

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 546 199**

51 Int. Cl.:

C12P 7/56 (2006.01)

C07C 51/41 (2006.01)

C07C 51/44 (2006.01)

C07C 51/48 (2006.01)

C07C 59/08 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **08.02.2011 E 11702067 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **17.06.2015 EP 2534252**

54 Título: **Proceso de fabricación de ácido láctico**

30 Prioridad:

08.02.2010 EP 10152963

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

21.09.2015

73 Titular/es:

**PURAC BIOCHEM BV (100.0%)
Arkelsedijk 46
4206 AC Gorinchem, NL**

72 Inventor/es:

**BAETS, PETER JOHANNES MARIE y
GROOT, WILLEM JACOB**

74 Agente/Representante:

TOMAS GIL, Tesifonte Enrique

ES 2 546 199 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

Proceso de fabricación de ácido láctico

5 [0001] La presente invención pertenece a un proceso de fabricación de ácido láctico de alta pureza de una manera económica.

10 [0002] El ácido láctico se fabrica frecuentemente a través de la fermentación de carbohidratos por microorganismos. Una característica común a todos los procesos de fermentación es la necesidad de neutralizar los ácidos excretados por los microorganismos. Una caída del pH por debajo de un valor crítico, dependiendo del microorganismo usado en el proceso, podría dañar el proceso metabólico del microorganismo y llevar el proceso de fermentación a una paralización. Por lo tanto, es una práctica común añadir una base en los medios de fermentación para controlar el pH. Esto resulta en que el ácido láctico se produzca estando presente en los medios de fermentación en forma de sal de lactato.

15 [0003] A pesar de la práctica antigua para producir ácido láctico a través de la fermentación, uno de los desafíos en la producción de ácido láctico sigue siendo obtener el ácido de una forma relativamente pura mientras al mismo tiempo se realiza el proceso de una manera económica en una escala que sea comercialmente atractiva.

20 [0004] La electrodiálisis es uno de los procesos de purificación que se pueden utilizar en la producción de ácido láctico a través de la fermentación. La electrodiálisis de separación de agua permite en particular la conversión directa de sal de lactato en ácido láctico y base. En este tipo de electrodiálisis se usan generalmente membranas bipolares para dividir agua en H^+ y OH^- respectivamente, que combinan con el anión y catión de sal de lactato respectivamente, dando como resultado la producción de soluciones separadas de ácido láctico y base.

25 [0005] El documento WO 99/19290 revela técnicas para procesar mezclas de ácido láctico/sal de lactato. Las mezclas preferidas para el procesamiento se obtienen de caldos de fermentación, preferiblemente de procesos de fermentación realizados a un pH de 4,8 o inferior. Las técnicas generalmente afectan a la provisión de ácido láctico y corrientes de lactato independientes a partir de las mezclas.

30 [0006] El documento WO 2005/123647 describe un proceso para la producción de ácido láctico a partir de un medio de compresión de lactato de magnesio que se puede proporcionar a través de la fermentación. El lactato de magnesio se reacciona con un hidróxido de sodio, calcio y/o amonio para formar hidróxido de magnesio y la correspondiente monovalente y/o bivalente sal de lactato. Como medio para convertir sal de lactato en ácido láctico el documento sugiere la electrodiálisis bipolar o la adición de un ácido mineral fuerte. No obstante, tales conversiones no se incluyen en los procesos ejemplificados en este documento.

35 [0007] El documento US 5,766,439 describe un proceso para la producción de ácido láctico que incluye los pasos de producción de ácido láctico mediante fermentación, añadiendo una base de calcio para convertir el ácido láctico en lactato cálcico y sometiendo la solución de lactato cálcico a una reacción con iones de amonio para producir lactato de amonio. Este documento revela además que el lactato de amonio se puede tratar mediante electrodiálisis de separación de sal (es decir de separación de agua) para formar amoniaco y ácido láctico. No obstante, el documento se refiere a la pérdida de rendimiento y al consumo de energía como dos de los mayores inconvenientes de la electrodiálisis de separación de sal, y los procesos ejemplificados en este documento no comprenden el uso de electrodiálisis.

40 [0008] El documento EP 0 393 818 describe un proceso para la producción y purificación de ácido láctico que comprende los pasos de producción de sal de lactato a través de la fermentación, sometiendo el caldo de fermentación a un proceso de electrodiálisis de desalación para recuperar la sal de lactato como una solución de sal de lactato concentrado y sometiendo la solución salina a la electrodiálisis de separación de agua para formar una base y ácido láctico. El producto de ácido láctico es tratado después con un intercambiador iónico fuertemente ácido en la forma ácida para eliminar cualquier catión de sodio u otros cationes seguido de un intercambiador iónico básico débil en la forma de base libre para eliminar cualesquiera iones de sulfato o ácido sulfúrico y para obtener un producto altamente purificado de ácido láctico. La desventaja de usar intercambiadores de iones es la necesidad de regenerar las resinas de intercambio iónico, lo que genera productos residuales. Este documento no sugiere someter la sal de lactato obtenida a través de fermentación a una reacción de intercambio de sal.

