



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 109096097 A

(43)申请公布日 2018.12.28

(21)申请号 201811004901.2

(22)申请日 2018.08.30

(71)申请人 河北乐开节能科技股份有限公司

地址 050021 河北省石家庄市裕华区翟营  
南大街66号联邦明珠公寓2门

(72)发明人 赖庚音 张建中 陆伟新 陈斌  
周洪杰 漆旻华 吕朝辉 陈书菊

(74)专利代理机构 石家庄开言知识产权代理事  
务所(普通合伙) 13127

代理人 赵俊娇

(51)Int.Cl.

C07C 59/08(2006.01)

C07C 51/47(2006.01)

C07C 51/43(2006.01)

C07C 51/44(2006.01)

权利要求书1页 说明书2页 附图1页

(54)发明名称

一种制取高纯度聚合级结晶乳酸的方法

(57)摘要

本发明涉及一种制取高纯度聚合级结晶乳酸的方法,过程为:L-乳酸发酵液经过过滤、酸解、活性炭脱色、离子交换树脂处理、真空浓缩和短程蒸馏精制得到纯度为90~95%(重量)的聚合级乳酸液体。液体聚合级乳酸送入真空蒸发结晶器中,在真空度-98Kpa、温度15~25℃下进行蒸发结晶。当达到起晶点时,加入L-乳酸晶种起晶,起晶后精确控制过饱和系数1.10~1.15,直到结晶完成。结晶后乳酸晶体经离心分离和烘干处理得到结晶L-乳酸产品。本发明以纯度90%以上的液体聚合级乳酸为原料,通过15~25℃超低温蒸发结晶来实现乳酸的结晶,获得纯度99%以上的L-乳酸结晶,优化了乳酸制备过程,提高了产品质量。

1. 一种制取高纯度聚合级结晶乳酸的方法,过程为:L-乳酸发酵液经过过滤、酸解、活性炭脱色、离子交换树脂处理、真空浓缩和短程蒸馏精制得到纯度为90~95% (重量)的聚合级乳酸液体;其特征是:所述液体聚合级乳酸送入真空蒸发结晶器中,在真空度-98Kpa、温度15~25℃下进行蒸发结晶;当达到起晶点时,加入L-乳酸晶种起晶,起晶后精确控制过饱和系数1.10~1.15,直到结晶完成;结晶后乳酸晶体经离心分离和烘干处理获得结晶L-乳酸产品。

2. 根据权利要求1所述的制取高纯度聚合级结晶乳酸的方法,其特征是:所述蒸发器与真空机组连接,所述真空机组由罗茨真空泵和水环真空泵串联组合而成。

3. 根据权利要求1所述的制取高纯度聚合级结晶乳酸的方法,其特征是:所述蒸发结晶的结晶率为45%。

4. 根据权利要求1所述的制取高纯度聚合级结晶乳酸的方法,其特征是:所述酸解用浓度5% (重量)的稀硫酸进行酸解,酸解的条件为温度75-85℃,常压。

5. 根据权利要求1所述的制取高纯度聚合级结晶乳酸的方法,其特征是:所述活性炭脱色为添加粉末活性炭进行脱色。

6. 根据权利要求1所述的制取高纯度聚合级结晶乳酸的方法,其特征是:所述离子交换树脂为阳离子交换树脂和阴离子交换树脂。

7. 根据权利要求1所述的制取高纯度聚合级结晶乳酸的方法,其特征是:所述真空浓缩的真空度为-98Kpa,温度为15~25℃。

## 一种制取高纯度聚合级结晶乳酸的方法

### 技术领域

[0001] 本发明属于化工生产技术领域,涉及一种制取高纯度聚合级结晶乳酸的方法。

### 背景技术

[0002] L-乳酸广泛应用于食品、医药、日化和工业等各个领域。近年来随着石化资源的不断紧缺,众多化学合成的高分子材料的生产受到了限制。以生物质资源为基础的L-乳酸因此被大量用于加工生产成聚L-乳酸等环境友好型生物可降解材料。随着L-乳酸需求量的增大,如何高效低成本地生产L-乳酸显得尤为重要。作为生产聚乳酸的原料,L-乳酸纯度越高,可以获得性能越好的聚乳酸产品,所以纯度越高的L-乳酸,售价也越高。

[0003] 目前乳酸生产企业从乳酸发酵液提取L-乳酸的普遍工艺路线是:L-乳酸发酵液—过滤—酸解—活性炭脱色—离子交换树脂—真空浓缩—短程蒸馏精制—聚合级乳酸(纯度约90%)。该工艺路线最后步骤短程蒸馏精制虽然可以分离除去一些沸点不同的有机物杂质,但无法达到较高的分离效果,其中很多杂质与乳酸沸点接近,难以有效分离进而获得纯度高于95%的高品质L-乳酸。因此,需要找到一种新的高效、低成本分离方法。

