



República Federativa do Brasil  
Ministério da Economia  
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

**(11) BR 112017015575-3 B1**



**(22) Data do Depósito: 11/02/2016**

**(45) Data de Concessão: 14/06/2022**

**(54) Título:** MÉTODOS PARA PRODUZIR LACTÍDEO

**(51) Int.Cl.:** C07D 319/12.

**(30) Prioridade Unionista:** 13/02/2015 EP 15155011.8.

**(73) Titular(es):** PURAC BIOCHEM B.V..

**(72) Inventor(es):** WIM JACOB GROOT; JAN VAN KRIEKEN; TANJA DEKIC ZIVKOVIC; ANDRÉ BANIER DE HAAN.

**(86) Pedido PCT:** PCT EP2016052888 de 11/02/2016

**(87) Publicação PCT:** WO 2016/128501 de 18/08/2016

**(85) Data do Início da Fase Nacional:** 20/07/2017

**(57) Resumo:** A presente invenção refere-se a um método para produção de lactídeo compreendendo as etapas de fornecer uma solução de ácido láctico em um solvente orgânico volátil, submeter a solução a uma etapa de evaporação para remover o solvente orgânico volátil e a água, resultando na formação de uma composição compreendendo oligômero de ácido láctico, adicionar catalisador à composição compreendendo oligômero de ácido láctico, e levando a mistura a condições de reação, para formar lactídeo. Constatou-se que o processo de acordo com a invenção resulta na produção eficaz de lactídeo com uma alta taxa de produção e uma qualidade de produção boa.

Relatório Descritivo da Patente de Invenção para "**MÉTODOS PARA PRODUZIR LACTÍDEO**".

[001] A presente invenção pertence a um método para fabricação de lactídeo.

[002] O lactídeo é bem conhecido na técnica como um material de partida para polímero de polilactídeo, que é também indicado como ácido polilático, ou PLA. O PLA é usado em aplicações médicas, por exemplo, em suturas biodegradáveis, grampos, placas de osso, e dispositivos de liberação controlados biologicamente ativos. Além disso, o PLA é um polímero atrativo para muitas aplicações, por exemplo, em embalagem, porque ele é biodegradável, e pode ser obtido de fontes renováveis.

[003] Convencionalmente, o lactídeo é fabricado a partir de ácido láctico por um processo compreendendo as etapas de polimerização de ácido láctico para formar oligômeros de ácido láctico, e despolimerização do oligômeros de ácido láctico na presença de um catalisador, para formar lactídeo. O ácido láctico pode ser obtido de muitas fontes, por exemplo, submetendo-se uma fonte de hidrocarboneto a um meio de fermentação para fabricar ácido láctico, seguido por isolamento do ácido láctico.

[004] Para fazer PLA, uma alternativa para polímeros derivados de petróleo, há a necessidade na técnica de um método para fabricação de lactídeo, que resulta na produção eficiente de lactídeo com uma alta taxa de produção e uma qualidade de produção boa. A presente invenção fornece tal método.

[005] A invenção pertence a um método para produção de um método para produção de lactídeo compreendendo as etapas de

- fornecer uma solução de ácido láctico em um solvente orgânico volátil,
- submeter a solução a uma etapa de evaporação para re-

mover o solvente orgânico volátil e água, resultando na formação de uma composição compreendendo oligômero de ácido láctico,

- adicionar catalisador à composição compreendendo oligômero de ácido láctico, e levando a mistura a condições de reação, para formar lactídeo.

[006] O processo de acordo com a invenção foi descoberto ter um número de vantagens.

[007] Em primeiro lugar, começar uma etapa de fabricação de lactídeo a partir de uma solução de ácido láctico em um solvente orgânico também tem vantagens de processo do ponto de um processo de produção de lactídeo de baixo custo global. Isto será elucidado com mais detalhe abaixo. Além disso, surpreendentemente descobriu-se que a síntese do lactídeo de uma solução de ácido láctico em um solvente orgânico volátil atualmente fornece bons resultados, e pode ainda ser levada a uma taxa de reação maior do que a síntese de lactídeo de uma solução de ácido láctico em água.

[008] As figuras 1 e 2 mostram a porcentagem de lactídeo produzida a partir de pré-polímero durante o tempo para a síntese de Exemplo 1 (Sistema de base aquosa de referência) e, respectivamente, o Exemplo 2 (Sistema baseado em MIBK de acordo com a invenção) e o Exemplo 4 (Sistema baseado em MTBE de acordo com a invenção). A partir das figuras 1 e 2 pode ser visto que os sistemas de acordo com a invenção mostra uma taxa de reação maior do que o sistema comparativo. Isto pode ser usado na configuração de um processo total e em planejamento de equipamento para reduzir custos.

[009] Como indicado acima, o processo de acordo com a invenção é associado com vantagens de processo. Para explicar isto, um processo convencional de fabricação de ácido láctico primeiro será descrito.

[0010] O ácido láctico é frequentemente fabricado por fermentação.

Durante a fermentação, a base é frequentemente adicionada para neutralizar o ácido láctico e manter o pH em uma faixa adequada para o microorganismo que gera o ácido láctico. Estes resultados em uma calda de fermentação compreendendo um sal de ácido láctico. O sal de ácido láctico é tipicamente convertido em ácido láctico por acidificação com um ácido inorgânico forte. Isto pode ser feito no caldo de fermentação como tal, porém também após a remoção de biomassa a partir deste, e outras etapas de purificação opcionais. O resultado é um solução aquosa compreendendo ácido láctico, um sal (dissolvido ou sólido) que resulta da etapa de acidificação (o cátion do sal de lactato e o ânion do ácido) e outros componentes opcionais, tais como um ou mais componentes adicionais que resultam do caldo de fermentação.

[0011] Há várias maneiras em que o ácido láctico pode ser isolado e purificado partindo deste meio aquoso. Os exemplos destes incluem destilação e extração. Onde uma etapa de extração é usada, o meio de fermentação, frequentemente após várias etapas de purificação tais como remoção de biomassa, é conectado com um solvente orgânico, resultando na formação de uma solução de ácido láctico em um solvente orgânico. Esta solução é convencionalmente processada em uma das duas maneiras. Como primeira possibilidade, a solução de ácido láctico em um solvente orgânico é submetida a uma etapa de extração posterior, contactando-a com água. Isto é descrito, por exemplo, no WO00/17378, que descreveu o uso de aminas, álcoois, e éteres, preferivelmente álcool isoamílico, diisopropiléter, e Alamina 336, que é uma amina terciária de alto ponto de ebulição com uma baixa solubilidade em água.

