

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 661 571**

51 Int. Cl.:

C07D 307/68 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **10.06.2013 PCT/US2013/044932**

87 Fecha y número de publicación internacional: **27.12.2013 WO13191943**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **10.06.2013 E 13729902 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **10.01.2018 EP 2864306**

54 Título: **Purificación de ácido furano 2,5-dicarboxílico bruto mediante hidrogenación**

30 Prioridad:

22.06.2012 US 201261663246 P
04.02.2013 US 201313758080

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
02.04.2018

73 Titular/es:

EASTMAN CHEMICAL COMPANY (100.0%)
200 South Wilcox Drive
Kingsport, TN 37660, US

72 Inventor/es:

JANKA, MESFIN EJERSSA;
SUMNER, CHARLES EDWAN;
KIRK, SHANE KIPLEY;
SHAIKH, ASHFAQ SHAHANAWAZ y
PARKER, KENNY RANDOLPH

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 661 571 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).

DESCRIPCION

Purificación de ácido furano 2,5-dicarboxílico bruto mediante hidrogenación

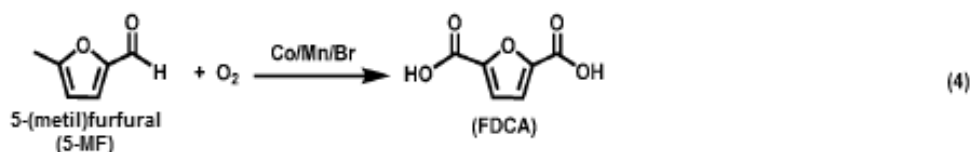
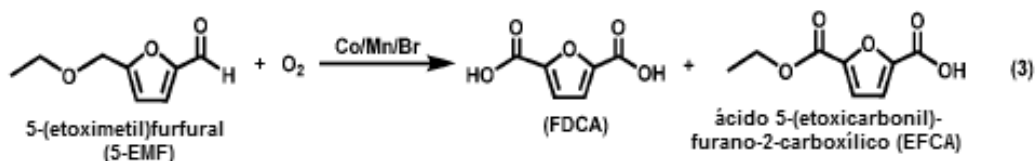
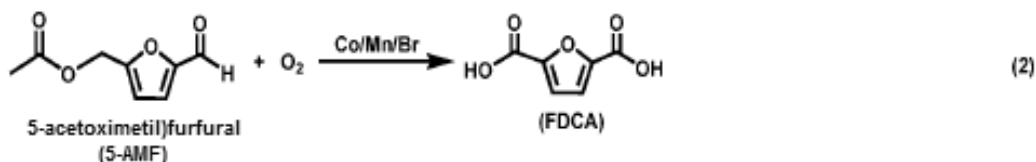
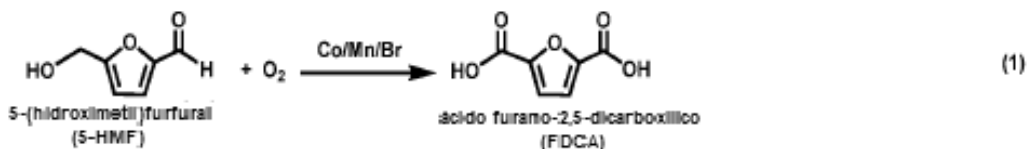
Campo de la invención.

5 Esta invención se refiere en general a la producción de ácidos furano 2,5-dicarboxílicos purificados. En particular, la invención se refiere a la purificación de ácido furano 2,5-dicarboxílico bruto mediante hidrogenación suave.

Antecedentes de la invención.

Los ácidos dicarboxílicos aromáticos tales como el ácido tereftálico y el ácido isoftálico se usan para producir diversos productos de poliéster, de los que son ejemplos importantes el poli(tereftalato de etileno) y sus copolímeros. Estos ácidos dicarboxílicos aromáticos se sintetizan mediante la autooxidación catalizada de los correspondientes compuestos dialquil aromáticos que se obtienen a partir de combustibles fósiles (documento US 2006/0205977 A1). Existe un interés creciente en el uso de recursos renovables como materias primas de alimentación para la industria química, debido principalmente a la progresiva disminución de las reservas fósiles y al impacto ambiental asociado.

El ácido furano 2,5-dicarboxílico ("FDCA") es un producto intermedio versátil considerado como una prometedora y más próxima alternativa al ácido tereftálico y al ácido isoftálico, basada en la biología. Se sintetiza mediante la oxidación catalítica de 5-(hidroximetil) furfural (5-HMF) como se muestra en la ecuación 1 a continuación; o mediante la oxidación catalítica de ésteres de 5-HMF (5-R(CO)OCH₂-furfural donde R = alquilo, cicloalquilo y arilo) como se muestra en la ecuación 2 a continuación; o mediante la oxidación catalítica de éteres 5-HMF (5-R'OCH₂-furfural, donde R' = alquilo, cicloalquilo y arilo) como se muestra en la ecuación 3 a continuación; o por la oxidación catalítica de 5-alquil furfurales (5-R''-furfural, donde R'' = alquilo, cicloalquilo y arilo) como se muestra en la ecuación 4 a continuación; usando en cada caso un sistema de catalizador de Co/Mn/Br. También se pueden usar materias primas mixtas de 5-HMF y ésteres de 5-HMF, materias primas mixtas de 5-HMF y éteres de 5-HMF, y materias primas mixtas de 5-HMF y 5-alquil furfurales.



Los autores de la presente invención han encontrado que las reacciones anteriores trabajan bien. Sin embargo, se producen diversas impurezas, en particular especies de ácidos monocarboxílicos tales como ácido 5-formil furano-2-carboxílico (FFCA). Estos ácidos monocarboxílicos no son deseables ya que terminan el crecimiento de la cadena de un polímero dando como resultado una menor viscosidad del polímero. Si hay cuerpos coloreados presentes en el FDCA bruto o permanecen en el producto de FDCA, estos cuerpos coloreados se transportan a compuestos o polímeros usando el FDCA como monómero reactivo para colorear así el compuesto o polímero. Por tanto, es necesario purificar el FDCA bruto para eliminar los cuerpos con color al tiempo que se minimiza la presencia de FFCA en el producto FDCA.

En el proceso para la fabricación de ácido tereftálico, un método convencional para purificar ácido tereftálico bruto (CTA) es producir ácido tereftálico purificado (PTA) sometiendo el CTA a un tratamiento de hidrogenación, en el que se hidrogena el 4-CBA (un terminador de cadena) a ácido para-toluico, y los cuerpos con color se hidrogenan dando lugar a compuestos sólidos incoloros. Para lograr la purificación por hidrogenación, las partículas de CTA sólidas se disuelven típicamente en un disolvente (por ejemplo, agua), y la solución resultante se somete a hidrogenación en fase líquida en presencia de un catalizador de hidrogenación. Aunque es eficaz para reducir el amarilleamiento, la purificación de CTA mediante hidrogenación puede ser costosa porque se lleva a cabo a altas temperaturas de reacción, consumiendo así una gran cantidad de energía, y bajo presión parcial de hidrógeno elevada, consumiendo así una gran cantidad de hidrógeno.

Por lo tanto, sigue existiendo la necesidad de reducir eficazmente los cuerpos con color en el FDCA bruto sin consumir una gran cantidad de energía ni de hidrógeno en el proceso.

El documento WO 2009/023174 se refiere al método de convertir hidroximetilfurfural y sus especies derivadas en productos de oxidación del hidroximetilfurfural. El método incluye poner en contacto la especie de hidroximetilfurfural en mezcla con una enzima que oxida la especie de hidroximetilfurfural mientras se controla el peróxido de hidrógeno en la mezcla. En un ejemplo de forma de realización, la enzima es cloroperoxidasa y el peróxido de hidrógeno se dosifica en la mezcla para hacer predominante y selectivamente al menos uno de los compuestos ácido formilfurano carboxílico o ácido furano dicarboxílico. En otra forma de reacción la enzima es aril alcohol oxidasa y se incluye catalasa en la mezcla para eliminar el subproducto de peróxido de hidrógeno no deseado y la reacción hace de forma predominante al menos uno de los compuestos dimetilfurano o ácido formilfurano dicarboxílico. Cuando el producto predominante es un ácido carboxílico o un ácido furano dicarboxílico, puede ser recuperado en forma sustancialmente pura por precipitación ácida,

Compendio de la invención.

En esta invención se describe un proceso para obtener un FDCA producto (pFDCA) que ha sido purificado mediante hidrogenación catalítica en condiciones suaves.

En particular, se proporciona ahora un proceso para purificar una composición de ácido furano 2,5-dicarboxílico bruto (cFDCA) que comprende:

- a) proporcionar en una zona de oxidación una composición de cFDCA que comprende sólidos de ácido furano 2,5-dicarboxílico (FDCA), ácido 5-formil furano-2-carboxílico (FFCA) y una composición de disolvente de oxidación que es una solución acuosa de ácido acético que tiene una concentración de ácido acético de 80 a 99% en peso antes de añadirla a la zona de oxidación; o la composición de disolvente de oxidación como se añade comprende una mezcla de agua y ácido acético que tiene un contenido de agua de 0% a aproximadamente 15% en peso;
- b) combinar una composición de disolvente de hidrogenación con dichos sólidos de FDCA y disolver al menos una porción de los sólidos de FDCA para producir así una composición de FDCA solvatado (sFDCA) que comprende FDCA disuelto, la composición de disolvente de hidrogenación y FFCA;
- c) en una zona de reacción de hidrogenación, hidrogenar la composición de sFDCA poniendo en contacto con hidrógeno la composición de sFDCA a una temperatura que se encuentra en un intervalo de 130 °C a 225 °C y bajo una presión parcial de hidrógeno dentro de un intervalo de 69 kPa a 6,2 MPa en presencia de un catalizador de hidrogenación, para hidrogenar así el FFCA y producir una composición de ácido furano 2,5-dicarboxílico (hFDCA) que comprende una especie de FFCA hidrogenado, FDCA disuelto y dicho disolvente de hidrogenación; y
- e) separar al menos una parte del FDCA disuelto de la composición de hFDCA para obtener una composición de producto FDCA (pFDCA),

en donde la reacción de hidrogenación se realiza bajo condiciones tales que la composición de hFDCA contiene no más de 2% en peso de ácido tetrahydrofurano-2,5-dicarboxílico (THFDCA), basada en el peso de la composición de hFDCA, que incluye líquidos y sólidos.

Breve descripción de los dibujos.

La FIG. 1 representa la solubilidad del FDCA en agua a distintas temperaturas.

Descripción detallada de la invención.

Debe entenderse que lo que sigue no pretende ser una lista exclusiva de términos definidos. Se pueden proporcionar otras definiciones en la descripción precedente, tales como, por ejemplo, cuando acompañan el uso de un término definido en contexto.

Como se usa en el presente texto, los términos "un", "una", "el" y "la" significan uno o más. Como se usa en el presente texto, el término "y/o", cuando se usa en una lista de dos o más ítems, significa que uno cualquiera de los

Ítems enumerados se puede emplear solo o en cualquier combinación de dos o más de los ítems enumerados. Por ejemplo, si se describe que una composición contiene los componentes A, B y/o C, la composición puede contener solo A; solo B; solo C; A y B en combinación; A y C en combinación, B y C en combinación; o A, B y C en combinación.

5 Tal como se usa en el presente documento, los términos "que comprende", "comprende" y "comprenden" son términos de transición abiertos que se usan para la transición de un sujeto citado antes del término a uno o más elementos citados después del término, donde el elemento o elementos enumerados después del término de transición no son necesariamente los únicos elementos que componen el sujeto.

10 Como se usa en el presente texto, los términos "que tiene", "tiene", "contiene", "que incluye", "incluye", "incluyen" y "tener" tienen el mismo significado abierto que "que comprende", "comprende" y "comprenden" proporcionados anteriormente.

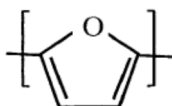
15 La presente descripción utiliza márgenes numéricos para cuantificar ciertos parámetros que se relacionan con la invención. Debe entenderse que, cuando se proporcionan márgenes numéricos, debe considerarse que tales márgenes brindan soporte literal para reivindicar limitaciones que solo citan el valor más bajo del margen, así como que reivindicar limitaciones que solo citan el valor superior del margen. Por ejemplo, un margen numérico descrito de 10 a 100 proporciona soporte literal para una reivindicación que dice "mayor que 10" (sin límites superiores) y una reivindicación que dice "menor que 100" (sin límites inferiores) y proporciona apoyo literal e incluye los puntos finales de 10 y 100.

20 La presente descripción utiliza valores numéricos específicos para cuantificar ciertos parámetros relacionados con la invención, donde los valores numéricos específicos no son expresamente parte de un margen numérico. Debe entenderse que cada valor numérico específico proporcionado en este documento debe considerarse que proporciona soporte literal para un margen amplio, intermedio y estrecho. El margen amplio asociado con cada valor numérico específico es el valor numérico más y menos el 60 por ciento del valor numérico, redondeado a dos dígitos significativos. El margen intermedio asociado con cada valor numérico específico es el valor numérico más y menos el 30 por ciento del valor numérico, redondeado a dos dígitos significativos. El margen estrecho asociado con cada valor numérico específico es el valor numérico más y menos el 15 por ciento del valor numérico, redondeado a dos dígitos significativos. Por ejemplo, si la especificación describe una temperatura específica de 16,7 °C, tal descripción proporciona soporte literal para un margen numérico amplio de -3,9 °C a 37,2 °C [16,7 °C +/- 20,5 °C], un margen numérico intermedio de 6,1 °C a 27,2 °C [16,7 °C +/- 10,5 °C], y un margen numérico estrecho de 11,7 °C a 21,7 °C [16,7 °C +/- 5 °C]. Estos márgenes numéricos amplio, intermedio y estrecho deberían aplicarse no solo a los valores específicos, sino también a las diferencias entre estos valores específicos. Así pues, si la especificación describe una primera presión de 0,76 MPa y una segunda presión de 0,33 MPa (una diferencia de 0,43 MPa), los márgenes amplio, intermedio y estrecho para la diferencia de presión entre estas dos corrientes sería de 0,17 MPa a 0,68 MPa, de 0,3 MPa a 0,56 MPa, y de 0,37 MPa a 0,49 MPa, respectivamente.

