



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 114276232 A

(43) 申请公布日 2022. 04. 05

(21) 申请号 202111265543.2

B01D 3/12 (2006.01)

(22) 申请日 2021.10.28

B01D 9/02 (2006.01)

(71) 申请人 欧尚元(天津)有限公司

地址 300350 天津市津南区双港镇工业区
丽港园6-3-501

(72) 发明人 方章俊 刘源 张天惕 李柯
韩英华 霍洋

(74) 专利代理机构 北京君以信知识产权代理有
限公司 11789

代理人 符彦慈

(51) Int. Cl.

C07C 51/42 (2006.01)

C07C 51/43 (2006.01)

C07C 51/44 (2006.01)

C07C 59/08 (2006.01)

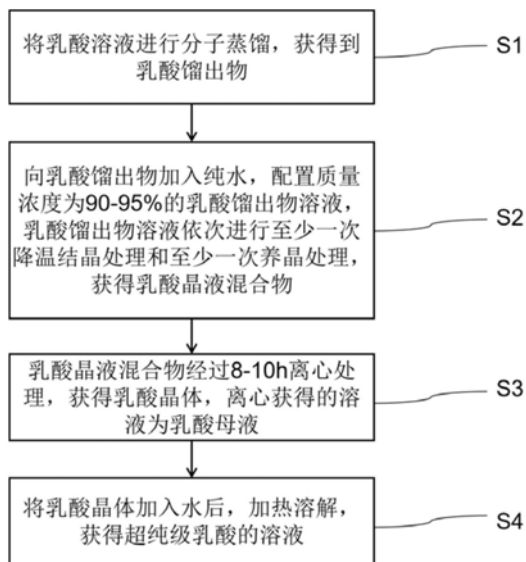
权利要求书1页 说明书5页 附图1页

(54) 发明名称

一种超纯级乳酸的制备方法及其制备装置

(57) 摘要

本发明涉及一种超纯级乳酸的制备方法及其制备装置,制备方法包括以下步骤:将乳酸溶液进行分子蒸馏,获得到乳酸馏出物;向乳酸馏出物加入纯水,配置质量浓度为90-95%的乳酸馏出物溶液,乳酸馏出物溶液依次进行至少一次降温结晶处理和至少一次养晶处理,获得乳酸晶液混合物;乳酸晶液混合物离心处理,获得乳酸晶体,将乳酸晶体加入水后,加热溶解,获得超纯级乳酸的溶液;本发明可以解决现有技术中存在的乳酸溶液浓度低、乳酸溶液中存在杂质和低品质的乳酸等情况。



1. 一种超纯级乳酸的制备方法,其特征在于:包括以下步骤:
将乳酸溶液进行分子蒸馏,获得到乳酸馏出物;
向乳酸馏出物加入纯水,配置质量浓度为90-95%的乳酸馏出物溶液,乳酸馏出物溶液依次进行至少一次降温结晶处理和至少一次养晶处理,获得乳酸晶液混合物;
乳酸晶液混合物离心处理,获得乳酸晶体;
将乳酸晶体加入水后,加热溶解,获得超纯级乳酸的溶液。
2. 根据权利要求1所述的超纯级乳酸的制备方法,其特征在于:乳酸馏出物溶液依次进行三次降温结晶处理和三次养晶处理;第一次降温至30℃-35℃,养晶1-2h,第二次降温至26℃,养晶1-2h,第三次降温至22℃,养晶1-2h;降温速度为4℃/h。
3. 根据权利要求2所述的超纯级乳酸的制备方法,其特征在于:低温环境采用水、冰或冰水混合物中的一种。
4. 根据权利要求3所述的超纯级乳酸的制备方法,其特征在于:降温结晶处理过程中,采用结晶装置,向结晶装置中加适量晶种,进行降温结晶。
5. 根据权利要求4所述的超纯级乳酸的制备方法,其特征在于:离心的时间为8-10h。
6. 根据权利要求5所述的超纯级乳酸的制备方法,其特征在于:乳酸晶液混合物离心处理采用转鼓离心机进行离心处理;离心温度为20℃-25℃。
7. 根据权利要求6所述的超纯级乳酸的制备方法,其特征在于:获得的乳酸晶体采用纯水洗涤。
8. 根据权利要求7所述的超纯级乳酸的制备方法,其特征在于:将乳酸晶体加入水后,加热溶解,加热方式采用蒸汽盘管加热溶解乳酸晶体。
9. 根据权利要求8所述的超纯级乳酸的制备方法,其特征在于:加热温度为65℃--70℃。
10. 一种基于如权利要求1-9中任一项所述的超纯级乳酸的制备方法的制备装置,其特征在于:包括蒸馏装置,与蒸馏装置连通的结晶装置,与结晶装置连接的离心装置,与离心装置连接的溶解装置,与离心装置连接的母液成品罐,与溶解装置连接的超纯乳酸成品罐;离心装置还与蒸汽装置连通。