[0012] WO95/03268 descreve a extração de um alimento contendo um ácido carboxílico, por exemplo, ácido láctico, com um solvente oxigenado tendo 4 a 12 átomos de carbono, e tendo pelo menos um grupo funcional selecionado do grupo que consiste em hidroxila, éster,

ceto, éter, carbonila, hidroxila, éster, ceto, éter, carbonila, e amido. O extrato de solvente é subsequentemente extraído novamente com um líquido aquoso. Além disso, WO2013/093028 descreve a extração de ácido láctico a partir de uma mistura aquosa compreendendo ácido láctico e pelo menos 5 % em peso magnésio, cloreto, usando um solvente orgânico selecionado do grupo que consiste em C5+ cetonas, dietiléter, e metil-t-butil éter. A solução de ácido láctico orgânica é submetida a uma etapa de extração posterior contactando-a com água, para formar uma solução de ácido láctico aquosa. No processo desta referência, a combinação de extração-extração posterior torna possível obter uma solução de produto de ácido láctico que é mais concentrada do que a solução de partida de ácido láctico.

[0013] Além da extração posterior, foi também descrito a extração do ácido láctico a partir de uma solução usando um solvente volátil, e em seguida a remoção do solvente. Por exemplo, US2.710.880 descreve a extração de ácido láctico de um meio aquoso compreendendo ácido láctico e um sal soluto usando álcoois ou cetonas tendo 3 a 4 átomos de carbono. No exemplo, o solvente é removido por destilação. GB173.479 descreve um processo análogo.

[0014] GB280969 descreve um processo em que ácido sulfúrico e sulfato de sódio são adicionados a uma solução de ácido láctico a 80%, e a solução é extraída com éter. O extrato é lavado com água para remover contaminantes. Indica-se que o éter pode ser removido em uma "maneira bem conhecida" e reutilizado.

[0015] No processo de acordo com a invenção, em vez de submeter o extractor, compreendendo ácido láctico, a uma etapa de extração posterior ou uma etapa de destilação para recuperar o ácido láctico, e, em seguida, converter o ácido láctico em oligômero de ácido láctico, a solução de ácido láctico em um solvente orgânico volátil é usada diretamente como material de partida na fabricação de lactídeo, que leva à

economia tanto em investimentos em aparatos, quanto em custos de processamento. Além disso, descobriu-se, e surpreendentemente, que o processo de acordo com a invenção leva à formação de lactídeo em boa produção, sem a formação de produtos colaterais não desejados, e mesmo em uma taxa de reação que pode ser aumentada.

[0016] Observa-se que o US2009/0093034 descreve um método para extração de ácido láctico de um licor de fermentação com um pH de 4,8 ou menos, usando um solvente selecionado de tolueno, xileno, mesitileno, etilbenzeno, metanol, etanol, propanol, butanol, e espírito mineral. Estabelece-se que o ácido oligolático pode ser obtido aquecendo-se um meio de fermentação de ácido láctico com um pH de 4,8 ou menos sob pressão reduzida, e lavando com água. Ele também descreve um processo em que um solvente como descrito acima é adicionado a um meio de fermentação, o meio de fermentação contendo o solvente é aquecido para uma temperatura entre o azeótropo do solvente e a água e o ponto de ebulição do solvente para formar oligômeros de ácido láctico, e aquecendo o lico de fermentação para uma temperatura que varia de 60°C ao ponto de ebulição do solvente, para extrair o ácido oligolático do meio de fermentação. Esta referência não descreve, *int. al.*, a conversão direta do produto em lactídeo.

[0017] US2012/0116100 descreve um método para a produção de dímeros cíclicos hidroxicarboxílicos compreendendo uma etapa de despolimerização de oligômeros de ácido hidroxicarboxílicos em que na etapa de despolimerização uma solução de reação é aquecida por meio de transferência de calor de uma passage de meio de aquecimento sob pressão reduzida enquanto a solução de reação segue através de uma passagem de solução de reação horizontalmente fornecida. O uso de um solvente orgânico volátil não é descrito.

[0018] US2011/0155557 descreve um processo para produção de lactídeo de oligômeros de ácido láctico que inclui a etapa de aqueci-

mento do oligômero de ácido láctico na presença de um catalisador em uma temperatura entre 150 e 300°C. O uso de um solvente orgânico volátil não é descrito.

[0019] WO2012/110117 descreve um método para fabricação de um ácido poliidroxicarboxílico, especificamente um ácido polilático por meio de um processo de polimerização de abertura de anel usando lactídeo como material de partida. O lactídeo é removido do produto de polímero, e reciclado para o início da reação. A fabricação de lactídeo através de um processo compreendendo o uso de um solvente orgânico volátil não é descrita.

[0020] US5420304 descreve um processo integrado para a fabricação de ésteres cíclicos por meio de um processo de extração/reação sequencial usando múltiplos solventes. A formação de um oligômero de ácido láctico por evaporação de solvente orgânico volátil e água, seguida pela adição de um catalisador para formar lactídeo não descrita.

[0021] A invenção e suas várias modalidades serão descritas com maiores detalhes abaixo.

[0022] Uma primeira etapa no processo de acordo com a invenção é a provisão de uma solução de ácido láctico em um solvente orgânico volátil.

[0023] Em relação à presente invenção, um solvente orgânico é volátil quando tem um ponto de ebulição em pressão atmosférica que é abaixo de 200°C. Para um solvente ser adequado na presente invenção, require-se que ele não reaja com o ácido láctico sob condições que serão encontradas no processo de acordo com a invenção. Consequentemente, o solvente não deve compreender álcoois em quantidades substanciais, visto que estes podem reagir com o ácido láctico sob a formação de ésteres de ácido láctico. Além disso, o solvente não deve compreender aminas em quantidades substanciais, visto que

estas podem reagir para formar amidas de ácido láctico.

[0024] É preferido que o solvente compreenda menos do que 5% em peso do total de álcoois e aminas, mais em particular menos do que 2% em peso, ainda mais em particular menor do que 1% em peso.

[0025] É também preferido que o solvente não contenha quantidades substanciais de ésteres, visto que eles podem hidrolisar. É, conseqüentemente, preferido que o solvente compreenda menos do que 5% em peso de ésteres, mais em particular menos do que 2% em peso, ainda mais em particular menos do que 1% em peso.

[0026] Além disso, é preferido para o solvente ser usado na presente invenção ter uma solubilidade relativamente alta para ácido láctico. Isto permite que a preparação de uma solução de ácido láctico no solvente de uma concentração relativamente alta, por exemplo, pelo menos 5% em peso, mais em particular pelo menos 10% em peso. De outra forma, o uso de volumes de solvente muito altos serão requeridos. Por esta razão, o uso de alcanos de cadeia linear é considerado menos adequado, e o mesmo vale para compostos aromáticos, tipo tolueno, xileno, mesitileno, e etilbenzeno.

[0027] Os solventes preferidos para uso na presente invenção são aqueles selecionados do grupo compreendendo C2-C10 cetonas e C2-C10 éteres.

