

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 665 538**

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/US2013/044935**

87 Fecha y número de publicación internacional: **27.12.2013 WO13191944**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **10.06.2013 E 13729903 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **07.03.2018 EP 2864307**

54 Título: **Proceso para purificar el ácido furan-2,5-dicarboxílico en bruto mediante hidrogenación**

30 Prioridad:

**22.06.2012 US 201261663237 P**  
**04.02.2013 US 201313758070**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**26.04.2018**

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**SHAIKH, ASHFAQ, SHAHANAWAZ;**  
**PARKER, KENNY, RANDOLPH;**  
**JANKA, MESFIN, EJERSSA y**  
**PARTIN, LEE, REYNOLDS**

74 Agente/Representante:

**ELZABURU, S.L.P**

**ES 2 665 538 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).

## DESCRIPCIÓN

Proceso para purificar el ácido furan-2,5-dicarboxílico en bruto mediante hidrogenación

## Referencia cruzada a solicitudes relacionadas

5 Esta solicitud reivindica la prioridad a la Solicitud de Patente Provisional de los Estados Unidos Nº 61/663.237, presentada el 22 de junio de 2012.

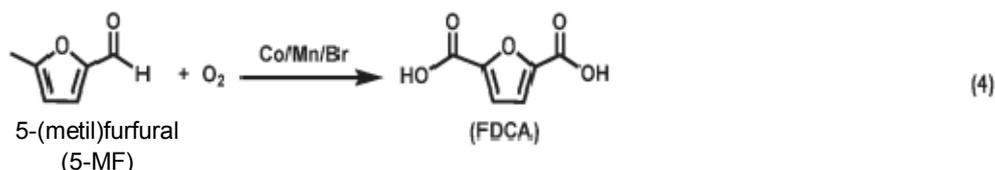
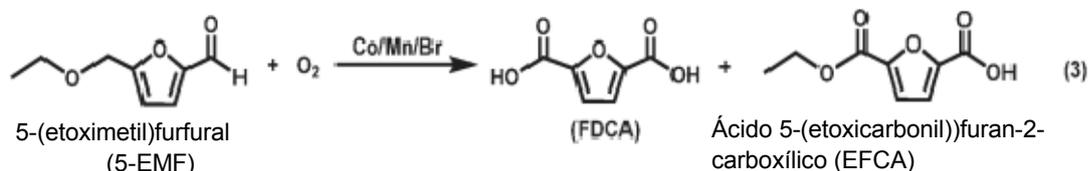
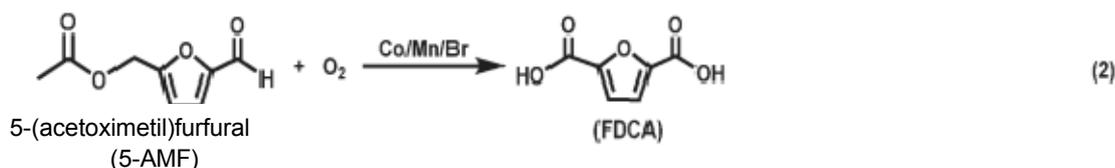
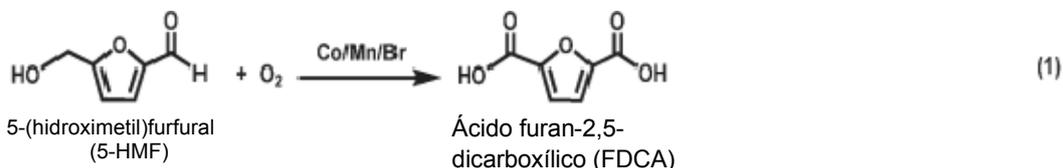
## Campo de la invención

Esta invención se refiere en general a la producción de ácidos furan-2,5-dicarboxílicos purificados. En particular, la invención se refiere a un procedimiento para la purificación del ácido furan-2,5-dicarboxílico en bruto utilizando técnicas de separación sólido-líquido, de hidrogenación suave y de aislamiento.

## 10 Antecedentes de la invención

Los ácidos dicarboxílicos aromáticos tales como el ácido tereftálico y el ácido isoftálico se usan para producir una variedad de productos de poliéster, ejemplos importantes de los cuales son el poli(tereftalato de etileno) y sus copolímeros. Estos ácidos dicarboxílicos aromáticos se sintetizan mediante la autooxidación catalizada de los compuestos dialquilaromáticos correspondientes que se obtienen a partir de combustibles fósiles (documento de patente de Estados Unidos US 2006/0205977 A1). Existe un creciente interés en el uso de recursos renovables como materias primas para las industrias químicas, principalmente debido a la reducción progresiva de las reservas fósiles y sus impactos ambientales relacionados.

20 El ácido furan-2,5-dicarboxílico ("FDCA") es un intermedio polivalente considerado como una alternativa biológicamente basada prometedora al ácido tereftálico y al ácido isoftálico. Se sintetiza mediante la oxidación catalítica de 5-(hidroximetil)furfural (5-HMF) como se muestra en la ecuación 1 a continuación; o por la oxidación catalítica de ésteres de 5-HMF (5-R(CO)OCH<sub>2</sub>-furfural donde R = alquilo, cicloalquilo y arilo) como se muestra en la ecuación 2 a continuación; o por la oxidación catalítica de los éteres de 5-HMF (5-R'OCH<sub>2</sub>-furfural, donde R' = alquilo, cicloalquilo y arilo) como se muestra en la ecuación 3 a continuación; o por la oxidación catalítica de 5-alquilfurfurales (5-R"-furfural, donde R" = alquilo, cicloalquilo y arilo) como se muestra en la ecuación 4 a continuación; en cada caso usando un sistema catalizador de Co/Mn/Br. También se pueden usar materias primas mixtas de 5-HMF y ésteres de 5-HMF, y materias primas mixtas de 5-HMF y 5-alquilfurfurales.



30 Hemos encontrado que las reacciones anteriores funcionan bien. Sin embargo, se producen varias impurezas, particularmente especies de ácido monocarboxílico tales como el ácido 5-formilfuran-2-carboxílico (FFCA). Estos

ácidos monocarboxílicos no son deseables ya que finalizan el crecimiento de la cadena de un polímero dando como resultado una menor viscosidad del polímero. Si los cuerpos coloreados están presentes en el FDCA en bruto o permanecen en el FDCA purificado, estos cuerpos coloreados se transfieren a los compuestos o polímeros que usan el FDCA como un monómero reactivo para de ese modo colorear el compuesto o polímero. Por lo tanto, es necesario purificar el FDCA en bruto para eliminar los cuerpos coloreados mientras se minimiza la presencia de FFCA en el FDCA purificado.

El FDCA se ha preparado por oxidación de 5-(hidroximetil)furfural (5-HMF) en atmósfera de aire utilizando catalizadores homogéneos (documento de patente de Estados Unidos US2003/0055271 A1 y Partenheimer, W.; Grushin, V. V. *Adv. Synth. Catal.* **2001**, *343*, 102-111)) pero solo con un rendimiento máximo de 44,8% usando un sistema de catalizadores de Co/Mn/Br y un rendimiento máximo de 60,9% ha sido divulgado utilizando la combinación de catalizadores de Co/Mn/Br/Zr. La oxidación catalítica heterogénea de 5-HMF usando ZrO<sub>2</sub> mezclado con acetilacetato de platino (II) en agua se ha divulgado en el documento de patente de Estados Unidos N°. 7.700.788 B2, pero debido a la muy baja solubilidad de FDCA en agua, este proceso debe realizarse en condiciones muy diluidas para evitar la precipitación de FDCA en la superficie del catalizador, lo que hace que el proceso no sea económico. Otra oxidación catalítica heterogénea de 5-HMF se divulga en el documento de patente USP N°. 4.977.283 usando O<sub>2</sub> molecular y un catalizador de Pt/C. Se logró un alto rendimiento de FDCA, pero a la expensa adicional de alimentar el O<sub>2</sub> purificado y ajustar continuamente el pH mediante la adición de hidróxido de sodio. El producto de reacción fue la sal disódica de FDCA lo que conduce a un subproducto salino desperdiciado en la conversión a FDCA.

Sigue existiendo la necesidad de producir FDCA con altos rendimientos y aislar un producto de FDCA purificado que tenga poco color.

El documento de patente internacional WO 2009/023174 se refiere a un método para convertir hidroximetilfurfural y sus especies derivadas en productos de oxidación de hidroximetilfurfural. El método incluye poner en contacto las especies de hidroximetilfurfural en una mezcla con una enzima que oxida las especies de hidroximetilfurfural mientras se controla el peróxido de hidrógeno en la mezcla. En una forma de realización ejemplarizante la enzima es la cloroperoxidasa y el peróxido de hidrógeno se introduce en la mezcla midiendo para hacer predominantemente y selectivamente al menos uno de un ácido formilfuran-carboxílico o un ácido furan-dicarboxílico. En otra forma de realización la enzima es la aril alcohol oxidasa y se incluye una catalasa en la mezcla para eliminar el peróxido de hidrógeno como producto secundario no deseado y la reacción predominantemente hace al menos uno de ácido dimetilfuran-carboxílico o de ácido formilfuran-carboxílico. Cuando el producto predominante es un ácido carboxílico o un ácido furan-dicarboxílico, puede recuperarse en una forma sustancialmente pura por precipitación ácida.

### Compendio de la invención

En esta invención, divulgamos un procedimiento para fabricar FDCA purificado (pFDCA) mediante hidrogenación catalítica de una composición de FDCA solvatada bajo condiciones suaves, como se define en la reivindicación 1.

### Breve descripción de los dibujos

La Figura 1 es un diagrama de flujo del proceso para hacer una composición concentrada de hFDCA.

La Figura 2 representa la solubilidad de FDCA en agua a diferentes temperaturas.

### Descripción detallada de la invención

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

Tal como se usa en este documento, los términos "un", "una" y "el" significan uno o más.

Como se usa en este documento, el término "y/o", cuando se usa en una lista de dos o más artículos, significa que cualquiera de los artículos enumerados puede emplearse solo o puede emplearse en cualquier combinación de dos o más de los artículos enumerados. Por ejemplo, si una composición se describe como que contiene los componentes A, B y/o C, la composición puede contener A solo; B solo; C solo; A y B en combinación; A y C en combinación; B y C en combinación; o A, B y C en combinación.

Como se usa en este documento, los términos "que comprende", "comprende" y "comprender" son términos abiertos de transición utilizados para la transición de un sujeto enumerado antes del término a uno o más elementos enumerados después del término, donde el elemento o elementos enumerados después del término de transición no son necesariamente los únicos elementos que componen el sujeto.

Como se usa en este documento, los términos "tener", "tiene", "contener", "incluyendo", "incluye", "incluir" y "tener" tienen el mismo significado abierto que "comprendiendo", "comprende", y "comprender" proporcionados anteriormente.

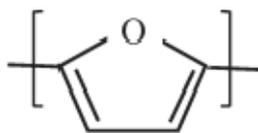
La presente descripción utiliza intervalos numéricos para cuantificar ciertos parámetros relacionados con la invención. Debe entenderse que cuando se proporcionan intervalos numéricos, dichos intervalos deben interpretarse como que brindan soporte literal para las limitaciones de las reivindicaciones que solo enumeran el valor más bajo del intervalo, así como las limitaciones de las reivindicaciones que solo enumeran el valor superior del intervalo. Por ejemplo, un intervalo numérico divulgado de 10 a 100 proporciona soporte literal para una reivindicación que dice "más de 10" (sin límites superiores) y una reivindicación que dice "menos de 100" (sin límites inferiores) y proporciona apoyo literal para e incluye los puntos finales de 10 y 100.

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 intervalo numérico. Debe entenderse que cada valor numérico específico proporcionado en este documento debe interpretarse como que proporciona soporte literal para un intervalo amplio, intermedio y estrecho. El intervalo 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 intervalo 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 intervalo 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 (62° F), tal descripción proporciona soporte literal para un intervalo amplio numérico de -3,9° C a 37,2° C (16,7° C +/- 20,5° C [25° F a 99° F (62° F +/- 37° F)], un intervalo numérico intermedio de 6,1° C a 27,2° C (16,7° C +/- 10,5° C) [43° F a 81° F (62° F +/- 19° F)], y un intervalo numérico estrecho de 11,7° C a 21,7° C (16,7° C +/- 5,0° C) [53° F a 71° F (62° F +/- 9° F)]. Estos intervalos numéricos amplios, intermedios y estrechos deberían aplicarse no solo a los valores específicos, sino también a las diferencias entre estos valores específicos. Por lo tanto, si la especificación describe una primera presión de 0,76 MPa (110 psia) y una segunda presión de 0,33 MPa (48 psia) (una diferencia de 0,43 MPa (62 psi)), los intervalos amplio, intermedio y estrecho para la diferencia de presión entre estas dos corrientes serían de 0,17 a 0,68 MPa (25 a 99 psi), 0,30 a 0,56 MPa (43 a 81 psi), y 0,37 a 0,49 MPa (53 a 71 psi), respectivamente.

Todas las cantidades y valores de ppm son en peso a menos que se especifique lo contrario. Todas las cantidades en peso se basan en el peso de la corriente de composición completa que contiene el ingrediente en cuestión en lugar de una parte de esa composición o una corriente diferente por completo, a menos que se indique lo contrario.

