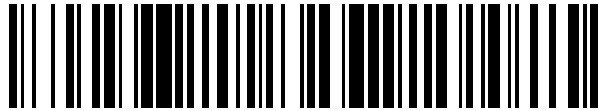


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 669 428**

51 Int. Cl.:

C07B 63/02 (2006.01)

C07D 307/68 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **29.08.2014 PCT/NL2014/050589**

87 Fecha y número de publicación internacional: **05.03.2015 WO15030590**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **29.08.2014 E 14784381 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **21.02.2018 EP 3038997**

54 Título: **Procedimiento destinado a purificar un compuesto ácido que comprende ácido 2-formilfuran-5-carboxílico y ácido 2,5-furandicarboxílico**

30 Prioridad:

30.08.2013 NL 2011362

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

25.05.2018

73 Titular/es:

**SYNVINA C.V. (100.0%)
Zekeringstraat 29
1014 BV Amsterdam, NL**

72 Inventor/es:

**SINGH, JAGDEEP;
MCKAY, BENJAMIN;
WANG, BING;
DAM, MATHEUS ADRIANUS;
GRUTER, GERARDUS JOHANNES MARIA y
DE SOUSA DIAS, ANA SOFIA VAGUEIRO**

74 Agente/Representante:

MANRESA VAL, Manuel

ES 2 669 428 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

Procedimiento destinado a purificar un compuesto ácido que comprende ácido 2-formilfuran-5-carboxílico y ácido 2,5-furandicarboxílico.

5 La presente invención se refiere a un procedimiento destinado a purificar un compuesto ácido que comprende ácido 2-formilfuran-5-carboxílico (FFCA) y ácido 2,5-furandicarboxílico (FDCA).

10 La patente US n. 2012/0302768 da a conocer un procedimiento de oxidación destinado a producir un producto de ácido carboxílico bruto y/o purificado. El producto es un compuesto de ácido carboxílico que comprende ácido 2,5-furandicarboxílico. Se ha obtenido en un procedimiento que comprende la oxidación de una materia prima para alimentación que comprende 5-hidroximetilfurfural en presencia de oxígeno, de un disolvente de ácido orgánico saturado que presenta entre 2 y 6 átomos de carbono, y de un sistema catalítico. La materia prima para alimentación puede comprender asimismo éteres de 5-hidroximetilfurfural, tales como el 5-etoximetilfurfural. Se describe que la reacción de oxidación provoca la formación de una mezcla de ácido 2,5-furandicarboxílico, ácido 2-formilfuran-5-carboxílico y, opcionalmente, otros derivados del furano, tales como ésteres alquílicos del ácido 2-formilfuran-5-carboxílico. La cantidad de ácido 2-formilfuran-5-carboxílico puede estar comprendida entre el 0,1% en peso y aproximadamente el 4% en peso. Tras la oxidación, se lava el producto bruto obtenido con el disolvente de ácido orgánico, por ejemplo, ácido acético y agua. Aunque se afirma que se puede obtener ácido 2,5-furandicarboxílico purificado, se descubrió que asimismo el producto purificado comprendía todavía una cierta cantidad de ácido 2-formilfuran-5-carboxílico. Se reconoce en la patente US n. 2012/0302768 que las concentraciones significativas de moléculas monofuncionales tales como el ácido 2-formilfuran-5-carboxílico en el producto de ácido 2,5-furandicarboxílico resultan particularmente perjudiciales en los procedimientos de polimerización, ya que pueden actuar como finalizadores de cadenas durante una reacción de condensación de poliéster.

25 En la solicitud WO-2011/043661 se describe un procedimiento destinado a la purificación de una mezcla que comprende ácido 2,5-furandicarboxílico y ácido 2-formilfuran-5-carboxílico mediante la cristalización y el lavado de los cristales obtenidos. Los presentes inventores han descubierto que el lavado adicional no produce ningún producto más puro. Se considera que el ácido 2-formilfuran-5-carboxílico se encuentra en los cristales del ácido 2,5-furandicarboxílico, por lo que la purificación por lavado resulta inviable.

30 Por lo tanto, existe la necesidad de un procedimiento que permita la reducción de la cantidad de ácido 2-formilfuran-5-carboxílico en un compuesto de ácido carboxílico que comprenda ácido 2,5-furandicarboxílico. Se ha descubierto ahora que la cantidad de ácido 2-formilfuran-5-carboxílico de dichos compuestos se puede reducir considerablemente mediante la esterificación del compuesto y la posterior separación del producto esterificado obtenido de este modo.

35 Por consiguiente, la presente invención proporciona un procedimiento destinado a purificar un compuesto ácido que comprende ácido 2-formilfuran-5-carboxílico y ácido 2,5-furandicarboxílico, que comprende; poner en contacto el compuesto ácido con un alcohol para obtener un compuesto esterificado; separar el éster de ácido 2-formilfuran-5-carboxílico del compuesto esterificado para obtener un producto esterificado purificado; y poner en contacto el compuesto esterificado purificado con agua para saponificación o hidrólisis, a fin de obtener un compuesto del producto, que comprende ácido 2,5-furandicarboxílico y una cantidad reducida de ácido 2-formilfuran-5-carboxílico.