[0028] Os solventes particularmente preferidos para uso na presente invenção são aqueles selecionados do grupo compreendendo C2-C8 cetonas e C2-C6 éteres. O uso de metil-isobutil cetona, metil-etil cetona, e 2- ou 3-pentanona foi descoberto ser particularmente atrativo.

[0029] As misturas de compostos podem também ser usados.

[0030] Como indicado acima, a solução de ácido láctico em um solvente orgânico volátil preferivelmente tem uma concentração de ácido láctico de pelo menos 5 % em peso, em particular pelo menos

10% em peso. Não existe nenhum nível máximo para a concentração de ácido láctico, visto que o solvente será evaporado de qualquer maneira. Uma concentração de ácido láctico maior, e, desse modo, um teor de solvente menor exigirá menor evaporação de solvente, o que será atrativo a partir de um ponto de vista comercial. A partir de um ponto de vista prático, a concentração de ácido láctico geralmente será abaixo de 40% em peso.

[0031] A solução de ácido láctico em um solvente orgânico volátil pode conter outros componentes. Em particular, ela pode conter água, especialmente se for derivada de um processo de extração. Visto que a água deverá ser removida para produção de lactídeo, prefere-se que o teor de água seja relativamente baixo. Em particular, prefere-se que o teor de água da solução de ácido láctico em um solvente orgânico volátil seja abaixo de 15% em peso.

[0032] Em uma modalidade, a solução de ácido láctico em um solvente orgânico volátil é obtida extraindo-se o ácido láctico de um meio aquoso, contactando um meio aquoso com o solvente orgânico, e submetendo o meio de reação desse modo obtido a uma etapa de separação etapa de separação de líquido-líquido. Isto será descrito com mais detalhe também na especificação.

[0033] A solução de ácido láctico em um solvente orgânico volátil é submetida a uma etapa de evaporação para remover solvente orgânico e água, resultando na formação de uma composição compreendendo oligômero de ácido láctico.

[0034] A etapa de evaporação pode ser realizada usando métodos conhecidos na técnica. Ela pode, por exemplo, ser realizada em temperatura aumentada em pressão atmosférica, ou em pressão reduzida. A vantagem de preparação em pressão reduzida é que as temperaturas menores pode ser aplicada. O uso de temperaturas menores pode ser atrativo para reduzir a racemização de ácido láctico.

[0035] A etapa de evaporação resulta na formação de uma composição compreendendo oligômero de ácido láctico. Os oligômeros de ácido láctico geralmente têm um grau médio de polimerização de entre 2 e 30, em particular, entre 4 e 20, mais em particular entre 5 e 15. Acredita-se que com um grau médio de polimerização nesta faixa, um equilíbrio foi encontrado entre a limitação da quantidade de oligômeros de baixo peso molecular voláteis por um lado, e por outro lado mantendo a viscosidade em níveis aceitáveis limitando-se a quantidade de oligômeros de muito alto peso molecular. Em relação à presente especificação, o grau médio de polimerização é definido como segue:

$$DP = 1 + (1000/(FA*10/90)-90)/72$$

[0036] Nesta fórmula, DP representa o grau médio de polimerização e FA representa o teor de ácido livre em % em peso, como determinado por meio da titulação.

[0037] A composição pode também conter uma quantidade residual de solvente, por exemplo, na faixa de 0 a 5% em peso, mais especificamente na faixa de 0 a 2% em peso, mais especificamente na faixa de 0 a 0,5% em peso.

[0038] A composição pode também compreender água, por exemplo, na faixa de 0 a 5% em peso, mais especificamente na faixa de 0 a 2% em peso, ainda mais especificamente na faixa de 0 a 0,5% em peso.

[0039] À composição compreendendo oligômero de ácido láctico, um catalisador é adicionado, este que catalisa o processo de despolimerização/ciclização em que oligômeros de ácido láctico são convertidos em lactídeo. Os catalisadores adequados são conhecidos na técnica e incluem óxidos de metal, haletos de metal, pós de metal, compostos de metal orgânicos derivados de ácidos carboxílicos ou similares, e compostos orgânicos tipo guanidina. O uso de um catalisador compreendendo estanho(II) é considerado preferido. O catalisador po-

de, por exemplo, compreender óxido de estanho(II) ou estanho(II)-2-etilexanoato, que é bem conhecido na técnica para este propósito. O catalisador pode, por exemplo, ser adicionado em uma quantidade de 0,01 a 5% em peso, em particular, em uma quantidade de 0,01 a 2% em peso, calculado sobre a quantidade de oligômero de ácido láctico.

[0040] A mistura reacional é em seguida levada a condições de reação para formar lactídeo. As condições de reação adequadas incluem uma temperatura na faixa de 160 a 220°C, mais em particular na faixa de 180 a 200°C, e uma pressão na faixa de 0,1 a 1,5 kPa (1 a 15 mbar). Na formação, o lactídeo evapora, e pode ser coletado, por exemplo, condensando-se em um condensador. Os oligômeros de ácido láctico de ponto de ebulição superior não evaporam. Consequentemente, é possível obter lactídeo em alta pureza.

[0041] O lactídeo obtido pelo processo de acordo com a invenção pode ser também processado por métodos conhecidos na técnica. Dependendo do uso futuro previsto, as etapas de purificação tal como cristalização ou destilação podem ser desejadas.

[0042] O lactídeo (às vezes também referido como dilactídeo) é o dímero cíclico de ácido láctico. O ácido láctico existe em duas formas que são enantiômeros ópticos, designados como ácido D-láctico e ácido L-láctico. O ácido L-láctico é a forma que predominantemente ocorre na natureza, e é a forma que é geralmente obtida em processos de fermentação. A existência de dois tipos de ácido láctico faz três tipos de lactídeo, dependendo se ela consistir em duas moléculas de ácido L-láctico, duas moléculas de ácido D-láctico ou uma molécula de ácido L-láctico e uma molécula de ácido D-láctico combinada para formar o dímero. Estes três dímeros são designados. Respectivamente, L-lactídeo, D-lactídeo, e mesolactídeo. Além disso, uma mistura de 50/50 de L-lactídeo e D-lactídeo com um ponto de fusão de cerca de 126°C é frequentemente referida na literatura como D,L-lactídeo.

[0043] A atividade óptica de ácido láctico e lactídeo é conhecida por alterar-se sob certas condições, tendendo ao equilíbrio em atividade óptica, onde as quantidades iguais dos enantiômeros de D e L são presentes. As concentrações relativas de enantiômeros de D e L nos materiais de partida, a presença de impurezas ou catalisadores e tempo em temperaturas variantes, e as pressões são conhecidas para afetar a taxa de tal racemização. A pureza óptica do ácido láctico ou o lactídeo é decisivo para a estereoquímica do ácido poliláctico obtido na polimerização de abertura de anel do lactídeo, e um parâmetro fundamental para propriedades de polímero.

