta mezcla de etanol-agua-lactato de etilo se somete a una destilación preferentemente bajo presión reducida, preferentemente inferior o igual a 10 kPa absolutos, de la cual se recupera en la parte superior de la columna una mezcla de etanol-agua y en la parte inferior, el lactato de etilo purificado; destilación dirigida con el fin de reducir al máximo el tiempo de estancia de la mezcla. El procedimiento de la invención permite producir un lactato de etilo purificado.

45 La fase etanol-agua sustraída en la parte superior de la segunda columna de destilación puede estar, según un modo de realización, separada en una columna de destilación que funciona bajo presión reducida o a presión atmosférica según la composición del etanol deseada. También se puede tratar mediante un procedimiento de destilación azeotrópica.

50 Según otro modo de realización de la invención, la deshidratación de la mezcla etanol-agua se puede efectuar por medio de la técnica PSA "Pressure Switch Adsorption" y que consiste en efectuar la adsorción selectiva del agua sobre un lecho de tamiz molecular haciendo pasar en él la mezcla azeotrópica. El etanol anhidro recuperado está ventajosamente reciclado en el medio de reacción.

55 La mezcla etanol-agua, según otro modo de la invención, se puede tratar mediante pervaporación. Se trata de un procedimiento de separación de los constituyentes mediante vaporización parcial a través de una membrana densa que presenta una afinidad preferente para uno de sus constituyentes.

60 La figura 1 describe de manera esquemática un modo de realización particular de la invención. Este dispositivo comprende:

- un reactor (1) provisto de un móvil de agitación y eventualmente de contra-palas, de una sonda de temperatura, de una alimentación en etanol (2) y en ácido láctico (3);
- una primera columna de destilación (4) con relleno, rehervidor, condensador y sistema de reflujo, alimentada en

forma gaseosa a través del conducto de alimentación (5) que procede del reactor, provista de una salida en la parte superior (6) de la mezcla etanol-agua-lactato de etilo y de una salida en la parte inferior (7) del lactato de etilo que contiene ácido láctico;

- 5 - una segunda columna de destilación (8) con relleno provista asimismo de un rehervidor, de un condensador y de un sistema de reflujo, alimentada en fase líquida por los condensados de la parte superior de la primera columna a través del conducto de alimentación (6), provista de una salida en la parte superior (9) de la mezcla etanol-agua y de una salida (10) que contiene el lactato de etilo purificado.

10 Los siguientes ejemplos ilustran la presente invención.

Ejemplos

Ejemplo 1

15 Se introduce previamente en el reactor de esterificación, de una capacidad de 9 m³, una carga de 500 kg de ácido láctico de concentración 100% másica. El producto se agita y se calienta a 100°C bajo una presión reducida de 27,5 kPa absolutos.

20 Cuando el ácido láctico está a temperatura, se introducen en continuo 165,5 kg/h de etanol anhidro y 100 kg/h de ácido láctico 100%, equivalente a un ratio molar etanol/ácido láctico de 3,6:1. La esterificación se muestra a 130°C, bajo una presión reducida de 27,5 kPa absoluta.

25 Una parte del etanol reacciona con el ácido láctico para producir lactato de etilo y agua, y la otra parte se utiliza como agente separador para favorecer la extracción de los volátiles del medio de reacción. Esto induce por lo tanto que la reacción de esterificación tenga lugar en exceso de ácido láctico en el reactor.

30 Se extrae en continuo del medio de reacción la fase volátil que comprende el agua, el etanol, el lactato de etilo y trazas de ácido láctico. La temperatura de estos vapores se eleva a 120°C. Esta mezcla presenta una acidez inferior o igual a 0,2% (equivalente a 100% en lactato de etilo).

35 Esta fase gaseosa se inyecta en continuo en una primera columna de destilación en la que sufre una destilación bajo presión reducida (27,5 kPa absoluto). La columna trabaja a un índice de reflujo de 2. Una primera fracción recogida en la parte superior, a una temperatura de 70°C, está compuesta por:

- 47% de etanol,
- 21% de agua,
- 32% de lactato de etilo

40 La fracción en la parte inferior de columna se recoge a una temperatura de 137°C y está constituida por 10% de ácido láctico y 90% de lactato de etilo. Esta mezcla se recicla hacia el reactor de esterificación.

45 La fracción recogida en la parte superior de la primera columna se inyecta después en forma líquida en una segunda columna de destilación con el fin de purificar el éster. Esta columna trabaja bajo una presión de 10 kPa absolutos y un índice de reflujo de 0,2. El éster purificado se recoge en la parte inferior de la columna a una temperatura de 82°C y está compuesto por lactato de etilo de pureza superior a 95%. La mezcla etanol-agua se recupera en la parte superior de columna a una temperatura de 30°C.