40 El procedimiento según la presente invención utiliza el hecho sorprendente de que el compuesto esterificado permite una separación más sencilla de los compuestos éster del ácido 2-formilfuran-5-carboxílico del producto esterificado que el ácido correspondiente del compuesto ácido. Se considera que las moléculas del éster del ácido 2-formilfuran-5-carboxílico no están incorporadas, o por lo menos lo están en menor medida, en los cristales del diéster del ácido 2,5-furandicarboxílico. El producto del procedimiento es un compuesto que comprende un contenido aumentado de compuestos de ácido 2,5-furandicarboxílico, en comparación con el contenido del mismo en el compuesto ácido. Por compuestos del ácido 2,5-furandicarboxílico se entiende el ácido 2,5-furandicarboxílico, pero asimismo el monoéster y el diéster del ácido 2,5-furandicarboxílico.

45 Aunque la recristalización del material inicial, es decir, el compuesto ácido, se puede utilizar para obtener un producto más puro, la inclusión del ácido 2-formilfuran-5-carboxílico en cristales de ácido 2,5-furandicarboxílico adolece del inconveniente de que el producto más puro se puede obtener únicamente con una pérdida considerable de rendimiento. Resulta sorprendente que la esterificación permita un procedimiento de purificación más simple y más eficiente, ya que la mezcla tras la esterificación tiende a ser más compleja ya que en dicha mezcla no estarán presentes únicamente el monoéster y el diéster del ácido 2,5-furandicarboxílico, sino asimismo pequeñas cantidades del ácido 2,5-furandicarboxílico. A pesar de la complejidad de dicha mezcla, se simplifica la separación del éster del ácido 2-formilfuran-5-carboxílico, con lo que se obtiene un producto puro con un rendimiento aumentado, en comparación con, por ejemplo, la recristalización del compuesto ácido.

La figura muestra un diagrama de flujo simplificado de una forma de realización del procedimiento según la presente invención.

5 El compuesto ácido que se utiliza como materia prima para alimentación en el procedimiento según la presente invención se puede producir de un modo similar al descrito en la patente US n. 2012/0302768. Ello significa que se puede producir el compuesto ácido mediante la oxidación del 5-hidroximetilfurfural. Además, tal como se describe en la patente US n. 2012/0302768, el material inicial puede ser un éter de 5-hidroximetilfurfural o un éster, tal como el 5-acetoximetilfurfural. Preferentemente, el compuesto ácido proviene de la oxidación de 5-
10 alcoximetilfurfural, 5-hidroximetilfurfural o una mezcla de los mismos. Cuando el compuesto ácido se origina a partir de la oxidación de una materia prima para alimentación que contiene 5-alcoximetilfurfural, el producto oxidado puede comprender FDCA y FFCA, pero asimismo el monoéster y el diéster de FDCA y el éster alquílico de FFCA. El procedimiento según la presente invención proporciona un método elegante de purificación de la mezcla compleja en FDCA puro.

15 La oxidación del 5-hidroximetilfurfural o derivados del mismo se puede realizar tal como se describe en la patente US n. 2012/0302768. Se ha descrito asimismo una forma apta para oxidar el 5-alcoximetilfurfural en el documento WO 2011/043660. Las condiciones según la última solicitud comprenden una temperatura de reacción entre 60 y 220 °C, preferentemente entre 100 y 210 °C, más preferentemente entre 150 y 200 °C, lo más preferentemente entre 160 y 190 °C, y una presión comprendida entre 5 y 100 bar, preferentemente entre 10 y
20 80 bar. Los catalizadores que se pueden utilizar en dicha reacción de oxidación son similares a los descritos en la patente US n. 2012/0302768. Comprenden convenientemente cobalto y manganeso. Además, comprenden una fuente de bromuro. Las relaciones molares entre el cobalto y el manganeso (Co/Mn) se encuentran comprendidas normalmente entre 1/1000 y 100/1, preferentemente entre 1/100 y 10/1 y más preferentemente entre 1/10 - 4/1. Las relaciones molares entre el bromuro y los metales (por ejemplo, Br/(Co+Mn)) están
25 comprendidas normalmente entre 0,001 y 5,00, preferentemente entre 0,01 y 2,00 y más preferentemente entre 0,1 y 0,9. El oxígeno se suministra convenientemente mediante aire, aunque se puede utilizar asimismo aire enriquecido en oxígeno o aire empobrecido en oxígeno. Resulta sorprendente que el producto principal de la oxidación según el documento WO 2011/043660 proporcione el ácido furan-2,5-dicarboxílico como producto principal en lugar del monoéster del mismo.