45 [0009] El uso de la electrodiálisis de separación de agua en medios acuosos proporcionados por la fermentación, en particular para la producción de ácidos orgánicos, ha sido limitado por la necesidad de eliminar productos derivados de la fermentación de la alimentación (por ejemplo azúcar, proteína y aminoácidos). Tal material derivado de la fermentación interfiere negativamente en el proceso de electrodiálisis de separación de agua, por ejemplo, contaminando las membranas permeables a los iones y aumentando el consumo de energía.

50 [0010] Por ejemplo, el documento WO 96/41021 hace referencia a métodos y equipos para reducir la contaminación de membranas selectivas de iones usadas en la purificación electrodiálítica de ácidos orgánicos. En particular, al uso de nanofiltración y agentes quelantes para la eliminación de impurezas de un material de alimentación orgánico que

contiene ácido. Según este documento, los alimentos adecuados para la electrodiálisis de separación de agua tienen una concentración de azúcar inferior a 0,03 % en peso aproximadamente, un contenido de material proteínico inferior al 0,05 % en peso aproximadamente y una concentración de compuesto polivalente inferior al 0,01 % en peso aproximadamente.

5 [0011] Existe todavía una necesidad de un proceso de producción de ácido láctico que proporcione ácido láctico de alta pureza y que se pueda realizar de una manera económica con un consumo de energía bajo, sin producir cantidades sustanciales de componentes no reutilizables (es decir productos residuales) y sin pérdida de rendimiento sustancial.

10 [0012] La presente invención proporciona tal proceso, es decir el proceso tal y como se define en la reivindicación 1. En este proceso el lactato, el lactato de magnesio proporcionado por la fermentación, es tratado mediante intercambio de sal para proporcionar una solución acuosa de una sal de lactato monovalente que es especialmente adecuada para la electrodiálisis de separación de agua. El ácido láctico de alta pureza se produce luego usando electrodiálisis de separación de agua con conversión parcial del lactato al ácido, separando el ácido láctico de la sal de lactato mediante la separación vapor-líquido y reciclando la sal de lactato al ajuste de concentración previo al proceso de electrodiálisis.

15 [0013] Por consiguiente, la presente invención pertenece a un proceso para la preparación de ácido láctico que comprende los pasos de:

- 20 a) proporcionar un medio acuoso que comprenda lactato de magnesio;
 b) añadir al medio acuoso que comprende lactato de magnesio una base monovalente para formar un medio acuoso que comprenda una sal de lactato monovalente soluble en agua y una base sólida de magnesio;
 25 c) separar la base sólida de magnesio del medio acuoso que comprende la sal de lactato monovalente soluble en agua;
 d) ajustar la concentración de la sal de lactato monovalente en el medio acuoso a un valor de entre el 10 y 30 % en peso;
 e) someter el medio acuoso que comprende la sal de lactato monovalente a electrodiálisis de separación de agua,
 30 para producir una primera solución que comprende una base monovalente y una segunda solución que comprende ácido láctico y sal de lactato monovalente, realizando la electrodiálisis a una conversión parcial de 40 a 98 % de mol;
 f) separar la segunda solución que comprende ácido láctico y sal de lactato monovalente en ácido láctico y una solución que comprende sal de lactato monovalente por la separación vapor-líquido;
 35 g) reciclar la solución del paso f) que comprende sal de lactato monovalente al paso d).

[0014] La realización de la electrodiálisis de separación de agua a una conversión parcial del 40 a 98 % de mol y posteriormente el reciclado de la sal de lactato restante al paso de electrodiálisis resulta ventajosamente en un proceso óptimo con un consumo de energía bajo y ninguna pérdida sustancial de rendimiento.

40 [0015] Además, el proceso como se describe por la presente no produce prácticamente productos residuales, debido a que todos compuestos formados y separados en los diferentes pasos pueden ser reciclados. La base de magnesio separada en el paso c) puede usarse por ejemplo en el proceso de fermentación y la solución que comprende la base monovalente de el paso e) puede utilizarse en el paso de intercambio de sal b). El paso de separación f) también contribuye a minimizar la cantidad de componentes no reutilizables debido a que no genera otros productos residuales.

45 [0016] El medio acuoso que comprende sal de lactato de magnesio puede proporcionarse preferiblemente mediante un proceso de fermentación. La sal de lactato de magnesio ya está presente generalmente en un medio acuoso cuando deja la fermentación. En tal proceso, una fuente de carbohidrato se fermenta a ácido láctico mediante un microorganismo de producción de ácido láctico. Durante la fermentación, se añade una base de magnesio como agente neutralizador. Esto da como resultado la formación de un medio acuoso que comprende la sal de lactato de magnesio correspondiente.