[0044] Constatou-se que no processo da invenção, a pureza óptica do material de partida pode ser mantida em um grau relativamente grande. Em outras palavras, se o processo de acordo com a invenção começa com ácido láctico com uma pureza óptica de pelo menos 90%, em particular pelo menos 95%, mais em particular pelo menos 98,5%, até mais em particular pelo menos 99,5%, um vapor de lactídeo é obtido da mistura reacional com uma pureza óptica de pelo menos 85%, em particular pelo menos 92%, mais em particular pelo menos 97,5%, até mais em particular pelo menos 99%. A perda em pureza óptica, preferivelmente, é menor do que 5%, em particular menor do que 3%, mais em particular menor do que 1%, ainda mais em particular menor do que 0,5%, em que a perda de pureza óptica é definida como a diferença entre a pureza óptica do ácido láctico de partida e a pureza óptica do ácido láctico como presente no lactídeo como está presente no vapor de lactídeo obtido da mistura reacional.

[0045] Na presente invenção, a pureza óptica de indicação refere-se à porcentagem de ácido D-láctico ou ácido L-láctico, calculada sobre a quantidade total de ácido láctico presente no sistema. Dependendo do estágio no processo, o ácido láctico estará presente na forma de ácido láctico, oligômero de ácido láctico, e/ou lactídeo. Uma pu-

reza óptica de 90%, desse modo, significa que, calculada sobre a quantidade total de moléculas de ácido láctico presentes no sistema em qualquer forma, 90 % são ácido L-láctico com 10% sendo ácido D-láctico, ou 90% é ácido D-láctico com 10% sendo ácido L-láctico.

[0046] É preferido que o ácido láctico presente no material de partida seja ácido L-láctico com uma pureza óptica de pelo menos 90%, em particular pelo menos 95%, mais em particular pelo menos 98,5%, até mais em particular pelo menos 99,5%.

[0047] Em uma modalidade, a solução de ácido láctico em um solvente orgânico volátil usado como material de partida no processo de acordo com a invenção é obtido extraíndo-se ácido láctico de um meio aquoso. Esta etapa de extração pode compreender contatação com um meio aquoso compreendendo ácido láctico com um solvente orgânico volátil que é de pelo menos em parte não miscível com o meio aquoso compreendendo ácido láctico. Para solventes orgânicos adequados, a referência é feita ao que é estabelecido acima.

[0048] O teor de ácido láctico do meio aquoso é preferivelmente tão alto quanto possível. Por exemplo, a mistura aquosa pode compreender pelo menos 5% em peso, preferivelmente pelo menos 10% em peso, mais preferivelmente pelo menos 15% em peso de ácido láctico, com base no peso total da mistura aquosa. Os valores de pelo menos 20% em peso, mais em particular pelo menos 25% em peso podem ser, particularmente, preferidos. No máximo, um valor de 40% em peso pode ser mencionado.

[0049] Em uma modalidade, a mistura aquosa tem um pH de 2 ou menor, tipicamente um pH abaixo de 1, por exemplo, um pH de 0 a 1. É preferido para o pH ser relativamente baixo, para assegurar que o ácido láctico esteja presente na mistura em forma acídica, permitindo extração. O pH pode ser adaptado pela adição de um ácido inorgânico.

[0050] Em uma modalidade, o meio aquoso compreendendo ácido láctico compreende pelo menos 5% em peso de um sal inorgânico dissolvido. Constatou-se que a presença de um sal inorgânico dissolvido resulta em um processo de extração melhorado, em que uma quantidade maior de ácido láctico é incorporada no solvente orgânico volátil. Além disso, a presença de um sal inorgânico dissolvido significa que a solubilidade do solvente orgânico no meio aquoso diminui. Isto leva a menos perda de solvente durante o processo de extração, que é atraente tanto do ponto de vista econômico quanto do ponto de vista ambiental. Além disso, a solubilidade de água no solvente orgânico também diminui em aumento de concentrações de sal. Estes efeitos combinados resultam na aplicação potencial de solventes que são miscíveis com água pura, porém apenas parcialmente miscíveis com água compreendendo uma quantidade substancial de sal. Isto leva a uma faixa mais ampla de solventes adequados possíveis.

[0051] Para aumentar o efeito da invenção, a concentração de sal preferivelmente é relativamente alta. Pode ser preferido para a concentração de sal ser pelo menos 10 % em peso, mais preferivelmente pelo menos 15% em peso, até mais preferivelmente pelo menos 20% em peso. Dependendo do teor de ácido láctico da solução, o teor de sal pode ser maior, por exemplo, pelo menos 25% em peso, ou pelo menos 30% em peso, ou sometimes pelo menos 35% em peso. O valor máximo é geralmente determinado pela solubilidade do sal em questão no ácido láctico em questão, e pode facilmente ser determinado pela pessoa versada.

[0052] Os sais inorgânicos adequados para uso na presente invenção são sais inorgânicos com uma alta solubilidade em água, em particular, uma solubilidade que permite obter as concentrações de sal especificadas acima. Os cátions presentes no sal inorgânico é preferivelmente selecionado do grupo que consiste em magnésio, cálcio, po-

tássio, sódio, níquel, cobalto, ferro e alumínio, e amônio, e combinações dos mesmos. O uso de um ou mais cátions selecionados do grupo que consiste em magnésio, cálcio, sódio, e potássio é preferido. O uso de cálcio e magnésio é particularmente preferido, visto que estes cations foram descobertos promover a presença de ácido láctico na fase orgânica. O uso de magnésio pode ser especialmente preferido por esta razão.

[0053] O ânion do sal inorgânico pode, por exemplo, ser selecionado de nitrato, sulfato, e haleto. Será evidente para a pessoa versada que o ânion e o cátion devem ser emparelhados de tal maneira que um sal solúvel seja obtido. O uso de sais de haleto pode ser preferido de um ponto de vista prático. O sal de haleto pode ser um fluoreto, cloreto, brometo, ou iodeto. O uso de cloreto é preferido. Esta seleção aplica-se em combinação com a preferência para os cátions especificados acima. Os exemplos de sais preferidos são  $MgCl_2$ ,  $CaCl_2$ ,  $NaCl$ , e  $KCl$ . Descobriu-se que estes sais contribuem com uma distribuição aumentada do ácido láctico para a fase orgânica. O uso de cloreto de cálcio e magnésio é considerado preferido. O uso de cloreto de magnésio pode ser, particularmente, preferido.

[0054] Na etapa de extração, o meio aquoso compreendendo ácido láctico, e preferivelmente sal inorgânico dissolvido como descrito acima, é combinado com o solvente orgânico, geralmente sob tais condições em que um contato intenso entre o solvente e o meio é assegurado. Um sistema é formado compreendendo uma fase aquosa, que, se presente, contém o sal solúvel e possivelmente algum ácido láctico restante, e uma fase de solvente orgânico, que compreende ácido láctico.