30 Tal como se demuestra en la patente US n. 2012/0302768 el compuesto ácido obtenido mediante reacciones de oxidación puede comprender hasta un nivel significativo de ácido 2-formilfuran-5-carboxílico. Cuando el material inicial de la reacción de oxidación comprende un éter, el producto del mismo puede comprender asimismo un éster del ácido 2-formilfuran-5-carboxílico. Sin embargo, el subproducto principal es el compuesto ácido, también
35 en el caso de la oxidación de un éter. La cantidad de ácido 2-formilfuran-carboxílico en el compuesto ácido se puede encontrar en el mismo orden de magnitud que se describe en la patente US n. 2012/0302768. Normalmente, el compuesto ácido comprende entre el 0,1 y el 4,0% en peso de ácido 2-formilfuran-5-carboxílico, basándose en el peso del compuesto ácido. Se puede haber lavado el compuesto, tal como se describe en la patente US n. 2012/0302768. Sin embargo, se observa que mediante dicha etapa de lavado no se produce una
40 reducción significativa del contenido en ácido 2-formilfuran-5-carboxílico. Los líquidos de lavado aptos comprenden ácido acético, agua y mezclas de los mismos.

45 El procedimiento según la presente invención comprende una etapa de poner en contacto el compuesto ácido con un alcohol. El alcohol se puede seleccionar de entre una amplia gama de compuestos alcohólicos. Dichos compuestos alcohólicos comprenden monoalcoholes, pero también polioles, tales como etilenglicol, propilenglicol, glicerol, pentaeritritol y similares. Preferentemente, el alcohol presenta entre 1 y 16, más preferiblemente entre 1 y 8 átomos de carbono. El alcohol es convenientemente un monoalcohol. Dichos alcoholes comprenden alcoholes alifáticos, cicloalifáticos y aromáticos lineales y ramificados. El alcohol es convenientemente un alcohol que presenta entre 1 y 16, más preferentemente entre 1 y 8 átomos de carbono.
50 Dichos alcoholes se pueden utilizar fácilmente en la reacción de esterificación y proporcionan un comportamiento convenientemente distinto al de los ésteres resultantes para permitir la separación de los ésteres resultantes. Los alcanoles pueden ser lineales o ramificados y comprenden n-propanol, isopropanol, n-butanol, isobutanol, terc-butanol, alcohol etilhexílico, n-octanol y similares. Los más preferidos son metanol y etanol.

55 El alcohol puede estar presente en una amplia gama de proporciones en comparación con los grupos funcionales ácidos del compuesto ácido. Puesto que la esterificación es una reacción de equilibrio, se prefiere utilizar un exceso molar de alcohol con respecto a los grupos funcionales ácidos del compuesto ácido. Convenientemente, el alcohol se encuentra presente en un exceso molar del compuesto ácido, encontrándose la relación molar entre el alcohol y el compuesto ácido comprendida preferentemente entre 2:1 y 100:1. Se ha descubierto sorprendentemente que el ácido 2-formilfuran-5-carboxílico se puede esterificar fácilmente y que el equilibrio para dicha esterificación se encuentra alejada del lado del éster. Por lo tanto, la esterificación del éster del ácido 2-formilfuran-5-carboxílico se puede alcanzar virtualmente de un modo cuantitativo. No hace falta eliminar el agua que se genera mediante la reacción de esterificación. Si se considera dicha extracción del agua, es factible utilizar tamices moleculares secos u otros desecantes convencionales tales como cloruro de calcio anhidro,
60 sulfato de sodio, sulfato de calcio, sulfato de magnesio y mezclas de los mismos. Se puede agregar el desecante a la mezcla. El compuesto ácido y el alcohol y cualquier agua que se genere se pueden adsorber mediante el

desecante. También es posible utilizar asimismo un aparato Soxhlet o un equipo similar, en el que el alcohol, que comprende una cierta cantidad de agua, se refluye y el líquido se pasa a lo largo del desecante que adsorbe el agua que se incorpora a la corriente de reflujo. Se puede utilizar otro procedimiento de extracción de agua de un modo similar al descrito en el documento EP 2481733, es decir, utilizando un gas de purga. Por lo tanto, puede estar presente un gas de purga en el procedimiento según la presente invención; el gas de purga es preferentemente un gas inerte, es decir, un gas que no sea reactivo con los residuos, productos, compuestos intermedios y aparatos del procedimiento según la presente invención. Los gases inertes útiles son nitrógeno, dióxido de carbono y todos los gases nobles, tales como neón y argón y mezclas de los mismos. Se prefiere particularmente un gas de purga que sea o comprenda nitrógeno gaseoso. Por lo tanto, se puede extraer el agua del gas de purga después de la salida de la cámara de reacción, por ejemplo, por condensación o adsorción. El gas de purga es preferentemente reciclado. Tal como se ha indicado anteriormente, no hace falta la extracción de agua. Puede ser incluso posible añadir diluyentes a la mezcla del compuesto ácido y el alcohol. Dichos diluyentes pueden comprender agua. Otros diluyentes pueden comprender disolventes orgánicos, tales como sulfóxidos, por ejemplo, dimetilsulfóxido, y cetonas, por ejemplo, acetona.