50 [0017] El anión base de la base de magnesio se elige preferiblemente de al menos uno de hidróxido, carbonato e hidrogenocarbonato, y más preferiblemente es hidróxido. Aunque se prefiere el uso de magnesio como catión base, también se puede usar otro catión de metal alcalinotérreo, tal como un catión de calcio. La cantidad de base de metal alcalinotérreo añadida está determinada por la cantidad de ácido láctico producido y se puede determinar a través del control del pH del medio de fermentación.

55 [0018] La biomasa (es decir material de célula microbiana) se puede eliminar del caldo de fermentación antes del siguiente procesamiento del medio con lactato. La eliminación de biomasa puede efectuarse, por ejemplo, mediante métodos convencionales que incluyen filtración, flotación, sedimentación, centrifugado, floculación y combinaciones de los mismos. Queda dentro del alcance del experto en la materia determinar un método apropiado. Otros tratamientos opcionales anteriores a siguiente procesamiento incluyen lavado, filtración, (re)cristalización,
 60 concentración y combinaciones de los mismos. El magnesio es un metal alcalinotérreo preferido, puesto que el uso de una base de magnesio produce ventajosamente la formación de lactato de magnesio en una forma cristalina

apropiada para permitir la separación del material cristalino del caldo de fermentación que incluye la biomasa. La separación de lactato de magnesio puede realizarse mediante cualquier técnica de tratamiento conocida para separaciones sólidas/líquidas. Puede hacerse por ejemplo a través de filtración usando un filtro con un tamaño de los poros adecuado para retener lactato de magnesio en el filtro y para permitir la posterior eliminación de impurezas mediante el lavado de la torta de filtración. La separación de biomasa mencionada arriba no se necesita en principio a menos que se desee procesar más o (re)utilizar el caldo de fermentación restante para usos específicos.

[0019] El lactato de magnesio así purificado es especialmente adecuado para otros procesamientos como se describe por la presente y en particular cuando se usa la electrodiálisis de separación de agua, donde los productos derivados de la fermentación (por ejemplo azúcar, proteína, aminoácidos) pueden interferir negativamente, por ejemplo, aumentando el consumo de energía y contaminando las membranas permeables a los iones. El medio acuoso que comprende la sal de lactato de magnesio, (paso a) está sujeto a una reacción de intercambio de sal (paso b), donde una base monovalente se añade a dicho medio acuoso para formar una sal de lactato monovalente y una base de metal alcalinotérreo sólida. Ver también el documento WO 2005/123647, que describe el uso de una base de magnesio en la fermentación de ácido láctico y la reacción de intercambio de sal entre lactato de magnesio y una base monovalente.

[0020] La base monovalente añadida es preferiblemente un hidróxido, carbonato y/o hidrogenocarbonato, más preferiblemente un hidróxido, de un catión monovalente, siendo el catión monovalente sodio, potasio, litio, amonio, monoalquilamonio, dialquilamonio, trialquilamonio, o tetraalquilamonio, preferiblemente sodio o potasio y más preferiblemente sodio. El uso de bases de sodio y potasio resulta ventajosamente en una conversión más alta de sal de lactato de magnesio a sal de lactato monovalente que cuando se usan las bases de amonio. Esto es relevante para preparar un producto con un contenido de iones de magnesio bajo adecuado para la electrodiálisis de separación de agua. Los iones de magnesio residuales pueden eliminarse sin embargo mediante métodos conocidos por el experto en la materia, tal como el uso de resinas para intercambiar iones.

[0021] La cantidad de base monovalente se determina mediante consideraciones estequiométricas y de pH. Se puede preferir usar un exceso de base para obtener una conversión alta y asegurar la eliminación de prácticamente todos los iones alcalinotérreos metálicos del lactato. En general, se prefiere realizar la reacción de intercambio de sal en dos pasos, donde en el primer paso el pH está entre 9 y 12, preferiblemente entre 9,5 y 11, y en el segundo paso el pH se aumenta ligeramente a un pH entre 10,5 y 12.

[0022] La base de metal alcalinotérreo formada en la reacción de intercambio de sal se encuentra típicamente en forma sólida mientras que la sal de lactato monovalente está disuelta en el medio acuoso. Los dos componentes pueden por lo tanto ser separados mediante procesos de separación sólido-líquido convencionales, tales como filtración y/o sedimentación.

[0023] La base de metal alcalinotérreo obtenida después de la separación se puede reciclar en el proceso de fermentación.

[0024] Tratamientos adicionales, tales como el tratamiento de intercambio iónico, el tratamiento de carbón activado, electrodiálisis de desalación, dilución, concentración y/o filtración (por ejemplo nanofiltración) se pueden realizar antes de la electrodiálisis de separación de agua. Por ejemplo, como medida de seguridad para prevenir un nivel de metal alcalinotérreo demasiado alto en el medio acuoso que comprende la sal de lactato monovalente, se puede realizar un paso de intercambio iónico antes de la electrodiálisis para bajar el contenido de metal alcalinotérreo del mismo.