### 发明内容

[0004] 本发明的目的是提供一种制取高纯度聚合级结晶乳酸的方法,优化乳酸制备过程,以获得高纯度L-乳酸结晶产品,提高产品质量,降低生产成本。

[0005] 本发明的技术方案是:制取高纯度聚合级结晶乳酸的方法,过程为:L-乳酸发酵液经过过滤、酸解、活性炭脱色、离子交换树脂处理、真空浓缩和短程蒸馏精制得到纯度为90~95%(重量)的聚合级乳酸液体。液体聚合级乳酸送入真空蒸发结晶器中,在真空度-98Kpa、温度15~25℃下进行蒸发结晶。当达到起晶点时,加入L-乳酸晶种起晶,起晶后精确控制过饱和系数1.10~1.15,直到结晶完成。结晶后乳酸晶体经离心分离和烘干处理得到结晶L-乳酸产品。

[0006] 蒸发器与真空机组连接,真空机组由罗茨真空泵和水环真空泵串联组合而成。蒸发结晶的结晶率为45%。酸解用浓度5%(重量)的稀硫酸进行酸解,酸解的条件为温度75-85℃,常压。脱色为酸解后滤清液经粉末活性炭进行脱色。离子交换树脂为阳离子交换树脂和阴离子交换树脂。真空浓缩为多效蒸发,蒸发的真空度为-98Kpa,温度为15~25℃。。

[0007] 结晶是一种高效低成本的分离纯化方法。由于L-乳酸的熔点较低,只有25℃,且在水中的溶解度较高(20℃时1g水即可溶解约4g乳酸),可用于结晶的温度区间非常狭窄,常规的结晶方式很难完成乳酸的工业化结晶过程,这是目前没有乳酸企业采用结晶来分离纯化L-乳酸的主要原因。

[0008] 本发明制取高纯度聚合级结晶乳酸的方法以纯度90%以上的液体聚合级乳酸为原料,通过15~25℃超低温蒸发结晶来实现乳酸的结晶,获得纯度99%以的L-乳酸结晶,优化了乳酸制备过程,提高了产品质量,降低了生产成本。蒸发结晶后经离心分离获得45%干物量的L-乳酸晶体,离心分离所得母液则可以作为食品级L-乳酸产品出售。

## 附图说明

[0009] 图1为本发明制取高纯度聚合级结晶乳酸的工艺流程图。

## 具体实施方式

[0010] 下面结合实施例和附图对本发明进行详细说明。本发明保护范围不限于实施例，本领域技术人员在权利要求限定的范围内做出任何改动也属于本发明保护的范畴。

[0011] 本发明制取高纯度聚合级结晶乳酸的过程如图1所示，过程为：L-乳酸发酵液经过过滤、酸解、活性炭脱色、离子交换树脂处理、真空浓缩和短程蒸馏精制得到纯度为90%（重量）的聚合级乳酸液体。酸解用浓度5%（重量）的稀硫酸进行酸解，酸解的条件为温度75-85℃，常压。脱色为酸解后滤清液经粉末活性炭进行脱色。离子交换树脂处理用的是阳离子交换树脂（牌号001×7）和阴离子交换树脂（牌号D301）。真空浓缩为多效蒸发，蒸发的真空度为-88~-15Kpa，温度为60~95℃。液体聚合级乳酸送入真空蒸发结晶器中，启动罗茨真空泵和水环真空泵串联组合真空机组，产生强于-98Kpa的真空，然后向真空蒸发结晶器的蒸汽夹套中通入蒸汽，缓慢间壁加热蒸发结晶，维持足够真空度，使乳酸溶液在20~23℃温度下蒸发水分。当达到起晶点时，加入L-乳酸晶种起晶，起晶后精确控制过饱和系数1.10~1.15，直到结晶完成，蒸发结晶的结晶率为45%。结晶后乳酸晶体经离心分离和烘干处理，获得纯度99%以上的L-乳酸结晶产品。蒸发结晶后经离心分离获得45%干物含量的L-乳酸晶体，离心分离所得母液则可以作为食品级L-乳酸产品出售。

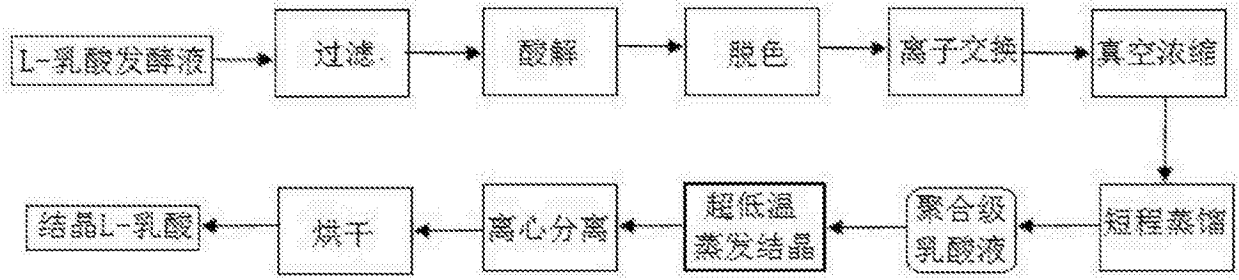


图1