Para mejorar la velocidad de esterificación, el contacto del compuesto ácido con el alcohol se puede realizar convenientemente en presencia de un catalizador de esterificación. Un catalizador de esterificación apto comprende un catalizador ácido. Muchos catalizadores ácidos son aptos para catalizar la reacción de esterificación según la presente invención. Los catalizadores aptos comprenden ácidos minerales inorgánicos, ácidos orgánicos de Brønsted, ácidos de Lewis, resinas de intercambio iónico ácidas y zeolitas ácidas. El catalizador puede ser homogéneo, pero asimismo heterogéneo, comprendiendo los catalizadores descritos en el documento EP 2481733. Los ejemplos de ácidos minerales inorgánicos comprenden ácido clorhídrico, ácido sulfúrico, ácido fosfórico y ácido nítrico. Los ácidos orgánicos de Brønsted aptos comprenden ácido metanosulfónico, ácido toluenosulfónico y ácido tricloroacético. Los ácidos de Lewis aptos comprenden trifluoruro de boro y tricloruro de aluminio. Preferentemente, el catalizador ácido se selecciona de entre el grupo que comprende ácidos inorgánicos minerales, zeolitas, resinas de intercambio iónico y mezclas de los mismos. Los ejemplos de ácidos inorgánicos minerales son los mencionados anteriormente. Los ejemplos de resinas de intercambio iónico son resinas de poliméricas de divinilbenceno/estireno que comprenden grupos sulfónicos. Las zeolitas aptas son aluminosilicatos cristalinos y aluminofosfatos. Los ejemplos de zeolitas aptas comprenden zeolita X, zeolita Y, zeolita β , ferrierita, mordenita, chabacita, ZSM-5, ZSM-11, ZSM-23, SAPO-5, SAPO-11 y SAPO-34. Preferentemente las zeolitas se encuentran en su forma H, lo que indica que se han sometido a intercambio iónico para sustituir los cationes metálicos, tales como los iones de metales alcalinos, por protones, lo que aumenta su acidez. Los ejemplos de resinas de intercambio iónico aptas comprenden resinas de polímero sulfonado, por ejemplo, copolímeros de estirendivinilbenceno sulfonados, tales como las resinas Amberlyst (de Rohm and Haas), y copolímeros de fluopolímeros basados en tetrafluoroetileno sulfonado, tales como las resinas Nafion (de DuPont). Una resina de intercambio iónico particularmente apta es la Amberlyst 70, un copolímero de estirenodivinilbenceno que comprende grupos de ácido sulfónico y de la que se ha publicado que está halogenada y que presenta una estabilidad térmica elevada.

Los catalizadores heterogéneos se utilizan convenientemente en los procedimientos continuos. En dichos procedimientos, se pueden desactivar, por ejemplo, mediante las impurezas de las mezclas de reacción o por degradación térmica. Se descubrió que especialmente las resinas de intercambio iónico se pueden regenerar fácilmente lavando una disolución de ácido sulfúrico en un alcohol, en particular metanol o etanol, sobre el catalizador desactivado, restaurando de este modo los grupos ácidos de la resina de intercambio iónico.

La reacción de esterificación se puede realizar en un reactor continuo o por cargas. En un reactor químico por cargas, la mezcla de la reacción puede mantenerse sustancialmente hasta que se haya alcanzado el equilibrio. Preferentemente, se realiza la esterificación en un reactor continuo. Los reactores aptos comprenden un reactor de depósito agitado continuo y un reactor de flujo ideal. Ventajosamente, la esterificación se realiza en una columna de destilación reactiva. En dicha columna, un líquido que comprende el compuesto ácido, por ejemplo, una disolución del compuesto ácido en un alcohol C_1 - C_4 , tal como metanol o etanol, se pasa sobre una capa catalizadora heterogénea y a contracorriente se pasa un gas sobre el catalizador. El gas puede comprender un gas inerte, tal como nitrógeno, gases nobles o dióxido de carbono. En dicho caso, se puede pasar el alcohol junto con el compuesto ácido en fase líquida sobre el catalizador. Sin embargo, cuando el alcohol se encuentra en forma de vapor en las condiciones predominantes, se prefiere utilizar el vapor del alcohol. El líquido que comprende ácido generalmente se pasa en sentido descendente sobre la capa catalizadora y el gas generalmente se pasa en sentido ascendente. El gas arrastrará por lo menos parte del agua formada durante la esterificación, lo que influirá en el grado de formación del éster. El uso de la destilación reactiva resulta particularmente ventajoso en el presente procedimiento ya que la extracción de agua reducirá la cantidad de monoéster formado al mismo tiempo que se mejora la formación del diéster. De este modo, el compuesto esterificado obtenido en el proceso de la presente invención comprenderá el éster del ácido 2-formilfuran-5-carboxílico y el diéster del ácido 2,5-furandicarboxílico como productos principales. La separación entre dichos dos compuestos resulta relativamente sencilla.

Puesto que la mezcla del compuesto ácido y el alcohol ya comprende compuestos ácidos, a saber, ácido 2-formilfuran-5-carboxílico y ácido 2,5-furandicarboxílico, la mezcla ya es ácida. Por lo tanto, no hace falta añadir a

la mezcla un catalizador de esterificación ácido adicional. Se ha descubierto que se alcanza un grado satisfactorio de esterificación de especialmente ácido 2-formil-5-carboxílico cuando la esterificación según la presente invención se realiza sin un catalizador de esterificación de tal modo que la esterificación se autocatalice. Por catalizador de esterificación se entiende cualquier catalizador distinto de cualquiera de los ácidos del compuesto ácido. Resulta ventajoso realizar la esterificación por autocatálisis, puesto que de este modo no se incorporan otros compuestos ácidos en la mezcla de la reacción. Ello puede provocar que cualquier etapa posterior de neutralización y/o purificación resulte innecesaria.