[0025] No obstante, el proceso como se describe en este caso ventajosamente no necesita tales tratamientos adicionales, especialmente cuando el lactato se proporciona a través de fermentación y se añade una base de magnesio en el proceso de fermentación para proporcionar caldo de fermentación de lactato de magnesio. En particular, se ha demostrado que el uso de una base de magnesio para la neutralización durante la fermentación, que como se ha mencionado anteriormente proporciona lactato de magnesio en una forma cristalina apropiada, excluye la necesidad de otros pasos de purificación generalmente requeridas para eliminar la materia derivada de la fermentación (por ejemplo azúcar, proteína y aminoácido) de alimentos para usar en la electrodiálisis de separación de agua. Esto baja ventajosamente la complejidad, la demanda de potencia y los costes generalmente asociados a tales procesos electrodiálisis.

[0026] El medio acuoso que comprende la sal de lactato monovalente es sometido después a la electrodiálisis de separación de agua.

[0027] La concentración inicial de sal de lactato monovalente en el medio acuoso que está sujeta a electrodiálisis (la solución alimenticia) está entre el 10 y 30 % en peso. Preferiblemente, la concentración de sal de lactato monovalente está entre el 20 y 25 % en peso. Dependiendo de la concentración de sal, el medio acuoso que comprende la sal de lactato monovalente obtenido después de la reacción de intercambio de sal, es decir después del paso de separación c), se puede utilizar directamente como alimento para la electrodiálisis, o, si es necesario, puede ser diluido o concentrado para ajustar la concentración de sal antes de la electrodiálisis de separación de

agua. La concentración se puede realizar por ejemplo mediante evaporación o electrodiálisis convencional.

5 [0028] La concentración de sal de lactato monovalente en el medio acuoso se puede determinar mediante métodos conocidos por el experto en la materia, por ejemplo usando medidas de conductividad y análisis de espectrometría de masas de Plasma Inductivamente Acoplado.

10 [0029] La electrodiálisis de separación de agua se realiza hasta obtener una conversión parcial de 40 a 98 % de mol. Preferiblemente, la electrodiálisis se realiza hasta obtener una conversión parcial de 40 a 95 % de mol, de forma más preferible de 50 a 95 % de mol, incluso de forma más preferible de 60 a 95 % de mol, incluso de forma más preferible de 70 a 90 % de mol, incluso de forma más preferible de 80 a 90 % de mol, y de la forma más preferible de aproximadamente 85 % de mol. Una primera solución que comprende una base monovalente y una segunda solución que comprende ácido láctico y sal de lactato monovalente se producen en este proceso.

15 [0030] Una conversión parcial de 40 a 98 % de mol significa que de 40 a 98 % de mol de sal de lactato monovalente presente en la solución nutritiva se convierte en ácido láctico. Esto resulta en la segunda solución producida por la electrodiálisis que comprende ácido láctico en una cantidad de 40 a 98 % de mol, calculado sobre la cantidad molar total de ácido láctico y lactato presente en la solución.

20 [0031] El grado de conversión se puede monitorizar midiendo la conductividad de la segunda solución usando métodos conocidos por el experto en la técnica.

25 [0032] Además del nivel de conversión y la concentración de sal inicial de la solución nutritiva, la conductividad de la segunda solución dependerá de la temperatura del proceso de electrodiálisis. Cuanto más alta sea la temperatura a la que se realiza la electrodiálisis, mas bajo será el consumo de energía. Por lo tanto, la temperatura de trabajo se elige para optimizar el consumo de energía sin comprometer el rendimiento y la vida de las membranas permeables específicas a los iones. Generalmente, la electrodiálisis de separación de agua se realiza a una temperatura de entre 25 °C y 40 °C. No obstante, se prefiere llevar a cabo la electrodiálisis a una temperatura superior a 50 °C, por ejemplo entre 60 °C y 80 °C, para permitir un consumo de energía bajo y la posibilidad de recuperación de calor.

30 [0033] La electrodiálisis de separación de agua como se describe en este caso se puede realizar utilizando un equipo convencional y métodos convencionales. Preferiblemente la electrodiálisis de separación de agua se realiza en un equipo de electrodiálisis provisto de una membrana intercambiadora de cationes y una membrana bipolar. Una célula de electrodiálisis de separación de agua normal comprende una unidad de dos compartimentos. El medio acuoso que comprende la sal de lactato monovalente se introduce en el compartimento de sal/ácido (o compartimento de alimentación). Los cationes monovalentes se transportan del compartimento de sal/ácido al compartimento básico a través de la membrana intercambiadora de cationes para producir la primera solución que comprende la base monovalente. Simultáneamente, los iones H⁺ se transportan al compartimento de sal/ácido para producir la segunda solución que comprende ácido láctico y sal de lactato monovalente.