35 Todas las cantidades son en peso a menos que se especifique otra cosa. Todas las cantidades en peso se basan en el peso de la corriente de composición completa que contiene el ingrediente en cuestión, en vez de una parte de esa composición o una corriente diferente por completo, a menos que se indique otra cosa. Todas las cantidades indicadas en ppm son en peso (ppm peso) a menos que se indique otra cosa.

40 Se proporciona una composición de FDCA bruto (cFDCA) que comprende sólidos de ácido furano 2,5-dicarboxílico (FDCA), ácido 5-formil furan-2-carboxílico (FFCA) y una composición de disolvente de oxidación. Esta composición puede proporcionarse de diversas formas. Se describe una técnica de la forma que sigue.

Una composición oxidable se alimenta a una zona de oxidación, en donde la composición oxidable contiene un compuesto que tiene un resto furano. El resto furano puede representarse por la estructura:

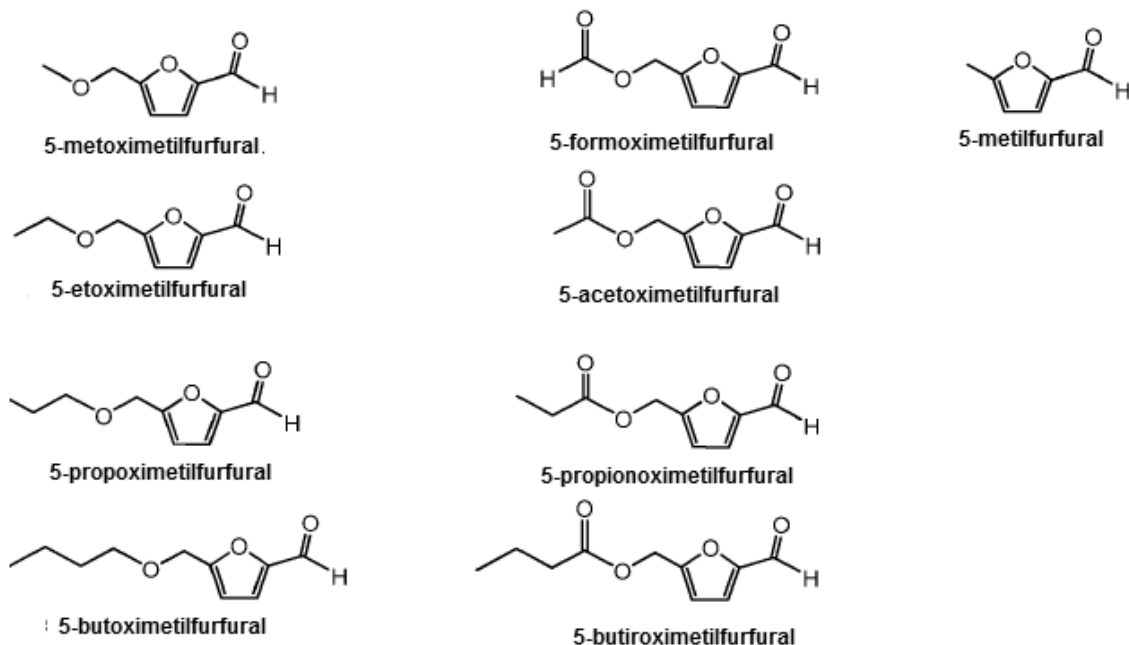


45 Los compuestos que tienen un resto de furano son tales que, al tener lugar la oxidación, forman grupos funcionales de ácido carboxílico en el compuesto. Los ejemplos de compuestos que tienen restos de furano incluyen 5-(hidroximetil) furfural (5-HMF) y derivados de 5-HMF. Tales derivados incluyen ésteres de 5-HMF, tales como los representados por la fórmula 5-R(CO)OCH₂-furfural donde R = grupos alquilo, cicloalquilo y arilo que tienen de 1 a 8 átomos de carbono, o 1 - 4 átomos de carbono o 1 - 2 átomos de carbono; éteres de 5-HMF representados por la fórmula 5-R'OCH₂-furfural, donde R' = alquilo, cicloalquilo y arilo que tienen de 1 a 8 átomos de carbono, o 1 - 4 átomos de carbono o 1 - 2 átomos de carbono); 5-alkil furfurales representados por la fórmula 5-R"-furfural, donde R" = alquilo, cicloalquilo y arilo que tienen de 1 a 8 átomos de carbono, o 1 - 4 átomos de carbono o 1 - 2 átomos de carbono). Así pues, la composición oxidable puede contener mezclas de 5-HMF y ésteres de 5-HMF; 5-HMF y éteres de 5-HMF; 5-HMF y 5-alkil furfurales, o mezclas de 5-HMF y sus derivados de ésteres, éteres y alquilo.

La composición oxidable, además de 5-(hidroximetil) furfural (5-HMF) o uno de sus derivados, puede contener también 5-(acetoximetil) furfural (5-AMF) y 5-(etoximetil) furfural (5-EMF).

Los ejemplos específicos de derivados de 5-HMF incluyen aquellos que tienen las siguientes estructuras:

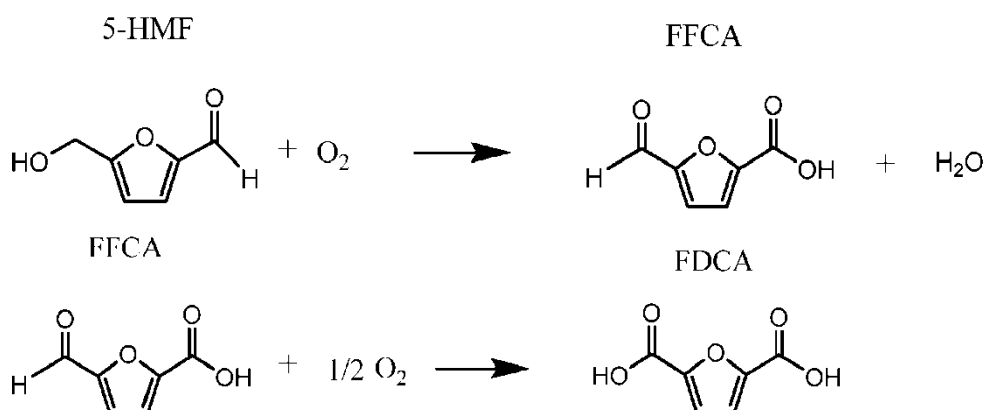
Alimentación de derivados de 5-HMF preferidos



5 Una composición oxidable se alimenta a una zona de oxidación primaria y se hace reaccionar en presencia de una composición de disolvente de oxidación, un sistema catalizador y un gas que comprende oxígeno, para generar una corriente de ácido dicarboxílico bruto que comprende ácido furano-2,5-dicarboxílico (FDCA).

Por ejemplo, la composición oxidable que contiene 5-HMF, o sus derivados o combinaciones de los mismos, se oxidan con O₂ en una reacción en etapas múltiples para formar FDCA con ácido 5-formil furano-2-carboxílico (FFCA) como intermedio clave, representado por la siguiente secuencia:

10



15

Si se desea, la corriente de gas oxígeno que comprende oxígeno, una corriente de composición de disolvente de oxidación y la corriente oxidable, se pueden alimentar a una zona de oxidación primaria como corrientes separadas. O bien, una corriente de oxígeno que comprende oxígeno como una corriente y una corriente oxidable que comprende una composición de disolvente de oxidación, catalizador y compuestos oxidables como segunda corriente, se pueden alimentar a la zona de oxidación primaria. En consecuencia, la composición de disolvente de oxidación, gas oxígeno que comprende oxígeno, sistema catalizador y compuestos oxidables pueden alimentarse a la zona de oxidación primaria como corrientes separadas e individuales o combinarse en cualquier combinación

20

antes de entrar en la zona de oxidación primaria en la que estas corrientes de alimentación pueden entrar en una sola ubicación o en múltiples ubicaciones en la zona primaria de oxidante.

5 El catalizador puede ser un catalizador homogéneo soluble en la composición de disolvente de oxidación o un catalizador heterogéneo. La composición del catalizador es deseablemente soluble en la composición del disolvente de oxidación bajo las condiciones de reacción, o es soluble en los reactivos alimentados a la zona de oxidación. Preferiblemente, la composición del catalizador es soluble en la composición del disolvente de oxidación a 40 °C y 1 atm, y es soluble en la composición del disolvente de oxidación bajo las condiciones de reacción.

10 Los componentes de catalizador adecuados comprenden al menos uno seleccionado, pero sin que sea limitante, entre compuestos de cobalto, bromo y manganeso. Preferiblemente, se selecciona un sistema de catalizador homogéneo. El sistema catalizador preferido comprende cobalto, manganeso y bromo.

15 Los átomos de cobalto pueden proporcionarse en forma iónica como sales inorgánicas de cobalto, tales como bromuro de cobalto, nitrato de cobalto o cloruro de cobalto, o compuestos orgánicos de cobalto tales como sales de cobalto de ácidos alifáticos o aromáticos que tienen de 2 a 22 átomos de carbono, incluyendo acetato de cobalto, octanoato de cobalto, benzoato de cobalto, acetilacetato de cobalto y naftalato de cobalto. El estado de oxidación del cobalto cuando se añade como compuesto a la mezcla de reacción no está limitado, e incluye los estados de oxidación +2 y +3.

20 Los átomos de manganeso pueden proporcionarse como una o más sales inorgánicas de manganeso, como boratos de manganeso, haluros de manganeso, nitratos de manganeso, o como compuestos organometálicos de manganeso, como las sales de manganeso de ácidos carboxílicos alifáticos inferiores, incluido el acetato de manganeso, y las sales de manganeso de beta-dicetonatos, incluido el acetilacetato de manganeso.

El componente de bromo se puede añadir como bromo elemental, en forma combinada o como un anión. Las fuentes de bromo adecuadas incluyen ácido bromhídrico, bromuro de sodio, bromuro de amonio, bromuro de potasio y tetrabromoetano. El ácido bromhídrico o el bromuro de sodio pueden ser fuentes de bromo preferidas.

25 La cantidad de átomos de bromo varía deseablemente entre al menos 300 ppm o al menos 2000 ppm, o al menos 2500 ppm, o al menos 3000 ppm, o al menos 3500 ppm, o al menos 3750, ppm y hasta 4500 ppm, o hasta 4000 ppm, basándose en el peso del líquido en el medio de reacción de la zona de oxidación primaria. El bromo presente en una cantidad de 2500 ppm a 4000 ppm, o de 3000 ppm a 4000 ppm, es especialmente deseable para favorecer un rendimiento elevado.

30 La cantidad de átomos de cobalto puede variar entre al menos 500 ppm o al menos 1500 ppm, o al menos 2000 ppm, o al menos 2500 ppm, o al menos 3000 ppm, y hasta 6000 ppm, o hasta 5500 ppm, o hasta 5000 ppm, basándose en el peso del líquido en el medio de reacción de la zona de oxidación primaria. El cobalto presente en una cantidad de 2000 ppm a 6000 ppm, o de 2000 ppm a 5000 ppm, es especialmente deseable para obtener un rendimiento elevado.

35 La cantidad de átomos de manganeso puede variar desde 2 ppm, o al menos 10 ppm, o al menos 30 ppm, o al menos 50 ppm, o al menos 70 ppm, o al menos 100 ppm, y en cada caso hasta 600 ppm, o hasta 500 ppm o hasta 400 ppm, o hasta 350 ppm, o hasta 300 ppm, o hasta 250 ppm, basándose en el peso del líquido en el medio de reacción de la zona de oxidación primaria. El manganeso presente en una cantidad que varía de 30 ppm a 400 ppm, o de 70 ppm a 350 ppm, o de 100 ppm a 350 ppm, es especialmente deseable para obtener un rendimiento elevado.

40 La relación en peso de átomos de cobalto a átomos de manganeso en la mezcla de reacción puede ser de 1:1 a 400:1, o de 10:1 a aproximadamente 400:1. Un sistema catalítico con una relación Co:Mn mejorada puede dar lugar a un alto rendimiento de FDCA. Para aumentar el rendimiento de FDCA, cuando la composición oxidable alimentada al reactor de oxidación comprende 5-HMF, entonces la relación en peso de cobalto a manganeso es al menos 10:1, o al menos 15:1, o al menos 20:1, o al menos 25:1, o al menos 30:1, o al menos 40:1 o al menos 50:1, o al menos 60:1, y en cada caso hasta 400:1. Sin embargo, en el caso en el que la composición oxidable comprende ésteres de 5-HMF, éteres de 5-HMF o 5-alquil furfurales, o mezclas de cualquiera de estos compuestos conjuntamente o con 5-HMF, la relación en peso de cobalto a manganeso puede reducirse al mismo tiempo que se obtiene un alto rendimiento de FDCA, tal como una relación en peso de Co:Mn de al menos 1:1, o al menos 2:1, o al menos 5:1, o al menos 9:1, o al menos 10:1, o al menos 15:1, o al menos 20:1, o al menos 25:1, o al menos 30:1, o al menos 40:1, o al menos 50:1, o al menos 60:1 y en cada caso hasta 400:1.

50 La relación en peso de átomos de cobalto a átomos de bromo es deseablemente al menos 0,7:1, o al menos 0,8:1, o al menos 0,9:1, o al menos 1 :1, o al menos 1,05:1, o al menos 1,2:1, o al menos 1,5:1, o al menos 1,8:1, o al menos 2:1, o al menos 2,2:1, o al menos 2,4:1, o al menos 2,6:1, o al menos 2,8:1, y en cada caso hasta 3,5, o hasta 3,0, o hasta 2,8.

La relación en peso de átomos de bromo a átomos de manganeso es de aproximadamente 2:1 a 500:1.