一种超纯级乳酸的制备方法及其制备装置

技术领域

[0001] 本发明涉及乳酸制备技术领域,尤其是涉及一种超纯级乳酸的制备方法及其制备装置。

背景技术

[0002] 乳酸,化学名为2-羟基丙酸,广泛应用于化学工业,如:食品、日用品、制药、皮革、油漆、烟草及纺织印染业等领域,近年来尤其表现在聚乳酸可降解材料及医用生物材料的应用。随着乳酸在多个领域的广泛应用,各个行业对乳酸溶液的浓度要求越来越高,常规的乳酸制造方法:如发酵法、合成法、酶化法等乳酸制备方法获得的乳酸溶液浓度相对较低,获得纯度较高的乳酸溶液仍有一定的难度。

发明内容

[0003] 本发明的目的在于提供一种超纯级乳酸的制备方法及其制备装置,通过采用分子蒸馏生产超纯级乳酸的制备方法以解决现有技术中存在的乳酸溶液浓度低、乳酸溶液中存在杂质和低品质的乳酸等情况。

[0004] 本发明提供的一种超纯级乳酸的制备方法,包括以下步骤:

[0005] 将乳酸溶液进行分子蒸馏,获得乳酸馏出物;

[0006] 向乳酸馏出物加入纯水,配置质量浓度为90-95%的乳酸馏出物溶液,乳酸馏出物溶液依次进行至少一次降温结晶处理和至少一次养晶处理,获得乳酸晶液混合物;

[0007] 乳酸晶液混合物离心处理,获得乳酸晶体;

[0008] 将乳酸晶体加入水后,加热溶解,获得超纯级乳酸的溶液。

[0009] 优选地,乳酸馏出物溶液依次进行三次降温结晶处理和三次养晶处理;第一次降温至30℃-35℃,养晶1-2h,第二次降温至26℃,养晶1-2h,第三次降温至22℃,养晶1-2h;降温速度为4℃/h。

[0010] 优选地,低温环境采用水、冰或冰水混合物中的一种。

[0011] 优选地,降温结晶处理过程中,采用结晶装置,向结晶装置中加适量晶种,进行降温结晶。

[0012] 优选地,离心的时间为8-10h。

[0013] 优选地,乳酸晶液混合物离心处理采用转鼓离心机进行离心处理;离心温度为20℃-25℃。

[0014] 优选地,获得的乳酸晶体采用纯水洗涤。

[0015] 优选地,将乳酸晶体加入水后,加热溶解,加热方式采用蒸汽盘管加热溶解乳酸晶体。

[0016] 优选地,加热温度为65℃--70℃。

[0017] 本发明还提供了一种超纯级乳酸的制备装置,包括蒸馏装置,与蒸馏装置连通的结晶装置,与结晶装置连接的离心装置,与离心装置连接的溶解装置,与离心装置连接的母

液成品罐，与溶解装置连接的超纯乳酸成品罐；离心装置还与蒸汽装置连通。

[0018] 本发明提供的方案与现有技术相比具有以下进步：

[0019] 1、将含有杂质和低质量乳酸的乳酸溶液一次进行蒸馏、结晶，可以有效的去除溶液中的杂质和低质量乳酸，将乳酸溶液进一步提纯后，进行结晶、养晶，获得高质量乳酸晶体。

[0020] 2、乳酸晶液混合物离心处理，离心时的温度为22℃，获得乳酸母液溶液，分离过程减少溶液损耗，乳酸母液可回收利用；将乳酸晶体加水后，加热溶解，通过温度在65℃-70℃之间阶段性加热，对乳酸溶液进行充分溶解，获得超纯级乳酸的溶液，过程简便快捷，获得超纯级乳酸的溶液固含量高。