40 [0034] Se prefiere aplicar la electrodiálisis de separación de agua a sales de lactato monovalentes de sodio y potasio. Cuando se usa lactato de amonio, se debe tener cuidado para controlar la emisión de amoníaco tóxico resultante de la generación de hidróxido amónico.

45 [0035] La segunda solución producida por la electrodiálisis de separación de agua se separa en ácido láctico y una solución que comprende sal de lactato monovalente. La separación se consigue mediante la separación vapor-líquido.

50 [0036] El ácido láctico se separa de la sal de lactato monovalente mediante la separación vapor-líquido. La separación vapor-líquido se puede realizar mediante destilación o evaporación. Se prefiere la destilación, puesto que proporciona una separación sustancialmente completa del ácido de la sal. La solución que comprende ácido láctico y sal de lactato monovalente se puede concentrar antes de la destilación. La destilación se realiza preferiblemente en una unidad de destilación al vacío. Se ha comprobado que la destilación al vacío es especialmente adecuada para separar ácido láctico de sal de lactato en una situación donde la mezcla de ácido láctico y sal de lactato se obtiene por electrodiálisis de separación de agua que se realiza hasta obtener una conversión parcial como se describe en este caso y donde la base de magnesio se usa para la neutralización en la fermentación. Un proceso adecuado y/o equipo para la concentración y destilación al vacío se describe en el documento WO 01/38283.

60 [0037] El proceso de destilación puede comprender dos o más pasos de destilación, el primer paso de destilación se realiza preferiblemente a una temperatura de 80 a 150 °C, preferiblemente de 100 a 140 °C, y una presión de entre 50 y 250 mbares, preferiblemente entre 60 y 150 mbares, y el segundo paso de destilación se realiza preferiblemente a una temperatura de 80 a 200 °C, preferiblemente de 100 a 200 °C, y una presión de entre 0,01 y 50 mbares, preferiblemente entre 0,1 y 20 mbares. El primer paso de destilación puede comprender una combinación de uno o varios evaporadores de película con columnas de destilación y sirve al propósito de concentrar el flujo del producto de ácido láctico/lactato de sodio tan alto como sea posible.

65 [0038] El segundo paso de destilación también puede comprender una combinación de uno o varios evaporadores

de película con una o varias unidades de destilación. En el segundo paso de destilación, la mayoría del ácido láctico se destila en el producto del primer paso de destilación, preferiblemente al vacío, formando una fracción superior que comprende la mayoría del ácido láctico y un residuo de destilación (fracción inferior) que comprende el lactato sódico. El segundo paso de destilación se puede realizar en uno o varios dispositivos de destilación de corto recorrido (SPD) con un condensador interno. No obstante, para reducir la contaminación rociando impurezas en el ácido láctico condensado, es decir para minimizar el contenido de sodio en el producto de ácido láctico destilado, se prefiere el uso de una unidad de destilación al vacío como se describe en las Figuras 5A y 5B del documento ya mencionado anteriormente WO 01/38283 (ver página 10, línea 17, a página 11, línea 7), ya que esta configuración específica impide que se produzca cualquier rociado. Preferiblemente, el segundo paso de destilación comprende un evaporador de película (preferiblemente una película de caída, una película renovada o un evaporador de película fina) que está al fondo del evaporador directamente en conexión con o se conecta a través de una conexión específica con forma de U con una unidad de destilación al vacío que comprende un embalaje y preferiblemente un dispositivo refrigerante de modo que se pueda accionar bajo reflujo. En el evaporador de película, el ácido láctico se lleva a la fase de vapor después de la cual éste entra a la destilación al vacío a través de la conexión en el fondo donde es destilado posteriormente.

[0039] Se prefiere además someter al producto del primer paso de destilación (la primera fracción inferior) a un paso de preparación (denominado "preflash") antes de que sea sometido a un segundo paso de destilación, la presión en este paso de preparación es preferiblemente la misma que la usada en la segunda destilación. Esta forma de realización preferida tiene la ventaja de que se elimina una cantidad residual de agua y gases disueltos antes de que el producto sea sometido al segundo paso de destilación. El uso de un preflash permite aumentar el contenido de ácido láctico/lactato de sodio de modo que en el segundo paso de destilación es posible obtener tanto un producto de ácido láctico más puro como lograr un procedimiento más estable.

[0040] La separación líquido-líquido puede comprender extracción, y, para la recuperación de ácido láctico del solvente cargado, retroextracción, u otras técnicas. La separación líquido-líquido también puede comprender filtración, por ejemplo, ultrafiltración, microfiltración, nanofiltración, ósmosis inversa o decantación.