La reacción de esterificación se puede realizar en una amplia gama de condiciones en lo que se refiere a la temperatura y la presión. La temperatura puede alcanzar un nivel tan bajo como la temperatura de reflujo del alcohol con el que se pone en contacto el compuesto ácido. Ello significaría que una temperatura mínima apta es de aproximadamente 65 °C. La presión puede ser la atmosférica. Para aumentar la velocidad de la reacción, la temperatura y la presión son convenientemente elevadas. Ventajosamente, el compuesto ácido se pone en contacto con un alcohol a una temperatura comprendida entre 100 y 250 °C, preferentemente entre 120 y 180 °C. La presión se selecciona convenientemente de tal modo que el alcohol se encuentre en la fase líquida a la temperatura predominante. Normalmente ello significa que la presión mínima es convenientemente por lo menos la presión de vapor del alcohol. La presión máxima se determina mediante consideraciones prácticas. Normalmente esto implica que la presión puede estar comprendida entre 1 y 100 bar, preferentemente 1 a 50 bar.

Debido a las distintas propiedades de los compuestos éster del ácido 2-formilfuran-5-carboxílico por un lado y del ácido 2,5-furandicarboxílico por otro lado, se puede separar el éster del 2-formilfuran-5-carboxilato del producto esterificado. Las tecnologías de separación aptas comprenden disolución, destilación y cristalización. Gracias a la diferencia en las solubilidades, se puede lavar el producto esterificado con un líquido lavador que proporciona una solubilidad superior para el éster del 2-formilfuran-5-carboxilato que para el monoéster y/o el diéster del ácido 2,5-furandicarboxílico. Un líquido lavador apto podría ser un alcohol, tal como el metanol. Es asimismo factible utilizar ácidos, como el ácido acético. El alcohol y/o el ácido se pueden mezclar aún más con agua. Dicho tratamiento de lavado es especialmente apto cuando el producto esterificado se obtiene como producto sólido y se puede someter a una etapa de lavado. Convenientemente, se somete el compuesto esterificado a cristalización y/o destilación.

Una técnica de separación muy apta es la cristalización. Ello es muy conveniente cuando la esterificación se realiza a una temperatura elevada y en disolución. Al enfriar la mezcla de la reacción en la que se ha producido el contacto entre el compuesto ácido y el alcohol, tiende a cristalizar el compuesto esterificado. Debido a la diferencia de solubilidades, el producto cristalizado presenta un contenido reducido de compuestos que comprenden grupos 2-formilfuran-5-carboxilato. El material sólido cristalizado comprende principalmente ácido furan-2,5-dicarboxílico y el monoéster y el diéster del mismo. Puesto que ello representa un procedimiento muy conveniente para separar el producto esterificado purificado obtenido en el procedimiento según la presente invención, el procedimiento se realiza preferentemente de un modo que el compuesto esterificado se deje cristalizar por enfriamiento a una temperatura comprendida entre -10 y 30 °C.

Otra técnica de cristalización apta es la cristalización en estado de fusión. Se considera apta la cristalización en estado de fusión cuando dos o más sustancias con unas temperaturas de fusión comparables se separarán mediante un cierto grado de enfriamiento. El grado de completitud de dichas separaciones puede depender de las relaciones de equilibrio de fases. Cuando deben refinarse los cristales para eliminar sustancias ocultas, el material recuperado puede abandonar el procedimiento en forma fundida. Posteriormente, se puede solidificar como escamas o gránulos pulverizados. La cristalización en estado de fusión (denominada a veces cristalización extractiva) se basa en el principio de que cuando un material fundido impuro se enfría hasta su temperatura de congelación y se elimina más calor, se solidificará parte del material. En la mayoría de los casos el material solidificado es puro. Las impurezas tienden a concentrarse en la masa fundida. Se recupera el producto purificado separando el material solidificado de la masa fundida y volviéndolo a fundir. Se puede realizar la cristalización en estado de fusión en una película de escurrimiento inmóvil y un equipo de cristalización en suspensión, tal como se conoce en la técnica.

Otra técnica de separación que se puede aplicar convenientemente es la destilación. Generalmente, en primer lugar, se eliminará el alcohol por destilación; a continuación, se someterá a fraccionamiento el producto esterificado. Normalmente se fraccionarán el éster de ácido 2-formilfuran-5-carboxílico, el diéster y el monoéster de ácido 2,5-furandicarboxílico y cualquier ácido 2,5-furandicarboxílico restante en una o más columnas de fraccionamiento. Generalmente se realizará la destilación al vacío para permitir una temperatura que sea baja desde un punto de vista práctico. Los expertos en la materia podrán seleccionar las condiciones de destilación aptas, entre ellas la relación de reflujo, el uso de rehervidor, etc. Se ha descubierto que los compuestos no se ven afectados térmicamente si la temperatura permanece por debajo de 200 °C, preferentemente por debajo de 180 °C. Por lo tanto, las condiciones de destilación aptas comprenden una temperatura de la columna inferior comprendida entre 150 y 200 °C, preferentemente entre 150 y 180 °C, y una temperatura de la columna superior comprendida entre 120 y 150 °C, y una presión de columna comprendida entre 1 y 30 mbar.