附图说明

[0021] 为了更清楚地说明本发明具体实施方式或现有技术中的技术方案，下面将对具体实施方式或现有技术描述中所需要使用的附图作简单地介绍，显而易见地，下面描述中的附图是本发明的一些实施方式，对于本领域普通技术人员来讲，在不付出创造性劳动的前提下，还可以根据这些附图获得其他的附图。

[0022] 图1为本发明的超纯级乳酸的制备方法的步骤框图；

[0023] 图2为本发明的超纯级乳酸的制备装置结构示意图。

具体实施方式

[0024] 下面将结合附图对本发明的技术方案进行清楚、完整地描述，显然，所描述的实施例是本发明一部分实施例，而不是全部的实施例。基于本发明中的实施例，本领域普通技术人员在没有做出创造性劳动前提下所获得的所有其他实施例，都属于本发明保护的范围。

[0025] 在本发明的描述中，需要说明的是，术语“中心”、“上”、“下”、“左”、“右”、“竖直”、“水平”、“内”、“外”等指示的方位或位置关系为基于附图所示的方位或位置关系，仅是为了便于描述本发明和简化描述，而不是指示或暗示所指的装置或元件必须具有特定的方位、以特定的方位构造和操作，因此不能理解为对本发明的限制。

[0026] 在本发明的描述中，需要说明的是，除非另有明确的规定和限定，术语“安装”、“相连”、“连接”应做广义理解，例如，可以是固定连接，也可以是可拆卸连接，或一体地连接；可以是机械连接，也可以是电连接；可以是直接相连，也可以通过中间媒介间接相连，可以是两个元件内部的连通。对于本领域的普通技术人员而言，可以根据具体情况理解上述术语在本发明中的具体含义。

[0027] 如图1所示，本发明提供了一种超纯级乳酸的制备方法，包括以下步骤：

[0028] S1) 将乳酸溶液进行分子蒸馏，获得到乳酸馏出物；

[0029] S2) 向乳酸馏出物加入纯水，配置质量浓度为90-95%的乳酸馏出物溶液，乳酸馏出物溶液依次进行至少一次降温结晶处理和至少一次养晶处理，获得乳酸晶液混合物；

[0030] S3) 乳酸晶液混合物离心处理，获得乳酸晶体；

[0031] S4) 将乳酸晶体加入水后，加热溶解，获得超纯级乳酸的溶液。

[0032] 优选地，乳酸馏出物溶液依次进行三次降温结晶处理和三次养晶处理；第一次降温至30℃-35℃，养晶1-2h，第二次降温至26℃，养晶1-2h，第三次降温至22℃，养晶1-2h；降

温速度为4℃/h。

[0033] 具体地,低温环境采用水、冰或冰水混合物中的一种。

[0034] 具体地,降温结晶处理过程中,采用结晶装置,向结晶装置中加适量晶种,进行降温结晶。

[0035] 具体地,离心的时间为8-10h。

[0036] 具体地,乳酸晶液混合物离心处理采用转鼓离心机进行离心处理;离心时的温度为22℃。

[0037] 具体地,获得的乳酸晶体采用纯水洗涤。

[0038] 具体地,将乳酸晶体加入水后,加热溶解,加热方式采用蒸汽盘管加热溶解乳酸晶体。

[0039] 具体地,加热温度为65℃--70℃。

[0040] 本发明还提供了一种超纯级乳酸的制备装置,包括蒸馏装置,与蒸馏装置连通的结晶装置,与结晶装置连接的离心装置,与离心装置连接的溶解装置,与离心装置连接的母液成品罐,与溶解装置连接的超纯乳酸成品罐;离心装置还与蒸汽装置连通。

[0041] 实施例一

[0042] 本发明提供的一种超纯级乳酸的制备方法:包括以下步骤:

[0043] 1) 将乳酸溶液进行分子蒸馏,获得到乳酸馏出物;

[0044] 2) 向乳酸馏出物加入纯水,配置质量浓度为90%的乳酸馏出物溶液,乳酸馏出物溶液依次进行三次降温结晶处理和三次养晶处理;低温环境采用低于室温的凉水;第一次降温至30℃,养晶1h,第二次降温至26℃,养晶1h,第三次降温至22℃,养晶1h;降温速度为4℃/h,获得乳酸晶液混合物;降温结晶处理过程中,采用结晶装置,向结晶装置中迅速加入适量晶种,晶种播撒必须均匀且防止异物进入罐内,进行降温结晶。