50 La evolución de la composición del lactato de etilo recogido en el rehervidor en la parte inferior de la segunda columna se recoge en la tabla siguiente:

Tiempo	Contenido en agua (%)	Acidez (%)	Color (Hazen)	Contenido en etanol (%)	Contenido en lactato de etilo (%)
Fase de inicio y puesta en marcha de las columnas					
5 horas	0,12	0,04	5	0,2	99,64
8 horas	0,08	0,02	13	0,1	99,88
10 horas	0,06	0,05	9	0,5	99,39
24 horas	0,1	0,06	5	0,3	99,54
2 días	0,08	0,01	12	0,1	99,81
3 días (*)	0,05	0,07	9	0,4	99,48
3 días	0,05	0,09	18	0,4	99,46
4 días	0,11	0,05	11	0,2	99,64

(*) Muestra extraída directamente en la salida de relleno y no en el rehervidor.

Ejemplo 2

En este ejemplo, el procedimiento expuesto en el ejemplo 1 se repite con un etanol que contiene 70% de agua.

5 La fracción recogida en la parte superior de la primera columna, a una temperatura de 70°C está en este caso compuesta por:

- 14,1% de etanol,
- 69,9% de agua,
- 10 - 16% de lactato de etilo

Por lo tanto, se puede observar que el procedimiento permite la utilización de un etanol cargado en agua pero que la importancia de su contenido impacta sobre la productividad en lactato de etilo.

15 **Ejemplo 3**

Durante ensayos en matraces de destilación por lotes de una mezcla etanol-agua-lactato de etilo-ácido láctico, se ha constatado varias veces que la destilación del etanol y después del agua se efectuaba correctamente pero que, en cuanto éstos desaparecían, la destilación del lactato de etilo ya no funcionaba correctamente. Se observa que la pureza del lactato de etilo obtenido en la parte superior disminuye en el tiempo y que el índice de oligómero en la parte inferior de la columna aumenta de manera significativa.

20 Se ha supuesto que la presencia de ácido láctico catalizaba la reacción de oligomerización del lactato de etilo y que este último estaba claramente amplificado cuando el medio de reacción se encontraba desprovisto de agua y de etanol, únicos compuestos capaces de hidrolizar o transesterificar los oligómeros formados.

25 Con el fin de verificar este efecto, se efectuaron varios experimentos de destilación a presión atmosférica sobre unas mezclas sintéticas.

30 El dispositivo experimental está constituido por un matraz de 500 ml destinado a recibir la mezcla a destilar. Este último se inserta en un calentamatraces agitado cuya potencia de calentamiento se regula a su máximo. La columna se llena con un relleno no estructurado y se aísla del aire ambiente. En la parte superior de la columna y en el matraz se disponen dos termómetros que permiten seguir la evolución de la temperatura de los vapores y la de la mezcla. Los vapores son recuperados en un condensador de agua. Los condensados son recuperados en un matraz de 250 ml y pesados regularmente. La columna utilizada no comprende reflujo.

35 Las mezclas de síntesis contienen todas inicialmente 10% de etanol, 30% de agua y como mínimo 58% de lactato de etilo en función de la cantidad de ácido láctico introducida (2%, 1%, 0,5% y 0,2% en masa).

40 La figura 2 recoge la evolución de la temperatura de los vapores en la parte superior de la columna para cada ensayo de destilación en función del tiempo.

45 Se observa que, si la primera parte de la separación se efectúa correctamente (extracción del etanol y del agua), la destilación del lactato de etilo es más delicada. Si se sigue la evolución de la temperatura en la parte superior de la columna a destilar en función del tiempo, se encuentran tres niveles de temperatura que corresponden a las temperaturas de ebullición del etanol puro y, muy próximo, del azeótropo agua/etanol (78°C), del agua pura (100°C) y del lactato de etilo puro (154°C). Durante estos ensayos, se observa que durante 15 minutos la temperatura en la parte superior sigue constante, próxima a 154°C y después disminuye con bastante rapidez.

50 Por el contrario, para la mezcla que contiene inicialmente 0,2% de ácido láctico, esta temperatura en la parte superior sigue constante. Se trata del valor umbral debajo del cual la presencia de ácido láctico ya no perturba la destilación.

55 De estos ensayos, se ha podido determinar así el contenido máximo en ácido láctico en la fracción recogida en la parte superior de la primera columna de destilación, contenido idealmente inferior o igual a 0,2%.

Ejemplo 4

60 En este ejemplo, el procedimiento expuesto en el ejemplo 1 se repite en el caso del metano y de un exceso de ácido láctico.

Los resultados obtenidos después de 24 h y 3 días de funcionamiento se recogen en la tabla siguiente:

Tiempo	Contenido en agua (%)	Acidez (%)	Color (Hazen)	Contenido en lactato de metilo (%)
24 horas	0,2	0,17	7	99,09
3 días	0,3	0,12	9	99,58

Ejemplo 5

5 El procedimiento es similar al ejemplo 1 para la síntesis del lactato de butilo a partir de n-butanol y de un exceso de ácido láctico.