El producto esterificado purificado obtenido en el proceso de la presente invención presenta un contenido reducido de éster del ácido 2-formilfuran-5-carboxílico. La cantidad de éster de ácido 2-formilfuran-5-carboxílico puede depender de la intensidad con la que el éster se ha separado del producto esterificado. Se puede haber realizado convenientemente la separación por cristalización y/o destilación. Los expertos en la materia podrán apreciar que, mediante la repetición de las etapas de separación, por ejemplo, recristalizando el producto esterificado purificado una o más veces, se puede aumentar aún más la pureza del producto resultante. Normalmente el producto esterificado purificado presenta un contenido en éster del ácido 2-formilfuran-5-carboxílico comprendido entre 0 y 200 ppm en peso. Mediante destilación y/o recristalización repetida, la cantidad de éster del ácido 2-formilfuran-5-carboxílico se puede reducir a entre 0 y 100 ppm en peso, ventajosamente entre 0 y 50 ppm en peso.

Según la presente invención el compuesto esterificado purificado se pone en contacto con agua para su hidrólisis o saponificación, a fin de obtener un compuesto del producto que comprenda ácido 2,5-furandicarboxílico y una cantidad reducida de ácido 2-formilfuran-5-carboxílico en comparación con el compuesto ácido que se utilizó como material inicial en el procedimiento de la presente invención.

Por saponificación se entiende la hidrólisis catalizada por base de un éster con lo que se forma un alcohol y una sal del ácido. El proceso implica normalmente la reacción de una base acuosa de metal alcalino, tal como NaOH o KOH, con un éster para formar una sal de metal alcalino. La base de metal alcalino se encuentra presente normalmente en por lo menos una cantidad estequiométrica para permitir la formación de la sal.

La hidrólisis de ésteres resulta muy conocida en la técnica. La reacción comprende poner en contacto el éster en cuestión con agua. Convenientemente, el agua se ha acidificado o alcalinizado. Los ácidos y las bases tienden a catalizar la hidrólisis del éster. Por lo tanto, el producto esterificado purificado se pone en contacto convenientemente con agua en presencia de un catalizador de hidrólisis. El catalizador se puede seleccionar de entre una amplia gama de compuestos alcalinos. Resulta más conveniente aplicar ácidos inorgánicos, tales como ácido sulfúrico, ácido clorhídrico, ácido nítrico y similares. Se pueden utilizar asimismo ácidos de Lewis, tal como el tricloruro de aluminio. Los catalizadores alcalinos aptos comprenden hidróxidos de metales alcalinos, tales como hidróxido de sodio o potasio, pero se pueden utilizar asimismo sales de ácidos orgánicos débiles. Las sales de ácido fórmico, ácido acético, ácido propiónico o ácido butírico constituyen unos ejemplos aptos. El catión puede ser cualquier ion metálico, tal como un ion de metal alcalino o un ion de metal alcalinotérreo. Se pueden utilizar asimismo otras sales metálicas de dichos ácidos orgánicos débiles, tales como las sales de zinc. Resulta ventajoso que las sales sean hidrosolubles. Los expertos en la materia podrán apreciar que la naturaleza del catalizador de hidrólisis no es de importancia crítica.

Aunque el catalizador de hidrólisis puede aumentar la velocidad de reacción de la hidrólisis, puede adolecer del inconveniente de que al introducir el catalizador se añade un compuesto extraño que puede contaminar los ácidos resultantes. Por lo tanto, la hidrólisis del compuesto esterificado purificado, es decir, el contacto entre el compuesto esterificado purificado y agua, se realiza convenientemente sin catalizador de hidrólisis. Parece que la conversión de los ésteres en el compuesto esterificado purificado funciona sin problemas asimismo sin un catalizador de hidrólisis adicional. Puesto que se evita el riesgo de contaminación al realizar la hidrólisis sin un catalizador de hidrólisis adicional, se prefiere dicho procedimiento.

Las condiciones de la hidrólisis resultan muy conocidas en la técnica. Es convencional calentar el éster en agua con o sin un ácido o una base. Un rango de temperaturas apto puede ser entre 100 y 200 °C. Puesto que en el presente caso se ha descubierto que es ventajoso realizar la hidrólisis a unas temperaturas superiores a 100 °C, se pretende aplicar una presión superior a 1 bar. Por lo tanto, el compuesto esterificado purificado se pone preferentemente en contacto con agua a una temperatura comprendida entre 120 y 180 °C y a una presión comprendida entre 5 y 30 bar.

Las condiciones de saponificación pueden ser las mismas que las de la hidrólisis. Sin embargo, la temperatura puede ser incluso inferior, por ejemplo, entre 60 y 200 °C. La presión puede variar asimismo entre aproximadamente 1 y 30 bar.