[0045] 3) 乳酸晶液混合物离心处理,乳酸晶液混合物离心处理采用转鼓离心机进行离心处理;离心的时间为8h,离心时的温度为20℃,离心后获得的溶液为乳酸母液,乳酸母液泵入母液成品罐,对乳酸母液进行60℃保温存放;离心后获得的固体为乳酸晶体;获得的乳酸晶体采用纯水洗涤。

[0046] 4) 将乳酸晶体加入水后,加热溶解,加热方式采用蒸汽盘管加热溶解乳酸晶体,加热温度为65℃,获得超纯级乳酸的溶液,泵入超纯乳酸成品罐,并保温存放。

[0047] 如图2,本发明还提供了一种超纯级乳酸的装置:包括蒸馏装置,与蒸馏装置连通的结晶装置,与结晶装置连接的离心装置,与离心装置连接的溶解装置,与离心装置连接的母液成品罐,与溶解装置连接的超纯乳酸成品罐;离心装置还与蒸汽装置连通。

[0048] 本发明提供的超纯级乳酸的制备装置的工作过程包括:将乳酸溶液泵入蒸馏装置,经过蒸馏分馏后,再将乳酸馏出物泵入与蒸馏装置连通的结晶装置,经过结晶、养晶,获得乳酸晶液混合物,将乳酸晶液混合物泵入与结晶装置连接的离心装置进行离心,经过离心加热后,获得母液,将母液泵入与离心装置连接的母液成品罐,再将乳酸晶体倒入溶解装置;溶解装置还与蒸汽装置连通,加入纯水后,蒸汽装置对溶液装置进行加热,获得超纯乳酸溶液,并将超纯乳酸溶液泵入与溶液装置连接的超纯乳酸成品罐并保存。

[0049] 实施例二

[0050] 如图1本发明提供的一种超纯级乳酸的制备方法:包括以下步骤:

[0051] 1) 将乳酸溶液进行分子蒸馏,获得到乳酸馏出物;

[0052] 2) 向乳酸馏出物加入纯水,配置质量浓度为95%的乳酸馏出物溶液,乳酸馏出物溶液依次进行三次降温结晶处理和三次养晶处理;低温环境采用低于室温的冰;第一次降温至35℃,养晶2h,第二次降温至26℃,养晶2h,第三次降温至22℃,养晶2h;降温速度为4℃/h,获得乳酸晶液混合物;降温结晶处理过程中,采用结晶装置,向结晶装置中迅速加入适量晶种,晶种播撒必须均匀且防止异物进入罐内,进行降温结晶。

[0053] 3) 乳酸晶液混合物离心处理,乳酸晶液混合物离心处理采用转鼓离心机进行离心处理;离心的时间为10h,离心时的温度为22℃,离心后获得的溶液为乳酸母液,乳酸母液泵入母液成品罐,对乳酸母液进行65℃保温存放;离心后获得的固体为乳酸晶体;获得的乳酸晶体采用纯水洗涤。

[0054] 4) 将乳酸晶体加入水后,加热溶解,加热方式采用蒸汽盘管加热溶解乳酸晶体,加热温度为70℃,获得超纯级乳酸的溶液,泵入超纯乳酸成品罐,并保温存放。

[0055] 如图2,本发明还提供了一种超纯级乳酸的制备装置:包括蒸馏装置,与蒸馏装置连通的结晶装置,与结晶装置连接的离心装置,与离心装置连接的溶解装置,与离心装置连接的母液成品罐,与溶解装置连接的超纯乳酸成品罐;离心装置还与蒸汽装置连通。

[0056] 本发明提供的超纯级乳酸的制备装置的工作过程包括:将乳酸溶液泵入蒸馏装置,经过蒸馏分馏后,再将乳酸馏出物泵入与蒸馏装置连通的结晶装置,经过结晶、养晶,获得乳酸晶液混合物,将乳酸晶液混合物泵入与结晶装置连接的离心装置进行离心,经过离心加热后,获得母液,将母液泵入与离心装置连接的母液成品罐,再将乳酸晶体倒入溶解装置;溶解装置还与蒸汽装置连通,加入纯水后,蒸汽装置对溶液装置进行加热,获得超纯乳酸溶液,并将超纯乳酸溶液泵入与溶液装置连接的超纯乳酸成品罐并保存。

[0057] 实施例三

[0058] 如图1本发明提供一种超纯级乳酸的制备方法:包括以下步骤:

[0059] 1) 将乳酸溶液进行分子蒸馏,获得到乳酸馏出物;

[0060] 2) 向乳酸馏出物加入纯水,配置质量浓度为92.5%的乳酸馏出物溶液,乳酸馏出物溶液依次进行三次降温结晶处理和三次养晶处理;低温环境采用低于室温的冰水混合物;第一次降温至33℃,养晶1.5h,第二次降温至26℃,养晶1.5h,第三次降温至22℃,养晶1.5h;降温速度为4℃/h,获得乳酸晶液混合物;降温结晶处理过程中,采用结晶装置,向结晶装置中迅速加入适量晶种,晶种播撒必须均匀且防止异物进入罐内,进行降温结晶。

[0061] 3) 乳酸晶液混合物离心处理,乳酸晶液混合物离心处理采用转鼓离心机进行离心处理;离心的时间为9h,离心时的温度为25℃,离心后获得的溶液为乳酸母液,乳酸母液泵入母液成品罐,对乳酸母液进行63℃保温存放;离心后获得的固体为乳酸晶体;获得的乳酸晶体采用纯水洗涤。

[0062] 4) 将乳酸晶体加入水后,加热溶解,加热方式采用蒸汽盘管加热溶解乳酸晶体,加热温度为68℃,获得超纯级乳酸的溶液,泵入超纯乳酸成品罐,并保温存放。

[0063] 如图2,本发明还提供了一种超纯级乳酸的制备装置:包括蒸馏装置,与蒸馏装置连通的结晶装置,与结晶装置连接的离心装置,与离心装置连接的溶解装置,与离心装置连接的母液成品罐,与溶解装置连接的超纯乳酸成品罐;离心装置还与蒸汽装置连通。

[0064] 本发明提供的超纯级乳酸的制备装置的工作过程包括:将乳酸溶液泵入蒸馏装

置,经过蒸馏分馏后,再将乳酸馏出物泵入与蒸馏装置连通的结晶装置,经过结晶、养晶,获得乳酸晶液混合物,将乳酸晶液混合物泵入与结晶装置连接的离心装置进行离心,经过离心加热后,获得母液,将母液泵入与离心装置连接的母液成品罐,再将乳酸晶体倒入溶解装置;溶解装置还与蒸汽装置连通,加入纯水后,蒸汽装置对溶液装置进行加热,获得超纯乳酸溶液,并将超纯乳酸溶液泵入与溶液装置连接的超纯乳酸成品罐并保存。

[0065] 将以上三个实施例制备的超纯级乳酸检验结果与原乳酸溶液检测结果进行比较如下表一:

[0066] 表一

测试项	总酸度 (%)	紫外线指数	气相色谱分析 (ppm)					高效液相色谱紫外法 (ppm)
			乳酸乙酯	乙酸	丙酸	丁酸	戊酸	5-(乙氧基甲基)呋喃-2-甲醛
[0067] 乳酸溶液	99.17	0.066	7.9	45.9	1.5	0.4	2.19	14.5
实施例一	97.79	0.01	4.3	21.4	未检出	未检出	未检出	未检出
实施例二	97.83	0.01	4.1	21.2	未检出	未检出	未检出	未检出
实施例三	97.67	0.01	4.2	21.0	未检出	未检出	未检出	未检出

[0068] 表一为原乳酸溶液和三个实施例制备的超纯级乳酸溶液的检验结果,主要表现为产品的杂质含量参数,以及通过紫外线指数分析产品的固含量情况,测试结果可见:乳酸溶液原液的紫外线指数为0.066,而经过超纯级乳酸制备方法生产的乳酸溶液均为0.01,由此可见,经过超纯级乳酸制备方法后生产的乳酸杂质更少、纯度更高;通过气相色谱分析和液相色谱分析的结果显示,乳酸溶液原液中的杂质包括乳酸乙酯7.9ppm,乙酸45.9ppm,丙酸1.5ppm,丁酸0.4ppm,戊酸2.19ppm,5-(乙氧基甲基)呋喃-2-甲醛14.5ppm,而实施例一中含有杂质乳酸乙酯4.3ppm,乙酸21.4ppm,实施例二中含有杂质乳酸乙酯4.1ppm,乙酸21.2ppm,实施例三中含有杂质乳酸乙酯4.2ppm,乙酸21.0ppm,可见经过本发明提供的超纯级乳酸的制备方法生产得到的超纯级乳酸溶液杂质含量明显减少,并且实施例一、二、三获得的超纯级乳酸溶液经检测均未发现的丙酸,丁酸,戊酸,5-(乙氧基甲基)呋喃-2-甲醛等杂质。