Se proporciona una composición de FDCA en bruto (cFDCA) que comprende sólidos de ácido furan-2,5-dicarboxílico (FDCA), ácido 5-formilfuran-2-carboxílico (FFCA) y una composición de disolvente de oxidación. Esta composición puede proporcionarse de diversas maneras. Una técnica se describe de la siguiente manera.

Como se muestra en la Figura 1, una composición oxidable se alimenta en la corriente 10 a una zona de oxidación 100 donde la composición oxidable contiene un compuesto que tiene un resto de furano. El resto de furano puede representarse por la estructura:



Los compuestos que tienen un resto de furano son tales que, tras 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)OCH<sub>2</sub>-furfural donde R = grupos alquilo, cicloalquilo y arilo que tienen de 1 a 8 átomos de carbono, o de 1-4 átomos de carbono o de 1-2 átomos de carbono; éteres de 5-HMF representados por la fórmula 5-R'OCH<sub>2</sub>-furfural, donde R' = alquilo, cicloalquilo y arilo que tiene de 1 a 8 átomos de carbono, o de 1-4 átomos de carbono o de 1-2 átomos de carbono); 5-alquil-furfurales representados por la fórmula 5-R"-furfural, donde R" = alquilo, cicloalquilo y arilo que tienen de 1 a 8 átomos de carbono, o de 1-4 átomos de carbono o de 1-2 átomos de carbono). Por lo tanto, 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-alquil-furfurales, o mezclas de 5-HMF y sus ésteres, éteres y derivados de alquilo.

La composición oxidable, además de 5-(hidroximetil)furfural (5-HMF) o uno de sus derivados, también puede contener 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:

Materias primas de derivado de 5-HMF preferidas



Los componentes catalíticos adecuados comprenden al menos uno seleccionado de, pero no limitado a, los compuestos de cobalto, bromo y manganeso. Preferiblemente, se selecciona un sistema catalítico homogéneo. El sistema catalítico preferido comprende cobalto, manganeso y bromo.

5 Los átomos de cobalto pueden proporcionarse en forma iónica como sales de cobalto inorgánicas, tales como bromuro de cobalto, nitrato de cobalto o cloruro de cobalto, o compuestos de cobalto orgánicos tales como sales de cobalto de ácidos alifáticos o aromáticos que tienen de 2-22 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 agrega como un compuesto a la mezcla de reacción no está limitado, e incluye los estados de oxidación +2 y +3.

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

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

20 La cantidad de átomos de bromo oscila deseablemente desde 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, basado en el peso del líquido en el medio de reacción de la zona de oxidación primaria. El bromo presente en la cantidad de 2500 ppm a 4000 ppm o de 3000 ppm a 4000 ppm es especialmente deseable para promover un alto rendimiento.

25 La cantidad de átomos de cobalto puede oscilar 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, basado en el peso del líquido en el medio de reacción de la zona de oxidación primaria. El cobalto presente en una cantidad de 2000 a 6000 ppm o de 2000 a 5000 ppm es especialmente deseable para promover un alto rendimiento.

30 La cantidad de átomos de manganeso puede oscilar entre 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, basado en el peso del líquido en el medio de reacción de la zona de oxidación primaria. El manganeso presente en una cantidad que oscila de 30 ppm a 400 ppm, o de 70 ppm a 350 ppm, o de 100 ppm a 350 ppm es especialmente deseable para promover un alto rendimiento.

35 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 conducir 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-alkil-furfurales, o mezclas de cualquiera de estos compuestos conjuntamente o con 5-HMF, la relación en peso de cobalto a manganeso puede disminuirse aunque se sigue obteniendo 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.

45 La relación en peso de átomos de cobalto a átomos de bromo es deseablemente de 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.

50 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 bromo oscila 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%), y una disminución en la formación de impurezas (medida por b\*) que causan el color en el proceso de polimerización aguas abajo manteniendo la cantidad de CO y CO<sub>2</sub> (combustión de carbono) en el gas residual a un mínimo.

55 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 un alto rendimiento y una 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 un alto rendimiento y una baja combustión de carbono.

5 Las composiciones de disolventes de oxidación son ácidos carboxílicos alifáticos que incluyen ácidos monocarboxílicos C<sub>2</sub> a C<sub>6</sub>, por ejemplo, ácido acético, ácido propiónico, ácido n-butírico, ácido isobutírico, ácido n-valérico, ácido trimetilacético, ácido caproico y mezclas de los mismos.

10 La composición de disolvente de oxidación más común utilizada para la oxidación es una solución acuosa de ácido acético, que tiene una concentración de ácido acético de 80 a 99% en peso antes de agregarlo 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 15% en peso. Adicionalmente, una parte de la composición de disolvente de oxidación alimentada al reactor de oxidación primario puede obtenerse de una corriente de reciclado obtenida desplazando aproximadamente de 80 a 90% del licor madre tomado de la corriente de mezcla de reacción en bruto descargada del reactor de oxidación primario junto con ácido acético húmedo fresco que contiene aproximadamente de 0 a 15% de agua.

15 La corriente de gas oxidante comprende oxígeno. Los ejemplos incluyen, pero no se limitan a, aire y oxígeno purificado. La cantidad de oxígeno en la zona de oxidación primaria varía de aproximadamente 5% en moles a 45% en moles, 5% en moles a 60% en moles, 5% en moles a 80% en moles.

20 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 alta 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 formas de realización, la temperatura varía desde 105° C a 180° C, o desde 105° C a 175° C, o desde 105° C a 170° C, o desde 105° C a 165° C, o

desde 105° C a 160° C, o desde 105° C a 155° C, o desde 105° C a 150° C, o  
 30 desde 110° C a 180° C, o desde 110° C a 175° C, o desde 110° C a 170° C, o  
 desde 110° C a 165° C, o desde 110° C a 160° C, o desde 110° C a 155° C, o  
 desde 110° C a 150° C, o desde 110° C a 145° C, o desde 115° C a 180° C, o  
 35 desde 115° C a 175° C, o desde 115° C a 170° C, o desde 115° C a 165° C, o  
 desde 115° C a 160° C, o desde 115° C a 155° C, o desde 110° C a 150° C, o  
 40 desde 115° C. a 145° C, o desde 120° C a 180° C, o desde 120° C a 175° C, o  
 desde 120° C a 170° C, o desde 120° C a 165° C, o desde 120° C a 160° C, o  
 desde 120° C a 155° C, o desde 120° C a 150° C, o desde 120° C a 145° C, o  
 45 desde 125° C a 180° C, o desde 125° C a 175° C, o desde 125° C a 170° C, o  
 desde 125° C a 165° C, o desde 125° C a 160° C, o desde 125° C a 155° C, o  
 50 desde 125° C a 150° C, o desde 125° C a 145° C, o desde 130° C a 180° C, o  
 desde 130° C a 175° C, o desde 130° C a 170° C, o desde 130° C a 165° C, o  
 desde 130° C a 160° C, o desde 130° C a 155° C, o desde 130° C a 150° C, o  
 55 desde 130° C a 145° C, o desde 135° C a 180° C, o desde 135° C a 175° C, o  
 desde 135° C a 170° C, o desde 135° C a 165° C, o desde 135° C. a 160° C, o  
 desde 135° C a 155° C, o desde 135° C a 150° C, o desde 135° C a 145° C, o  
 60 desde 140° C a 180° C, o desde 140° C a 175° C, o desde 140° C a 170° C, o

## ES 2 665 538 T3

- desde 140° C a 170° C, o desde 140° C a 165° C, o desde 140° C a 160° C, o desde 140° C a 155° C, o desde 140° C a 150° C, o desde 140° C a 145° C, o desde 145° C a 180° C, o desde 145° C a 175° C, o desde 145° C a 170° C, o desde 145° C a 165° C, o desde 145° C a 160° C, o desde 145° C a 155° C, o desde 145° C a 150° C, o desde 150° C a 180° C, o desde 150° C a 175° C, o desde 150° C a 170° C, o desde 150° C a 165° C, o desde 150° C a 160° C, o desde 150° C a 155° C, o desde 155° C a 180° C, o desde 155° C a 175° C, o desde 155° C a 170° C, o desde 155° C a 165° C, o desde 155° C a 160° C, o desde 160° C a 180° C, o desde 160° C a 175° C, o desde 160° C a 170° C, o desde 160° C a 165° C, o desde 165° C a 180° C, o desde 165° C a 175° C, o desde 165° C a 170° C, o desde 165° C a 180° C, o desde 165° C a 175° C, o desde 165° C a 170° C, o desde 170° C a 180° C, o desde 170° C a 175° C, o desde 175° C a 180° C.
- Para minimizar la combustión de 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 gas producido por el oxidante comprende CO<sub>x</sub>, en donde x es 1 o 2, y la cantidad de CO<sub>x</sub> en el gas oxidante es inferior a 0,05 moles de CO<sub>x</sub> por mol de la alimentación total oxidable al medio de reacción, o no más de 4 moles de CO<sub>x</sub> por mol de la alimentación total oxidable al medio de reacción, o no más de 6 moles de CO<sub>x</sub> por mol de la alimentación oxidable total al medio de reacción. La combustión de carbono como se determina por la tasa de generación de CO<sub>x</sub> se puede calcular de la siguiente manera: (moles de CO + moles de CO<sub>2</sub>)/moles de alimentación oxidable. La velocidad de generación de combustión de carbono baja se puede lograr mediante la combinación de baja temperatura de reacción y las relaciones en peso molar de los componentes catalíticos como se describió anteriormente.
- La reacción de oxidación se puede llevar a cabo a una presión que oscila de 0,28 MPa a 2,07 MPa (40 psia a 300 psia). Una columna de burbujas se opera deseablemente a una presión que oscila de 0,28 MPa a 1,03 MPa (40 psia a 150 psia). En un recipiente de tanque agitado, la presión se ajusta deseablemente a 0,7 MPa a 2,07 MPa (100 psia a 300 psia).
- La corriente de gas producida por el oxidante que contiene CO<sub>x</sub> (CO y CO<sub>2</sub>), agua, nitrógeno, y composición del disolvente de oxidación vaporizada, se dirige a la zona de tratamiento del gas producido por el oxidante para generar una corriente de gas inerte, una corriente de líquido que comprende agua, y una corriente de composición de disolvente de oxidación recuperada que comprende una composición de disolvente de oxidación condensada. En una forma de realización, la corriente de gas producida por el oxidante puede alimentarse directa o indirectamente después de separar condensables, tales como la composición de disolvente de oxidación, de no condensables, tales como CO<sub>x</sub> y nitrógeno, a una columna de separación (por ejemplo, una columna de destilación con de 10-200 pisos), a un dispositivo de recuperación de energía tal como un turboexpansor para conducir un generador eléctrico. Alternativamente o además, la corriente de gas producida por el oxidante puede alimentarse a un generador de vapor antes o después de la columna de separación para generar vapor, y si se desea, puede después alimentarse a un turboexpansor y precalentarse antes de entrar en el expansor si es necesario para garantizar que el gas producido por el oxidante no se condense en el turboexpansor.
- La oxidación puede realizarse en un reactor de tanque agitado continuo o en un reactor de columna de burbujas.
- El FDCA formado por la reacción de oxidación precipita deseablemente de la mezcla de reacción. La mezcla de reacción comprende la composición oxidable, 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.
- El producto de la reacción de oxidación es una corriente de ácido dicarboxílico en bruto ("cFDCA") que comprende sólidos, dichos sólidos comprenden, FDCA; una composición de disolvente de oxidación; y el producto intermedio ácido 5-formil-furan-2-carboxílico ("FFCA") y el disolvente de oxidación. La descripción anterior es ilustrativa de uno de los medios por los cuales se puede proporcionar una composición de cFDCA que comprende sólidos de ácido furan-2,5-dicarboxílico (FDCA), ácido 5-formilfuran-2-carboxílico (FFCA) y una composición de disolvente de oxidación líquida. El cFDCA también puede contener cierta cantidad de FDCA disuelto en la composición del

disolvente de oxidación y, si se usa, parte del sistema catalítico homogéneo. El cFDCA está coloreado como resultado de la producción de subproductos de color. La presencia de cuerpos de color se puede detectar midiendo el  $b^*$  de la composición de cFDCA. La composición de cFDCA también puede contener ácido monocarboxílico FFCA que no es deseable porque actúa para terminar el crecimiento de la cadena en una reacción de polimerización que use una composición de FDCA como reactivo.

La composición de cFDCA comprende deseablemente:

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. Si bien no existe un límite superior, como práctica, la cantidad no excederá de 60% en peso, o no más de 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;

b) de los sólidos en la corriente de ácido dicarboxílico en bruto, es deseable que al menos 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;

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, tales 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.

Opcionalmente, además de FFCA, otros subproductos también pueden estar presentes en la composición de cFDCA, tales como elementos coloreados. Los elementos coloreados se pueden formar a partir de las impurezas presentes en la composición oxidable, por ejemplo, la composición de 5-HMF alimentada a la zona de oxidación, o los productos de degradación producidos en el curso de la oxidación de la composición de 5-HMF. Otros subproductos presentes en la composición de cFDCA pueden incluir, por ejemplo, compuestos tales como 2,5-diformilfurano, ácido levulínico, ácido succínico, ácido acetoxiacético, ácido 5-(etoxicarbonil)furan-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 desde 0% en peso a 1% en peso, o hasta 0,5% en peso; el ácido succínico en una cantidad que oscila de 0% en peso a 1% en peso, o hasta 0,5% en peso; 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 a 3% en peso, o hasta 2,5% en peso, o hasta 2% en peso; el ácido acetoxiacético en una cantidad que oscila de 0% en peso a 0,5% en peso, y una cantidad acumulativa de los subproductos (que incluyen FFCA) puede estar presente en una cantidad que oscila 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 y 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.