55 Deseablemente, la relación en peso de cobalto a manganeso es de 10:1 a 400:1, y la relación en peso de átomos de cobalto a átomos de bromo varía de 0,7:1 a 3,5:1. Tal sistema catalítico con una relación Co:Mn y Co:Br mejorada

puede conducir a un alto rendimiento de FDCA (mínimo del 90%), disminución de la formación de impurezas (medida por b*) que provoca color en el proceso de polimerización aguas abajo manteniendo la cantidad de CO y CO₂ (combustión del carbono) en los efluentes gaseosos como mínimo.

5 Deseablemente, la cantidad de bromo presente es de al menos 1000 ppm y hasta 3500 ppm, y la relación en peso de bromo a manganeso es de 2:1 a 500:1. Esta combinación tiene la ventaja de su alto rendimiento y la baja combustión de carbono.

Deseablemente, la cantidad de bromo presente es de al menos 1000 ppm y hasta 3000 ppm, y la cantidad de cobalto presente es de al menos 1000 ppm y hasta 3000 ppm, y la relación en peso de cobalto a manganeso es de 10:1 a 100:1. Esta combinación tiene la ventaja de su alto rendimiento y una combustión baja de carbono.

10 Las composiciones de disolventes de oxidación adecuadas incluyen composiciones de disolventes de oxidación alifáticos. En una realización de la invención, las composiciones de disolventes de oxidación son ácidos carboxílicos alifáticos que incluyen, pero sin limitarse a ellos, ácidos monocarboxílicos C₂ a C₆, por ejemplo ácido acético, ácido propiónico, ácido n-butírico, ácido isobutírico, ácido n-valérico, ácido trimetilacético, ácido caprílico y mezclas de los mismos.

15 La composición disolvente de oxidación más común utilizada para la oxidación es una solución acuosa de ácido acético, que tiene típicamente una concentración de ácido acético de 80 a 99% en peso antes de añadirlo a la zona de oxidación. En formas de realización especialmente preferidas, la composición de disolvente de oxidación como se añade comprende una mezcla de agua y ácido acético que tiene un contenido de agua de 0% a aproximadamente 20 15% en peso. Adicionalmente, una porción de la composición de disolvente de oxidación alimentada al reactor de oxidación primaria puede obtenerse a partir de una corriente de reciclado obtenida desplazando aproximadamente 80 a 90% del licor madre tomado de la corriente de mezcla de reacción cruda descargada del reactor de oxidación primario con ácido acético húmedo fresco, que contiene aproximadamente de 0 a 15% de agua.

25 La corriente de gas oxidante comprende oxígeno. Los ejemplos incluyen, pero sin limitarse a ellos, aire y oxígeno purificado. La cantidad de oxígeno en la zona de oxidación primaria varía de aproximadamente 5% molar a 45% molar, 5% molar a 60% molar, 5% molar a 80% molar.

30 La temperatura de la mezcla de reacción en la zona de oxidación primaria puede variar de aproximadamente 100 °C a aproximadamente 220 °C. La temperatura de la mezcla de reacción en la zona de oxidación primaria es al menos 100 °C, o al menos 105 °C, o al menos 110 °C, o al menos 115 °C, o al menos 120 °C, o al menos 125 °C, o al menos 130 °C, o al menos 135 °C, o al menos 140 °C, o al menos 145 °C, o al menos 150 °C, o al menos 155 °C, o al menos 160 °C, y puede ser tan elevada como 220 °C, o hasta 210 °C, o hasta 200 °C, o hasta 195 °C, o hasta 190 °C, o hasta 180 °C, o hasta 175 °C, o hasta 170 °C, o hasta 165 °C, o hasta 160 °C, o hasta 155 °C, o hasta 150 °C, o hasta 145 °C, o hasta 140 °C, o hasta 135 °C, o hasta 130 °C. En otras realizaciones, la temperatura varía de 105 °C a 180 °C, o de 105 °C a 175 °C, o de 105 °C a 170 °C, o de 105 °C a 165 °C, o de 105 °C a 160 °C, o de 105 °C a 155 °C, o de 105 °C a 150 °C, o de 110 °C a 180 °C, o de 110 °C a 175 °C, o de 110 °C a 170 °C, o de 110 °C a 165 °C, o de 110 °C a 160 °C, o de 110 °C a 155 °C, o de 110 °C a 150 °C, o de 110 °C a 145 °C, o de 115 °C a 180 °C, o de 115 °C a 175 °C, o de 115 °C a 170 °C, o de 115 °C a 165 °C, o de 115 °C a 160 °C, o de 115 °C a 155 °C, o de 110 °C a 150 °C, o de 115 °C a 145 °C, o de 120 °C a 180 °C, o de 120 °C a 175 °C, o de 120 °C a 170 °C, o de 120 °C a 165 °C, o de 120 °C a 160 °C, o de 120 °C a 155 °C, o de 120 °C a 150 °C, o de 120 °C a 145 °C, o de 125 °C a 180 °C, o de 125 °C a 175 °C, o de 125 °C a 170 °C, o de 125 °C a 165 °C, o de 125 °C a 160 °C, o de 125 °C a 155 °C, o de 125 °C a 150 °C, o de 125 °C a 145 °C, o de 130 °C a 180 °C, o de 130 °C a 175 °C, o de 130 °C a 170 °C, o de 130 °C a 165 °C, o de 130 °C a 160 °C, o de 130 °C a 155 °C, o de 130 °C a 150 °C, o de 130 °C a 145 °C, o de 135 °C a 180 °C, o de 135 °C a 175 °C, o de 135 °C a 170 °C, o de 135 °C a 165 °C, o de 135 °C a 160 °C, o de 135 °C a 155 °C, o de 135 °C a 150 °C, o de 135 °C a 145 °C, o de 140 °C a 180 °C, o de 140 °C a 175 °C, o de 140 °C a 170 °C, o de 140 °C a 165 °C, o de 140 °C a 160 °C, o de 140 °C a 155 °C, o de 140 °C a 150 °C, o de 140 °C a 145 °C, o de 145 °C a 180 °C, o de 145 °C a 175 °C, o de 145 °C a 170 °C, o de 145 °C a 165 °C, o de 145 °C a 160 °C, o de 145 °C a 155 °C, o de 145 °C a 150 °C, o de 150 °C a 180 °C, o de 150 °C a 175 °C, o de 150 °C a 170 °C, o de 150 °C a 165 °C, o de 150 °C a 160 °C, o de 150 °C a 155 °C, o de 155 °C a 180 °C, o de 155 °C a 175 °C, o de 155 °C a 170 °C, o de 155 °C a 165 °C, o de 155 °C a 160 °C, o de 160 °C a 180 °C, o de 160 °C a 175 °C, o de 160 °C a 170 °C, o de 160 °C a 165 °C, o de 165 °C a 180 °C, o de 165 °C a 175 °C, o de 165 °C a 170 °C, o de 165 °C a 160 °C, o de 170 °C a 180 °C, o de 170 °C a 175 °C, o de 175 °C a 180 °C.

55 Para minimizar la combustión del carbono, se desea que la temperatura de la mezcla de reacción no sea mayor de 165 °C, o no mayor de 160 °C. El contenido del efluente gaseoso del oxidador comprende CO_x, en donde x es 1 o 2, y la cantidad de CO_x en el gas oxidante es menor de 0,05 moles de CO_x por mol de la alimentación oxidable total al medio de reacción, o no más de 4 moles de CO_x por mol de la alimentación total oxidable al medio de reacción, o no más de 6 moles de CO_x por mol de la alimentación oxidable total al medio de reacción. La combustión de carbono determinada por la tasa de generación de CO_x se puede calcular de la siguiente manera: (moles de CO + moles de CO₂)/moles de alimentación oxidable. La velocidad de generación de una baja combustión en carbono se puede alcanzar mediante la combinación de baja temperatura de reacción y las relaciones molares en peso de los 60 componentes catalíticos como se describió anteriormente.

La reacción de oxidación puede realizarse a una presión que varía de 0,28 a 2,07 MPa. Una columna de burbujas funciona deseablemente a una presión que varía de 0,28 a 1,03 MPa. En un recipiente de depósito agitado, la presión se ajusta deseablemente de 0,69 a 2,07 MPa.

5 La corriente de efluente de gas del oxidador, que contiene COx (CO y CO₂), agua, nitrógeno y composición de disolvente de oxidación vaporizada, es dirigida a la zona de tratamiento del efluente gaseoso del oxidador para generar una corriente de gas inerte, una corriente líquida que comprende agua y una corriente de composición de disolvente de oxidación recuperada, que comprende una composición de disolvente de oxidación condensada. En una realización, la corriente de efluente gaseoso puede ser alimentada directamente, o indirectamente después de separar condensables tales como la composición de disolvente de oxidación, de compuestos no condensables tales como COx y nitrógeno en una columna de separación (por ejemplo, columna de destilación con 10 - 200 bandejas), a un dispositivo de recuperación de energía como un turboexpansor para accionar un generador eléctrico. Alternativamente, o además, la corriente de efluente gaseoso del oxidador puede alimentarse a un generador de vapor antes o después de la columna de separación para generar vapor y, si se desea, puede alimentarse a un turboexpansor y precalentarse antes de entrar en el expansor si es necesario para asegurarse de que el efluente de gas no se condense en el turboexpansor.

La oxidación puede realizarse en un reactor de tanque agitado continuo o en un reactor de columna de burbujeo.

20 El FDCA formado por la reacción de oxidación precipita convenientemente de la mezcla de reacción. La mezcla de reacción comprende la composición oxidante, la composición de disolvente de oxidación y el catalizador, si se usa un catalizador homogéneo; de lo contrario comprende la composición oxidable y la composición de disolvente de oxidación.

25 El producto de la reacción de oxidación es una corriente de ácido dicarboxílico en bruto ("cFDCA") que comprende sólidos, comprendiendo dichos sólidos FDCA, una composición de disolvente de oxidación, y el producto intermedio ácido 5-formil furano-2-carboxílico ("FFCA"). El cFDCA también puede contener cierta cantidad de FDCA disuelto en la composición del disolvente de oxidación y, si se usa, parte del sistema de catalizador homogéneo. El cFDCA está coloreado como resultado de la producción de subproductos con color. La presencia de cuerpos con color puede detectarse midiendo el valor b* de la composición de cFDCA. La composición de cFDCA también puede contener FFCA de ácido monocarboxílico que no es deseable porque actúa terminando el crecimiento de la cadena en una reacción de polimerización que usa una composición de FDCA como reactivo.

La composición de cFDCA comprende:

- 30 a) sólidos en una cantidad de al menos 5% en peso %, o al menos 10% en peso, o al menos 15% en peso %, o al menos 20% en peso %, o al menos 25% en peso %, o al menos 28 % en peso, o al menos 30% en peso, o al menos 32% en peso. o al menos 35% en peso, o al menos 37% en peso, o al menos 40% en peso, basado en el peso de la composición de cFDCA. Aunque no existe un límite superior, como práctica la cantidad no excederá del 60% en peso, o no más del 55% en peso, o no más de 50% en peso, o no más de 45% en peso, o no más de 43 % en peso, o no más de 40% en peso, o no más de 39% en peso, basado en el peso de la composición de cFDCA;
- 35 b) de los sólidos en la corriente de ácido dicarboxílico bruto, es deseable que al menos el 70% en peso, o al menos 80% en peso, o al menos 85% en peso, o al menos 90% en peso, o al menos 95% en peso, o al menos 96% en peso, o al menos 97% en peso, o al menos 98% en peso, o al menos 99% en peso de los sólidos en cada caso sea FDCA basado en el peso de los sólidos;
- 40 c) al menos 0,1 % en peso de FFCA, o al menos 0,2% en peso de FFCA, o al menos 0,3 % en peso de FFCA, o al menos 0,35 % en peso de FFCA, o al menos 0,4 % en peso de FFCA, y puede contener grandes cantidades de FFCA, como hasta 5 % en peso, o hasta 4 % en peso, o hasta 3% en peso, o hasta 2% en peso, basado en el peso de la composición de cFDCA.
- 45 Opcionalmente, además de FFCA, en la composición de cFDCA pueden estar presentes también otros subproductos, como los cuerpos con color. Los cuerpos con color pueden formarse a partir de las impurezas presentes en la composición oxidable, p. ej. la composición de 5-HMF alimentada en la zona de oxidación, o productos de degradación producidos en el curso de la oxidación de la composición 5-HMF. Además de FFCA, entre otros subproductos presentes en la composición de cFDCA pueden incluirse, por ejemplo, compuestos tales como 2,5-diformilfurano, ácido levulínico, ácido succínico, ácido acetoxiacético, ácido 5-(etoxicarbonil) furano-2-carboxílico ("EFCA") y sus derivados de oxidación. El 2,5 diformilfurano puede estar presente, en todo caso, en una cantidad de 0% en peso a aproximadamente 0,2% en peso; el ácido levulínico en una cantidad que oscila entre 0% en peso y 1% en peso o hasta 0,5% en peso; el ácido succínico en una cantidad que varía de 0% en peso a 1 % en peso o hasta 0,5% en peso; el EFCA en una cantidad superior a 0, o al menos 0,05% en peso, o al menos 0,1% en peso, o al menos 0,5% en peso y, en cada caso, hasta aproximadamente 4% en peso, o hasta aproximadamente 3,5% en peso, o hasta 3 % en peso, o hasta 2,5% en peso, o hasta 2% en peso; el ácido acetoxiacético en una cantidad que oscila entre 0% en peso y 0,5% en peso, y puede estar presente una cantidad acumulativa de los subproductos (que incluyen FFCA) en una cantidad que varía desde más de 0% en peso, o al menos 0,1% en peso, o al menos 0,5 %

en peso, o al menos 1 % en peso o al menos 2 % en peso, hasta 30 % en peso, o hasta 20 % en peso, o hasta 15 % en peso, o hasta 10 % en peso, o hasta 5 % en peso, o hasta 3 % en peso, o hasta 2 % en peso, o hasta 1% en peso, en cada caso en función del peso de la composición de cFDCA.