[0055] A etapa de separação, em que a fase aquosa e a fase de solvente orgânico são separadas uma da outra por meio de separação de líquido-líquido pode ser feita usando métodos conhecidos na técni-

ca para separar um sistema de duas fase de líquido-líquido. Os exemplos de aparato adequado e métodos para separação de líquido-líquido incluem decantação, assentamento, centrifugação, uso de separadores de placa, uso de coalescedores, e uso de hidrociclones. A combinação de métodos e aparatos diferentes podem também ser usados.

[0056] A etapa de separação pode ser realizada em qualquer temperatura adequada, em geral na faixa de 5 a 95°C. Para a composição da fase de solvente, a referência é feita ao que é estabelecido acima.

[0057] Em uma modalidade, o meio aquoso compreendendo ácido láctico, e preferivelmente sal inorgânico dissolvido, é obtido por um processo abrangendo uma etapa de acidificação compreendendo adição de um ácido inorgânico a um sal de ácido láctico, para fornecer um meio aquoso líquido compreendendo ácido láctico e um sal inorgânico dissolvido.

[0058] O sal de ácido láctico pode ser em forma sólida, por exemplo, na forma de uma massa de filtro ou suspensão. Isto pode ser o caso onde o sal de lactato tem uma solubilidade relativamente limitada em água, por exemplo, no caso de lactato de magnésio. Por outro lado, o sal de ácido láctico pode também ser fornecido em forma dissolvida, por exemplo, para lactato de sódio, lactato de potássio, e lactato de cálcio.

[0059] O ácido usado na etapa de acidificação, também indicada como etapa de acidulação, tipicamente é um ácido forte, tal como ácido hidrolórico, ácido sulfúrico, ou ácido nítrico. O ácido deve ser selecionado de tal maneira que o ânion do ácido e o cátion do sal de lactato juntos formem um sal solúvel. O uso de ácido hidrolórico ou ácido nítrico é preferido, com o uso de ácido hidrolórico sendo, particularmente, preferido. Neste caso, uma mistura aquosa é obtida compreendendo ácido láctico e um sal de cloreto. Em uma modalidade preferida,

o lactato de magnésio em forma sólida é contactado com uma solução de ácido hidroclicóric, resultando na formação de um meio aquoso compreendendo ácido láctico e lactato de magnésio dissolvido.

[0060] A acidulação pode, por exemplo, ser conduzida colocando-se o sal de lactato, em forma sólida ou dissolvida, em contato com uma solução de ácido aquoso. No caso de HCl, que pode também ser em forma gasosa, é também possível por uma solução ou suspensão de sal de lactato em contato com um vapor de gás compreendendo HCl.

[0061] Quando a acidulação do sal de lactato é conduzida contactando-a com uma solução acídica, ela preferivelmente tem uma concentração de ácido tão alta quanto possível. Tal alta concentração de ácido resultará em uma mistura aquosa com uma alta concentração de ácido láctico, que é desejável. A solução acídica, conseqüentemente, compreende pelo menos 5 % em peso, mais preferivelmente pelo menos 10 % em peso e até mais preferivelmente pelo menos 20 % em peso de ácido, com base no peso total da solução acídica.

[0062] A acidulação é tipicamente conduzida usando um excesso de ácido. O excesso é preferivelmente pequeno, de tal forma que a mistura aquosa obtida não é não obtida altamente acídica, que pode não ser desejável em vista de outro processamento tal como uma mistura. Por exemplo, o excesso de ácido usado pode ser de tal forma que a mistura aquosa resultante tem um pH 2 ou menor, preferivelmente um pH de 0 a 1.

[0063] No caso de um vapor de gás compreendendo HCl ser usado, uma solução ou suspensão de lactato pode ser contactada com o vapor de gás compreendendo HCl, por exemplo, soprando-a por meio da solução ou suspensão de lactato. No caso de HCl gas ser usado, o HCl pode se originar de uma etapa de decomposição térmica, como descrita acima.

[0064] Preferivelmente, a acidulação é conduzida em uma temperatura de 75°C ou menos. Em temperaturas superiores, torna-se não econômico adaptar equipamento às condições ásperas de um ambiente ácido em altas temperaturas.

[0065] Após acidulação, o material sólido, se presente, pode ser removido da mistura aquosa, por exemplo, por filtragem. A presença de material sólido em uma mistura aquosa em não desejável durante a extração.

[0066] A mistura aquosa pode ser concentrada após a acidulação antes da extração a uma concentração até a solubilidade do sal solúvel inorgânico.

[0067] Em uma modalidade, um sal de lactato, em particular lactato de cálcio, lactato de sódio, lactato de potássio, ou lactato de magnésio, em particular, lactato de magnésio é usado, este que se origina de um processo de fermentação. Consequentemente, o método da invenção pode também compreender uma etapa de fermentação para formar o ácido láctico, cujo processo de fermentação compreende as etapas de fermentar uma fonte de carbono, tal como um carboidrato, por meio de um micro-organismo em uma calda de fermentação para formar ácido láctico e neutralizar pelo menos parte do ácido láctico por adição de uma base, em particular uma base de sódio, base de potássio, base de cálcio, ou base de magnésio, mais em particular uma base de magnésio, desse modo, obtendo um sal de lactato como especificado acima, em particular lactato de magnésio.

[0068] Os processos de fermentação para a fabricação de ácido láctico são conhecidos na técnica e não requerem nenhuma outra elucidação aqui. Está dentro do escopo da pessoa versada selecionar, usando seu conhecimento geral comum, um processo de fermentação adequado, dependendo do ácido desejado a ser produzido, da fonte de carbono e do micro-organismo disponível.

[0069] O produto do processo de fermentação é um caldo de fermentação, que é um líquido aquoso compreendendo um sal de lactato, biomassa, e opcionalmente outros componentes, tais como impurezas tipo açúcares, proteínas, e sais. O sal de lactato pode estar presente em forma sólida, em forma dissolvida, ou tanto em forma sólida quanto em forma dissolvida. Por exemplo, lactato de sódio, lactato de potássio, e lactato de cálcio são geralmente presentes na forma dissolvida. O lactato de magnésio é frequentemente presente na forma sólida e na forma dissolvida, dependendo da concentração.

[0070] Se desse modo desejado, o caldo de fermentação tanto pode ser submetido a uma etapa de remoção de biomassa, por exemplo, uma etapa de filtração, antes de outro processamento. Isto é geralmente preferido para melhorar a qualidade do produto, em particular, a cor do produto.