Debido a que algunos de los subproductos presentes en el cFDCA hacen que la composición de cFDCA pueda ser de elementos coloreados y/o a que la composición de cFDCA pueda 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 FDCA purificada de poco color. La composición de cFDCA puede tener un alto  $b^*$ . Si bien el valor de  $b^*$  no está limitado, la composición de cFDCA típicamente tendrá un  $b^*$  de más de 3, o más de 4, o más de 5, o más de 6, o más de 7, o al menos 10, o al menos 15, o al menos 20, o al menos 25, o al menos 30, o al menos 35, o al menos 35. Si bien no hay límite superior, generalmente el  $b^*$  no excederá 90, o no excederá 80. Sin embargo, es deseable disminuir el  $b^*$  de las composiciones de cFDCA que tengan un valor de  $b^*$  menor, como hasta 70, o hasta 60, o hasta 50, o hasta 30, o hasta 20, o hasta 15, o hasta 10, o hasta 8, o hasta 6. Incluso con un  $b^*$  de al menos 1 y hasta 5, o hasta 4, es conveniente purificar la composición de cFDCA para disminuir el  $b^*$  del color y/o reducir la cantidad de FFCA. Aunque el  $b^*$  puede no ser una consideración importante para una aplicación particular, algunas aplicaciones requieren la propagación de la cadena y, por lo tanto, es deseable purificar la composición de cFDCA para reducir la cantidad de FFCA presente.

Aunque la cantidad de FFCA presente en la composición de cFDCA no está limitada, el procedimiento 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 purificada, en cada caso en peso, por un factor de al menos  $2\times$ , o al menos  $10\times$ , o al menos  $100\times$ , o al menos  $200\times$ , o al menos  $300\times$ , o al menos  $350\times$ , o al menos  $400\times$ , o al menos  $500\times$ , o al menos  $750\times$ , o al menos  $900\times$ , o al menos  $1000\times$ , o al menos  $1500\times$ , calculado como:

$x$  reducción = ppm en peso de FFCA en cFDCA dividido por ppm en peso de FFCA en la composición de FDCA purificada (donde el FFCA detectado en la composición de FDCA purificada a un valor inferior a 1 ppm en peso, o indetectable en virtud de su ausencia o por estar debajo del límite de detección de un instrumento analítico, es para propósitos de este cálculo, tomado como un valor de 1 ppm).

El rendimiento de FDCA en la composición de cFDCA, en base a 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 en 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%, o 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 90% hasta 98%, o 91% hasta 98%, o 92% hasta 98%, o 94% hasta 98%, o 95% hasta 99%.

El rendimiento se define como la masa de FDCA obtenida dividida por la cantidad teórica de FDCA que debería producirse en función de la cantidad de materia prima utilizada. Por ejemplo, si un mol o 126,11 gramos de 5-HMF se oxidan, 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, el rendimiento de esta reacción se calcula que será =  $(150/156,09)$  multiplicado por 100, lo que equivale a un rendimiento del 96%. El mismo cálculo se aplica a la reacción de oxidación realizada utilizando derivados de 5-HMF o materias primas mixtas.

En una segunda etapa, al menos una porción del disolvente de oxidación se separa de los sólidos de FDCA en la composición de cFDCA para generar una composición de cFDCA concentrada que comprende sólidos de FDCA y enriquecida en la concentración de sólidos en relación con la concentración de sólidos en la composición de cFDCA alimentada a la zona de separación sólido-líquido. Esto se puede lograr por cualquier medio conocido en la técnica para separar sólidos de líquidos. Un medio para la separación es una zona de separación sólido-líquido 300. En la zona de separación sólido-líquido 300, al menos una porción de la composición de disolvente de oxidación se separa de los sólidos de FDCA, los sólidos de FDCA se lavan opcionalmente, y luego se descargan como una composición concentrada de FDCA 310.

La alimentación a la zona de separación sólido-líquido 300 contiene sólidos de FDCA y disolvente de oxidación. En la fase líquida, el disolvente de oxidación comprende deseablemente al menos 70% en peso, o al menos 80% en peso, o al menos 90% en peso, o al menos 95% en peso, o al menos 99% en peso, o incluso hasta 99,5% en peso del líquido basado en el peso de la fase líquida de la alimentación al separador de sólido-líquido, excluyendo la cantidad debida a la presencia de agua.

La alimentación a la zona de separación sólido-líquido 300 contiene sólidos de FDCA y disolvente de oxidación. La composición de cFDCA contiene deseablemente al menos 40%, o al menos 50% en peso, o al menos 70% en peso, o al menos 80% en peso, o al menos 90% en peso y hasta aproximadamente 95% en peso de líquido basado en el peso de la composición de cFDCA.

La alimentación a la primera zona de separación sólido-líquido puede ser la corriente de composición de cFDCA 110 descargada desde la zona de oxidación 100. Alternativamente, se puede usar una zona de cristalización en bruto opcional 200 para recibir una alimentación de cFDCA a fin de obtener una composición de cFDCA cristalizada que se descarga desde la zona de cristalización en bruto 200 como una corriente de alimentación 210. Si se desea, la zona de separación sólido-líquido 300 puede recibir de cero a 100% en peso de la corriente 210 que es una composición de cFDCA cristalizada, o de 0 a 100% en peso de la corriente 110 que es la composición de cFDCA, o una combinación de la corriente de cFDCA 110 y la corriente 210 de la composición de cFDCA cristalizada en cualquier proporción en peso que varía de 100:0 a 0:100, respectivamente.

En la zona de separación sólido-líquido, los sólidos de FDCA se separan de al menos una porción de la composición de disolvente de oxidación. La primera zona de separación sólido-líquido puede contener una zona en la que se separa al menos una porción del disolvente de oxidación de los sólidos de FDCA para generar una torta que comprende sólidos de FDCA (zona de formación de torta), se genera un licor madre que comprende disolvente de oxidación, y la torta se lava con al menos una composición de lavado. La primera zona de separación sólido-líquido también puede contener una zona de secado. Cada una de estas zonas puede estar contenida en un solo dispositivo de separación sólido-líquido. Se pueden emplear uno o múltiples dispositivos de separación sólido-líquido. La zona de separación sólido-líquido contiene deseablemente al menos un dispositivo de separación sólido-líquido capaz de separar sólidos y líquidos, y de lavar los sólidos con una corriente de composición de lavado 320. La separación sólido-líquido se puede lograr por medio de filtración. La filtración puede ser de desplazamiento positivo o filtración al vacío. El lavado también puede ser un lavado de desplazamiento positivo, reflujo o técnicas de lavado a contracorriente. El secado, si se emplea, puede realizarse soplando un gas sobre la torta filtrada.

El equipo adecuado para la zona de separación sólido-líquido puede estar típicamente comprendido de, pero no limitado a, los siguientes tipos de dispositivos: centrifugas de todo tipo, incluyendo, pero no limitado a, centrifugas de decantación y de pila de discos, filtros de flujo cruzado, centrifugas de cubeta maciza, ciclón, filtro rotatorio de tambor, filtro de correa, deseablemente un filtro de correa horizontal con o sin, pero deseablemente con al menos una zona de lavado y opcionalmente puede contener lavado en contracorriente, filtro de hoja de presión, filtro de vela, un filtro rotatorio de tambor de vacío con o sin pero deseablemente con al menos una zona de lavado y puede contener opcionalmente lavado a contracorriente, o un filtro de tambor de presión giratorio con o sin, pero deseablemente, con lavado y opcionalmente puede contener lavado a contracorriente. El separador sólido-líquido puede funcionar en modo continuo o por lotes, aunque se apreciará 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 Occidental.

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 140° C, o entre 70° C y 140° C o 80° C a 140° C, o en cada caso hasta 130° C. La temperatura de lavado específica deseablemente no supera una temperatura a la cual una cantidad sustancial de la torta de filtrado se disuelve en el licor de disolvente de lavado. La cantidad de disolvente de lavado utilizado se define como la relación de lavado y es igual a la masa de lavado dividida por la masa de sólidos en la forma discontinua o en la 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 3.

Dentro de la zona de separación sólido-líquido, y después de la separación del líquido de los sólidos o simultáneamente con la separación, se pueden implementar uno o más lavados en la zona de separación sólido-líquido. Uno o más de los lavados, deseablemente al menos el lavado final, pueden contener al menos 80% en peso, o al menos 90% en peso, o al menos 95% en peso, o 100% en peso de agua. Por ejemplo, la zona de separación sólido-líquido puede contener al menos dos zonas de lavado, una primera zona de lavado en la que una composición de lavado que contiene un disolvente orgánico que tiene al menos dos átomos de carbono (por ejemplo, ácido acético o el mismo compuesto que el disolvente de oxidación contenido en la composición de cFDCA) se pone en contacto con los sólidos de FDCA para eliminar las impurezas de la superficie de los sólidos de FDCA, y una segunda zona de lavado en la que una composición de lavado que contiene al menos 80% en peso de agua entra en contacto con los sólidos de FDCA para eliminar por lo menos una parte del disolvente orgánico. Si se desea, se pueden emplear dos o más zonas de lavado. Además, cada una de las zonas de lavado puede hacerse progresiva y secuencialmente más rica en la concentración de agua. La ventaja de emplear un lavado final que contiene al menos 80% en peso de agua es que el agua puede ser el mismo disolvente que el utilizado en la zona de disolución 400. La descarga puede ser una corriente de torta húmeda en agua 310. Otra ventaja es que se puede evitar el secado de los sólidos de FDCA que contienen agua antes de alimentar la torta húmeda con agua a la zona de disolución, con lo que se ahorran energía y costes de capital.

Sin embargo, si se desea producir la corriente 310 en forma de polvo seco, entonces al menos la composición de disolvente de lavado final contiene deseablemente disolventes que tienen un calentamiento de vaporización más bajo que el agua para ahorrar en los costes de energía para vaporizar el disolvente en el secador.

El principio de operar una zona de separación sólido-líquido se ilustra con referencia a un filtro de tambor rotatorio. En un filtro rotatorio de tambor de presión, una corriente de composición de cFDCA 110, o corriente de composición de cFDCA cristalizada 210, se alimenta continuamente a la entrada de una carcasa que contiene un tambor dentro del espacio anular entre la superficie exterior del tambor y la carcasa. El anillo está sellado y bajo presión. La alimentación se introduce en la entrada de la carcasa en un extremo, en el espacio anular, y entra en contacto con la superficie del tambor giratorio que está dividido en celdas filtrantes que reciben la composición de alimentación FDCA y permiten que el líquido pase a través del medio filtrante mientras que se forma una torta en la superficie del tambor. La torta de filtrado de los sólidos de FDCA formados en cada celda de filtro se puede procesar independientemente en zonas discretas. Cada una de las zonas se puede operar bajo diferentes presiones. En un filtro rotatorio de tambor de vacío, la alimentación de FDCA se introduce en un baño dentro de un anillo entre una carcasa y el tambor, y en este caso, se aspira con una aspiradora a través de la tela filtrante para extraer el líquido desde el baño a través del medio filtrante, formándose así una torta en la superficie del tambor cuando el tambor gira radialmente a través del baño de material de alimentación.

Una vez que la torta se ha formado en el tambor en la zona de formación de torta, puede continuar procesándose en zonas discretas a lo largo de su rotación, y con el filtro de presión, cada una bajo presión controlada independientemente que puede ser la misma o variable. Al salir de la zona de formación de torta, el tambor continúa su rotación hacia una zona de lavado donde la torta se somete a un lavado de desplazamiento positivo inundado para su filtración a presión o a una pulverización en la filtración de tambor de vacío u otro medio de contacto adecuado, de un disolvente de lavado. Una zona de lavado puede introducir ácido acético, y una segunda zona de lavado puede introducir agua sobre la superficie de la torta. En el filtro de presión, la zona de lavado puede consistir en una o más cámaras que se inundan con disolvente de lavado pasado a través de la torta bajo vacío. Si se desea, las múltiples células de lavado en la filtración a presión pueden formar un lavado a contracorriente de la torta.

Al salir de la zona de lavado, la torta de filtrado en la superficie externa del tambor puede opcionalmente deshidratarse (sin implicar que el disolvente sea agua) soplando un flujo de un gas, tal como aire o nitrógeno, a través y/o a través de la torta. El gas soplado puede estar a temperatura ambiente o temperatura elevada. El grado de deshidratación de la torta está influenciado por el flujo de gas, la temperatura del gas, la profundidad de la torta, la presión de vapor del disolvente en la torta, la profundidad de la torta y el tiempo de residencia.

A medida que el tambor continúa su rotación, la torta húmeda se descarga entonces desde la superficie del tambor por cualquier medio adecuado, opcionalmente con la ayuda de un gas soplado a través de chorros. La torta se puede descargar moviendo la torta en la superficie externa del tambor al borde de una cuchilla para raspar y formar copos en la torta de la superficie del tambor. La descarga de la torta puede ser asistida pulverizando un chorro de agua sobre o a través de la parte posterior o frontal del medio de filtración para desalojar el filtrado de la superficie

del tambor. Esta descarga de torta asistida tiene la ventaja de desalojar más fácilmente la torta de la superficie del tambor mientras se usa el agua a chorros como el medio líquido en el que los sólidos de FDCA finalmente se disolverán en la zona de disolución 400.