El éster obtenido después de 24h de funcionamiento presenta una pureza de 99,5%, una acidez de 0,05% y un contenido en agua de 0,25%.

10 Ejemplo 6

El procedimiento expuesto en el ejemplo 1 se reitera con el fin de sintetizar el lactato de 2-etilhexanol.

15 Los resultados obtenidos después de varios días de funcionamiento se recogen en la tabla siguiente:

Tiempo	Contenido en agua (%)	Acidez (%)	Color (Hazen)	Contenido en lactato de 2-etilhexanol (%)
1 día	0,02	0,03	13	99,95
6 días	0,11	0,07	20	99,82

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento continuo de obtención de un éster láctico, caracterizado porque comprende las etapas siguientes:
- 5 a) Reacción de esterificación de una composición que comprende un alcohol en presencia de una composición que comprende ácido láctico en exceso;
- b) Extracción de una fase vapor de este medio de reacción, cargada de éster láctico, alcohol, agua y trazas de ácido láctico;
- 10 c) Destilación de la fase vapor obtenida en la etapa b) para recuperar en la parte superior el éster láctico, el alcohol y el agua;
- d) Destilación de la fracción obtenida de la etapa c) para recuperar en la parte inferior el éster láctico purificado.
- 15 2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el alcohol contiene de 1 a 12 carbonos tal como el metanol, el etanol, el n-butanol, el isobutanol, el sec-butanol, el terc-butanol, el n-propanol, el isopropanol, el 2-etilhexanol, el 2-etilbutanol, o el hexanol.
- 20 3. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la composición de ácido láctico presenta una concentración en ácido comprendida entre 50 y 100% en masa en agua.
4. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la composición de alcohol presenta una concentración comprendida en alcohol entre 30% y 100% en masa en agua.
- 25 5. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la reacción de esterificación se realiza bajo presión de 15 a 300 kPa absolutos.
- 30 6. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la esterificación se realiza a una temperatura comprendida entre 110 y 200°C.
7. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la mezcla de reacción de esterificación tiene una relación molar ácido láctico/alcohol comprendida entre 1,1:1 y 50:1.
- 35 8. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la reacción de esterificación se realiza con una relación molar de la mezcla alcohol/ácido láctico alimentada en continuo comprendida entre 1:1 y 5:1.
- 40 9. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la fracción extraída en la parte superior de la primera columna de destilación tiene una acidez inferior a 0,5% en masa (para 100% de éster láctico).
10. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el éster láctico purificado presenta una pureza igual o superior a 97%.