[0071] Outra etapa intermediária pode ser a separação de produto de reação sólido, por exemplo, lactato de magnésio, a partir do caldo de fermentação, antes, após, ou simultânea com remoção de biomassa, e opcionalmente submetendo o produto sólido, por exemplo, lactato de magnésio, a uma etapa de lavagem. Dependendo da concentração, o lactato de magnésio pode precipitar no meio de fermentação. Em uma modalidade, o lactato de magnésio sólido é separado do meio de fermentação, por exemplo, por filtração, e submetido a uma etapa de acidificação como descrita acima.

[0072] Outra etapa intermediária pode ser submeter o caldo de fermentação a uma etapa de concentração para aumentar a concentração de sal lactato na composição antes da acidificação. Esta etapa pode ser realizada antes, após, ou simultaneamente com remoção de biomassa. Tal etapa pode ser atraente para aumentar o teor de sal de lactato sólido, que pode em seguida ser separado do caldo de fermentação como descrito acima, e processado como sal de lactato sólido,

em particular lactato de magnésio no processo de acordo com a invenção.

[0073] Outras etapas intermediárias, por exemplo, etapas de purificação, podem ser realizadas como desejado, como será evidente pela pessoa versada.

[0074] Estará claro para a pessoa versada que os aspectos referidos de várias etapas no método de acordo com a invenção podem ser combinados como desejado.

[0075] A invenção será elucidada pelos exemplos seguintes, sem estar limitada a isto ou desse modo.

Exemplo 1 (comparativo)

[0076] 4520 g de 9% em peso de solução de ácido láctico em água foram preparados. Esta solução foi concentrada em aproximadamente 90% em peso em pressão de 10 kPa (100 mbar(a)). Após a concentração, havia 480 g de solução de ácido láctico concentrada. 400 g de solução de ácido láctico concentrada foram aquecidos em 90 minutos em um frasco de fundo redondo usando um agitador mecânico até o ponto de ajuste de 180°C e lentamente vácuo foi aplicado. Em 90 minutos, a pressão foi diminuída para 10 kPa (100 mbar(a)), enquanto água foi evaporando. Em seguida, a pressão foi diminuída nos 60 minutos seguintes também para 5 kPa (50 mbar(a)) e eventualmente para 4 kPa (40 mbar(a)). No total, 94 g de água foram condensados.

[0077] O pré-polímero no frasco desse modo produzido tinha um teor de ácido livre de 17% em peso, como medido por titulação. A partir desse número, pode-se calcular que o grau médio de polimerização do pré-polímero foi 7,1. Uma medição de HPLC mostrou que o pré-polímero compreendeu 4,1% em peso do total de D e L lactídeo e menor do que 0,1% em peso de mesolactídeo. O teor de água do pré-polímero foi 0,24% em peso como medido com uma titulação de Karl Fischer.

[0078] A síntese de lactídeo foi realizada diretamente após a etapa de pré-polimerização no mesmo reator. Primeiro, 0,05% em peso de 2-etilexanoato de estanho (catalisador) foi adicionado. O teor do frasco, com pré-polímero (263 g) foi aquecido para 120°C antes do agitador ter sido iniciado devido a uma viscosidade muito alta. O ponto de ajuste foi em seguida aumentado para 200°C. Em seguida, o vácuo foi diminuído para 1 kPa (10 mbar(a)). 192 g de lactídeo foram evaporados e condensados em 3,25 horas.

[0079] O lactídeo resultante compreendeu 87,8% em peso do total de D e L lactídeo, e 3,3% em peso de mesolactídeo, como medido por um método de HPLC. O HPLC também mostrou que o restante dos componentes foi principalmente ácido láctico, ácido lactoiláctico, e ácido lactoilactoiláctico. Estes componentes são liberados por meio do catalisador, progressivamente, clivando lactídeo a partir de oligômeros uniformes e desiguais, e, ao mesmo tempo em que tendo um ponto de ebulição na mesma faixa que o lactídeo, eles são evaporados juntamente com o lactídeo.

*Exemplo 2 (de acordo com a invenção) – MIBK como solvente*

[0080] 3977 g de 10% em peso de solução de ácido láctico em metil isobutil cetona (MIBK) contendo 2% de água foram preparados. Esta solução foi concentrada em aproximadamente 90% em peso a 90°C e em pressão de 12 kPa (120 mbar(a)). Após a concentração, havia 439 g de solução de ácido láctico concentrados. 420 g de solução de ácido láctico concentrados foram aquecidos em 50 minutos em um frasco de fundo redondo usando um agitador mecânico até o ponto de ajuste de 180°C e lentamente vácuo foi aplicado. Em 60 minutos, a pressão foi diminuída para 10 kPa (100 mbar(a)) enquanto água e MIBK estavam ainda evaporando. Quando 10 kPa (100 mbar (a)) foram atingidos, quase nenhum MIBK chegou ao condensado, o que indica que (quase) todo o MIBK foi evaporado. Em seguida, a pressão foi

diminuída nos 30 minutos seguintes também para 5 kPa (50 mbar(a)) e apenas 2 ml do condensado foram coletados.

[0081] No total, 117 g de água/MIBK foram condensados. O teor de ácido livre foi medido, por titulação, ser 12,2% em peso, elvando a um grau médio de polimerização de 10.

[0082] O pré-polímero compreendeu 5,2% em peso do total de D e L lactídeo e menos do que 0,5% em peso de mesolactídeo, conforme medido por HPLC. O teor de água no pré-polímero foi medido ser 0,43% em peso por uma titulação de Karl Fischer.

[0083] A síntese de lactídeo foi realizada diretamente após a etapa de pré-polimerização no mesmo reator, com 296 g pré-polímero. Primeiro, 0,05% em peso de 2-etilexanoato de estanho (catalisador) foi adicionado. O teor do frasco, com pré-polímero foi aquecido para 200°C. Em seguida o vácuo foi diminuído para 1 kPa (10 mbar (a)). 197 g de lactídeo foram evaporados e condensados em 2,25 horas. O lactídeo resultante compreendeu de 87,3% em peso do total de D e L lactídeo, e 1,5% em peso de mesolactídeo, o resíduo sendo ácido láctico e oligômeros superiores.

[0084] A Figura 1 mostra o peso de lactídeo produzido a partir de pré-polímero durante o tempo para a síntese de Exemplo 1 (sistema de base aquosa de referência) e Exemplo 2 (Sistema baseado em MIBK de acordo com a invenção). A partir da Figura 1, pode-se ver que o sistema de acordo com a invenção mostra uma taxa de reação maior do que o sistema comparativo. Isto pode ser usado na configuração de um processo total e em planejamento de equipamento para reduzir custos.