5 Después de descargar la torta de la superficie exterior del tambor, el medio de filtración deseablemente se lava hasta limpio o se acondiciona antes de que el tambor gire dentro de la zona de formación de la torta. Los medios de filtración se pueden lavar con un enjuague de agua, gas o el mismo disolvente que en la composición de cFDCA usando chorros o aerosoles. La descarga asistida de la torta desde la superficie exterior del tambor puede cumplir la doble función de ayudar a la descarga mientras se lavan los medios de filtración.

10 Esta ilustración se da como dos ejemplos de un dispositivo de separación sólido-líquido. Se puede usar cualquier otro dispositivo adecuado de separación sólido-líquido, y cada zona se puede dividir en diferentes dispositivos si se desea.

15 Con un dispositivo de separación sólido-líquido que tiene una zona de lavado, se generan y descargan una corriente de licor madre y una corriente de licor de lavado desde el dispositivo de separación sólido-líquido y las zonas de lavado. La corriente de licor madre 330 se genera después de la separación de al menos una porción del disolvente de oxidación desde los sólidos de FDCA. En un dispositivo de filtro de tambor rotatorio, este licor madre se genera en la zona de formación de la torta. Una corriente de licor de lavado 340 se genera poniendo en contacto la composición de lavado en la zona de lavado con los sólidos de FDCA (por ejemplo, la torta en la superficie externa del tambor o en una superficie de correa) deseablemente después de la generación de la corriente de licor madre 330. Una porción de la corriente de licor madre 330 y opcionalmente una porción de al menos la primera corriente de licor de lavado 340 se puede dirigir a una zona de purga 900 para recuperar al menos una porción del catalizador y del disolvente de oxidación para reciclar a la zona de oxidación, mientras que la porción restante se puede reciclar directamente de regreso a la zona de oxidación 100. En una forma de realización, del 5% al 100% en peso de la corriente de licor madre desplazada 330 se dirige a una zona de purga 900 donde una parte de las impurezas presentes en la corriente de licor madre 330 se aísla y sale del proceso como la corriente de purga 920, en donde una porción es 5% en peso o más. La corriente de disolvente recuperado 910 comprende disolvente y catalizador aislado de la corriente 330 y se recicla a la zona de oxidación 100. La corriente de disolvente recuperado 910 contiene más del 30% del catalizador que entró en la zona de purga 900 en la corriente 330. La corriente 910 reciclada a la zona de oxidación 100 puede contener más de 50% en peso, o más de 70% en peso, o más de 90% en peso del catalizador que entra en la zona de purga 900 en la corriente 330 de forma continua o por lotes.

30 Como se mencionó anteriormente, en lugar de alimentar la composición de cFDCA a una zona de separación sólido-líquido, la zona de cFDCA puede opcional y deseablemente alimentarse a una zona de cristalización en bruto 200 antes de la zona de separación sólido-líquido. Alimentar la composición de cFDCA a una zona de cristalización en bruto 200 tiene la ventaja de generar una mayor cantidad de sólidos de FDCA transformando al menos una porción de FDCA en la fase líquida de la composición de cFDCA en una fase sólida, y deseablemente también aumentando el tamaño de cristal de los sólidos. También tiene la ventaja de disminuir la temperatura de la corriente de cFDCA de modo que el separador sólido-líquido no esté sometido a las temperaturas extremadamente altas de la composición de cFDCA cuando sale de la zona de oxidación.

40 La composición de cFDCA 110 puede cristalizarse en una zona de cristalización en bruto 200 para formar una corriente de suspensión de cFDCA cristalizada 210. Generalmente, la zona de cristalización en bruto 200 contiene al menos un dispositivo de cristalización. El dispositivo de cristalización puede ser un recipiente de vaporización instantánea, un recipiente equipado con medios de formación de vacío o un intercambiador de calor para enfriar, o ambos. El gas residual del cristizador es una corriente de composición de vapor 220 que se puede condensar en al menos un condensador y devolver a la zona de cristalización. Opcionalmente, el líquido del condensador o producto de vapor de la zona de cristalización en bruto puede reciclarse a la zona de oxidación 100, o puede retirarse o enviarse a un dispositivo de recuperación de energía. Además, la composición de vapor eliminada a través de la línea 220 puede encaminarse a un sistema de recuperación donde el disolvente de oxidación se elimina y los VOCs restantes pueden tratarse, por ejemplo, por incineración en una unidad de oxidación catalítica.

50 La corriente 210 de cFDCA cristalizado que sale de la zona de cristalización 200 está a una temperatura que es al menos 15° C, o al menos 20° C, o al menos 30° C, o al menos 40° C, o al menos 50° C, o al menos 60° C, o al menos 70° C, o al menos 80° C menos que la temperatura de la composición de cFDCA alimentada a la zona de cristalización. Deseablemente, la temperatura de al menos uno de los recipientes de cristalización dentro de la zona de cristalización en bruto 200 se opera a una temperatura dentro de un intervalo de 40° C a 160° C, o de 50° C a 150° C, o de 60° C a 140° C.

55 Dependiendo del tipo de dispositivo de separación sólido-líquido utilizado, es deseable configurar la zona de cristalización en bruto 200 para reducir la temperatura del cFDCA que entra en la zona de cristalización 200 lo suficiente para que el disolvente no se evapore rápidamente significativamente en la zona de formación de la torta del dispositivo de separación sólido-líquido, especialmente en la filtración al vacío.

Un método para enfriar la corriente de la composición de cFDCA 110 se puede llevar a cabo operando la zona de cristalización en bruto 200 a una presión que es menor que la presión de la composición de cFDCA que alimenta la

zona de cristalización. Los medios para reducir la presión incluyen permitir que la corriente de cFDCA se alimente a un recipiente de evaporación operado a presión ambiente o superior o superior a 1 atmósfera, a un recipiente de cristalización que se opere bajo un vacío de menos de 1 atmósfera, a serpentinas de enfriamiento tales como se encontrarían en un intercambiador de calor, o una combinación de estos medios. Deseablemente, al menos uno de los recipientes de cristalización funciona bajo un vacío de menos de 1 atmósfera mientras que simultáneamente evapora rápidamente al menos una porción del cFDCA alimentado al recipiente, opcionalmente también operando como un tanque mecánicamente agitado.

También es deseable, si se emplea más de un recipiente de cristalización en serie, que la presión dentro de un recipiente de cristalización corriente abajo sea menor que la presión de al menos un recipiente de cristalización corriente arriba en la serie, y aún más deseable es que la presión dentro de cada recipiente de cristalización sea más baja con cada recipiente sucesivo aguas abajo de la serie. La reducción de presión desde la entrada de alimentación hasta la descarga dentro de al menos un recipiente de cristalización y deseablemente la presión diferencial de al menos dos recipientes, y más deseablemente la presión diferencial de cada recipiente de cristalización sucesivo en la serie (comparando la presión de operación de un recipiente a otro recipiente y tomando la diferencia), puede ser de al menos 1,33 kPa (10 Torr), o al menos 2,66 kPa (20 Torr), o al menos 4 kPa (30 Torr), o al menos 6,65 kPa (50 Torr), o al menos 13,33 kPa (100 Torr). Uno o más de los recipientes de cristalización puede ser un tanque mecánicamente agitado.

Poniendo como ejemplo, 3 recipientes pueden operarse en serie dentro de la zona de cristalización, el primer recipiente en la zona de cristalización puede ser un tanque de evaporación operado a presión ambiente o a presión mayor que la ambiental, el segundo recipiente puede ser un recipiente cristizador de evaporación instantánea operado bajo un vacío de 100 kPa (750 Torr) absoluto o menos, o 80 kPa (600 Torr) absoluto o menos, o 53,32 kPa (400 Torr) absoluto o menos con una entrada de alimentación por encima del nivel del líquido dentro del recipiente que introduce la alimentación de cFDCA en el recipiente, deseablemente a través de una caída de presión (tal como una válvula o tubería de restricción) para evaporar instantáneamente el disolvente de oxidación, y el tercer recipiente puede ser un recipiente cristizador, operado opcionalmente con evaporación instantánea, bajo un vacío de menos de 100 kPa (750 Torr) absoluto, o a una presión que es inferior a la del segundo recipiente por 1,33 kPa (10 Torr) o mayor, o 13,3 kPa (100 Torr) o mayor.

Existe una caída de temperatura desde un recipiente de cristalización hasta el siguiente recipiente de cristalización de al menos dos recipientes adyacentes. Deseablemente, la caída de temperatura entre al menos dos recipientes de cristalización en bruto adyacentes en la serie, y deseablemente de cada recipiente de cristalización en bruto adyacente (lo que incluye un tanque de evaporación) en una serie, es deseablemente al menos de 10° C, o al menos de 20° C., o al menos de 30° C. Por ejemplo, en una serie de 4 recipientes de cristalización, el segundo de la serie funcionará a una temperatura que sea al menos 10° C más fría que el primero de la serie, y el tercero en la serie operará a una temperatura que sea al menos 10° C más fría que el segundo, y el cuarto funcionará a una temperatura que sea al menos 10° C más fría que el tercero de la serie. Deseablemente, el primero de la serie enfría la alimentación de cFDCA al menos 10° C, aunque si el primer recipiente de la serie es un tanque de evaporación instantánea, la cantidad de enfriamiento en este tanque puede ser inferior a 10° C.

Se puede emplear cualquier otro método de enfriamiento además de o en lugar de los tubos de enfriamiento evaporativo y/o enfriamiento, pero en cualquier caso, es deseable una caída de temperatura a través del cFDCA que sale de la zona de oxidación y antes de ingresar en la zona de separación sólido-líquido.

Deseablemente, la caída de presión entre el cFDCA que alimenta la zona de cristalización y el cFDCA cristalizado que sale de la zona de cristalización es de al menos 10 psi, o al menos 15 psi, o al menos 20 psi, o al menos 25 psi, o al menos 30 psi, o al menos 35 psi, o al menos 40 psi, o al menos 50 psi, o al menos 60 psi, o al menos 70 psi.

Es deseable usar más de un recipiente de cristalización para permitir caídas de temperatura más bajas a través de la alimentación al recipiente particular y la descarga del mismo recipiente, lo que a su vez permite que los cristales crezcan a tamaños mayores. La caída de temperatura entre la alimentación en un recipiente y la descarga del mismo recipiente es deseablemente menos de 60° C, o no más de 50° C, o no más de 40° C, o no más de 35° C, o no más de 30° C, o no más de 25° C, o no más de 20° C. Deseablemente, la caída de temperatura entre la alimentación y la descarga del recipiente de cristalización está dentro de la región metaestable entre el valor de la solubilidad y el valor de sobresaturación a una temperatura de alimentación dada.

La zona de cristalización en bruto 200 produce una composición de cFDCA cristalizada 210 que se descarga del dispositivo de cristalización en bruto y se alimenta a la primera zona de separación de sólido-líquido 300.

El cFDCA concentrado se enriquece en la concentración de sólidos de FDCA con relación a la concentración de sólidos de FDCA en la composición alimentada a la primera zona de separación de sólido-líquido. La concentración de sólidos en la corriente de composición concentrada de FDCA 310 se incrementa en al menos 10%, o al menos 20%, o al menos 30%, o al menos 40%, o al menos 50%, o al menos 60%, o al menos 70%, o al menos 80%, o al menos 90%, o al menos 100%, o al menos 125%, o al menos 150%, en relación con la concentración de FDCA en la alimentación a la zona de separación de sólido-líquido, basado en el peso de las composiciones.

En una tercera etapa, la composición de cFDCA concentrada se alimenta a una zona de disolución en la que una composición de disolvente de hidrogenación se combina con los sólidos de FDCA en la composición concentrada de cFDCA y al menos una porción de los sólidos de FDCA se disuelve en el disolvente de hidrogenación para de esta forma producir una composición de FDCA solvatada (sFDCA) que comprende ácido furan-2,5-dicarboxílico disuelto (FDCA), un disolvente de hidrogenación y ácido 5-formilfuran-2-carboxílico (FFCA).

La corriente de composición de cFDCA concentrada 310 se alimenta a una zona de disolución 400. En la zona de disolución 400, al menos una porción de los sólidos de FDCA, ya sea como polvo seco, torta húmeda o en suspensión, se disuelve en una composición de disolvente de hidrogenación a temperaturas elevadas para formar una corriente de composición de FDCA solvatada (sFDCA) 410. 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 convierte él mismo a otros productos que deben separarse en cualquier cantidad apreciable, por ejemplo, una conversión de más del 20% a los tipos de productos que requieren eliminación. Las composiciones de disolventes de hidrogenación adecuadas incluyen agua y vapor. La composición de 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.

En la zona de disolución 400, puede ser necesario elevar la temperatura de los sólidos de FDCA 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 FDCA 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. La composición de FDCA solvatada descargada de la zona de disolución puede contener disolvente de hidrogenación, tal como agua, en una cantidad que varía desde al menos 60% en peso, o al menos 70% en peso, o al menos 80% en peso y hasta 99% en peso, o hasta 95% en peso, o hasta 90% en peso.

Las temperaturas de disolución adecuadas son aquellas eficaces 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 suficiente 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 de 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. La solubilidad de FDCA en agua a presión ambiente aumenta drásticamente a medida que la temperatura del agua aumenta más allá de 130° C.

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 solvatada. La composición de sFDCA comprende el ácido furan-2,5-dicarboxílico disuelto (FDCA), la composición de disolvente de hidrogenación y el ácido 5-formilfuran-2-carboxílico (FFCA).