[0041] La separación sólido-líquido puede comprender un paso de cristalización. Por ejemplo, el ácido láctico se puede cristalizar en una unidad de cristalización estática, mediante cristalización fraccional, mediante cristalización de suspensión y/o mediante cristalización de columna de lavado. Los cristales se pueden separar entonces de la fase líquida de los cristales de solución mediante filtración o centrifugado. La cristalización puede comprender un paso de concentración, tal como un paso de evaporación de agua, un paso de enfriamiento y/o un paso de clasificación y uno o varios pasos de lavado. La separación sólido-líquido, y en particular la cristalización, tiene la desventaja de que, para asegurar un producto de alta pureza, el rendimiento en la recuperación es generalmente bajo. Por ejemplo, el documento US 2004/0116740 muestra que después de una primera cristalización el rendimiento en la recuperación de ácido láctico es aproximadamente del 46% y el factor de purificación es 15-20, que es la proporción de la cantidad de impurezas en el producto antes y después de la cristalización. Para conseguir un factor de purificación entre 100-160, se requiere un segundo paso de cristalización y el rendimiento total luego cae al 22 %.

[0042] La solución que contiene la sal de lactato monovalente obtenida después de la separación, normalmente contiene al menos un 5 % en peso de sal de lactato, preferiblemente al menos un 30 % en peso de sal de lactato en base al peso total de ácido láctico y lactato, se recicla en la electrodiálisis de separación de agua. Este paso de reciclaje garantiza que no se sufre ninguna pérdida sustancial de rendimiento como consecuencia de la conversión parcial del lactato en ácido láctico durante la electrodiálisis de separación de agua.

[0043] El producto de ácido láctico obtenido después del paso de separación f) puede estar en forma sólida, en forma líquida o en solución, y generalmente comprende al menos un 95 % en peso de ácido láctico, preferiblemente al menos un 97 % en peso de ácido láctico, de forma más preferible al menos un 99 % en peso de ácido láctico, incluso de forma más preferible al menos un 99,5 % en peso de ácido láctico y de la forma más preferible al menos un 99,9 % en peso de ácido láctico. El ácido láctico obtenido mediante el proceso según la invención es por lo tanto de alta pureza y es adecuado para uso directo en, por ejemplo, procesos sintéticos, aplicaciones alimenticias y aplicaciones cosméticas.

[0044] El ácido láctico obtenido es especialmente adecuado para la preparación de lactida y/o ácido poliláctico, donde durante la polimerización de ácido láctico la presencia de impurezas, tales como sales de lactato, puede suponer la racemización indeseable de fracciones de ácido láctico que conducen a una lactida y a un producto de ácido poliláctico de calidad inferior. En general la cantidad de iones metálicos debería estar por debajo de 5 ppm. Por ejemplo, el documento US 5,258,488 muestra que la presencia de sulfuro de sodio, en cantidades tan bajas como 20 ppm, en el ácido láctico afecta negativamente a la pureza óptica del producto de ácido poliláctico (Ejemplo 1).

[0045] Cualquier proceso convencional conocido por el experto en la técnica se puede utilizar para dicha producción de lactida y/o ácido poliláctico con la condición de que la materia prima que contiene ácido láctico sea hecha a través del proceso como se describe por la presente.

[0046] El proceso como se describe en este caso se acompaña ventajosamente de un consumo de energía bajo y asegura que no se genera ningún o sustancialmente ninguno de los productos residuales.

5 [0047] La presente invención se ilustra además con los siguientes Ejemplos.

Ejemplo 1. Electrodiálisis parcial de la solución de lactato de sodio.

10 [0048] Un módulo de electrodiálisis Electrocell (Suecia) fue equipado con una membrana bipolar Fumatech FBM, y una membrana intercambiadora de cationes Neosepta CMB. Se usó un compartimento de configuración con dos electrodos y un compartimento de alimentación. Las áreas membranosas de la bipolar y la membrana intercambiadora de cationes era 0,01 m². El primer compartimento comprendía el ánodo y el lado del intercambiador de cationes de la membrana bipolar, el segundo compartimento de alimentación comprendía el lado del intercambiador de aniones de la membrana bipolar y la membrana intercambiadora de cationes, y el tercer compartimento comprendía la membrana intercambiadora de cationes y el cátodo. Un 2 % en peso de ácido sulfúrico en agua fue circulado a través del compartimento del ánodo para asegurar una conductividad alta. Un 20 % en peso de la solución de lactato sódico fue circulado, a través del compartimento medio como alimentación. Un 8 % en peso de la solución de hidróxido sódico fue circulado a través del compartimento cátodo para asegurar una conductividad alta en el lado del cátodo, y para recoger el hidróxido sódico producido. Las tres soluciones fueron circuladas con una bomba peristáltica a 250 ml/min de un depósito de vidrio de 500 ml sobre el módulo de electrodiálisis. El recipiente del depósito de vidrio estaba doblemente aislado y la temperatura a través de los tres compartimentos se mantuvo entre 4 y 60 °C al baño maría. El ácido sulfúrico, hidróxido sódico eran de grado reactivo, y el lactato sódico Purac era de calidad alimentaria de alta pureza.