### Exemplo 3 (de acordo com a invenção) – 2-pentanona como solvente

[0085] Uma solução de 2096,6 g de 20% em peso de ácido láctico (cristais de ácido láctico, Purac Corbion) em 2-pentanona (Acros) contendo 2% em peso de água foi preparada. Esta solução foi concentra-

da em aproximadamente 90% em peso a 80 a 90°C em pressão reduzida em um rotavap (1589,3 g de água e 2-pentanona condensados). Após a concentração, havia 449 g de solução de ácido láctico concentrados. A solução foi transferida para um frasco de fundo redondo com um agitador mecânico e foi aquecida em 55 minutos a 180°C. A 180°C, lentamente, vácuo foi aplicado até 10 kPa (100 mbar). Em 60 minutos, água e 2-pentanona foram também evaporados e um sistema de duas fases foi formado no condensador resfriado em temperatura ambiente. Após 10 kPa (100 mbar) ter sido alcançado, a pressão foi também reduzida para 50 mba até o ponto em que algum lactídeo presente em equilíbrio no pré-polímero começasse a evaporar, e cristalizar no condensador.

[0086] No total, 116 g de água/2-pentanona foram condensados, do qual 56 g como a fase aquosa. Com base em todos os pesos, estimou-se que um pré-polímero com um grau médio de polimerização de 7-8 foi feito. O pré-polímero compreendeu 4,7% em peso do total de D e L lactídeo e 0,4% em peso de mesolactídeo.

[0087] Em seguida, 0,05% em peso de 2-etilexanoato de estanho (catalisador) foi adicionado. O pré-polímero (315 g) foi aquecido para 200°C, e o vácuo reduzido lentamente para 1 kPa (10 mbar). Em 160 minutos, 157,3 g de lactídeo foram destilados, mais rápido do que a referência. O lactídeo tinha um teor de lactídeo de D+L de 68,3% em peso. Esta pureza menor do que a referência e o caso de MIBK indicam o DP relativamente baixo do pré-polímero, e a codestilação de ácido láctico e do ácido lactoiláctico liberado por despolimerização de pré-polímero pelo catalisador. Através da otimização, o relacionamento temperatura-pressão durante a pré-polimerização, o DP do pré-polímero e, conseqüentemente, a pureza do lactídeo podem ser aumentados. O teor de mesolactídeo do lactídeo foi de 0,9% em peso.

*Exemplo 4 (de acordo com a invenção) – MTBE como solvente*

[0088] Uma solução de 3505,9 g de 12 % em peso de ácido láctico (cristais de ácido láctico, Purac Corbion) em MTBE (metil terciar-butil éter, Acros) contendo 4% em peso de água foi preparada. Esta solução foi concentrada em aproximadamente 90% em peso a 80 a 90°C em pressão reduzida em um rotavap (3040,3 de água e MTBE condensados). Após a concentração, havia 434,9 g de solução de ácido láctico concentrada. A solução foi transferida para um frasco de fundo redondo com um agitador mecânico e foi aquecida em 101 minutos até o ponto de ajuste de 180°C. A 180 °C, lentamente vá cuo foi aplicado até 8 kPa (80 mbar) em 23 minutos, enquanto água e MTBE estavam também evaporando. A 8 kPa (80 mbar), alguns lactídeos presentes em equilíbrio no pré-polímero começaram a evaporar, e cristalizar no condensador, e a polimerização foi interrompida. No total, 110 g de água e MTBE foram evaporados. Estima-se que um pré-polímero com um grau médio de polimerização de 7-8 foi feito.

[0089] O pré-polímero compreendeu 4,7% em peso do total de D e L lactídeo e 0,4% em peso de mesolactídeo.

[0090] Em seguida, 0,05% em peso de 2-etilexanoato de estanho (catalisador) foi adicionado. O pré-polímero (316 g) foi aquecido para 200°C, e o vácuo reduzido lentamente para 0,5 kPa (5 mbar). Em 153 minutos, 180 g de lactídeo foram destilados, mais rápido do que a referência. O lactídeo tinha um teor de lactídeo de D+L de 77% em peso. O teor de mesolactídeo do lactídeo foi de 1,1% em peso.

[0091] A Figura 2 mostra o peso de lactídeo fornecido produzido a partir de pré-polímero durante o tempo para a síntese de Exemplo 1 (sistema de base aquosa de referência) e o Exemplo 4 (Sistema baseado em MTBE de acordo com a invenção). A partir da Figura 2 pode-se ver que o sistema de acordo com a invenção mostra uma taxa de reação maior do que o sistema comparativo. Isto pode ser usado na configuração de um processo total e um planejamento de equipamento

para reduzir custos.

Exemplo 5 (de acordo com a invenção) – MEK como solvente

[0092] Uma solução de 1680 g de 25 % em peso de ácido láctico (cristais de ácido láctico, Purac Corbion) em MEK (metil etil cetona, Acros) contendo 10% em peso de água foi preparada. Esta solução foi concentrada em aproximadamente 90% em peso a 80°C e m 15 kPa (150 mbar) de pressão em um rotavap (1217 g de água e MEK condensados). Após a concentração, havia 445,5 g de solução de ácido láctico concentrados. A solução foi transferida para um frasco de fundo redondo com um agitador mecânico e foi aquecida em 81 minutos até o ponto de ajuste de 180°C. A 180°C, lentamente vácuo foi aplicado até 10 kPa (100 mbar) em 60 minutos, enquanto água e MEK estavam também evaporando. Em 10 kPa (100 mbar), já alguns lactídeos começaram a evaporar e cristalizar no condensador e a polimerização foi interrompida. No total, 94 g de água e MEK foram evaporados. Estima-se que um pré-polímero com um grau médio de polimerização de 7-8 foi feito.

[0093] O pré-polímero compreendeu 3,5% em peso do total de D e L lactídeo e menor do que 0,1% em peso de mesolactídeo.

[0094] Em seguida, 0,05% em peso de 2-etilexanoato de estanho (catalisador) foi adicionado. O pré-polímero foi aquecido para 200°C, e o vácuo reduzido lentamente para 1 kPa (10 mbar). Em 185 minutos, 155 g de lactídeo foram destilados, mais rápido do que a referência. O lactídeo tinha um teor de lactídeo de D+L de 70% em peso. O teor de mesolactídeo do lactídeo foi de 1% em peso.

## REIVINDICAÇÕES

1. Método para produzir lactídeo, caracterizado pelo fato de que compreende as etapas de:

- fornecer uma solução de ácido láctico em um solvente orgânico volátil,

- submeter a solução a uma etapa de evaporação para remover o solvente orgânico volátil e água, resultando na formação de uma composição que compreende oligômero de ácido láctico,

sendo que o solvente orgânico volátil compreende menos de 5% em peso do total de álcoois e aminas,

- adicionar catalisador à composição que compreende oligômero de ácido láctico, e levar a mistura a condições de reação, para formar lactídeo, em que o solvente é selecionado do grupo que compreende C<sub>2</sub>-C<sub>10</sub> cetonas, C<sub>1</sub>-C<sub>10</sub> éteres.