Un ejemplo de la composición de sFDCA es:

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% en peso, o menos de 0,5% en peso, o menos de 0,1% en peso, o menos de 0,01% en peso de sólidos;

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 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 sFDCA, son útiles; y

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

d) FFCA en una cantidad de al menos mayor de 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 particular 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.

Una ventaja de la invención es que FDCA se solubiliza en agua a temperaturas muy bajas, reduciendo de este modo los requisitos energéticos para obtener una solución adecuada para la hidrogenación. Aunque también se obtiene una buena solubilidad a temperaturas muy altas del disolvente de hidrogenación, no es necesario emplear tales altas temperaturas para obtener una solución. Por lo tanto, la temperatura del disolvente de hidrogenación no necesita exceder 240° C, o incluso 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, o 140° C-175° C, o 145° C-175° C, o 150° C-175° C.

También es deseable proporcionar fuerza de cizallamiento en la zona de disolución a través de un impulsor o agitador o mezclador mecánico para ayudar con la disolución. El tiempo de residencia debería ser suficiente, bajo las condiciones de temperatura y cizalladura, para disolver los sólidos de FDCA al nivel deseado.

Los sólidos de FDCA se ponen en contacto con el disolvente de hidrogenación durante un tiempo con cizallamiento y temperatura suficientes en la zona de disolución para lograr la disolución de al menos una parte de los sólidos presentes en el FDCA bruto. Adicionalmente, para ayudar además con la disolución, la corriente de composición de FDCA concentrada 310 se puede mezclar previamente con vapor antes de su introducción en el recipiente de disolución. Alternativamente, una corriente de composición concentrada de FDCA puede ponerse en contacto con vapor dentro del recipiente de disolución.

En un cuarto paso, la composición de sFDCA se somete a una reacción de hidrogenación en una zona de reacción de hidrogenación 500 en condiciones suficientes para provocar la hidrogenación de al menos una porción de FFCA, y deseablemente también al menos una porción de los cuerpos coloreados, a fin de generar una composición de FDCA hidrogenada ("hFDCA") que contiene FDCA disuelto y disolvente de hidrogenación. La hidrogenación convierte FFCA y otras impurezas presentes en la corriente de composición de sFDCA 410 en compuestos solubles en agua.

Deseablemente, la composición de sFDCA puede exponerse a condiciones de hidrogenación en una zona de hidrogenación 500 a una temperatura dentro de un intervalo de 130° C a 240° C poniendo en contacto la composición de sFDCA con el hidrógeno 520 en presencia de un catalizador de hidrogenación bajo una presión parcial de hidrógeno dentro de un intervalo de 10 psig a 900 psig, para producir de este modo una composición de ácido 2,5-furandicarboxílico hidrogenado (hFDCA) que comprende FDCA disuelto, FFCA hidrogenado y el disolvente de hidrogenación. En el proceso de la invención, el cFDCA se purifica mediante la hidrogenación catalítica de los subproductos en los siguientes tipos de reacciones no limitantes:



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 debe seleccionar una 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  $b^*$  del color y la presencia de FFCA mientras se minimiza la formación de THFDCA (el anillo de FDCA hidrogenado). La presión parcial de hidrógeno puede variar desde 69 kPa a 6,9 MPa (10 psi a 1000 psi), o desde 138 kPa a 6,9 MPa (20 psi a 1000 psi), o desde 345 kPa a 6,9 MPa (50 psi a 1000 psi), o desde 69 kPa a 6,6 MPa (10 psi a 950 psi), o desde 138 kPa a 6,6 MPa (20 psi a 950 psi), o desde 345 kPa a 6,6 MPa (50 psi a 950 psi), o desde 69 kPa a 6,2 MPa (10 psig a 900 psi), o desde 138 kPa a 6,2 MPa (20 psi a 900 psi), o desde 345 kPa a 6,2 MPa (50 psi a 900 psi), o desde 138 kPa a 5,2 MPa (20 psi a 750 psi), o desde 345 kPa a 5,2 MPa (50 psi a 750 psi), o desde 138 kPa a 4,2 MPa (20 psi a 600 psi), o desde 345 kPa a 4,2 MPa (50 psi a 600 psi), o desde 138 kPa a 3,5 MPa (20 psi a 500 psi), o desde 345 kPa a 3,5 MPa (50 psi a 500 psi), o desde 138 kPa a 2,8 MPa (20 psi a 400 psi), o desde 345 kPa a 2,8 MPa (50 psi a 400 psi), o desde 138 kPa a 2,1 MPa (20 psi a 300 psi), o desde 345 kPa a 2,1 MPa (50 psi a 300 psi), o desde 138 kPa a 1,7 MPa (20 psi a 250 psi), o desde 345 kPa a 1,7 MPa (50 psi a 250 psi), o desde 138 kPa a 1,4 MPa (20 psi a 200 psi), o desde 345 kPa a 1,4 MPa (50 psi a 200 psi), o desde 138 kPa a 1 MPa (20 psi a 150 psi), o desde 345 kPa a 1 MPa (50 psi a 150 psi), o desde 138 kPa a 689 kPa (20 psi a 100 psi) o desde 345 kPa a 689 kPa (50 psi a 100 psi) o desde 138 kPa a 620 kPa (20 psi a 90 psi), o desde 345 kPa a 620 kPa (50 psi a 90 psi). La presión parcial de hidrógeno se calcula restando la presión de vapor de agua o la combinación de 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 eficaz para proporcionar una reducción de FFCA y color en el FDCA purificado resultante sin formación de altas cantidades de THFDCA mientras que también es suficiente para conducir el hidrógeno a la solución. La presión total puede variar desde 241 kPa a 8,3 MPa (35 psig a 1200 psig), o desde 345 kPa a 8,3 MPa (50 psig a 1200 psig), o desde 241 kPa a 6,8 MPa (35 psig a 1000 psig), o desde 345 kPa a 6,8 MPa (50 psig a 1000 psig), o desde 241 kPa a menos de 6,6 MPa (35 psig a menos de 950 psig), o desde 345 kPa a menos de 6,6 MPa (50 psig a menos de 950 psig), o desde 483 kPa a menos de 6,6 MPa (70 psig a menos de 950 psig), o desde 241 kPa a 6,4 MPa (35 psig a 930 psig), o desde 345 kPa a 6,4 MPa (50 psig a 930 psig), o desde 483 kPa a 6,4 MPa (70 psig a 930 psig), o desde 241 kPa a 6,2 MPa (35 psig a 900 psig), o desde 345 kPa a 6,2 MPa (50 psig a 900 psig), o desde 483 kPa a 6,2 MPa (70 psig a 900 psig), o desde 241 kPa a 5,5 MPa (35 psig a 800 psig), o desde 345 kPa a 5,5 MPa (50 psig a 800 psig), o desde 483 kPa a 5,5 MPa (70 psig a 800 psig), o desde 241 kPa a 4,5 MPa (35 psig a 650 psig), o desde 345 kPa a 4,5 MPa (50 psig a 650 psig), o desde 483 kPa a 4,5 MPa (70 psig a 650 psig), o desde 241 kPa a 3,8 MPa (35 psig a 550 psig), o desde 345 kPa a 3,8 MPa (50 psig a 550 psig), o desde 483 kPa a 3,8 MPa (70 psig a 550 psig) o desde 241 kPa a 2,4 MPa (35 psig a 350 psig) o desde 345 kPa a 2,4 MPa (50 psig a 350 psig) o desde 483 kPa a 2,4 MPa (70 psig a 350 psig), o desde 241 kPa a 2,1 MPa (35 psig a 300 psig), o desde 345 kPa a 2,1 MPa (50 psig a 300 psig), o desde 483 kPa a 2,1 MPa (70 psig a 300 psig), o desde 241 kPa a 1,7 MPa (35 psig a 250 psig), o desde 345 kPa a 1,7 MPa (50 psig a 250 psig), o desde 483 kPa a 1,7 MPa (70 psig a 250 psig), o desde 241 kPa a 1,4 MPa (35 psig a 200 psig), o desde 345 kPa a 1,4 MPa (50 psig a 200 psig), o desde 483 kPa a 1,4 MPa (70 psig a 200 psig), o desde 241 kPa a 1,0 MPa (35 psig a 150 psig), o desde 345 kPa a 1,0 MPa (50 psig a 150 psig), o desde 483 kPa a 1,0 MPa (70 psig a 150 psig), o desde 241 kPa a 896 kPa (35 psig a 130 psig), o desde 345 kPa a 896 kPa (50 psig a 130 psig), o desde 483 kPa a 896 kPa (70 psig a 130 psig).

La relación molar de hidrógeno alimentado a la zona de reacción de hidrogenación a moles de sFDCA 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.

El hidrógeno puede alimentarse a la zona de reacción de hidrogenación puro a una concentración de hidrógeno de 100% en moles o como una alimentación mixta con otros gases inertes. La concentración de hidrógeno alimentado a 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.

El tiempo de residencia es efectivo para reducir el  $b^*$  del color 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 seleccionada. Los ejemplos de tiempos de residencia adecuados del sFDCA en la zona de reacción de hidrogenación pueden variar de 15 minutos a 10 horas, y de 45 minutos a aproximadamente 5 horas es útil y comercialmente práctico.

El proceso de la presente invención se puede operar en una variedad de configuraciones o diseños de recipientes. Una de tales configuraciones o recipientes es un sistema de reacción de flujo de lecho fijo. Deseablemente, la reacción de hidrogenación se realiza en un sistema de reacción de lecho fluido fijo. El sustrato a hidrogenar, la solución sFDCA, está en la fase disuelta en la zona de reacción de hidrogenación. Otro tipo de configuración o recipiente adecuado es una configuración de lecho de goteo o un reactor de tanque agitado. Independientemente del método de operación, el tiempo de contacto deseado entre la solución de sFDCA, el hidrógeno y los componentes del catalizador se puede variar según se desee para lograr el nivel deseado de reacción.

Un ejemplo es un recipiente cilíndrico hueco que está orientado verticalmente, en el que la solución de sFDCA se introduce dentro del reactor de hidrogenación en la parte superior o cerca de la misma 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. La solución de FDCA hidrogenada se descarga del reactor de hidrogenación en o  
 5 cerca del fondo del reactor. El reactor puede disolverse por completo o puede tener un cabezal de gas por encima del nivel disuelto de la solución de sFDCA, pero el nivel disuelto debería al menos sumergir los lechos del catalizador. Si no se disuelve por completo, el reactor puede operarse para mantener un nivel disuelto constante alimentando gas de hidrógeno en el espacio de gas a una velocidad suficiente para mantener un nivel disuelto constante. Si se opera completamente disuelto, el hidrógeno puede disolverse en al menos una parte de la solución  
 10 de sFDCA con un medidor de flujo y alimentarse a la zona de reacción de hidrogenación como una solución de FDCA de hidrógeno disuelto.

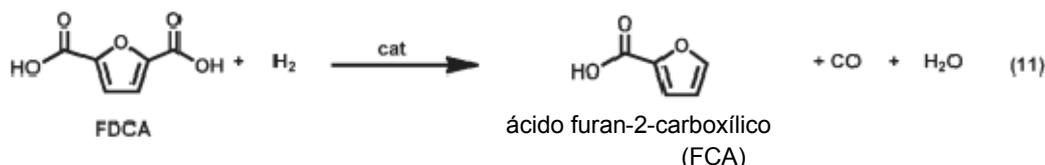
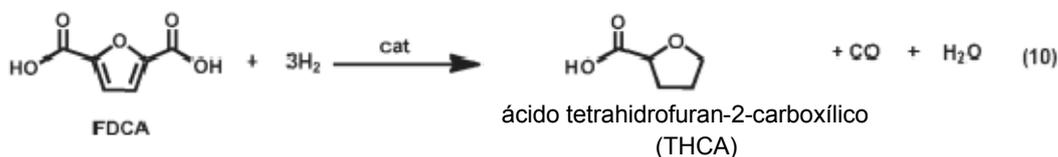
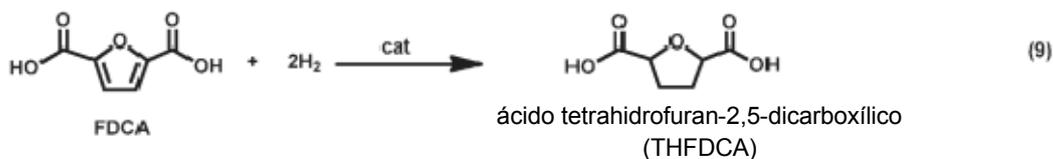
La solución de sFDCA se pone en contacto con un catalizador de hidrogenación en la zona de reacción de hidrogenación. Se puede emplear cualquier catalizador de hidrogenación convencional. El catalizador de hidrogenación empleado en la zona/recipiente de hidrogenación puede ser un metal noble del Grupo VIII en un  
 15 vehículo de catalizador convencional o material de soporte convencional tal como carbono. Aunque el paladio sobre carbono es un 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 dichos metales o un catalizador metálico como Pd y/o Rh en carbono. También es posible usar capas de catalizador estratificadas que consisten en una capa de catalizador de Rh sobre carbono antes o después de la mayor parte de los catalizadores de Pd sobre  
 20 carbono.