25 [0049] El experimento de electrodiálisis se realizó a una corriente constante de 7,5 A DC. En el experimento la solución de lactato de sodio en el compartimento de alimentación del módulo fue acidificado por remesas mediante la eliminación de sodio a través de la membrana intercambiadora de cationes para formar hidróxido sódico en el compartimento cátodo, mientras los protones generados por la membrana bipolar formaban ácido láctico con los iones de lactato originales.

30 [0050] El experimento duró aproximadamente 230 min, cuando se convirtió todo el lactato. Al principio del experimento la solución de lactato de sodio presentaba una conductividad alta y el voltaje era relativamente constante de 9,5 a 10,5 V. Después de 180 min el 80% del lactato de sodio había sido convertido a ácido láctico, con un contenido de sodio residual del 0,84 % en peso, y el voltaje aumentó a 12 V. El pH de la solución disminuyó a 3,1 de un pH inicial de 6,0. Después de 210 min la conversión había aumentado a 94%, el contenido de sodio residual había disminuido a 0,25 % en peso, el voltaje había aumentado a 16 V, y el pH había disminuido a 2,56. Después de 225 min la conversión había aumentado a 98%, el contenido de sodio residual había disminuido a 0,06 % en peso, el voltaje había aumentado a 22,4 V, y el pH había disminuido a 2,56. El aumento rápido del voltaje en estos intervalos de tiempo es la consecuencia de las conductividades progresivamente inferiores de la solución de alimentación. Este aumento del voltaje produce un aumento rápido en el consumo de energía para convertir lactato de sodio residual. Estos resultados indican que un proceso económico sólo se obtiene realizando la electrodiálisis hasta obtener una conversión parcial de a lo sumo un 98%.

45 [0051] En el intervalo de tiempo de 180-210 minutos la eficiencia real, calculada con los flujos de masa teórica en base a la ley actual y de Faraday, y los flujos de masa real en base a datos analíticos de lactato, ácido láctico y sodio era 0,68. En el intervalo de tiempo de 210-225 la eficiencia real bajó a 0,64, y en conversiones superiores al 98% la eficiencia real bajó a 0,36 o por debajo. Esto significa que en conversiones más altas la entrada de energía aumenta por sí misma pero también significa que cada vez se usa menos energía eléctrica consumida para la conversión.

50 **Ejemplo 2.** Destilación de ácido láctico a partir de una solución de ácido láctico y lactato sódico.

55 [0052] Se preparó una solución de ácido láctico y lactato sódico añadiendo 98,4 gramos de una solución de lactato de sodio al 60 % en peso de calidad alimenticia a 4310 gramos de una solución de ácido láctico al 49 % en peso de calidad alimenticia. Esta solución es representativa de una mezcla de ácido láctico y lactato de sodio que se obtuvo después de la electrodiálisis con conversión parcial y que se concentra mediante evaporación de agua. Se usó una unidad de vidrio de laboratorio para la Destilación de Corto Recorrido (SPD) para concentrar más esta solución, y posteriormente destilar ácido láctico de ella.

60 [0053] La unidad de laboratorio SPD usada fue una unidad de vidrio tipo KDL4, hecha por UIC. La unidad SPD es esencialmente una columna doblemente aislada, que se puede calentar con un baño de aceite a temperaturas por encima de 100 °C. El líquido (es decir la solución de alimentación de lactato/ácido láctico) se puede llenar hasta la parte superior de la unidad SPD bombeándola con una bomba peristáltica. La unidad SPD está equipada con un agitador en la parte superior y escobillas de manera que se puede producir una película líquida en la pared interna del la columna de la unidad SPD del líquido que se bombea desde arriba. La parte superior de la unidad SPD también está conectada a un sistema al vacío, que comprende una columna de vidrio, que está indirectamente

5 enfriada a través de una pared doble por un dedo frío a $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$, una bomba de aceite que funciona al vacío y una unidad de control de presión con un medidor de vacío y una válvula de presión. Aplicando vacío y altas temperaturas un compuesto de ebullición relativamente alto como ácido láctico se puede evaporar de la alimentación. El ácido láctico evaporado puede condensarse después en la unidad SPD, la cual está equipada con un condensador interno enfriado por agua a $55\text{ }^{\circ}\text{C}$. El ácido láctico se puede recoger en un bulbo de vidrio colocado directamente bajo el condensador interno de la unidad SPD. La parte de la alimentación que no se evapora se puede recoger utilizando una válvula de escape en la pared lateral de la parte inferior de la columna SPD con doble aislamiento. Los vapores que no se retienen en el condensador interno de la unidad SPD se retienen en la columna de vidrio en la sección de vacío manejada con el dedo frío.