5 A causa de algunos de los subproductos presentes en el cFDCA, la composición de cFDCA puede ser cuerpos con color y/o la composición de cFDCA puede contener FFCA que es un compuesto de terminación de cadena, es deseable someter la composición de cFDCA a un proceso para la producción de una composición de producto FDCA con bajo color. La composición de cFDCA puede tener un b* alto. Aunque el valor b* no está limitado, la composición de cFDCA tendrá típicamente un valor b* de más de 3, o más de 4, o más de 5, o más de 6, o más de 7, y puede tener un valor b* tan alto como 50, o hasta 40, o hasta 30, o hasta 20, o hasta 19, o hasta 18, o hasta 17, 10 o hasta 16, o hasta 15, o hasta 10, o hasta 8, o hasta 6. Incluso con un b* hasta 5, o hasta 4, es conveniente purificar la composición de cFDCA para disminuir el color b*. Aunque el valor b* puede no ser una consideración importante para una aplicación concreta, algunas aplicaciones requieren la propagación de la cadena y, por tanto, es deseable purificar la composición de cFDCA para reducir la cantidad de FFCA presente.

15 Aunque la cantidad de FFCA presente en la composición de cFDCA no está limitada, el proceso de la invención es eficaz para reducir la cantidad de FFCA presente en la composición de cFDCA, en relación con la cantidad de FFCA en la composición de FDCA del producto, en un factor de al menos 2x, o al menos 10x, o al menos 100x, o al menos 200x, o al menos 300x, o al menos 350x, o al menos 400x, o al menos 500x, o al menos 750x, o al menos 900x , o al menos 1000x, o al menos 1500x, calculado como:

20
$$\text{reducción } x = \frac{\text{ppm de FFCA en cFDCA}}{\text{ppm de FFCA en composición de FDCA producto (en donde el FFCA detectado en la composición FDCA del producto a un valor inferior a 1 ppm, o indetectable en virtud de su ausencia o por debajo del límite de detección de un instrumento analítico, se toma, para los fines de este cálculo, como un valor de 1 ppm)}}$$

25 El rendimiento de FDCA en la composición de cFDCA, sobre una base de sólidos, es de al menos 60%, o al menos 65%, o al menos 70%, o al menos 72%, o al menos 74%, o al menos 76%, o al menos 78%, o al menos 80%, o al menos 81%, o al menos 82%, o al menos 83%, o al menos 84%, o al menos 85%, o al menos 86%, o al menos 87%, o al menos 88%, o al menos 89%, o al menos 90%, o al menos 91%, o al menos 92%, o al menos 94%, o al menos 95%, y hasta 99%, o hasta 98%, o hasta 97%, o hasta 96%, o hasta 95%, o hasta 94%, o hasta 93%, o hasta 92%, o hasta 91%, o hasta 90%, o hasta 89%. Por ejemplo, el rendimiento puede variar desde 70% hasta 99%, o 74% hasta 98%, o 78% hasta 98%, o 80% hasta 98%, o 84% hasta 98%, o 86% hasta 98%, o 88% hasta 98%, o desde 90% hasta 98%, o desde 91% hasta 98%, o desde 92% hasta 98%, o desde 94% hasta 98%, o desde 95% hasta 99%.

35 El rendimiento se define como la masa de FDCA obtenida dividida por la cantidad teórica de FDCA que debería de producirse en función de la cantidad de materia prima utilizada. Por ejemplo, si se oxida un mol o 126,11 gramos de 5-HMF, teóricamente se generaría un mol o 156,09 gramos de FDCA. Si, por ejemplo, la cantidad real de FDCA formada es solo de 150 gramos, se calcula que el rendimiento de esta reacción es = (150/156,09) multiplicado por 100, lo que equivale a un rendimiento del 96%. Se aplica el mismo cálculo para la reacción de oxidación usando derivados de 5-HMF o alimentaciones mixtas.

40 En una segunda etapa, la composición de la composición de disolvente de oxidación en la composición de cFDCA puede cambiarse combinando una composición de disolvente de hidrogenación con los sólidos de FDCA, y disolviendo al menos una parte de los sólidos de FDCA para producir de ese modo una composición de FDCA solvatado (sFDCA) que comprende ácido furano-2,5-dicarboxílico disuelto (FDCA), la composición de disolvente de hidrogenación y ácido 5-formil furan-2-carboxílico (FFCA). La composición de sFDCA puede contener algunos sólidos o puede ser una solución. Este paso se describe con más detalle.

45 La composición del disolvente de oxidación se reemplaza convenientemente al menos en parte con un disolvente de hidrogenación para evitar producir una gran cantidad de subproductos indeseables del disolvente de oxidación durante la hidrogenación. Por ejemplo, la hidrogenación puede convertir el ácido acético del disolvente de oxidación en etanol, lo que a su vez supone tener que eliminar el etanol de la composición de FDCA hidrogenado. Para evitar la producción de cualquier cantidad significativa de subproductos adicionales que requieran eliminación, la composición del disolvente de oxidación se cambia o se reemplaza parcial o totalmente antes de llevar a cabo la hidrogenación.

55 Para efectuar el cambio o reemplazo parcial o total, una composición de disolvente de hidrogenación se combina con la composición de cFDCA, y deseablemente se agrega a ella. La composición del disolvente de hidrogenación es distinta que la composición del disolvente de oxidación. La diferencia puede atribuirse al uso de una composición de disolvente de hidrogenación que contiene ingredientes que no están presentes en la composición de disolvente de oxidación, o puede contener al menos uno de los mismos ingredientes que en la composición de disolvente de oxidación, pero donde la relación molar de los disolventes en la composición del disolvente de oxidación es diferente de la relación molar de disolventes dentro de la composición del disolvente de hidrogenación. Un ejemplo de este último es una composición de disolvente de oxidación que contiene una mezcla de una pequeña cantidad de agua en ácido acético en una relación molar de 2: 8, mientras que la composición de disolvente de hidrogenación puede

5 contener agua a una relación molar superior (por ejemplo, mayor que 2: 8 que también incluiría toda el agua 100: 0). Ambas composiciones de disolventes contienen agua, pero cada una a diferentes relaciones molares para intercambiar o diluir una porción de uno de los ingredientes en la composición de disolvente de oxidación (por ejemplo, disolvente de ácido acético), desplazando la composición de disolvente a una que es más deseable bajo las condiciones de reacción de hidrogenación.

10 Después del intercambio de disolventes (el término incluye también dilución), la concentración global de la composición de disolvente de hidrogenación con relación al peso de la composición de FDCA solvatado puede ser mayor o menor que la concentración de la composición de disolvente de oxidación en relación con el peso de la composición de cFDCA. En una realización, la concentración de disolventes de hidrogenación en la composición de sFDCA es más alta que la concentración de disolventes de oxidación en la solución de cFDCA.

15 Los sistemas de intercambio de disolventes pueden incluir un sistema de separación sólido/líquido y opcionalmente una zona de evaporación antes de la alimentación del sistema de separación sólido/líquido. El evaporador, si se usa, funciona eliminando una porción sustancial del disolvente de oxidación (por ejemplo, ácido acético y agua) de la composición de cFDCA. El disolvente de oxidación evaporado se descarga del evaporador. La zona de evaporación opera por evaporación súbita de la composición de cFDCA y enfriando el cFDCA mediante enfriamiento por evaporación. El evaporador puede incluir múltiples zonas de evaporación. La zona de evaporación se puede mantener a una temperatura en el intervalo de aproximadamente 25 a aproximadamente 170 °C, o en el intervalo de aproximadamente 75 a aproximadamente 150 °C.

20 Una suspensión concentrada se descarga del evaporador y se alimenta a la zona de separación sólido-líquido. Alternativamente, la corriente de cFDCA descargada de la zona de oxidación puede alimentarse a la zona de separación de sólidos disueltos sin pasar primero a través de un evaporador. Si se usa un evaporador, la concentración de sólidos en la suspensión concentrada se aumenta deseablemente en al menos un 20%, o al menos un 30%, o al menos un 50% sobre la concentración de sólidos en el cFDCA descargado desde la zona de oxidación. Además, si se desea, una parte o la totalidad de la alimentación al evaporador, tal como un recipiente de
25 destilación súbita, puede dirigirse a una corriente de bypass y alimentarse directamente a la zona de separación sólido-líquido sin entrar en el evaporador.

30 La suspensión concentrada se puede introducir en un separador sólido/líquido, donde al menos una parte del licor madre líquido se elimina de la suspensión concentrada. Las aguas madre retiradas se descargan del separador sólido/líquido y la torta húmeda resultante, que contiene los residuos del disolvente de oxidación, se lava con al menos una corriente de disolvente de lavado que es deseablemente igual que el disolvente de hidrogenación (por ejemplo, agua) para eliminar sustancialmente todo el disolvente de oxidación residual que queda en la torta húmeda.

35 Las funciones de separación sólido líquido y lavado de la cFDCA pueden realizarse en un único dispositivo de separación sólido-líquido o en dispositivos múltiples de separación sólido-líquido. La zona de separación sólido-líquido comprende al menos un dispositivo de separación sólido-líquido capaz de separar sólidos y líquidos. Adicionalmente, el dispositivo de separación de sólido líquido también puede realizar la función de lavar los sólidos con una corriente de disolvente de lavado que es la misma que el disolvente de hidrogenación, p. ej. agua.

40 El equipo adecuado para la zona de separación sólido líquido puede comprender típicamente, pero sin limitarse a ellos, los siguientes tipos de dispositivos: centrifugas de todos los tipos, incluyendo, pero sin limitarse a ellas, decantadores y centrifugas de discos apilados, filtros de flujo cruzado, centrifugas de bol sólido, ciclón, filtro de tambor rotativo, filtro de correa, filtro de hojas de presión, filtro de vela, filtro continuo de tambor de presión o más específicamente filtro rotativo de tambor de presión. El separador sólido-líquido puede funcionar en modo continuo o por tandas, aunque se entenderá que para los procesos comerciales se prefiere el modo continuo. Un filtro de presión adecuado que puede emplearse como separador sólido/líquido es un BHS-FEST™, disponible de BHS-WERK, Sonthofen, D-8972, Sonthofen, Alemania.

45 La temperatura del disolvente de lavado puede oscilar entre 20 °C y 180 °C, o entre 40 °C y 150 °C, o entre 50 °C y 130 °C. La cantidad de disolvente de lavado utilizado se define como relación de lavado y es igual a la masa de lavado dividida por la masa de sólidos sobre una base de tandas o continua. La relación de lavado puede variar de aproximadamente 0,3 a aproximadamente 5, de aproximadamente 0,4 a aproximadamente 4, y preferiblemente de aproximadamente 0,5 a aproximadamente 3.

50 Deseablemente la alimentación de lavado está formada principalmente por agua. Más preferiblemente, la alimentación de lavado consiste esencialmente en agua. Puede existir más de una zona de lavado.

55 La torta de cFDCA lavada se descarga desde la zona de separación sólido líquido y se alimenta a una zona de disolución para disolver la torta de cFDCA lavada en una composición de disolvente de hidrogenación utilizada en reacciones de hidrogenación. La fuente de la composición de disolvente de hidrogenación puede provenir del disolvente de lavado o de la corriente de disolvente de disolución proporcionada en la zona de disolución, o de ambos.

La composición de disolvente de hidrogenación comprende deseablemente un disolvente que disuelve al menos una parte de los sólidos de FDCA bajo condiciones usadas en la zona de reacción de hidrogenación y que no se

5 convierte él mismo en otros productos que tengan que separarse en cualquier cantidad apreciable, por ejemplo, más del 20% de conversión de los tipos de productos que requieren eliminación. Las composiciones de disolventes de hidrogenación adecuadas incluyen agua y vapor. Deseablemente, la composición del disolvente de hidrogenación comprende al menos 80% en peso de agua, o al menos 90% en peso de agua, o al menos 95% en peso de agua, o al menos 99% en peso de agua, o al menos 100% en peso de agua.

10 En la zona de disolución, puede ser necesario elevar la temperatura de los sólidos de cFDCA cuando se combina con la composición de disolvente de hidrogenación para disolver al menos una porción de los sólidos de FDCA en la composición de disolvente de hidrogenación. El disolvente de hidrogenación y los sólidos de cFDCA lavados se combinan deseablemente en una relación en peso de disolvente a sólidos en el intervalo de aproximadamente 0,5: 1 a aproximadamente 50: 1, o en el intervalo de 1: 1 a 20: 1, o en el intervalo de 1: 1 a 15: 1, o en el intervalo de 1: 1 a 10: 1, o en el intervalo de 1,5: 1 a 5: 1.

15 Las temperaturas de disolución adecuadas son las efectivas para disolver la cantidad deseada de sólidos de FDCA en la solución. La composición de disolvente de hidrogenación puede añadirse (mediante precalentamiento) o calentarse en la zona de disolución a una temperatura de al menos 120 °C a una presión y tiempo suficientes para permitir al menos 80% en peso de disolución, aunque para reducir el tiempo requerido para la disolución es deseable que la temperatura de la composición del disolvente de hidrogenación sea al menos 130 °C, o al menos 135 °C, o al menos 140 °C, o al menos 150 °C. La temperatura del disolvente de hidrogenación no necesita exceder 240 °C, o 220 °C, o 200 °C, o incluso 190 °C, o incluso 180 °C. Como se ve en la Figura 1, la solubilidad de FDCA en agua a presión ambiente aumenta drásticamente a medida que la temperatura del agua aumenta por encima de 130 °C.

20 Se desea disolver al menos 80% en peso, o al menos 90% en peso, o al menos 95% en peso, o al menos 98% en peso, o al menos 99% en peso, o al menos 99,5 % en peso de los sólidos en la solución de cFDCA para producir una composición de FDCA solvatado ("sFDCA"). La composición de sFDCA comprende ácido furano 2,5-dicarboxílico disuelto (FDCA), composición de disolvente de hidrogenación en una cantidad de al menos 30% en peso basado en el peso de la composición de sFDCA y ácido 5-formil furano-2-carboxílico (FFCA).