El procedimiento según la presente invención se puede realizar por cargas. Eso permitiría a los expertos en la materia aplicar las condiciones óptimas para cada etapa por separado de cualquier etapa posterior. Las condiciones comprenden asimismo el tiempo de contacto del alcohol con el compuesto ácido, el tiempo de permanencia en cualquier cristalizador y el tiempo de contacto del compuesto esterificado purificado con agua, si se somete dicho compuesto a hidrólisis o saponificación. Sin embargo, el procedimiento según la presente invención se realiza preferentemente como procedimiento continuo. El procedimiento continuo se puede realizar en un reactor de depósito agitado continuo o en cualquier otro reactor continuo. El tiempo de contacto del alcohol con el compuesto ácido se puede realizar, asimismo, por ejemplo, en un reactor de flujo ideal.

Haciendo referencia a la figura, en una unidad de filtración A se introduce una corriente de alimentación 1, que comprende un compuesto ácido con ácido 2-formilfuran-5-carboxílico y ácido 2,5-furandicarboxílico, y un diluyente, por ejemplo, ácido acético. La unidad de filtración produce una disolución madre, que comprende el

diluyente que se extrae a través de un conducto 3, y el compuesto ácido que se extrae de la unidad de filtración A a través de un conducto 2. El compuesto ácido se introduce en una unidad de lavado B, en la que el compuesto ácido se lava con un líquido lavador, tal como agua, suministrada a través de un conducto 4, para eliminar las impurezas, por ejemplo, el ácido acético restante. El lavado se puede realizar agitando el compuesto ácido con el líquido lavador a una temperatura elevada, por ejemplo 80 °C durante un cierto período, tal como entre 0,25 y 1,0 hora. A continuación, se filtra el medio pastoso restante. Es posible secar la torta de filtro, es decir, el compuesto ácido, antes de continuar tratándolo (no representada).

El líquido lavador utilizado se descarga a través de un conducto 5 y el compuesto ácido lavado se pasa por un conducto 6 hasta una unidad de esterificación C. El compuesto ácido se pone en contacto con un alcohol, por ejemplo, metanol, que se introduce a través de un conducto 7, opcionalmente junto con un catalizador homogéneo, por ejemplo, ácido sulfúrico, que se encuentra en el alcohol. El tiempo de contacto del compuesto ácido con el alcohol puede ser, por ejemplo, 10 horas a una presión de hasta 5 bar y una temperatura de aproximadamente 80 °C. Alternativamente, el contacto se realiza en unas condiciones de reflujo atmosférico (es decir, un bar y, por ejemplo, 65 °C) durante hasta 24 horas. Se retira el producto esterificado resultante a través de un conducto 8 y se pasa a una unidad de cristalización D. En la unidad D, los compuestos del conducto 8 se enfrían a una temperatura de aproximadamente 20 °C, con lo que precipitan el monoéster y el diéster del ácido 2,5-furandicarboxílico. A continuación, se filtra el producto obtenido, produciendo una disolución madre que comprende el alcohol, el éster del ácido 2-formilfuran-5-carboxílico y opcionalmente algo de monoéster y diéster del ácido 2,5-furandicarboxílico, que se retira a través de un conducto 9, y un compuesto esterificado purificado, que comprende principalmente compuestos del ácido 2,5-furandicarboxílico que se recuperan a través de un conducto 10.

Mediante dicho conducto 10, se puede pasar el producto esterificado purificado a una unidad de hidrólisis E. En la unidad E, se disuelve el producto purificado en una disolución acuosa de, por ejemplo, hidróxido de sodio suministrado a través de un conducto 11 a la unidad E, en la que tiene lugar la hidrólisis en unas condiciones de reflujo. Cuando se completa la hidrólisis, por ejemplo, después de dos horas, se añade una parte alícuota de ácido clorhídrico acuoso a través de un conducto 12 a la unidad E para neutralizar la disolución. Como resultado de ello se obtiene la precipitación del ácido 2,5-furandicarboxílico. Se filtra el precipitado de la disolución madre restante y, a través de un conducto 13 se pasa a una unidad de recristalización F. Se añade agua a la unidad de recristalización F a través de un conducto 14 en unas cantidades tales que el precipitado de la unidad E se disuelve totalmente. Ello puede suponer una relación en peso entre el ácido 2,5-furandicarboxílico y el agua entre aproximadamente 1 y 10. Se pueden mantener los compuestos de la unidad de recristalización F en unas condiciones de reflujo, es decir, una temperatura de aproximadamente 100 °C a presión atmosférica. Cuando se disuelven todos los sólidos, la disolución obtenida se deja enfriar hasta una temperatura de aproximadamente 20 °C, con lo que se obtiene la precipitación del ácido 2,5-furandicarboxílico purificado. El precipitado se filtra y se recupera a través de un conducto 15. La fase acuosa restante se descarga a través de un conducto 16. El producto del ácido 2,5-furandicarboxílico purificado recuperado se puede secar antes de continuar utilizándolo.

La presente invención se continuará ilustrando mediante los ejemplos siguientes.