10 [0054] En primer lugar se condujo la solución alimenticia por la unidad SPD para su deshidratación. La temperatura del aceite era de $120\text{ }^{\circ}\text{C}$, la presión al vacío de 100 mbares, y el índice de alimentación de 10 ml/min. El condensador interno de la unidad SPD se accionó con agua del grifo. Se recogió una fracción de 336 g de una mezcla deshidratada de ácido láctico y lactato de sodio, e inmediatamente se pasó de nuevo por la unidad SPD. En
15 ese momento la temperatura del aceite era de $130\text{ }^{\circ}\text{C}$, la presión al vacío de 6 mbares, la velocidad de flujo de alimentación de 15 ml/min, y el condensador interno de la unidad SPD se enfrió a $55\text{ }^{\circ}\text{C}$. En este segundo paso SPD al menos la mitad de la alimentación fue destilada y recuperada como un ácido láctico purificado. El rendimiento de recuperación total de ácido láctico es de 65 % (en base al peso total de ácido láctico presente en la alimentación original). La alimentación de la unidad SPD en este segundo paso contenía 5500-6000 ppm de sodio, mientras que
20 el producto de ácido láctico sólo contenía 112 ppr de sodio, es decir un factor de purificación de aproximadamente 49-54. Así, el volumen del ácido láctico se puede recuperar en una forma pura a partir de la mezcla original de ácido láctico y lactato de sodio utilizando una unidad de destilación de corto recorrido (SPD).

REVINDICACIONES

1. Proceso para la preparación de ácido láctico que incluye los pasos de:
- 5 a) proporcionar un medio acuoso que comprende lactato de magnesio;
b) añadir al medio acuoso que comprende lactato de magnesio una base monovalente para formar un medio acuoso que comprende una sal de lactato monovalente soluble en agua y una base de magnesio sólido;
c) separar la base de magnesio del medio acuoso que comprende la sal de lactato monovalente soluble en agua;
10 d) ajustar la concentración de la sal de lactato monovalente en el medio acuoso a un valor de entre 10 y 30 % en peso,
e) someter al medio acuoso que la comprende sal de lactato monovalente a electrodiálisis de separación de agua, para producir una primera solución que comprende una base monovalente y una segunda solución que comprende ácido láctico y sal de lactato monovalente, realizando la electrodiálisis a una conversión parcial de 40 a 98 % de mol;
f) separar la segunda solución que comprende ácido láctico y sal de lactato monovalente en ácido láctico y una
15 solución que comprende la sal de lactato monovalente mediante separación vapor-líquido;
g) reciclar la solución del paso f) que comprende la sal de lactato monovalente al paso d).
2. Proceso según la reivindicación 1, donde la separación vapor-líquido comprende destilación.
- 20 3. Proceso según la reivindicación 1 o 2, donde la electrodiálisis se realiza hasta obtener una conversión parcial de 40 a 95 % de mol.
4. Proceso según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, donde la electrodiálisis se realiza hasta obtener una conversión parcial de 80 a 90 % de mol.
- 25 5. Proceso según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, donde la concentración de la sal de lactato monovalente en el medio acuoso de d) se ajusta a un valor entre 20 y 25 % en peso.
6. Proceso según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, donde la primera solución que comprende la base monovalente producida por la electrodiálisis de separación de agua del paso e) se recida al paso b).
- 30 7. Proceso según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, donde la electrodiálisis de separación de agua se realiza en un equipo de electrodiálisis provisto de una membrana de intercambiadora de cationes y una membrana bipolar.
- 35 8. Proceso según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, donde el medio acuoso que comprende el lactato de magnesio se proporciona mediante fermentación, donde se fermenta una fuente de carbohidrato mediante un microorganismo para formar ácido láctico, se añade una base de magnesio como agente neutralizador durante la fermentación para proporcionar lactato de magnesio.
- 40 9. Proceso según la reivindicación 8, donde la base de magnesio es hidróxido de magnesio.
10. Proceso según la reivindicación 8 o 9, donde el medio acuoso que comprende el lactato de magnesio es sometido a un paso de separación para eliminar materia de célula microbiana antes del paso b).
- 45 11. Proceso según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, donde la base monovalente en el paso b) comprende un catión que es un catión de sodio, potasio, litio, amonio, monoalquilamonio, dialquilamonio, trialquilamonio o tetraalquilamonio.
- 50 12. Proceso según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, donde el ácido láctico obtenido después del paso de separación f) comprende al menos un 95 % en peso de ácido láctico.
- 55 13. Proceso para la preparación de lactida y/o ácido poliláctico, que comprende la preparación de ácido láctico usando el proceso según cualquiera de las reivindicaciones precedentes y reaccionando el ácido láctico para formar lactida y/o ácido poliláctico.