El material de soporte de carbono puede ser granular, en forma de pelets o cualquier otra forma de partícula. El tipo de carbono utilizado tampoco está limitado. Se puede usar carbón activado con un área superficial de al menos 200  $\text{m}^2/\text{g}$  sin límite superior. Las cantidades adecuadas pueden oscilar entre 200 a 3000  $\text{m}^2/\text{g}$ , o entre 300 a 3000  $\text{m}^2/\text{g}$ , o entre 500 a 3000  $\text{m}^2/\text{g}$  o entre 600 y 3000  $\text{m}^2/\text{g}$ , cada uno según el Método BET.

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 (incluido el soporte). La cantidad de metal catalítico cargado en la zona de reacción es eficaz para obtener el grado deseado de conversión sin una producción excesiva de subproductos. Los moles de FFCA alimentados en el reactor de hidrogenación por hora a los moles de metal(es)  
 25 catalíticos totales empleados puede ser de al menos 0,1  $\text{hora}^{-1}:1$ , o al menos 1  $\text{hora}^{-1}:1$ , o al menos 5  $\text{horas}^{-1}:1$ , o al menos 10  $\text{horas}^{-1}:1$ , y puede ser tan alto como se desee, aunque se debe considerar evitar una cantidad excesiva de metal(es) catalíticos total que podría conducir a la formación de cantidades excesivas de THFDCA. Las relaciones molares adecuadas de FFCA alimentadas por hora a moles de metal catalizador pueden ser de hasta 150  $\text{horas}^{-1}:1$ , o hasta 125  $\text{horas}^{-1}:1$ , o hasta 100  $\text{horas}^{-1}:1$ .

El reactor de hidrogenación puede ser cualquier recipiente de hidrogenación convencional. Un ejemplo es un  
 35 recipiente cilíndrico hueco orientado horizontal o verticalmente, deseablemente orientado verticalmente, en el que la solución de sFDCA se introduce dentro del reactor de hidrogenación en o cerca de la parte superior del recipiente vertical o en un extremo de un recipiente horizontal, y en la presencia de hidrógeno que 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  
 40 FDCA hidrogenada se descarga del reactor de hidrogenación en o cerca del fondo del reactor 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 cabezal de gas por encima del nivel de líquido de la solución de sFDCA, pero el nivel del líquido debería al menos sumergir los lechos catalíticos. Si no está lleno de líquido, el reactor puede ser operado para mantener un nivel de líquido constante mediante la alimentación de gas de hidrógeno en el espacio del gas a una velocidad suficiente para mantener un nivel de líquido constante. Si se opera lleno de líquido, el hidrógeno se puede disolver en al menos una porción de la solución de sFDCA con un medidor de flujo y se puede alimentar a  
 45 la zona de reacción de hidrogenación como una solución de FDCA de hidrógeno disuelto.

Durante el proceso de hidrogenación, las siguientes reacciones indeseadas en las ecuaciones 9, 10 y 11 pueden ocurrir si las condiciones de hidrogenación son demasiado severas, o porque la temperatura de hidrogenación sea  
 50 demasiado alta para el tiempo de residencia (o velocidad espacial por hora promedio) empleada, o la presión parcial del hidrógeno sea demasiado alta, o la carga de catalizador sea demasiado alta, o una combinación de dos o más de estas actividades:



La hidrogenación en condiciones que son demasiado severas da como resultado la hidrogenación del anillo de furano o la disociación de un grupo ácido carboxílico del anillo de furano o una combinación de ambos. Por lo tanto, es deseable llevar a cabo la reacción de hidrogenación en condiciones efectivas tales que la composición de FDCA hidrogenada (hFDCA) descargada de la zona de reacción de hidrogenación contenga no 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 cantidades más altas de THFDCA pueden estar contenidas 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 de 2% en peso, basado en el peso de la composición de hFDCA, tales cantidades tan altas de THFDCA representan una pérdida grande de rendimiento, y el proceso comercial se volvería impráctico de mantenimiento.

En una quinta etapa, la composición de hFDCA se cristaliza para generar una composición de hFDCA cristalizada que comprende líquidos y sólidos de FDCA.

La composición 510 de hFDCA se alimenta a una zona 600 de cristalización purificada en la que la composición de hFDCA se somete a condiciones de cristalización para formar una composición 610 de hFDCA cristalizada. Alimentar la composición de hFDCA a una zona de cristalización purificada 600 tiene la ventaja de generar una mayor cantidad de sólidos de FDCA precipitando en la fase sólida cualquier FDCA en la fase líquida de la composición de hFDCA, mientras que se deja otras impurezas hidrogenadas en la fase de disolvente de hidrogenación (por ejemplo, la fase acuosa). También tiene la ventaja de disminuir la temperatura de la corriente de hFDCA por enfriamiento por evaporación a través de reducción de la presión, de modo que el separador sólido-líquido no se somete a las temperaturas y presiones extremadamente altas de la composición de cFDCA que sale de la zona de reacción de hidrogenación 500. La disminución de la temperatura en el sistema de cristalización causa que 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) de FDCA disuelto en la corriente de composición de hFDCA 510 precipite y forme sólidos.

Generalmente, la zona de cristalización purificada 600 comprende al menos un cristizador. El gas residual del cristizador es una corriente de composición de vapor 620 que se puede condensar en al menos un condensador y retornar a la zona de cristalización purificada 600. Opcionalmente, el líquido del condensador o producto de vapor de la zona de cristalización purificada 600 puede reciclarse a la zona de oxidación primaria 100, o puede retirarse o enviarse a un dispositivo de recuperación de energía. Además, la composición de vapor eliminada a través de la línea 620 puede encaminarse a un sistema de recuperación en el que se elimina el disolvente de oxidación y se pueden tratar los VOCs restantes, por ejemplo, mediante incineración en una unidad de oxidación catalítica.

La corriente de hFDCA cristalizado está a una temperatura que es al menos 15° C, o al menos 20° C, o al menos 30° C, o al menos 40° C, o al menos 50° C, o al menos 60° C, o al menos 70° C, o al menos 80° C por debajo de la temperatura de la composición de hFDCA alimentada a la zona de cristalización purificada 600. Deseablemente, la composición de hFDCA cristalizada 610, o descargada de la zona de cristalización purificada 600 o introducida en la segunda zona de separación sólido-líquido 700, está a una temperatura de 130° C o menos, o 120° C o menos, o 110° C o menos, o menos de 100° C, o 99° C o menos, de 95° C o menos, o 80° C o menos, o 70° C o menos, o 60° C o menos. El enfriamiento de la composición de hFDCA para obtener una composición de hFDCA cristalizada 610 a una temperatura inferior a 130° C cuando el disolvente de hidrogenación es agua tiene la ventaja de cristalizar cantidades crecientes del FDCA disuelto como puede verse a partir de la curva de solubilidad de FDCA en agua en

la Figura 2. El enfriamiento por debajo del punto de ebullición del agua de 100° C tiene la ventaja de evitar la evaporación instantánea del agua en un dispositivo de separación de sólido-líquido al vacío.

La composición de hFDCA puede enfriarse en al menos un recipiente de cristalización a una temperatura que es al menos 10° C, o al menos 20° C, o al menos 30° C inferior a la temperatura de la composición de hFDCA alimentada a ese mismo recipiente. Es deseable usar más de un recipiente de cristalización para permitir caídas de temperatura más bajas a través de la alimentación al recipiente particular y la descarga del mismo recipiente, lo que a su vez permite que los cristales crezcan a tamaños mayores. La caída de temperatura entre la alimentación en un recipiente de cristalización purificada y la descarga del mismo recipiente de al menos uno de los recipientes dentro de la zona de cristalización purificada, y deseablemente todos los recipientes, puede ser inferior a 60° C, o no más de 50° C, o no más de 40° C, o no más de 35° C, o no más de 30° C, o no más de 25° C, o no más de 20° C, o no más de 15° C, pero al menos 5° C.

Deseablemente, la temperatura dentro de al menos un recipiente de cristalización de purificación está en un intervalo de 40° C a 160° C, o de 50° C a 150° C, o de 60° C a 140° C.

Un método para enfriar la corriente 510 de composición de hFDCA es evaporar instantáneamente el disolvente de hidrogenación a vapor mediante la reducción de la presión dentro de la zona 600 del cristizador de purificación. La presión puede reducirse, y la temperatura puede reducirse, dentro de la zona de cristalización purificada 600 en etapas usando más de un recipiente de cristalización. Aunque el enfriamiento rápido mediante reducción de la presión se ha descrito anteriormente, la composición de hFDCA se puede enfriar mediante cualquier método conocido en la técnica.

Un método para enfriar la corriente 510 de composición de hFDCA se puede llevar a cabo operando la zona 600 de cristalización purificada a una presión que es menor que la presión de la composición de hFDCA que alimenta la zona 600 de cristalización purificada. Los medios para reducir la presión incluyen permitir que la corriente de hFDCA se alimente a uno o más recipientes de evaporación rápida operados a o por encima de la presión ambiental o a o por encima de 98,0 kPa (1 atmósfera), un recipiente de cristalización que funciona bajo vacío de menos de 98,0 kPa (1 atmósfera), serpentinas de enfriamiento como se encontrarían en un intercambiador de calor, o una combinación de estos medios. Deseablemente, al menos uno de los recipientes de cristalización purificada es un recipiente de evaporación instantánea operado a o por encima de 98,0 kPa (1 atmósfera). Deseablemente, además de uno o más recipientes de evaporación rápida, uno puede usar uno o más recipientes de cristalización operados bajo un vacío de menos de 98,0 kPa (1 atmósfera) al tiempo que simultáneamente se evapora rápidamente al menos una porción del cFDCA alimentado al recipiente, opcionalmente también operando como un tanque agitado mecánicamente.

También es deseable, si se emplea más de un recipiente de cristalización purificada en serie, que la presión dentro de un recipiente de cristalización purificada aguas abajo sea menor que la presión de al menos un recipiente de cristalización purificada aguas arriba en la serie, y aún más deseable es que la presión dentro de cada recipiente de cristalización purificada sea menor con cada recipiente sucesivo aguas abajo de la serie. La reducción de presión desde la entrada de alimentación hasta la descarga dentro de al menos un recipiente de cristalización y deseablemente la presión diferencial de al menos dos recipientes, y más deseablemente la presión diferencial de cada recipiente de cristalización sucesiva en la serie (comparando la presión de operación de un recipiente a otro recipiente y tomando la diferencia), puede ser de al menos 1,33 kPa (10 Torr), o al menos 2,66 kPa (20 Torr), o al menos 3,99 kPa (30 Torr), o al menos 6,66 kPa (50 Torr), o al menos 13,33 kPa (100 Torr). Uno o más de los recipientes de cristalización pueden ser un tanque agitado mecánicamente.

Poniendo como ejemplo 4 recipientes operados en serie dentro de la zona de cristalización purificada, el primer recipiente en la zona de cristalización purificada puede ser un tanque de evaporación rápida operado bajo ambiente o al menos a 98,0 kPa (1 atmósfera), el segundo recipiente puede ser otro tanque de evaporación rápida operado bajo ambiente o al menos a 98,0 kPa (1 atmósfera), el tercer recipiente puede ser un recipiente cristizador de evaporación rápida operado bajo un vacío de 100 kPa (750 Torr) absoluto o menor o 53,3 kPa (400 Torr) absoluto o menor con una entrada de alimentación por encima del nivel del líquido dentro del recipiente que introduce la alimentación de hFDCA en el recipiente, deseablemente a través de una caída de presión (tal como una válvula o constricción de tubería) para evaporar rápidamente el disolvente de oxidación, y el cuarto recipiente puede ser un recipiente cristizador, opcionalmente operado con evaporación rápida, bajo un vacío adicional tal como 26,7 kPa (200 Torr) absoluto o menos.

Dado que las caídas de presión volatilizarán o eliminarán rápidamente el disolvente de oxidación, produciendo así una composición de hFDCA cristalizada enriquecida en la concentración de FDCA con respecto a la concentración de FDCA en la composición de hFDCA que alimenta la zona de cristalización purificada 600, mientras que también enfría el hFDCA por enfriamiento por evaporación y/o enfriamiento aplicado como por medio de tubos de enfriamiento, existe una caída de temperatura desde un recipiente de cristalización purificada al siguiente recipiente de cristalización purificada subsiguiente de al menos dos recipientes adyacentes. Deseablemente, el diferencial de caída de temperatura de al menos dos recipientes adyacentes de cristalización en bruto purificada en la serie, y deseablemente de cada recipiente de cristalización purificada adyacente (que incluye un tanque de evaporación rápida) en una serie, es deseablemente al menos de 10° C, o al menos 20° C, o al menos 30° C. Por ejemplo, en una serie de 4 recipientes de cristalización, el segundo de la serie funcionará a una temperatura que es al menos

10° C más fría que la primera de la serie, y el tercero de la serie funcionará a una temperatura que es al menos 10° C más fría que el segundo, y el cuarto funcionará a una temperatura que es al menos 10° C más fría que la tercera de la serie. Deseablemente, el primero de la serie que enfría la alimentación de hFDCA también es de al menos 10° C, aunque si el primer recipiente de la serie es un tanque de evaporación rápida, la cantidad de enfriamiento en este tanque puede ser inferior a 10° C.

Se puede emplear cualquier otro método de enfriamiento además o en lugar de enfriamiento por evaporación y/o los tubos de refrigeración, pero, en cualquier caso, es deseable una caída de presión a través del hFDCA que sale de la zona de reacción de hidrogenación y antes de entrar en la segunda zona de separación sólido-líquido para enfriar la temperatura de la composición de hFDCA.