Un ejemplo de la composición de sFDCA comprende:

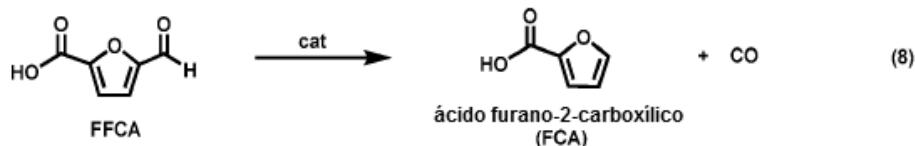
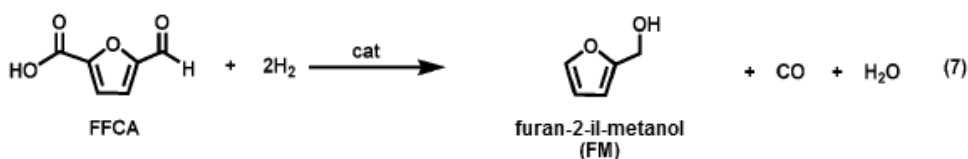
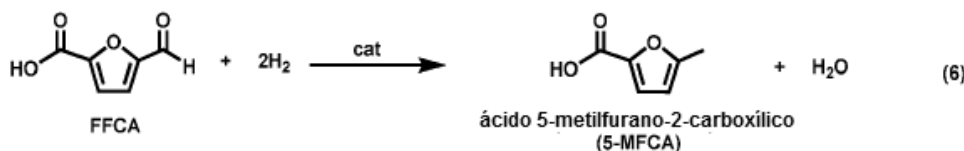
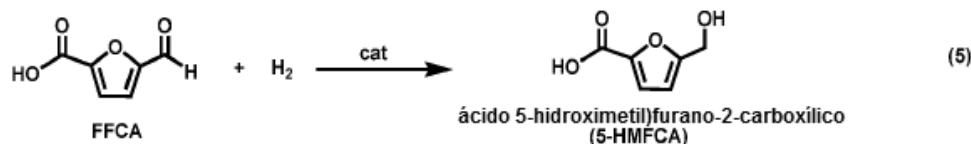
- a) menos de 5 % en peso, o menos de 4 % en peso, o menos de 3 % en peso, o menos de 2 % en peso, o menos de 1 peso %, o menos de 0,5 % en peso, o menos de 0,1 % en peso, o menos de 0,01 % en peso de sólidos;
- 30 b) FDCA disuelto en una cantidad superior a 0, o al menos 1% en peso, o al menos 2 % en peso, o al menos 5 % en peso, o al menos 7 % en peso, o al menos 9 % en peso, o al menos 10 % en peso, o al menos 12 % en peso, o al menos 15% en peso, basado en el peso de la composición de sFDCA. El límite superior no está particularmente limitado, pero son útiles las cantidades de hasta 50 % en peso, o hasta 45 % en peso, o hasta 40 % en peso, o hasta 35 % en peso, o hasta 30 % en peso, o hasta 25 % en peso, o hasta 20 % en peso, o hasta 15 % en peso, o hasta 12 % en peso, basado en el peso de la composición de sFDCA; y
- 35 c) un disolvente de hidrogenación en una cantidad de al menos 30% en peso, o al menos 35% en peso, o al menos 40% en peso, o al menos 45% en peso, o al menos 50% en peso, o al menos 55% en peso, o al menos 60% en peso, o al menos 65% en peso, o al menos 70% en peso, o al menos 75% en peso, o al menos 80% en peso y hasta 98 % en peso, o hasta 95 % en peso, o hasta 92 % en peso, o hasta 90 % en peso, o hasta 85 % en peso, o hasta 80 % en peso, o hasta 75 % en peso, o hasta 70 % en peso, o hasta 65 % en peso, o hasta 60 % en peso, o hasta 55 % en peso, o hasta 50 % en peso, basado en el peso de la composición de sFDCA; y
- 40 d) FFCA en una cantidad al menos mayor que 0, o al menos 0,005 % en peso de FFCA, o al menos 0,01 % en peso de FFCA, o al menos 0,05 % en peso de FFCA, o al menos 0,1 % en peso de FFCA, o al menos 0,25 % en peso de FFCA, basado en el peso de la composición de sFDCA. No hay un límite superior concreto y la cantidad puede contener 3 % en peso o menos, o hasta 2,5 % en peso, o hasta 2% en peso, o hasta 1,5 % en peso, basado en el peso de la composición de sFDCA.
- 45

50 Una ventaja de la invención es que el FDCA se solubiliza en agua a temperaturas mucho más bajas que las temperaturas requeridas para disolver el ácido tereftálico en agua, reduciendo así los requisitos de energía para obtener una solución adecuada para la hidrogenación. Aunque también se obtiene una buena solubilidad a temperaturas del disolvente de hidrogenación muy altas, no es necesario emplear tales temperaturas elevadas para obtener una solución. Así pues, no es necesario que la temperatura del disolvente de hidrogenación exceda 240 °C, o 225 °C, o 200 °C, o incluso 190 °C, o incluso 180 °C para obtener una disolución de FDCA solvatado. La solución de FDCA solvatado alimentada a la zona de reacción de hidrogenación dentro del reactor de hidrogenación puede estar a una temperatura dentro del intervalo de 130 °C - 200 °C, o 135 °C - 200 °C, o 140 °C - 200 °C, o 145 °C - 200 °C, o 150 °C - 200 °C, o 130 °C - 190 °C, o 135 °C - 190 °C, o 140 °C - 190°C, o 145 °C - 190 °C, o 150 °C - 190 °C, o 130 °C - 185 °C, o 135 °C - 185 °C, o 140 °C - 185 °C, o 145 °C - 185 °C, o 150 °C - 185 °C, o 130 °C - 180 °C, o 135°C - 180 °C, o 140 °C - 180 °C, o 145 °C - 180 °C, o 150 °C - 180 °C, o 130 °C - 175 °C, o 135 °C - 175 °C,

55

o 140 °C - 175 °C, o 145 °C - 175 °C, o 150 °C - 175 °C.

Después de proporcionar una solución de sFDCA, se somete a una reacción de hidrogenación en una zona de reacción de hidrogenación en condiciones suficientes para producir la hidrogenación de al menos una parte de FFCA, y deseablemente colorear los cuerpos. En particular, la composición de sFDCA está expuesta a condiciones de hidrogenación en una zona de hidrogenación a una temperatura dentro de un intervalo de 130 °C a 225 °C poniendo en contacto la composición de sFDCA con hidrógeno en presencia de un catalizador de hidrogenación bajo una presión parcial de hidrógeno dentro de un intervalo de 69 kPa a 6200 kPa, para producir de ese modo una composición de ácido furano 2,5-dicarboxílico hidrogenado (hFDCA) que comprende FDCA disuelto, FFCA hidrogenado y dicho disolvente de hidrogenación. En el proceso de la invención, el cFDCA se purifica mediante hidrogenación catalítica de los subproductos en los siguientes tipos de reacciones no limitantes:



Como puede observarse en las ecuaciones de reacción anteriores, el FFCA intermedio se convierte en 5-HMFCA, 5-MFCA, FCA y FM, todos los cuales son solubles en agua y se pueden separar fácilmente del FDCA mediante varias técnicas, como la cristalización. Además, la insaturación en los cuerpos coloreados se convierte en especies saturadas eliminando así el color, y pueden eliminarse del producto FDCA o bien pueden permanecer en el producto FDCA.

La solución de sFDCA se introduce en un recipiente de hidrogenación en el que se pone en contacto la solución, en la zona de reacción de hidrogenación, con hidrógeno y un catalizador de hidrogenación. En el proceso de la invención, la hidrogenación se lleva a cabo bajo condiciones suaves mientras se reduce eficaz y drásticamente la cantidad de FFCA y cuerpos con color. Al llevar a cabo la hidrogenación en condiciones suaves, puede realizarse una hidrogenación selectiva para minimizar la hidrogenación del anillo de furano de la molécula de FDCA mientras se hidrogenan selectivamente FFCA y cuerpos con color, en comparación con la realización de la hidrogenación a temperatura y presión más altas. Además, se consume menos energía para obtener un nivel deseado de especies intermedias que da como resultado la terminación de la cadena y para obtener el nivel de color deseado en el producto final. Una ventaja adicional de llevar a cabo la hidrogenación en condiciones suaves es la disminución del riesgo de degradar la molécula de FDCA.

La hidrogenación de la solución de sFDCA a una temperatura dentro de un intervalo de 130 °C a 225 °C, o incluso menos de 200 °C, es efectiva para obtener el nivel de FFCA y reducción de color deseados. La temperatura de hidrogenación suave en la zona de reacción de hidrogenación puede estar dentro de un intervalo de 130 °C - 225 °C, o de 130 °C - 205 °C, o de 130 °C - 200 °C, o de 130 °C a menos de 200 °C, o de 135 °C a menos de 200 °C, o de 140 °C a menos de 200 °C, o de 145 °C a menos de 200 °C, o 150 °C a menos de 200 °C, o 130 °C - 195 °C, o 135 °C - 195 °C, o 140 °C - 195 °C, o 145 °C - 195 °C, o 150 °C - 195 °C, o 130 °C - 190 °C, o 135 °C - 190 °C, o 140 °C - 190 °C, o 145 °C - 190 °C, o 150 °C - 190 °C, o 130 °C - 185 °C, o 135 °C - 185 °C, o 140 °C - 185 °C, o 145 °C - 185 °C, o 150 °C - 185 °C, o 130 °C - 180 °C, o 135 °C - 180 °C, o 140 °C - 180 °C, o 145 °C - 180 °C, o 150 °C - 180 °C, o 130 °C - 175 °C, o 135 °C - 175 °C, o 140 °C - 175 °C, o 145 °C - 175 °C, o 150 °C - 175 °C. La

temperatura de hidrogenación está determinada por la temperatura del líquido en o cerca del puerto de descarga de líquido del reactor de hidrogenación en un proceso continuo o mediante un termopar dentro del líquido del reactor de hidrogenación en un proceso por tandas.

5 La presión parcial de hidrógeno en la zona de reacción de hidrogenación dentro del reactor de hidrogenación se reduce también para consumir menos hidrógeno al tiempo que se mantiene una buena reducción de FFCA y de color en el FDCA producto resultante. La presión parcial de hidrógeno en la zona de hidrogenación es deseablemente suficiente para conducir al menos una parte del hidrógeno a la solución. Además, la presión parcial seleccionada depende de la temperatura de reacción seleccionada. Para evitar la hidrogenación del anillo de furano, la presión parcial de hidrógeno debe controlarse a una temperatura de reacción dada. Se ha de seleccionar una
10 presión parcial de hidrógeno más baja si la temperatura de reacción es alta, mientras que se pueden seleccionar presiones parciales de hidrógeno más altas si la temperatura de reacción es baja. Los valores particulares seleccionados dentro de cada uno de los intervalos de presión y temperatura descritos anteriormente deberían ser eficaces para disminuir el color b^* y la presencia de FFCA mientras que se minimiza la formación de THFDCA (el anillo de FDCA hidrogenado). La presión parcial de hidrógeno puede variar de 69 kPa a 6,2 MPa, o de 138 kPa a 6,2
15 MPa, o de 345 kPa a 6,2 MPa, o de 138 kPa a 5,2 MPa, o de 345 kPa a 5,2 MPa, o de 138 kPa a 4,1 MPa, o de 345 kPa a 4,1 MPa, o de 138 kPa a 3,4 MPa, o de 138 kPa a 2,8 MPa, o de 345 kPa a 2,8 MPa, o de 138 kPa a 2,1 MPa, o de 345 kPa a 2,1 MPa, o de 138 kPa a 1,7 MPa, o de kPa 345 a 1,7 MPa, o de 138 kPa a 1,4 MPa, o de 345 kPa a 1,0 MPa, o de 138 kPa a 690 kPa, o de 345 kPa a 690 kPa, o de 138 kPa a 621 kPa, o de 345 kPa a 621 kPa. La presión parcial de hidrógeno se calcula restando la presión de vapor del agua o de la combinación de
20 disolventes de hidrogenación a la temperatura de reacción, de la presión total del reactor.

La presión total dentro de la zona de reacción de hidrogenación también es deseablemente efectiva para proporcionar una reducción de FFCA y el color en el FDCA producto resultante sin formación de altas cantidades de THFDCA mientras que también es suficiente para impulsar el hidrógeno a la solución. La presión total puede variar de 234 kPa a menos de 6,6 MPa, o de 345 kPa a menos de 6,6 MPa, o de 482 kPa a menos de 6,6 MPa, o de 234
25 kPa a 6,4 MPa, o de 345 kPa a 6,4 MPa, o de 345 kPa a 6,4 MPa, o de 483 kPa a 6,4 MPa, o de 234 kPa a 6,2 MPa, o de 345 kPa a 6,2 MPa, o de 483 kPa a 6,2 MPa, o de 234 kPa a 5,5 MPa, o de 345 kPa a 5,5 MPa, o de 482 kPa a 5,5 MPa, o de 234 kPa a 4,5 MPa, o de 345 kPa a 4,5 MPa, o de 483 kPa a 4,5 MPa, o de 234 kPa a 3,8 MPa, o de 345 kPa a 3,8 MPa, o de 483 kPa a 3,8 MPa, o de 234 kPa a 2,4 MPa, o de 345 kPa a 2,4 MPa, o de 483 kPa a 2,4 MPa, o de 234 kPa a 2,1 MPa, o de 234 kPa a 2,1 MPa, o de 483 kPa a 2,1 MPa, o de 234 kPa a 1,7
30 MPa, o de 241 kPa a 1,7 MPa, o de 234 kPa a 1,7 MPa, o de 483 kPa a 1,7 MPa, o de 234 kPa a 1,4 MPa, o de 345 kPa a 1,4 MPa, o de 483 kPa a 1,4 MPa, o de 241 kPa a 1,0 MPa, o de 345 kPa a 1,0 MPa, o de 483 kPa a 1,0 MPa, o de 241 kPa a 896 kPa, o de 345 kPa a 896 kPa, o de 483 kPa a 896 kPa.