2. Método, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que a concentração de ácido láctico na solução de ácido láctico em um solvente orgânico volátil é de pelo menos 5 % em peso, mais em particular pelo menos 10% em peso, e geralmente abaixo de 40% em peso.

3. Método, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o solvente é selecionado do grupo compreendendo C<sub>2</sub>-C<sub>8</sub> cetonas e C<sub>2</sub>-C<sub>6</sub> éteres, mais em particular de metil-isobutil cetona, metil-etil cetona, e 2- ou 3-pentanona.

4. Método, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 3, caracterizado pelo fato de que o teor de água da solução de ácido láctico em um solvente orgânico volátil é abaixo de 15 % em peso, em particular abaixo de 10% em peso.

5. Método, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 4, caracterizado pelo fato de que na composição que compreende oligômero de ácido láctico, os oligômeros de ácido láctico apresentam

um grau médio de polimerização entre 2 e 30, em particular entre 4 e 20, mais em particular entre 5 e 15.

6. Método, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 5, caracterizado pelo fato de que a composição que compreende oligômeros de ácido láctico formada após a etapa de evaporação compreende uma quantidade residual de solvente na faixa de 0 a 5% em peso, mais especificamente na faixa de 0 a 2% em peso, mais especificamente na faixa de 0 a 0,5% em peso, e ou água na faixa de 0 a 5% em peso, mais especificamente na faixa de 0 a 2% em peso, ainda mais especificamente na faixa de 0 a 0,5% em peso.

7. Método, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 6, caracterizado pelo fato de que as condições de reação durante a etapa de formação de lactídeo incluem uma temperatura na faixa de 160 a 220°C, mais em particular na faixa de 180 a 200°C, e uma pressão na faixa de 0,1 a 1,5 kPa (1 a 15 mbar).

8. Método, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 7, caracterizado pelo fato de que o ácido láctico na solução de partida apresenta uma pureza ótica de pelo menos 90%, em particular pelo menos 95%, mais em particular pelo menos 98,5%, até mais em particular pelo menos 99,5%, e em que um vapor de lactídeo é obtido com uma pureza ótica de pelo menos 85%, em particular pelo menos 92%, mais em particular pelo menos 97,5%, até mais em particular pelo menos 99%.

9. Método, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 8, caracterizado pelo fato de que a perda na pureza ótica do ácido láctico durante a reação de formação de lactídeo é menor do que 5%, em particular menor do que 3%, mais em particular menor do que 1%, até mais em particular menor do que 0,5%.

10. Método, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 9, caracterizado pelo fato de que a solução de ácido láctico em um

solvente orgânico volátil usado como material de partida no método de acordo com a invenção é obtido extraindo-se ácido láctico de um meio aquoso.

11. Método, de acordo com a reivindicação 10, caracterizado pelo fato de que o meio aquoso que compreende ácido láctico compreende pelo menos 5% em peso de um sal inorgânico dissolvido.

12. Método, de acordo com a reivindicação 11, caracterizado pelo fato de que o meio aquoso que compreende ácido láctico e o sal inorgânico dissolvido é obtido por um processo abrangendo uma etapa de acidificação que compreende adição de um ácido inorgânico a um sal de ácido láctico.

13. Método, de acordo com a reivindicação 12, caracterizado pelo fato de que o sal de ácido láctico é selecionado de lactato de magnésio, lactato de cálcio, lactato de sódio, e lactato de potássio, em particular, lactato de magnésio.

14. Método, de acordo com a reivindicação 12 ou 13, caracterizado pelo fato de que o ácido inorgânico é selecionado de ácido hidrolórico, ácido nítrico, e ácido sulfúrico, caracterizado pelo fato de que o ácido é selecionado de tal maneira que o ânion do ácido e o cátion do sal de lactato juntos formam um sal solúvel, em particular ácido hidrolórico ou ácido nítrico, mais em particular ácido hidrolórico.

15. Método, de acordo com qualquer uma das reivindicações 12 a 14, caracterizado pelo fato de que a solução de um sal de ácido láctico é derivada de um processo de fermentação.

FIG. 1

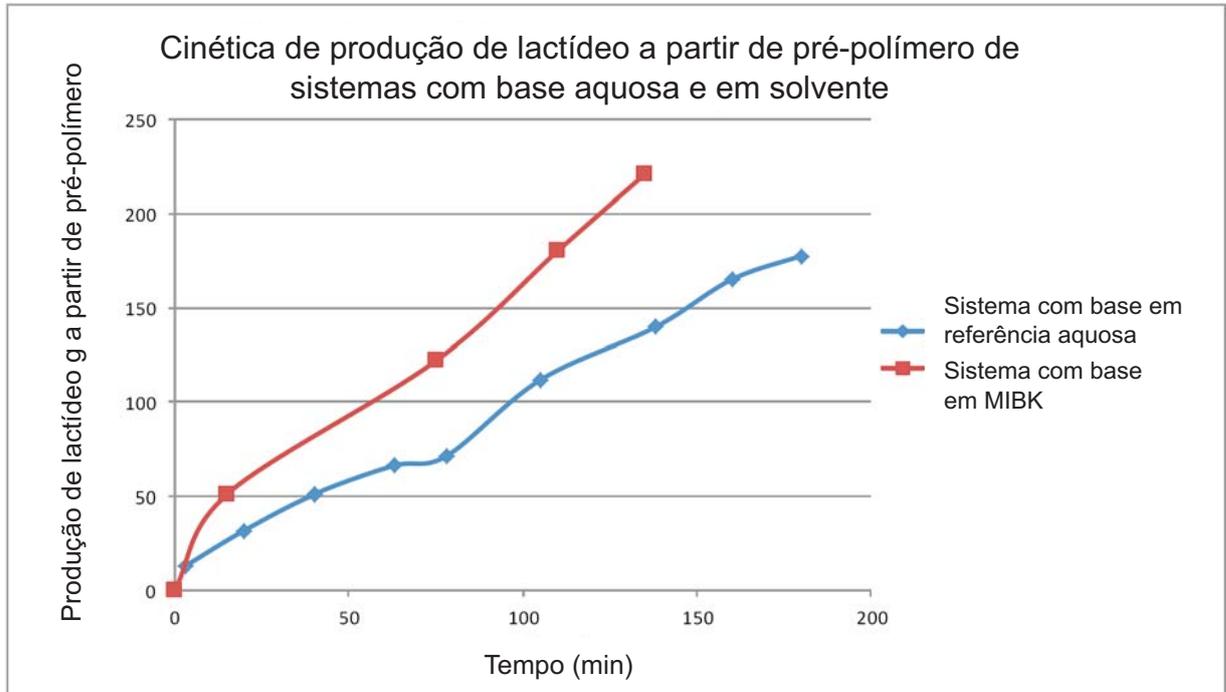


FIG. 2