10 Deseablemente, la caída de presión entre la corriente de hFDCA 510 que alimenta la zona de cristalización purificada 600 y la de hFDCA 610 cristalizada que sale de la zona de cristalización purificada 600 puede ser de al menos 68,9 kPa (10 psi), o al menos 103,4 kPa (15 psi), o al menos 138 kPa (20 psi), o al menos 172,3 kPa (25 psi), o al menos 206,9 kPa (30 psi), o al menos 241,3 kPa (35 psi), o al menos 275,8 kPa (40 psi), o al menos 344,8 kPa (50 psi), o al menos 413,7 kPa (60 psi), o al menos 482,7 kPa (70 psi), o al menos 620,6 kPa (90 psi), o al menos 689,5 kPa (100 psi), o al menos 1 MPa (150 psi), o al menos 1,4 MPa (200 psi), o al menos 1,7 MPa (250 psi), o al menos 2,1 MPa (300 psi), o al menos 2,4 MPa (350 psi), o al menos 2,8 MPa (400 psi). Una parte significativa de la caída de la presión puede ocurrir en uno o más recipientes de evaporación rápida dentro de la zona de cristalización purificada.

20 En una sexta etapa, al menos una porción del líquido en la composición de hFDCA cristalizada 610 se separa de los sólidos de FDCA para generar de esta forma una composición de FDCA purificada enriquecida en la concentración de sólidos de FDCA en relación con la concentración de sólidos de FDCA en la composición de hFDCA cristalizada.

Por ejemplo, como se muestra en la Figura 1, la zona de cristalización purificada 600 produce una solución de hFDCA concentrado que se descarga del dispositivo de cristalización purificada y se alimenta a la segunda zona de separación de sólido-líquido 700 para producir una corriente de composición de producto de FDCA purificado 710 (pFDCA) que comprende sólidos de FDCA.

En la segunda zona de separación de sólido-líquido 700, se generan una segunda corriente de licor madre 730 y una segunda corriente de licor de lavado 740. Estas funciones se pueden realizar en un único dispositivo de separación sólido-líquido o en múltiples dispositivos de separación sólido-líquido. La segunda zona de separación sólido-líquido comprende al menos un dispositivo de separación sólido-líquido capaz de separar sólidos y líquidos, y deseablemente también de lavar los sólidos con una corriente de lavado alimentada 720.

Los principios de funcionamiento, tipos de dispositivos y condiciones de proceso adecuados para su uso en la segunda zona de separación de sólido-líquido 700 se describieron anteriormente con referencia a la primera zona de separación de sólido-líquido 300.

35 Se deben considerar las condiciones de operación para analizar la presencia del disolvente de hidrogenación. Por ejemplo, puede requerirse solamente una zona de lavado para lavar adecuadamente la torta de FDCA si la composición de hFDCA usa agua como disolvente de hidrogenación y el disolvente de lavado también es agua. La composición del disolvente de lavado 720 se puede personalizar para producir una torta húmeda diseñada para una aplicación de uso final. Por ejemplo, si se desea un sólido seco, pueden proporcionarse múltiples zonas de lavado en las que el primer disolvente de lavado puede ser agua para lavar las impurezas solubles en agua restantes de los sólidos de FDCA, seguido de un lavado con ácido acético que, debido a su superior presión de vapor, evapora más rápidamente y seca la torta de FDCA con un menor consumo de energía de la que se requeriría si la torta estuviera mojada con agua. Alternativamente, si se desea enviar una torta húmeda con agua, solo se necesita una zona de lavado con lavado con agua, aunque se puede usar más, con secado parcial opcional. O, si se desea enviar una torta húmeda de hidroxilo, la última zona de lavado puede ser con una composición de lavado que contiene un compuesto que tiene al menos un grupo hidroxilo tal como metanol o etilenglicol para producir una torta húmeda de metanol o una torta húmeda EG. Incluso cuando se fabrican sólidos secos, uno puede sin embargo lavar con agua y alimentar la torta húmeda con agua al secador para evitar tener que separar el ácido acético del agua en un disolvente de licor de lavado.

50 Tras la separación de al menos una porción del líquido de los sólidos de FDCA en la composición de hFDCA cristalizada, se genera una composición de FDCA purificada (pFDCA) enriquecida en la concentración de sólidos de FDCA en relación con la concentración de sólidos de FDCA en la composición de hFDCA cristalizada. El grado de enriquecimiento depende de la forma (suspensión, torta húmeda, sólidos secos) en la que se desea enviar y utilizar la composición de pFDCA. Un aumento adecuado en la concentración en peso de sólidos de FDCA en la composición de FDCA purificada con respecto a la concentración en peso de sólidos de FDCA en la composición de hFDCA cristalizada de la composición de FDCA cristalizada puede ser de al menos 10%, o al menos 20%, o al menos 30%, o al menos 40%, o al menos 50%, o al menos 60%, o al menos 70%, o al menos 80% en peso, o al menos 90%.

Si se desea producir una composición de FDCA seca purificada como producto, la torta de FDCA o residuo de torta 710 se puede alimentar a una zona de secado opcional 800 para generar una corriente de producto seco 810 que comprende sólidos de FDCA y una corriente de vapor 820 que comprende al menos una porción del disolvente de lavado que permaneció en la torta 710. Aunque un dispositivo separador de sólido-líquido puede venir equipado con una zona de secado, el contenido de humedad en la torta descargada puede no ser lo suficientemente bajo para cumplir con las especificaciones del cliente. Por lo tanto, se puede emplear un secador opcional adicional en la zona de secado 800 para reducir adicionalmente el contenido de humedad en la torta a fin de producir sólidos de FDCA purificados secos que tienen un nivel de humedad de menos de 5% en peso de humedad, o no más de 4% en peso de humedad, o no más de 3 % en peso de humedad, o no más de 2 % en peso de humedad, o no más de 1% en peso de humedad, o no más de 5000 ppm de humedad, o no más de 1000 ppm de humedad, o no más de 500 ppm de humedad, basado en el peso de la corriente sólida purificada de FDCA como es descargada desde la zona de secado 800.

La corriente de vapor 820 comprende un disolvente de lavado utilizado en la segunda zona de separación de sólido-líquido 700 que sale de la zona de secado 800 en forma de vapor. La zona de secado 800 comprende al menos un secador y puede realizarse por cualquier medio conocido en la técnica que sea capaz de evaporar al menos 10% de los volátiles en la corriente de torta de FDCA purificada 710 para producir la corriente de FDCA 810 purificada seca que comprende FDCA purificado. Por ejemplo, secadores de contacto indirecto que incluyen un secador rotatorio de tubos de vapor, un secador Single Shaft Porcupine RIM y un secador Bepex Solidaire <sup>RTM</sup>. Los secadores de contacto directo que incluyen un secador de lecho fluidizado, un secador de anillo y el secado en una línea de transporte pueden usarse para secar y producir la corriente 810.

Si se desea, se puede utilizar un sistema de vacío para extraer la corriente de vapor 820 de la zona de secado 800. Si se usa un sistema de vacío de esta manera, la presión de la corriente 820 en la salida del secador puede variar de aproximadamente 101,3 kPa (760 mmHg) absolutos a aproximadamente 53,3 kPa (400 mmHg) absolutos, de aproximadamente 101,3 kPa (760 mmHg) absolutos a aproximadamente 80 kPa (600 mmHg) absolutos, de aproximadamente 101,3 kPa (760 mmHg) absolutos a aproximadamente 93,3 kPa (700 mmHg) absolutos, de aproximadamente 101,3 kPa (760 mmHg) absolutos a aproximadamente 96 kPa (720 mmHg) absolutos, de aproximadamente 101,3 kPa (760 mmHg) absolutos a aproximadamente 98,7 kPa (740 mmHg) absolutos, en donde la presión se mide en mm de Hg por encima del vacío absoluto.

El contenido del conducto entre la segunda zona de separación sólido-líquido 700 y la zona de secado 800 utilizado para transferir la corriente de torta de FDCA purificado 810 puede contener sólidos de FDCA y gas en donde el gas es la fase continua. En una forma de realización, la diferencia de presión donde la corriente de la torta 810 sale de la segunda zona de separación de sólido-líquido 700 y donde la corriente de vapor 820 sale de la zona de secado 800 es inferior a 13,8 kPa (2 psi) de medida, inferior a 5,5 kPa (0,8 psi) de medida, y preferiblemente inferior a 2,8 kPa (0,4 psi) de medida. En una forma de realización, se usa una válvula rotatoria de aire para descargar sólidos desde la zona de secado a una ubicación fuera de la zona de secado que tiene una presión más alta que la zona de secado. En esta forma de realización, la válvula giratoria de bloqueo de aire sirve para dosificar sólidos secos desde el secador a un entorno de presión más alta.

La composición de FDCA purificada producida mediante el procedimiento de la invención ("pFDCA") tiene deseablemente la siguiente composición:

a) sólidos, en donde al menos 95% en peso, o al menos 97% en peso, o al menos 98% en peso, o al menos 99% en peso, o al menos 99,5% en peso, o al menos 99,8% en peso, o al menos 99,9% en peso, o al menos 99,95% en peso de los sólidos son FDCA, en base al peso de los sólidos;

b) un 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 no mayor que 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, en cada caso en función del 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 forma de realización representaría un producto aislado de sólidos secos.

En otra forma de realización, la composición del producto de FDCA contiene deseablemente al menos 2% de líquido en peso, o al menos 4% de líquido en peso, o al menos 6% de líquido en peso y hasta 40% de líquido en peso, o hasta 30% de líquido en peso, o hasta 20% de líquido en peso, o hasta 15% de líquido en peso, con el resto de

sólidos, y el sólido comprende al menos 99% en peso de FDCA y FFC y THFDCA en cualquiera de las cantidades mencionadas anteriormente. Esta forma de realización representaría un producto de torta húmeda.

5 Se puede obtener un  $b^*$  muy bajo en la composición de FDCA purificada hidrogenando la composición de cFDCA. El  $b^*$  es uno de los tres atributos de color medidos en un instrumento espectroscópico basado en reflectancia. El color se puede medir mediante cualquier dispositivo conocido en la técnica. Un instrumento Hunter Ultrascan XE es típicamente el dispositivo de medición. Las lecturas positivas significan el grado de amarillo (o la absorbancia del azul), mientras que las lecturas negativas indican el grado de azul (o la absorbancia del amarillo). Las muestras sólidas de FDCA se pueden analizar utilizando un espectrofotómetro Hunter Lab UltraScan Pro con una esfera de luz integradora. Según la recomendación del fabricante, el espectrofotómetro debe ajustarse a la escala de colores CIELAB con el D65 iluminado y el observador a 10°. El espectrofotómetro está estandarizado en modo de reflectancia total.

Más en particular, el  $b^*$  puede medirse utilizando un instrumento Hunter Ultrascan XE y preparando las muestras y realizando el análisis por el siguiente método:

15 1) Ensamblar un troquel de prensa Carver y colocar el troquel sobre la base y colocar el lado pulido inferior del cilindro de 40 mm boca arriba.

2) Colocar una taza de plástico de 40 mm (Chemplex Plasticup, 39,7 x 6,4 mm) en el troquel.

3) Llenar la taza con la muestra para analizar. La cantidad exacta de muestra añadida no es importante.

4) Colocar el lado pulido superior del cilindro de 40 mm boca abajo sobre la muestra.

5) Insertar el émbolo en el troquel. No debe observarse "inclinación" en el troquel ensamblado.

20 6) Colocar el troquel en la prensa Carver, asegurándose de que esté cerca del centro de la placa inferior. Cerrar la puerta de seguridad.

7) Levantar el troquel hasta que la placa superior haga contacto con el émbolo. Aplicar >20.000 libras de presión. Luego permitir que el troquel permanezca bajo presión durante aproximadamente 3 minutos (el tiempo exacto no es crítico).

25 8) Liberar la presión y bajar la placa inferior que sujeta el troquel.

9) Desmontar el troquel y retirar la taza. Colocar la taza en una bolsa de plástico etiquetada (Nasco Whirl-Pak 4 onzas).

10) Con un colorímetro HunterLab Colorquest XE, crear el siguiente método (software Hunterlab EasyQuest QC, versión 3.6.2 o posterior):

30 ■ Modo: RSIN-LAV (reflectancia especular incluida: gran vista del área, ángulo de visión de 8°)

■ Mediciones:

■ CIE  $L^* a^* b^*$

■ CIE X Y Z

35 11) Estandarizar el instrumento según lo indique el software utilizando el accesorio de trampa de luz y el accesorio de baldosa blanca certificada presionado contra el puerto de reflectancia.

12) Ejecutar un estándar de baldosa verde utilizando la baldosa blanca certificada y comparar los valores CIE X, Y y Z obtenidos con los valores certificados de la baldosa. Los valores obtenidos deben ser  $\pm 0,15$  unidades en cada escala de los valores establecidos.

40 13) Analizar la muestra en la bolsa presionándola contra el puerto de reflectancia y obtener el espectro y los valores  $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$ . Obtener lecturas duplicadas y promediar los valores para el informe.

El proceso de la invención se puede operar a escala comercial. Ejemplos de tasas adecuadas para la producción de una composición de pFDCA 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 en base a sólidos, durante 24 horas a lo largo de tres meses.

45 La composición de pFDCA, que puede ser tanto sólidos secos de ácido carboxílico como torta húmeda que comprende FDCA, puede alimentarse a una zona de reacción de esterificación. La composición de pFDCA se puede enviar por camión, barco o ferrocarril como sólidos.