La relación molar de hidrógeno alimentado a la zona de reacción de hidrogenación, a moles de FDCA alimentado a la zona de hidrogenación, está deseablemente en el intervalo de 0,01:1 a 2:1, o de 0,02:1 a 1:1, o de 0,02:1 a menos de 1:1, o de 0,02:1 a 0,8:1, o de 0,02:1 a 0,5:1, o de 0,02:1 a 0,1:1, o de 0,02:1 a 0,08:1, o de 0,02:1 a 0,06:1.
35

El hidrógeno puede ser alimentado a la zona de reacción de hidrogenación a una concentración de hidrógeno de 100% molar o como una alimentación mixta con otros gases inertes. La concentración de hidrógeno alimentado en la zona de reacción no está particularmente limitada. Cantidades adecuadas pueden ser de al menos 80% en peso, o al menos 90% en peso, o al menos 95% en peso, o al menos 98% en peso, o al menos 99,5 % en peso.

40 El tiempo de permanencia es efectivo para reducir el color b^* de la composición de sFDCA y reducir la cantidad de FFCA mientras se minimiza la formación de THFDCA a la temperatura de reacción y el tipo de catalizador y la carga seleccionados. Los ejemplos de tiempos de permanencia adecuados del sFDCA en la zona de reacción de hidrogenación pueden variar entre 15 minutos y 10 horas, y son útiles y comercialmente prácticos tiempos de 45 minutos a aproximadamente 5 horas.

45 El proceso de la presente invención puede trabajar en diversas configuraciones. Una de estas configuraciones es un sistema de reacción de flujo en lecho fijo. Deseablemente, la reacción de hidrogenación se realiza en un sistema de reacción de flujo de lecho fijo. El sustrato a hidrogenar, la solución sFDCA, está en la fase líquida en la zona de reacción de hidrogenación. Otro tipo de configuración adecuada es una configuración de lecho de goteo. Al margen del método de operación, el tiempo de contacto deseado entre la solución de sFDCA, el hidrógeno y los
50 componentes del catalizador se puede variar según se desee para lograr el valor deseado.

La solución de sFDCA se pone en contacto con un catalizador de hidrogenación en la zona de reacción de hidrogenación. Se puede emplear cualquier catalizador de hidrogenación convencional. El catalizador de hidrogenación empleado en la zona o recipiente de hidrogenación puede ser un metal noble del Grupo VIII en un vehículo de catalizador convencional o material de soporte tal como carbono. Aunque el paladio sobre carbono es un
55 catalizador de hidrogenación típico, es posible usar catalizadores que contienen otros metales del grupo del platino, tales como rutenio, rodio, osmio, iridio y platino, o un óxido de dicho metal o por un catalizador metálico como Pd y/o Rh sobre carbono. También es posible usar lechos de catalizador estratificados que consisten en una capa de catalizador de Rh sobre carbono antes o después de la mayor parte de los catalizadores de Pd sobre carbono.

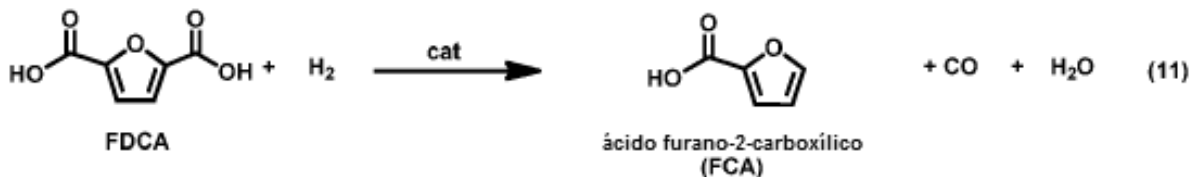
El material de soporte de carbono puede ser granular, en forma de gránulos o en otra forma de partícula cualquiera.

El tamaño de las partículas no está limitado. El tipo de carbono utilizado tampoco está limitado. Se puede usar carbón activado y también se puede usar un soporte que tenga una superficie de al menos 200 m²/g (medida por el Método BET) sin ningún límite superior. Es adecuado un soporte que tenga una superficie dentro de un margen de 200 a 3000 m²/g.

- 5 La carga de metal sobre el soporte puede ser de 0,01 % en peso hasta 5 % en peso, o de 0,01 a 1,0 % en peso, basado en el peso de la composición de catalizador final (incluyendo el soporte). La cantidad de metal catalizador cargado en la zona de reacción es efectiva para obtener el grado de conversión deseado sin una excesiva producción de THFDCA. La relación de los moles de FFCA alimentados en el reactor de hidrogenación por hora a los moles de metal o metales de catalizador empleados en total, puede ser de al menos 0,1 h⁻¹:1, o al menos 1 h⁻¹:1, o al menos 5 h⁻¹:1, o al menos 10 h⁻¹:1, y puede ser tan alta como se desee. Se debe tener en cuenta el límite inferior de la relación establecida para evitar el uso de una cantidad excesiva de metal o metales de catalizador total en relación con los moles de FFCA alimentados que podrían conducir a la formación de cantidades excesivas de THFDCA. Una cantidad excesiva de metal catalizador puede conducir a la hidrogenación no solo de FFCA, sino también a mayores cantidades de FDCA para convertir FDCA en THFDCA, lo que conduce a una pérdida de rendimiento del producto. Las relaciones molares adecuadas de FFCA alimentadas por hora a moles de metal catalizador pueden ser de hasta 150 h⁻¹:1, o hasta 125 h⁻¹:1, o hasta 100 h⁻¹:1.

El reactor de hidrogenación puede ser cualquier recipiente de hidrogenación convencional. Un ejemplo es un recipiente cilíndrico hueco orientado horizontal o verticalmente, deseablemente orientado verticalmente, en el que la solución de sFDCA se introduce en el reactor de hidrogenación en o cerca de la parte superior del recipiente vertical o en un extremo de un recipiente horizontal, y en presencia de hidrógeno fluye hacia abajo a través de la cámara o zona de reacción y sobre un lecho de catalizador fijo soportado por malla, alambre o placas perforadas en un recipiente vertical o a través del lecho de catalizador en un reactor orientado horizontalmente. La solución de FDCA hidrogenado se descarga del reactor de hidrogenación en el fondo del reactor o cerca del mismo en un reactor vertical o en un extremo que es distal desde el punto de entrada en un reactor orientado horizontalmente. El reactor puede estar lleno de líquido o puede tener un espacio de cabeza de gas por encima del nivel de líquido de la solución de sFDCA, pero el nivel de líquido debe al menos sumergir los lechos de catalizador. Si no está lleno de líquido, el reactor puede funcionar manteniendo un nivel de líquido constante alimentando gas hidrógeno en el espacio de gas a una velocidad suficiente para mantener un nivel de líquido constante. Si funciona lleno de líquido, el hidrógeno puede disolverse en al menos una porción de la solución de sFDCA con un medidor de flujo y alimentarse a la zona de reacción de hidrogenación como una solución de FDCA de hidrógeno disuelto.

Durante el proceso de hidrogenación, las siguientes reacciones indeseadas de las ecuaciones 9, 10 o 11 pueden tener lugar si las condiciones de hidrogenación son demasiado severas, ya sea porque la temperatura de hidrogenación es demasiado alta para el tiempo de permanencia (o velocidad espacial por hora promedio), o la presión parcial de hidrógeno es demasiado alta, o la carga de catalizador es demasiado alta, o una combinación de dos o más de estas actividades:



La realización de la hidrogenación bajo unas condiciones que son demasiado severas tiene como resultado la hidrogenación del anillo de furano, o la disociación de un grupo de ácido carboxílico del anillo de furano, o una combinación de ambos. La reacción de hidrogenación se lleva a cabo bajo unas condiciones efectivas tales que la composición de FDCA hidrogenado (hFDCA) no contenga más de 2% en peso de THFDCA, o no más de 1,5 % en

peso, o no más de 1 % en peso, o no más de 0,8 % en peso, o no más de 0,7 % en peso, o no más de 0,6 % en peso, o no más de 0,5 %, en peso, o no más de 0,4 % en peso, o no más de 0,3 % en peso, o no más de 0,1 % en peso de THFDCA, basado en el peso de la composición de hFDCA, que incluye líquido y sólidos. Mientras que pueden estar contenidas cantidades más altas de THFDA dentro de la composición de hFDCA, tal como menos del 10% en peso de THFDCA, o no más de 5 % en peso de THFDCA y mayor que 2 % en peso, basado en el peso de la composición de hFDCA, una cantidad tan alta de THFDCA representa una pérdida de rendimiento elevada, y un proceso comercial se volvería impráctico de mantener.

Después de la hidrogenación, la solución de FDCA hidrogenado puede recuperarse y purificarse usando técnicas convencionales bien conocidas por los expertos en este campo. Al menos una porción del FDCA disuelto en el hFDCA se convierte en un FDCA sólido para producir de este modo una composición de producto FDCA (pFDCA). Por ejemplo, al menos una parte de los intermedios y cuerpos con color que se hidrogenaron se pueden separar de FDCA en la solución de hFDCA mediante cualquier técnica convencional, tal como cristalización, para formar una composición de FDCA cristalizada en la que al menos algunos de los intermedios hidrogenados (FFCA) y los cuerpos con color permanecen solubles en el disolvente de hidrogenación (por ejemplo, agua), y el FDCA cristaliza para formar sólidos de FDCA. Los sólidos de FDCA se pueden separar de la solución cristalizada de FDCA mediante separación sólido líquido en la que los líquidos que contienen al menos una porción de los subproductos hidrogenados (FFCA) y algunos cuerpos con color se separan como licor madre, opcionalmente seguido de lavado para lavar cualquier licor madre residual como corriente residual de lavado, que se puede combinar con la corriente de licor madre si se desea.

En vez de la cristalización, o además de ella, se pueden emplear otras técnicas de separación para aislar el FDCA, tales como destilación, extracción con disolvente/disolvente y similares.

Si se desea, antes de la cristalización, cualquier partícula de carbono separada del lecho de carbón y arrastrada a la composición de hFDCA puede separarse de la solución de hFDCA mediante filtración (por ejemplo, filtración a presión, filtración en profundidad), decantación y similares.

Deseablemente, después de la etapa de filtración opcional para eliminar las partículas del lecho de carbón del reactor de hidrogenación, la solución de FDCA hidrogenado se cristaliza en al menos un cristizador. En el cristizador, la temperatura de la solución hidrogenada desciende hasta una temperatura efectiva para precipitar al menos una porción del FDCA en la solución de FDCA hidrogenado. La temperatura de cristalización puede estar en el intervalo de aproximadamente 50 a aproximadamente 200 °C, o de aproximadamente 75 a aproximadamente 140 °C, o de 50 a 120 °C. Deseablemente, la temperatura de cristalización es al menos 20 °C inferior, o al menos 30 °C inferior, o al menos 40 °C inferior, a la temperatura de la solución hidrogenada de FDCA que alimenta el cristizador. La temperatura de cristalización está deseablemente por encima de la temperatura a la que precipitarían los intermedios hidrogenados y los cuerpos con color. Si el descenso de la temperatura es demasiado repentino y severo, puede encapsularse una cantidad excesiva de los intermedios hidrogenados y los cuerpos con color dentro de los cristales de FDCA y el tamaño de los cristales se mantiene fino. Por tanto, se pueden emplear múltiples cristizadores en etapas que reducen la temperatura hasta el punto final deseado para aumentar el tamaño del cristal y minimizar los subproductos de encapsulación en vez de bajar la temperatura al punto final deseado en un paso.

El descenso de la temperatura en el sistema de cristalización provoca que cristalice la mayoría (más del 50% en peso, o al menos 75% en peso, o al menos 80% en peso, o al menos 90% en peso, o al menos 95% en peso, o al menos 98% en peso, o al menos 99% en peso) del FDCA disuelto en la solución de FDCA hidrogenado, formando así partículas sólidas de un FDCA en una composición de FDCA cristalizado. La composición cristalizada de FDCA contiene partículas sólidas de FDCA, y en la fase líquida los intermedios hidrogenados y los cuerpos con color tales como 5-HMFCa, 5-MFCA, FCA, FM y otras impurezas hidrogenadas permanecen en solución.

La composición de FDCA cristalizada en dos fases (suspensión) descargada del cristizador o de los cristizadores puede ser sometida a continuación a una separación sólido/líquido en un separador convencional, opcionalmente seguido de lavado con un disolvente de lavado. Los sólidos de FDCA separados pueden secarse en uno o más secadores convencionales para producir una composición de producto FDCA, que se purifica. Alternativamente, una composición de pFDCA puede estar en forma de una torta húmeda evitando la etapa de secado.

La composición de pFDCA tiene deseablemente la siguiente composición:

- a) sólidos, en los que al menos el 95% en peso, o al menos el 97% en peso, o al menos el 98% en peso, o al menos el 99% en peso, o al menos el 99,5 % en peso, o al menos el 99,8 % en peso, o al menos el 99,9 % en peso, o al menos el 99,95% en peso de los sólidos son FDCA, basado en el peso de los sólidos;
- b) un valor de b^* de al menos cero y menos de 4, o menos de 3, o menos de 2, o menos de 1,5, o menos de 1, o menos de 0,8, o menos de 0,5;
- c) FFCA en una cantidad de menos de 500 ppm, o menos de 200 ppm, o menos de 100 ppm, o menos de 50 ppm, o menos de 25 ppm, o menos de 20 ppm, o menos de 15 ppm, o no más de 10 ppm;

- d) y THFDCA presente en una cantidad que va desde cero, o mayor que cero, o al menos 1 ppm, o al menos 2 ppm, o al menos 5 ppm, o al menos 10 ppm, o al menos 20 ppm, o al menos 30 ppm, o al menos 50 ppm, y en una cantidad de no más de 0,5% en peso, o menos de 0,4 % en peso, o menos de 0,3 % en peso, o menos de 0,1 % en peso de THFDCA, o menos de 500 ppm, o no más de 100 ppm, o no más de 50 ppm, o no más de 30 ppm, o no más de 25 ppm, o no más de 20 ppm, o no más de 15 ppm, basándose en cada caso en el peso de los sólidos.

En una forma de realización, la composición de pFDCA comprende deseablemente al menos 98% en peso de sólidos, o al menos 99% en peso de sólidos, o al menos 99,5% en peso de sólidos, o al menos 99,9% en peso de sólidos, o al menos 99,5% en peso de sólidos. Esta realización representaría un producto aislado de sólidos secos.