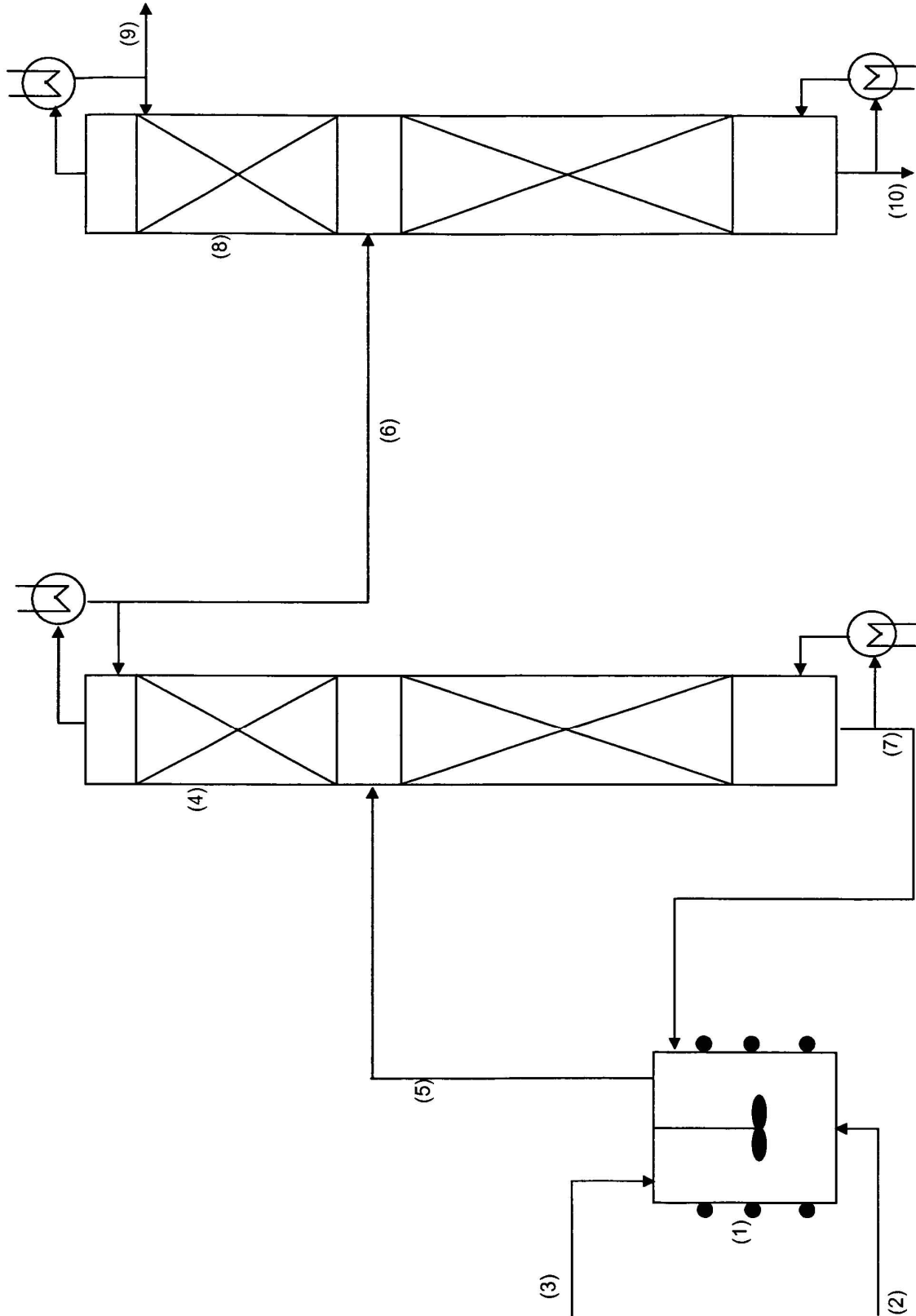


Fig . 1

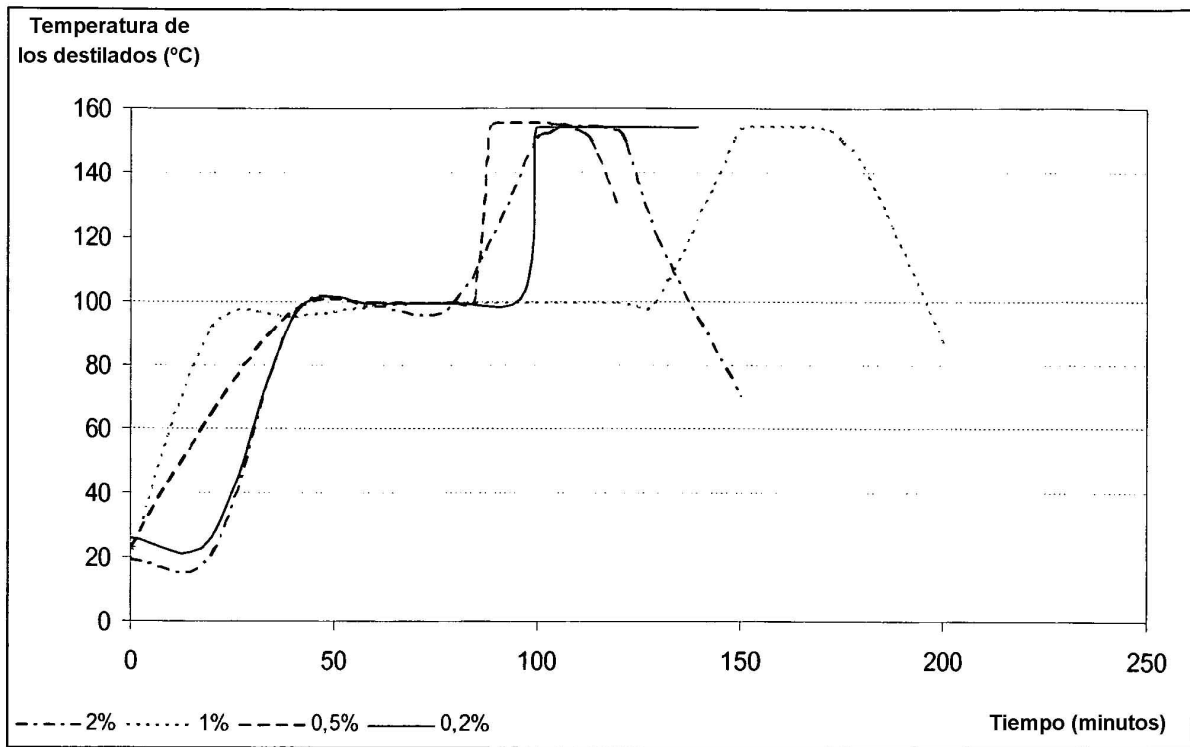


Fig. 2