ՀԱՅԿԱԿԱՆ ՔԻՄԻԱԿԱՆ ԱՄՍԱԳԻՐ
АРМЯНСКИЙ ХИМИЧЕСКИЙ ЖУРНАЛ
XXXI, № 9, 1978

УДК 547.472.2+661.733.2

НОВЫЙ СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ МОЛОЧНОЙ КИСЛОТЫ

А. Я. КОЗОРОВИЦКИЙ и В. П. МАНАННИКОВ

Ереванский отдел органического синтеза ВНИИ «ИРЕА»

Поступило 14 IX 1977

В настоящее время единственным синтетическим методом получения молочной кислоты и внедрения в производство в СССР является щелочной гидролиз α-монохлорпропионовой кислоты. В сыром продукте, получаемом по этому методу, содержится 6—8% ионного хлора, в то время как для одного из основных потребителей молочной кислоты—производства полиэтилена—недопустимо содержание в ней Cl^- в количествах, превышающих $(5—10)\cdot10^{-4}$ %. Это приводит либо к большому расходу ионообменных смол при очистке сырого продукта, либо к необходимости введения трех дополнительных стадий — этерификации молочной кислоты метанолом, отгонки образущегося эфира и его гидролиза. В последнем случае выход молочной кислоты составляет 55% [1].

В литературе описано несколько методов синтеза молочной кислоты [2—5], однако все они по тем или иным причинам (низкий выход, необходимость работы с сильнотоксичными веществами, отсутствие сырьевой базы) являются малоприемлемыми для промышленности. В связи с этим нами был разработан новый метод получения молочной кислоты. Суть метода заключается в том, что при поликонденсации расплава хлорпропионата натрия получается полимолочная кислота, в которой хлористый натрий растворим очень мало. После отделения полимера от соли и его гидролиза получается 40% водный раствор молочной кислоты (целевой продукт) с содержанием Cl^- 0,1—0,2%. Окончательная очистка производится активированным углем и на анионите. Выход молочной кислоты, отвечающей требованиям ТУ, составляет 72—76%. Кроме того, еще 7—9% кислоты находится в виде $\approx$10% водного раствора, содержащего $\approx$0,003% Cl^-, который можно использовать на стадии гидролиза полимера.

Поскольку хлорпропионат натрия не является товарным продуктом, то исходными веществами для синтеза служат хлорпропионовая кислота и едкий натр. Из наиболее распространенных и дешевых растворителей—вода, этанол, ацетон—для реакции нейтрализации по технологическим соображениям (легкость перемешивания, спокойное и равномерное кипение) нами выбран этанол.

Экспериментальная часть

К смеси 44 *г* (1,1 моля) едкого натра и 100 *мл* этилового спирта медленно прикапывают при перемешивании 83 *мл* (1 моль) перегнанной α-хлорпропионовой кислоты. Растворитель отгоняют и реакционную смесь выдерживают 40 мин. при 185—195°. После охлаждения добавляют 250 *мл* ацетона, 8,7 *мл* (0,1 моля) 35% HCl и отфильтровывают выпавший хлористый натрий. Из маточника полностью удаляют ацетон, к смолообразному остатку добавляют 100 *мл* дистиллированной воды и выдерживают в запаянной стеклянной ампуле 3 часа при 130°, время от времени перемешивая содержимое. Получают 168—170 *г* 50% молочной кислоты (выход сырого продукта 93—95%).

Для очистки молочной кислоты к 100 *г* ее 50% водного раствора добавляют 5 *г* активированного угля, кипятят 5—10 мин., фильтруют, осадок промывают 10 *мл* воды и полученный раствор пропускают через колонку с 20 *г* (в расчете на сухой вес) анионита АН-1 в гидроксильной форме. Скорость пропускания 50 *мл/час*. Первую часть элюата, не содержащую кислоты, отбрасывают, остальное собирают. После пропускания всего объема колонку промывают 55 *мл* дистиллированной воды, присоединяя первые 10 *мл* к основному элюату, а остальное собирая отдельно. Получают 97—100 *г* 40% молочной кислоты (72—76%) с содержанием Cl^- $(2—3)\cdot10^{-4}$ % и 45 *г* 9—11% молочной кислоты (7—9%) с содержанием Cl^- 0,003%.

Полученный продукт соответствовал всем параметрам, указанным в ТУ 6—09—3372—75. Методы анализа указаны там же.

ЛИТЕРАТУРА

1. «Молочная кислота 40%-ная», технологический регламент ЕрЗХР, 1975 г.
2. *Хасимото Итиро, Огава Масао, Китабана Мититоси*, Яп. пат. № 13027 (1972); РЖХ 1973, 6Н97П.
3. *Б. Ф. Уставщиков, В. А. Подгорнова, М. И. Фарберов*, ДАН СССР, 168, 1335 (1966).
4. *W. Müller, J. Schwelghofer, F. Woinrotter*, Пат. ФРГ № 1257766 (1968); РЖХ 1969, 18Н84П.
5. *H. B. Charman*, Англ. пат. № 1215012 (1970); РЖХ 1971, 13Н59П.