- 10 En otra forma de realización, la composición de FDCA producto contiene deseablemente al menos 2% en peso de líquido, o al menos 4 % en peso de líquido, o al menos 6 % en peso de líquido y hasta 40% en peso de líquido, o hasta 30 % en peso de líquido, o hasta 20 % en peso de líquido, o hasta 15 % en peso de líquido, con los sólidos restantes, y el sólido comprende al menos 99 % en peso de FDCA y FFC y THFDCA en cualquiera de las cantidades mencionadas anteriormente. Esta realización representaría un producto de torta húmedo.

- 15 Se puede obtener un valor b^* muy bajo en la composición del FDCA producto por hidrogenación de la composición de cFDCA. El b^* es uno de los atributos de tres colores medidos en un instrumento espectroscópico basado en la reflectancia. El color se puede medir mediante cualquier dispositivo conocido en la técnica. Típicamente el dispositivo de medición es un instrumento Hunter UltrascanXE. Las lecturas positivas significan el grado de amarillo (o absorbancia del azul), mientras que las lecturas negativas indican el grado de azul (o absorbancia del amarillo).
20 Los valores b^* descritos y reivindicados están en los sólidos de FDCA, o una composición que contiene sólidos de FDCA, que se disuelven en una solución, al margen de cómo se prepare inicialmente la muestra (por ejemplo, si las muestras están o no preparadas para eliminar los residuos de carbono). Todos los valores b^* reportados, descritos o reivindicados con respecto a FDCA (ya sea un cFDCA, hFDCA o pFDCA) se basan en el método de solución para medir el b^* de los sólidos de FDCA, y esta técnica se describe con más particularidad en los ejemplos.

- 25 El proceso puede trabajar a escala comercial. Entre los ejemplos de tasas de producción adecuadas para una composición de pFDCA se incluyen un promedio de al menos 1.000 kg/día, o al menos 10.000 kg/día, o al menos 20.000 kg/día, o al menos 50.000 kg/día, o al menos 75.000 kg/día, o al menos 100.000 kg/día, o al menos 200.000 kg/día de una composición de pFDCA sobre una base de sólidos, sobre una base de 24 horas en un periodo de tres meses.

- 30 La composición de pFDCA, que pueden ser sólidos de ácido carboxílico secos o bien torta húmeda, que comprende FDCA, puede alimentarse a la zona de reacción de esterificación. La composición de pFDCA se puede transportar en camión, barco o ferrocarril como sólidos.

- El proceso para preparar la composición de pFDCA puede integrarse con el proceso para la construcción de una instalación de esterificación para la preparación de un diéster o un poliéster. Un proceso integrado incluye la
35 ubicación conjunta de las dos instalaciones de fabricación, una para hidrogenación y la otra para esterificación, dentro de 16 Km, o dentro de 5 Km, o dentro de 2 Km, o dentro de 1 Km, o dentro de $\frac{1}{2}$ Km entre sí. Un proceso integrado también incluye tener las dos instalaciones de fabricación en comunicación de sólidos o líquidos entre sí. Si se produce una composición de ácido dicarboxílico sólido, los sólidos pueden transportarse por cualquier medio adecuado, tal como aire o una cinta, a la instalación de esterificación. Si se produce una composición de ácido
40 dicarboxílico de torta húmeda, la torta húmeda se puede mover mediante una banda transportadora o se puede bombear como una suspensión líquida a la instalación para la esterificación.

La invención se ha descrito con detalle con referencia particular a realizaciones preferidas de la misma, pero se ha de entender que pueden verse afectadas variaciones y modificaciones dentro del espíritu y alcance de la invención.

Ejemplos 1 - 12.

- 45 En los Ejemplos 1 a 12, se cargó un autoclave de titanio de 300 mL equipado con una cesta de catalizador con 45,0 g de FDCA coloreado bruto (partiendo de b^* mostrado en la Tabla 1) que contenía algo de FFCA y 450,0 g de agua. La cesta del catalizador se cargó con 3 gramos de un catalizador de paladio/carbono que contiene 0,5% en peso de paladio en una cantidad como la mostrada en la Tabla 1. El autoclave se cerró herméticamente y se calentó a la temperatura deseada mientras se agitaba la mezcla. Se introdujo gas H_2 para alcanzar las diversas presiones
50 parciales de hidrógeno enumeradas en la Tabla 1. La presión total se mantuvo desde un depósito de compensación durante la reacción. La reacción continuó durante el período de tiempo establecido en la Tabla 1, después del cual se detuvo el suministro de gas y el autoclave se enfrió a temperatura ambiente para cristalizar así el FDCA, y luego se despresurizó. La mezcla heterogénea se filtró para aislar el pFDCA. Se registró la masa del filtrado del licor madre. El sólido de pFDCA se lavó con 100 mL de agua tres veces, y se secó en una estufa a 110 °C bajo vacío
55 durante la noche, y luego se pesó. El sólido lavado y secado se analizó mediante cromatografía de gases usando el método de derivatización BSTFA, el método HPLC y el método de medición de color CIE en solución. El filtrado del licor madre, antes de lavarlo y secarlo, se analizó también, pero solo mediante cromatografía de gases utilizando el método de derivatización BSTFA, para detectar la cantidad de THFDCA. Las técnicas analíticas utilizadas se

describen con más detalle a continuación. La Tabla 1 expone los resultados de la hidrogenación suave de FDCA bruto junto con los resultados del Ejemplo 10 que sometió el FDCA bruto a condiciones de hidrogenación que conducen a la formación de altas cantidades de THFDCA.

5 La metodología específica que se puede emplear para detectar la cantidad de THFDCA, FFCA, FDCA y b* se describe a continuación.

Método gas-cromatográfico para análisis de sólidos FDCA.

10 Las muestras de proceso se analizaron usando un cromatógrafo de gases Shimadzu Modelo 2010 (o equivalente) equipado con un inyector con fraccionamiento / calentado (300 °C) y un detector de ionización de llama (300 °C). Se empleó una columna capilar (60 metros x 0,32 mm DI) recubierta con (6% cianopropilfenil)-metilpolisiloxano a un espesor de película de 1,0 µm (tal como DB-1301 o equivalente). Se usó helio como gas portador con una presión inicial de columna de 203 kPa y un flujo de columna inicial de 3,93 mL/minuto mientras que la velocidad lineal del gas portador de 45 cm/segundo se mantuvo constante a lo largo de todo el programa de temperatura del horno. La temperatura de la columna se programó como sigue: La temperatura inicial del horno se ajustó a 80°C y se mantuvo durante 6 minutos, el horno se subió a 150°C a 4 °C/minuto y se mantuvo a 150°C durante 0 minutos, el horno se subió a 240 °C a 10 °C/minuto y se mantuvo a 240 °C durante 5 minutos, después el horno se subió a 290 °C a 10 °C/minuto y se mantuvo a 290°C durante 17,5 minutos (el tiempo de ejecución total fue de 60 minutos). Se inyectó 1,0 µl de la solución de muestra preparada con una relación de fraccionamiento de 40: 1. El software del sistema de datos de cromatografía EZ-Chrom Elite se utilizó para la adquisición y el procesamiento de datos. La preparación de la muestra se realizó pesando 0,1 g (con una precisión de 0,1 mg) de muestra en un vial de GC y añadiendo al vial de GC 200,0 µl de solución de ISTD (1% en volumen de decano en piridina) y 1000 µl de BSTFA (N, O-bis (trimetilsilil) trifluoroacetamida) con 1% de TMSCI (trimetilclorosilano). El contenido se calentó a 80 °C durante 30 minutos para asegurar la derivatización completa. Se inyectó 1,0 µl de esta solución de muestra preparada para el análisis de GC.

Método gas-cromatográfico para detectar THFDCA (método % en peso):

25 Las muestras de proceso fueron analizadas usando un cromatógrafo de gases Shimadzu Modelo 2010 (o equivalente) equipado con un inyector calentado con/sin fraccionamiento (300 °C) y un detector de ionización de llama (300 °C). Se empleó una columna capilar (60 metros x 0,32 mm de DI) recubierta con una fase estacionaria patentada (ZB-MultiResidue-1) con un espesor de película de 0,5 µm. Se usó helio como gas portador con una presión en el espacio de cabeza de la columna de 79 kPa y un flujo de columna inicial de 1,24 mL/minuto, y al mismo tiempo la velocidad lineal del gas portador de 19,7 cm/segundo se mantuvo constante durante todo el programa de temperatura del horno. La temperatura de la columna se programó como sigue: la temperatura inicial del horno se ajustó a 50 °C y se mantuvo durante 20 minutos, el horno se subió a 280 °C a 10 °C/minuto y se mantuvo a 280 °C durante 17 minutos (el tiempo de ejecución total fue de 60 minutos). Se inyectó 1,0 µl de la solución de muestra preparada con una relación de fraccionamiento de 60: 1. Se utilizó el software del sistema de datos de cromatografía EZ-Chrom Elite para la adquisición de datos y su procesamiento. La preparación de la muestra se realizó pesando 0,0280 - 0,0300 g de muestra (con una precisión de 0,1 mg) en un vial de GC y añadiendo 200,0 µl de solución ISTD (1% en volumen de decano en piridina) y 1000 µl de BSTFA (N, O-bis (trimetilsilil) trifluoroacetamida) con 1% de TMSCI (trimetilclorosilano) en el vial de GC. El contenido se calentó a 80 °C durante 45 minutos para asegurar la derivatización completa. Se inyectó para el análisis de GC 1,0 µl de esta solución de muestra preparada.

Método gas-cromatográfico para detectar THFDCA (método ppm):

45 Las muestras de proceso se analizaron usando un cromatógrafo de gases Shimadzu Modelo 2010 (o equivalente) equipado con un inyector calentado con/sin fraccionamiento (300 °C) y un detector de ionización de llama (300 °C). Se empleó una columna capilar (60 metros x 0,32 mm de DI) recubierta con una fase estacionaria patentada (ZB-MultiResidue-1) con un espesor de película de 0,5 µm. Se usó helio como gas portador con una presión inicial del espacio de cabeza de la columna de 79 kPa y un flujo inicial de columna de 1,24 mL/minuto, mientras que la velocidad lineal del gas portador de 19,7 cm/segundo se mantuvo constante durante todo el programa de temperatura del horno. La temperatura de la columna se programó como sigue: La temperatura inicial del horno se ajustó a 50 °C y se mantuvo durante 5 minutos, el horno se subió a 280 °C a 10 °C/minuto y se mantuvo a 280 °C durante 32 minutos (el tiempo de ejecución total fue de 60 minutos). Se inyectó sin fraccionamiento 1,0 µl de la solución de muestra preparada. El software del sistema de datos de cromatografía EZ-Chrom Elite se utilizó para la adquisición de datos y el procesamiento de los mismos. La preparación de la muestra se realizó pesando 0,0280 - 0,0300 g de muestra (con una precisión de 0,1 mg) en un vial de GC y añadiendo 200,0 µl de solución ISTD (1% en volumen de decano en piridina) y 1000 µl de BSTFA (N,O-bis(trimetilsilil) trifluoroacetamida) con 1% de TMSCI (trimetilclorosilano) en el vial de GC. El contenido se calentó a 80°C durante 45 minutos para asegurar la derivatización completa. Se inyectó 1,0 µl de esta solución de muestra preparada para el análisis de GC.

Método cromatográfico de líquidos para bajos niveles de FFCA en FDCA:

Las muestras se analizaron con una unidad Agilent 1200 LC que consistía en una bomba cuaternaria, un

muestreador automático (inyección de 3 ul), un compartimento de columna termostatazado (35 °C) y un detector UV/vis de matriz de diodos (280 nm). El cromatógrafo se equipó con una columna Thermo Aquasil C18 de 150 mmx 4,6 mm empaquetada con partículas de 5 micrómetros. El programa de flujo de disolvente se muestra en la tabla a continuación: el canal A era ácido fosfórico al 0,1% en agua, el canal B era acetonitrilo y el canal C era tetrahidrofurano (THF).

5

| Tiempo (min) | % A | % B | % C | Flujo (mL/min) |
|--------------|------|------|-----|----------------|
| Inicial | 95,0 | 0,0 | 5,0 | 1,50 |
| 7 | 95,0 | 0,0 | 5,0 | 1,50 |
| 10 | 15,0 | 80,0 | 5,0 | 1,50 |
| 12 | 15,0 | 80,0 | 5,0 | 1,50 |
| 12,1 | 95,0 | 0,0 | 5,0 | 1,50 |
| 15 | 95,0 | 0,0 | 5,0 | 1,50 |

Tiempo de equilibrado: 1 minuto.

Se usa EZChrom elite para el control de la HPLC y para el procesamiento de datos. Se usó una calibración lineal de 5 puntos en el margen (aproximado) de 0,25 a 100 ppm de FFCA. Las muestras se prepararon disolviendo ~0,05 g (pesado con una precisión de 0,0001 g) en 10 mL de 50:50 DMF/THF; se pueden usar pesos de muestra más altos para las muestras en las que el FFCA está presente a un nivel muy bajo, siempre y cuando no se sobrepase la solubilidad del FDCA. Se usó sonicación para asegurar la disolución completa de la muestra en el disolvente. Una porción de la muestra preparada se transfirió a un vial de muestreado automático para inyección en el LC.

10

Preparación de la muestra para la medida de b*.

Dado que el FDCA hidrogenado se preparó en un autoclave sin fijar el catalizador de Pd/C en un lecho, y algunas partículas de carbono se encapsularon dentro de los sólidos de FDCA, para obtener el verdadero b* de la composición de FDCA, se separaron primero algunas de las partículas de carbono. Se preparó una solución madre de NH₄OH al 10% en peso diluyendo con agua NH₄OH comercial al 30% en peso. Se disolvieron 5,0 g de un sólido FDCA seco en 45,0 g de solución de NH₄OH al 10% en peso. La mezcla se filtró usando el filtro de jeringa GHP Acrodisc de 25 mm para eliminar las partículas de carbono del catalizador. El b* de la solución se midió como se analiza a continuación:

15

20

Método para la medida de b*.