[0069] 以上所述是本发明的优选实施方式,应当指出,对于本技术领域的普通技术人员来说,在不脱离本发明所述原理的前提下,还可以作出若干改进和润饰,这些改进和润饰也应视为本发明的保护范围。

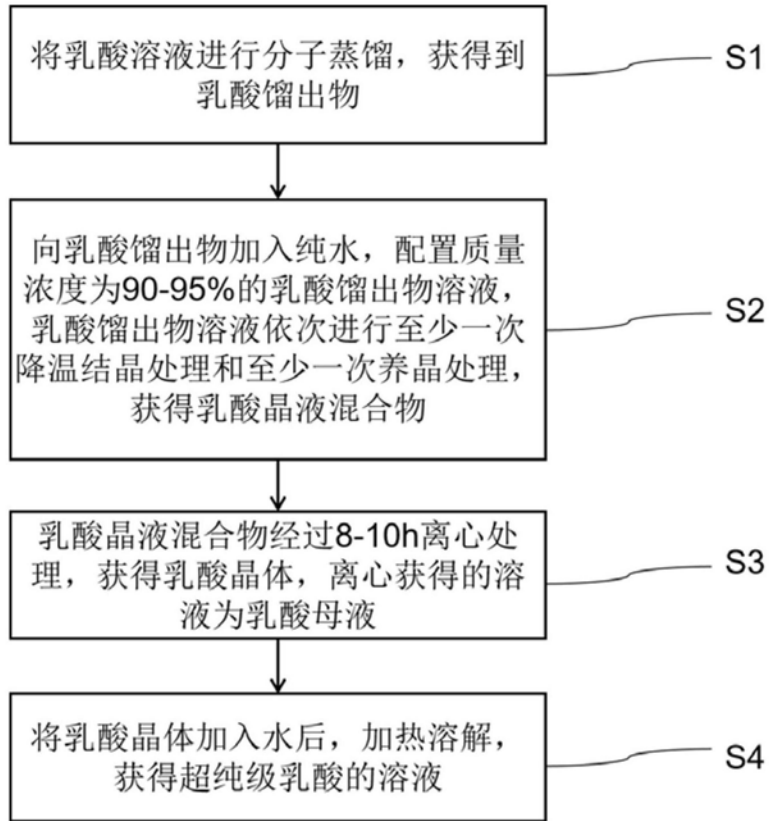


图1

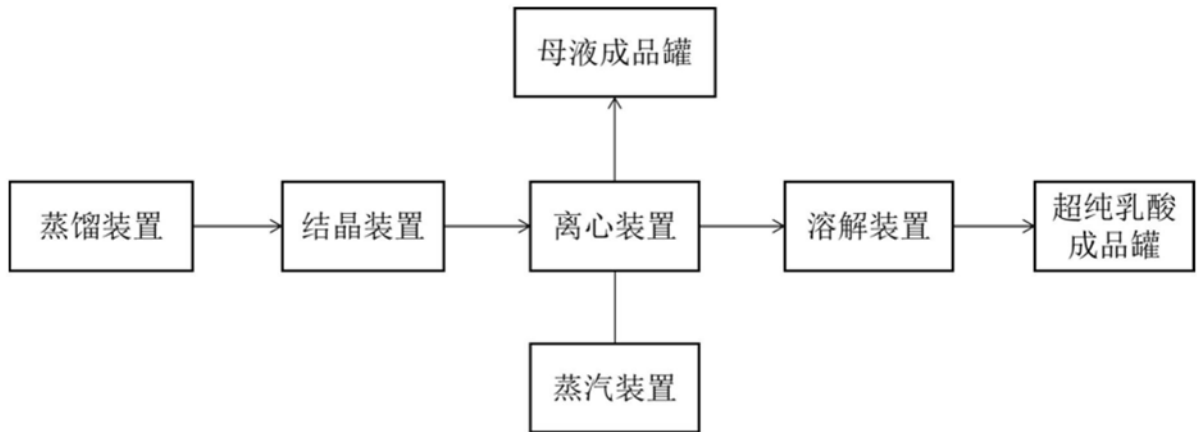


图2