5 El proceso para hacer la composición de pFDCA se puede integrar con el proceso para la fabricación de una instalación de esterificación para hacer un diéster o un poliéster. Un proceso integrado incluye la ubicación conjunta de las dos instalaciones de fabricación, una para hidrogenación y otra para esterificación, dentro de 16,1 km (10 millas), o dentro de 8,0 km (5 millas), o dentro de 3,2 km (2 millas), o dentro de 1,6 km (1 milla), o dentro de 0,8 Km (1/2 milla) entre sí. Un proceso integrado también incluye que las dos instalaciones de fabricación tengan una comunicación de sólidos y líquidos entre sí. Si se produce una composición de ácido dicarboxílico sólido, los sólidos pueden transportarse por cualquier medio adecuado, tal como aire o cinta, a la instalación de esterificación. Si se produce una composición de ácido dicarboxílico de torta húmeda, la torta húmeda se puede mover por cinta o bombear como una suspensión en suspensión disuelta a la instalación para la esterificación.

10

## REIVINDICACIONES

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

5 a) proporcionar en una zona de oxidación una composición de cFDCA que comprende sólidos de ácido furan-2,5-dicarboxílico (FDCA), ácido 5-formilfuran-2-carboxílico (FFCA) y una composición de disolvente de oxidación líquida, en donde

la composición de disolvente de oxidación es un ácido carboxílico alifático que comprende un ácido monocarboxílico C<sub>2</sub> a C<sub>6</sub>; o la composición de disolvente de oxidación es una solución acuosa de ácido acético, que tiene una concentración de ácido acético de 80 a 99% en peso antes de agregarlo a la zona de oxidación; o la composición de disolvente de oxidación como se añade a la zona de oxidación comprende una mezcla de agua y ácido acético que tiene un contenido de agua de 0% a 15% en peso; b) separar al menos una porción de la composición de disolvente de oxidación de los sólidos de FDCA en la composición de cFDCA en una primera zona de separación sólido-líquido para generar una composición de cFDCA concentrada que comprende sólidos de FDCA y enriquecida en la concentración de sólidos en relación con la concentración de sólidos en la composición de cFDCA alimentada a la primera zona de separación sólido-líquido;

15 c) alimentar la composición de cFDCA concentrada a una zona de disolución en la que una composición de disolvente de hidrogenación se combina con los sólidos de FDCA en la composición de cFDCA concentrada y disolver al menos una porción de dichos sólidos de FDCA para de esta manera producir una composición de FDCA solvatada (sFDCA) que comprende el ácido furan-2,5-dicarboxílico (FDCA), la composición de disolvente de hidrogenación y el ácido 5-formilfuran-2-carboxílico (FFCA), en donde la composición de disolvente de hidrogenación comprende al menos 80% en peso de agua;

20 d) someter la composición de sFDCA a una reacción de hidrogenación en una zona de reacción de hidrogenación en condiciones suficientes para causar la hidrogenación de al menos una porción de FFCA en la composición de sFDCA para generar una composición de FDCA hidrogenada (hFDCA) que comprende FDCA disuelto y la composición de disolvente de hidrogenación; y

25 e) cristalizar la composición de hFDCA en una zona de cristalización purificada para generar una composición de hFDCA cristalizada que comprende líquidos y sólidos de FDCA; y

30 f) separar al menos una porción del líquido de los sólidos de FDCA en la composición de hFDCA cristalizada en una segunda zona de separación sólido-líquido para generar de esta manera una composición de FDCA purificada (pFDCA) enriquecida en la concentración de sólidos de FDCA en relación con la concentración de sólidos de FDCA en la composición de hFDCA cristalizada.

2. El procedimiento de la reivindicación 1, en donde la composición de cFDCA comprende:

35 a) al menos 28% en peso de sólidos basado en el peso de la composición de cFDCA, en donde al menos 90% en peso de los sólidos es el ácido furan-2,5-dicarboxílico (FDCA) basado en el peso de los sólidos; y

b) al menos 0,4% en peso del ácido 5-formilfuran-2-carboxílico (FFCA).

3. El procedimiento de la reivindicación 1, en donde la composición de cFDCA tiene un b\* de al menos 20; o en donde la cantidad de FFCA presente en la composición de cFDCA en peso se reduce en un factor de al menos 100x en relación a la cantidad de FFCA presente en la composición de pFDCA en peso; o

40 en donde la primera zona de separación sólido-líquido comprende un filtro de cinta de vacío con al menos dos zonas de lavado, un filtro de tambor rotatorio de presión con al menos dos zonas de lavado o un filtro de tambor rotatorio de vacío con al menos dos zonas de lavado, en donde la última zona de lavado contiene una alimentación de lavado que comprende al menos 80% en peso de agua.

45 4. El procedimiento de una cualquiera de las reivindicaciones 1-3, en donde la composición de cFDCA se alimenta a una zona de cristalización en bruto que comprende al menos un recipiente operado bajo una temperatura que es inferior a la temperatura de la composición de cFDCA que se alimenta a la zona de cristalización en bruto para producir de esta manera una composición de cFDCA cristalizada enriquecida en la concentración de FDCA en relación a la concentración de FDCA en la composición de cFDCA que se alimenta a la zona de cristalización en bruto.

50 5. El procedimiento de la reivindicación 1, en donde la zona de cristalización en bruto comprende al menos dos recipientes de cristalización, y al menos uno de los recipientes se hace funcionar a una presión inferior a 98 kPa (1 atmósfera), y el diferencial de presión operativa de al menos dos recipientes de cristalización en bruto adyacentes en una serie de dos o más recipientes de cristalización en bruto es al menos de 1,3 kPa (10 torr); o

en donde al menos 98% de los sólidos de FDCA en la composición concentrada de FDCA se disuelven en la composición de disolvente de hidrogenación en la zona de disolución.

6. El procedimiento de una cualquiera de las reivindicaciones 1-3 y 5, en donde la composición de disolvente de hidrogenación comprende al menos 90% en peso de agua basado en el peso de la composición de disolvente de hidrogenación.
7. El procedimiento de la reivindicación 1, en donde la composición de sFDCA comprende:
- 5 a) de 0 a menos de 1% en peso de sólidos;
- b) FDCA disuelto en una cantidad de al menos 5% en peso; y
- c) una composición de disolvente de hidrogenación en una cantidad de al menos 50% en peso y
- d) FFCA en una cantidad de al menos más de 0% en peso
- en cada caso, basado en el peso de la composición de sFDCA.
- 10 8. El procedimiento de la reivindicación 1, que comprende poner en contacto la composición de sFDCA en la zona de reacción de hidrogenación con hidrógeno en presencia de un catalizador de hidrogenación bajo una presión parcial de hidrógeno dentro de un intervalo de 69 kPa a 62,1 MPa (10 psi a 900 psi), una presión de zona de reacción total de menos de 6,6 MPa (950 psig), y a una temperatura de reacción dentro de un intervalo de 130° C a 225° C; o
- 15 en donde la presión parcial de hidrógeno para la zona de reacción de hidrogenación está dentro de un intervalo de 344,8 kPa a 4,8 MPa (50 psi a 700 psi), y la hidrogenación se lleva a cabo a una temperatura dentro de un intervalo de 130° C a 180° C; o
- en donde la composición de hFDCA comprende menos de 0,7% en peso de ácido tetrahidrofurán-dicarboxílico ("THFDCA"), basado en el peso de la composición de hFDCA.
- 20 9. El procedimiento de la reivindicación 1, que comprende alimentar una composición de hidrógeno a la zona de reacción de hidrogenación, en donde la composición de hidrógeno comprende al menos 90% en peso de hidrógeno; y la zona de reacción de hidrogenación comprende un reactor de hidrogenación que contiene un lecho fijo de catalizador de hidrogenación.
10. El procedimiento de la reivindicación 1, en donde la zona de cristalización purificada comprende al menos un recipiente de cristalización, y la composición de hFDCA se enfría dentro de dicho al menos un recipiente de cristalización a una temperatura que es al menos 30° C inferior a la temperatura de la composición de hFDCA que alimenta la zona de cristalización purificada.
- 25 11. El procedimiento de la reivindicación 1, en donde la zona de cristalización purificada contiene más de un recipiente de cristalización purificada, y la diferencial de presión de cada recipiente de cristalización en la serie es al menos de 1,3 kPa (10 Torr).
- 30 12. El procedimiento de la reivindicación 1, en donde al menos una porción del líquido en la composición de hFDCA cristalizada se separa de los sólidos de FDCA en una segunda zona de separación sólido-líquido para generar de esta manera una composición de pFDCA enriquecida en la concentración de sólidos de FDCA en relación con la concentración de sólidos de FDCA en la composición de hFDCA cristalizada.
- 35 13. El procedimiento de la reivindicación 1, en donde la composición de pFDCA tiene un nivel de humedad de no más de 1000 ppm de humedad.
14. El procedimiento de una cualquiera de las reivindicaciones 1-3, en donde la velocidad de producción de la composición de pFDCA es de al menos 1.000 kg/día en base a sólidos, durante 24 horas a lo largo de tres meses.
- 40 15. El procedimiento de la reivindicación 1, en donde el rendimiento de FDCA basado en sólidos y medido en la composición de pFDCA, es al menos 80%.

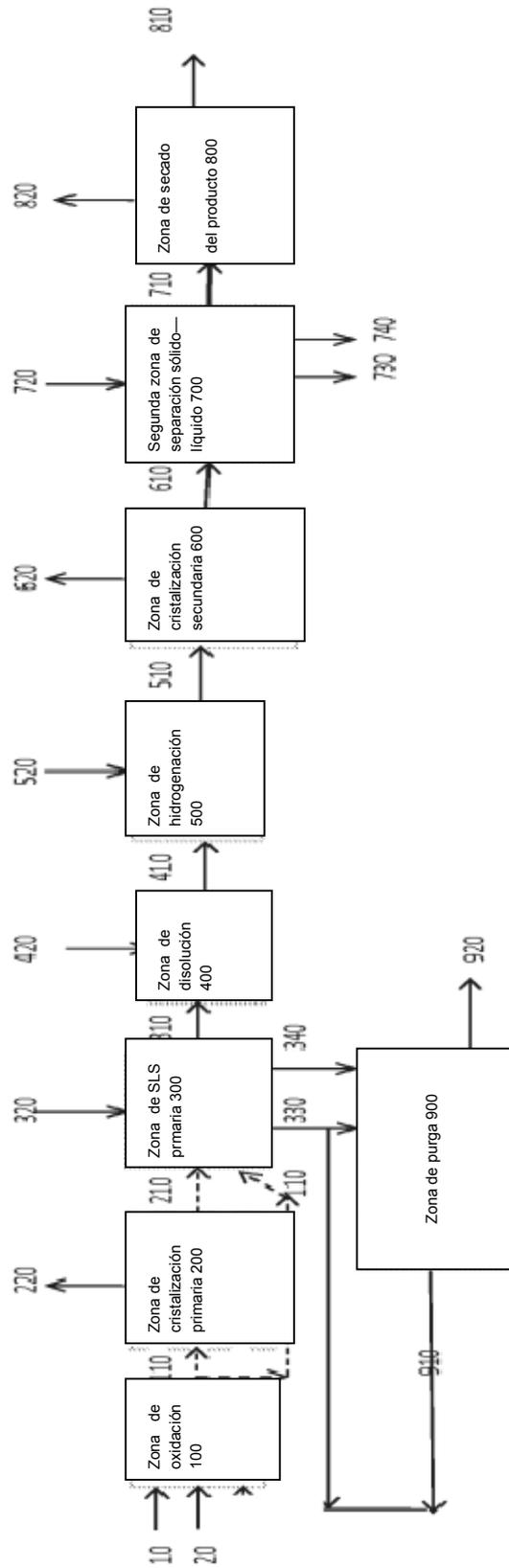


FIGURA 1

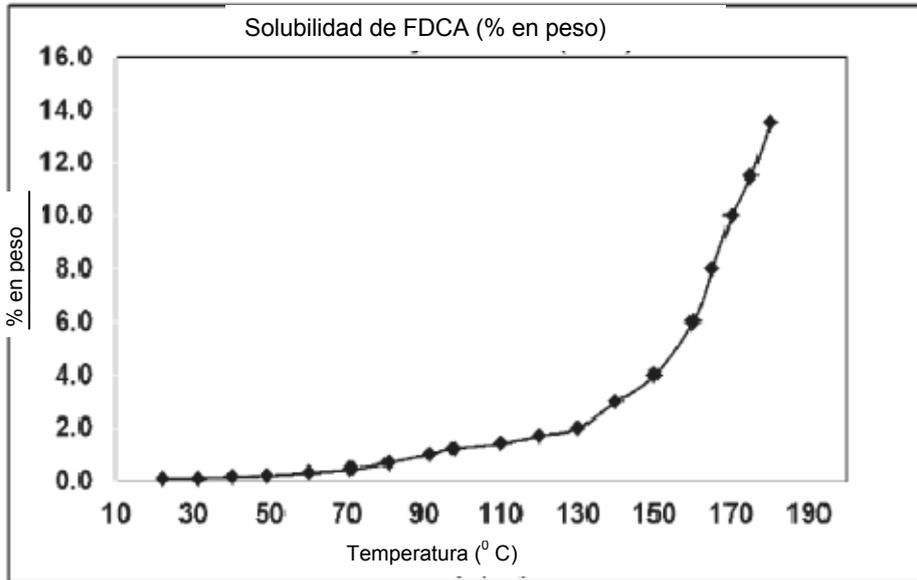


FIGURA 2