Las muestras se analizaron usando un espectrofotómetro Hunter Lab UltraScan Pro con una esfera de luz integradora. De acuerdo con las recomendaciones del fabricante, el espectrofotómetro se ajustó a la escala de colores CIELAB con el iluminador D65 y observador a 10°. Las muestras (en este caso, una solución madre de NH₄OH al 10% en peso) se transfirieron a células de transmisión transparentes desechables que tenían una longitud de recorrido de 20 mm. El espectrofotómetro se estandarizó en modo de transmisión total con una celda de transmisión rellena con solución madre de NH₄OH al 10% en peso. El propósito de esta estandarización era restar la respuesta de color de fondo de la celda y la solución madre de la muestra de FDCA. La transmisión de cada muestra se midió después para obtener el valor de CIELAB para b*.

25

30 Tabla 1

| Ejemplo | sólido FDCA bruto | | rel. mol. de FFCA a Pd ^a | Temperatura (°C) | Presión parcial de hidrógeno MPa | Tiempo de reacción (h) | pFDCA sólido ^b | | | rendimiento % THFDCA en el filtrado |
|---------|-------------------|-------|-------------------------------------|------------------|----------------------------------|------------------------|---------------------------|-------------------|------|-------------------------------------|
| | FFCA (ppm peso) | b* | | | | | FFCA (ppm peso) | THFDCA (ppm peso) | b* | |
| COMP 1 | 4000 | 44,12 | 15 | 100 | 2,0 | 3 | 480 | N. M. | 36,9 | 0,05 |
| COMP 2 | 4000 | 44,12 | 15 | 120 | 1,9 | 3 | 260 | N. M. | 21 | 0,06 |
| 3 | 10890 | 53,41 | 40 | 150 | 1,6 | 3 | < 10 | 77 | 0,74 | 0,65 |
| 4 | 4000 | 44,12 | 26 | 150 | 1,6 | 3 | < 10 | 43 | 0,75 | 0,64 |

| | | | | | | | | | | |
|------------|-------|-------|----|-----|-----|---|------|-------|------|--------|
| 5 | 4000 | 44,12 | 18 | 150 | 0,9 | 3 | < 10 | 36 | 0,24 | 0,20 |
| 6 | 19320 | 61,84 | 71 | 170 | 1,3 | 3 | < 10 | 18 | 0,98 | 0,36 |
| 7 | 4000 | 44,12 | 15 | 170 | 0,9 | 3 | < 10 | 31 | 0,25 | 0,11 |
| 8 | 4000 | 44,12 | 15 | 170 | 0,6 | 3 | < 10 | 23 | 0,34 | 0,11 |
| 9 | 19320 | 61,89 | 71 | 180 | 1,1 | 3 | < 10 | N. M. | 0,96 | 0,14 |
| COMP 10 | 10890 | 53,41 | 40 | 200 | 0,5 | 3 | < 10 | 12 | 0,24 | 2,59 |
| 11 | 10890 | 53,41 | 40 | 200 | 0,5 | 1 | < 10 | 15 | 0,35 | < 0,03 |
| COMP 12 | 4000 | 44,12 | 15 | 170 | 6,6 | 3 | < 10 | 48 | 0,4 | 14,80 |

^a se usó 0,5% en peso de Pd sobre carbono (CBA -300 SE 11233)

^b pureza de pFDCA > 99,95%

N. M. = no medido

5 Los Ejemplos Comparativos 1 y 2 demuestran que la hidrogenación ha de llevarse a cabo a una temperatura en la que el FDCA sea suficientemente soluble en agua. La temperatura de disolución debe ser lo suficientemente alta como para obtener una buena disolución de FDCA en el disolvente dado, o de lo contrario la reducción de b* y FFCA por hidrogenación sería insuficiente.

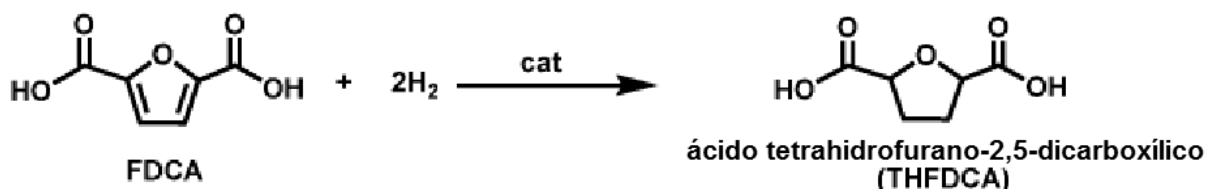
10 Los Ejemplos 3 a 9 y 11 demuestran que el pFDCA con un contenido de FFCA de menos de 10 ppm y un b* de menos de 1 se puede conseguir mediante hidrogenación suave de FDCA bruto.

El Ejemplo Comparativo 10 muestra que a temperaturas de hidrogenación elevadas, tiene lugar una excesiva hidrogenación en el anillo para formar THFDCA en grandes cantidades (que aparecen en el filtrado). La cantidad de THFDCA puede controlarse a altas temperaturas de hidrogenación limitando el tiempo de permanencia y la carga de catalizador.

15 El Ejemplo Comparativo 12 muestra que, a una presión parcial de hidrogenación más alta, tiene lugar una excesiva hidrogenación en el anillo para formar THFDCA en grandes cantidades (como aparece en el filtrado). La cantidad de THFDCA puede controlarse a una presión parcial de hidrogenación más alta limitando el tiempo de permanencia y la carga de catalizador.

Ejemplo Comparativo 13.

20 Este ejemplo ilustra el efecto de la hidrogenación severa en una composición de FDCA. En este ejemplo se empleó una gran cantidad de metal catalizador y, bajo las condiciones de hidrogenación (temperatura, presión parcial de hidrógeno y tiempo de permanencia), la mayor parte del FDCA sometido a hidrogenación se convirtió en THFDCA.



25 Un autoclave de titanio de 300 mL equipado con una cesta de catalizador se cargó con FDCA (40,0 g, 256 mol) y 450,0 g de agua. La cesta del catalizador se cargó con 13,0 g de catalizador de paladio/carbono (40% de humedad) que contenía 0,5% en peso de paladio. El autoclave se cerró herméticamente y se calentó a 170 °C mientras se agitaba la mezcla. Se introdujo gas H₂ para alcanzar 3,4 MPa de presión parcial. La presión total se mantuvo desde el tanque de compensación durante la reacción. La reacción continuó durante un período de tiempo de 4 h, el suministro de gas se detuvo y el autoclave se enfrió a temperatura ambiente y se despresurizó. La mezcla acuosa homogénea se filtró para eliminar las partículas de negro de humo. El agua se eliminó usando un rotavapor para dar
 30 un sólido blanco. El sólido blanco se secó en estufa a 110 °C a vacío durante la noche. El producto se analizó mediante cromatografía de gases usando el método de derivatización BSTFA y se obtuvo un 91% (38,39 g) de

THFDCA.

Ejemplo Comparativo 14.

Este ejemplo ilustra el efecto de la hidrogenación de FDCA bajo una temperatura de reacción severa.

5 Un autoclave de titanio de 300 mL equipado con una cesta de catalizador se cargó con FDCA (45,0 g, 256 mol) y
450,0 g de agua. La cesta del catalizador se cargó con 3,0 g de catalizador de paladio/carbono (40% de humedad)
que contenía 0,5% en peso de paladio. El autoclave se selló y se calentó a 250 °C al tiempo que se agitaba la
mezcla. Se introdujo gas H₂ para alcanzar una presión parcial de 930 kPa. La presión total se mantuvo desde el
tanque de compensación durante la reacción. La reacción continuó durante un período de tiempo de 3 h, se detuvo
10 el suministro de gas, y el autoclave se enfrió a temperatura ambiente y se despresurizó. La mezcla acuosa
homogénea se filtró para eliminar las partículas de negro de humo. El agua se eliminó usando un rotavapor para dar
solo 2,1 g de un sólido pegajoso intratable. Aunque sin vincularse a una teoría, la mayor parte del FDCA o del
THFDCA experimentó descarboxilación o hidrogenólisis a muy alta temperatura catalizada por paladio.

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para purificar una composición de ácido furano-2,5-dicarboxílico (cFDCA) bruto, que comprende:

- 5 a) proporcionar en una zona de oxidación una composición de cFDCA que comprende sólidos de ácido furano-2,5-dicarboxílico (FDCA), ácido 5-formil-furano-2-carboxílico (FFCA) y una composición de disolvente de oxidación que es una solución acuosa de ácido acético que tiene una concentración de ácido acético de 80 a 99% en peso antes de añadirla a la zona de oxidación; o la composición del disolvente de oxidación como se añade comprende una mezcla de agua y ácido acético que tiene un contenido de agua de 0% a 15% en peso;
- 10 b) combinar una composición de disolvente de hidrogenación con dichos sólidos de FDCA y disolver al menos una porción de los sólidos de FDCA para producir así una composición de FDCA solvatado (sFDCA) que comprende FDCA disuelto, la composición de disolvente de hidrogenación y FFCA;
- 15 c) en una zona de reacción de hidrogenación, hidrogenar la composición de sFDCA poniendo en contacto con hidrógeno la composición de sFDCA a una temperatura que se encuentra en un intervalo de 130 °C a 225 °C y bajo una presión parcial de hidrógeno dentro de un intervalo de 69 kPa a 6,2 MPa en presencia de un catalizador de hidrogenación para hidrogenar así el FFCA y producir una composición de ácido furano 2,5-dicarboxílico (hFDCA) que comprende una especie de FFCA hidrogenado, FDCA disuelto y dicho disolvente de hidrogenación; y
- 20 e) separar al menos una porción del FDCA disuelto de la composición de hFDCA para obtener una composición de producto FDCA (pFDCA),

en donde la reacción de hidrogenación se realiza bajo condiciones tales que la composición de hFDCA contiene no más de 2% en peso de ácido tetrahydrofurano-2,5-dicarboxílico (THFDCA), basado en el peso de la composición de hFDCA, que incluye líquidos y sólidos.

2. El procedimiento según la reivindicación 1, en el que la composición de cFDCA comprende al menos:

- 25 (i) 28% en peso de sólidos, basado en el peso de la composición de cFDCA, en donde al menos el 90% en peso de los sólidos es FDCA, basado en el peso de los sólidos; y
- (ii) al menos 0,2% en peso de FFCA; o

en donde la composición de cFDCA comprende al menos:

- 30 (i) 28% en peso de sólidos basado en el peso de la composición de cFDCA, en donde al menos el 90% en peso de los sólidos es FDCA basado en el peso de los sólidos; y
- (ii) al menos el 0,2% en peso de FFCA,

en donde la composición de cFDCA tiene un valor b^* de al menos 5.

3. El procedimiento según la reivindicación 1, en el que la cantidad de FFCA en peso presente en la composición de cFDCA se reduce en un factor de al menos 100x relativo a la cantidad de FFCA presente en la composición de pFDCA; o

se reduce en un factor de al menos 500x.

4. El procedimiento según la reivindicación 1, en el que la composición de cFDCA es alimentada en un evaporador para eliminar al menos una parte de la composición de disolvente de oxidación, de la composición de cFDCA, para producir una suspensión concentrada; la suspensión concentrada se alimenta a una zona de separación sólido/líquido para eliminar al menos una parte de la composición de disolvente de oxidación como licor madre para producir una torta húmeda; dicha torta húmeda se lava para producir una torta de cFDCA lavada; y la torta de cFDCA lavada se alimenta a una zona de disolución para disolver la torta de cFDCA lavada en la composición de disolvente de hidrogenación, para producir la composición de sFDCA.

5. El procedimiento según la reivindicación 1, en el que la composición de cFDCA se alimenta a una zona de separación sólido/líquido para separar la composición de disolvente de oxidación de la composición de cFDCA; y los sólidos de FDCA, después de la separación de la composición de disolvente o de forma simultánea con la misma, se combinan con la composición de disolvente de hidrogenación para disolver al menos el 98% de los sólidos de FDCA y producir así la composición de FDCA solvatado.

6. El procedimiento según la reivindicación 1, en el que la composición de sFDCA comprende:

- 50 a) menos del 1% en peso de sólidos;

- b) FDCA disuelto en una cantidad de al menos 7% en peso;
- c) un disolvente de hidrogenación en una cantidad de al menos 50% en peso;
- d) FFCA en una cantidad al menos mayor que el 0%;

basado en cada caso en el peso de la composición de sFDCA.

- 5 7. El procedimiento según la reivindicación 1, en el que la hidrogenación se lleva a cabo a una temperatura dentro de un intervalo de 130 °C a menos de 200 °C.
- 8. El procedimiento según la reivindicación 1, en el que la hidrogenación se lleva a cabo bajo unas condiciones eficaces para producir una composición de pFDCA que contiene menos de 500 ppm de ácido tetrahidrofurano dicarboxílico ("THFDCA"), basado en el peso de sólidos de FDCA en la composición de pFDCA.
- 10 9. El procedimiento según la reivindicación 1, en el que la composición de hFDCA se cristaliza.
- 10. El procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, en el que la composición del disolvente de hidrogenación comprende al menos un 90% de agua; o en el que la hidrogenación se realiza bajo una presión parcial de hidrógeno dentro de un intervalo de 69 kPa a 6,2 MPa y una presión total dentro de la zona de reacción de hidrogenación dentro de un intervalo de 241 kPa a menos de 6,55 MPa, o en el que la hidrogenación se realiza bajo una presión parcial de hidrógeno dentro de un intervalo de 138 kPa a 2,75 MPa y una presión total dentro de la zona de reacción de hidrogenación dentro de un intervalo de 241 kPa a menos de 6,55 MPa.
- 15 11. El procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, en el que el rendimiento de FDCA, sobre una base de sólidos y medido en la composición de pFDCA, es al menos el 80%.
- 20 12. El procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, en el que el proceso trabaja produciendo al menos 20.000 kg/día de pFDCA sobre una base de sólidos, sobre una base de 24 horas, en un periodo de tres meses.

Figura 1