EJEMPLO 1

En los experimentos siguientes se utilizó un compuesto ácido que se obtuvo a partir de la oxidación del 5-metoximetilfurfural en ácido acético en presencia de un catalizador que comprendía cobalto, manganeso y bromuro. Precipitó el compuesto ácido y se filtró el producto sólido para eliminar el ácido acético. Posteriormente, se mezcló el compuesto ácido con agua, se agitó durante 30 minutos a 80 °C, se filtró y se secó a temperatura ambiente a un vacío de 50 mbar. El compuesto ácido comprendía aproximadamente un 1% en peso de ácido 2-formilfuran-5-carboxílico ("FFCA") y aproximadamente un 3% en peso de éster monometílico del ácido 2,5-furandicarboxílico ("FDCA-ME"), unas pocas ppm del éster metílico del FFCA ("FFCA-ME"), siendo el resto ácido 2,5-furandicarboxílico ("FDCA").

Se recogió una parte en peso del compuesto ácido en cuatro partes en peso de metanol, y se añadió ácido sulfúrico como catalizador de esterificación. Las mezclas obtenidas se sometieron a distintas condiciones de esterificación en lo que se refiere a presión, temperatura y cantidad de ácido sulfúrico. Después de que la reacción de esterificación alcanzó el equilibrio, se dejaron enfriar las mezclas a temperatura ambiente y se dejó durante la noche. Cristalizó un precipitado. Se filtró el precipitado y se secó durante la noche a 50 °C y a 100 mbar. Se determinó la composición del mismo mediante HPLC. Los productos comprendían FFCA, FFCA-ME y compuestos del ácido 2,5-furandicarboxílico (FDCA-c), es decir, el ácido, el éster monometílico y el éster dimetílico. Se determinaron las cantidades de FFCA y FFCA-ME, siendo el resto FFDA-c.

Los resultados de los experimentos se muestran en la Tabla 1 siguiente.

Tabla 1

Exp. N.	P, bar	T, °C	H ₂ SO ₄ , vol %	FFCA, ppm en peso	FFCA-ME, ppm en peso
1	1	65	1	19	423
2	8,6	140	1	0	56
3	8,8	140	10	0	172
4	40,4	180	1	13	63
5	5,9	120	1	81	429

Los resultados demuestran cómo la esterificación y la cristalización dieron como resultado un producto esterificado purificado que comprendía unas cantidades significativamente muy inferiores de derivados del FFCA que el producto ácido original.

EXPERIMENTO COMPARATIVO 1

Un producto ácido, obtenido de un modo similar al descrito en el ejemplo 1, se lavó con agua y se determinó la cantidad de FFCA en el mismo. El producto se recogió posteriormente en agua a 90 °C y se disolvió completamente. La relación en peso entre el producto ácido y el agua fue de aproximadamente 1:150. La disolución se dejó enfriar a 20 °C y se formó un precipitado. Se separó por filtración el precipitado y se secó. Dicho precipitado se recrystalizó dos veces más, utilizando este procedimiento. Se determinó el rendimiento de sólidos obtenidos, basándose en el peso del producto ácido. Se determinó asimismo la cantidad de FFCA en el precipitado final. Los resultados se muestran en la tabla 1C a continuación.

El experimento de recrystalización se repitió con el mismo producto ácido como material inicial, pero en el producto se disolvió en ácido acético a 100 °C. La relación en peso entre el producto ácido y el ácido acético fue aproximadamente de 1:150. La disolución se dejó enfriar a 5 °C y se formó un precipitado. Se separó por filtración el precipitado y se secó. Se determinó el rendimiento de sólidos obtenidos tras tres recrystalizaciones, basándose en el peso del producto ácido. Se determinó asimismo la cantidad de FFCA en el precipitado final. Los resultados se muestran en la Tabla 1C a continuación.

El experimento de recrystalización se repitió con el mismo producto ácido como material inicial, pero en el producto se disolvió en metanol a 60 °C. La relación en peso entre el producto ácido y el metanol fue aproximadamente de 1:26. La disolución se dejó enfriar a -20 °C y se formó un precipitado. Se separó por filtración el precipitado y se secó. Se determinó el rendimiento de sólidos obtenidos tras tres recrystalizaciones, basándose en el peso del producto ácido. Se determinó asimismo la cantidad de FFCA en el precipitado final. Los resultados se muestran en la Tabla C1 a continuación.

Tabla C1.

Exp. N.	Disolvente	FFCA (producto ácido), ppm en peso	FFCA (recrystalizado) ppm en peso	Rendimiento de sólidos, % en peso
C1	Agua	6244	3382	53
C2	Ácido acético	6244	1894	60
C3	Metanol	6244	486	15

Dichos resultados demuestran que la recrystalización únicamente tiene un efecto limitado en la extracción del FFCA del producto ácido, mientras que la pérdida de producto es considerable.

EJEMPLO 2

Este experimento demuestra que la reacción de esterificación se puede realizar asimismo en un modo continuo.

En un modo continuo, se pasó una disolución de alimentación del 1% en peso de un compuesto de FDCA que comprendía aproximadamente un 1% en peso de FFCA, basándose en el FDCA, en metanol a través de un reactor de flujo ideal de 15 ml a diversas temperaturas y diversas velocidades de alimentación, lo que dio como resultado distintos tiempos de permanencia. Para garantizar las condiciones de estado estable, no se recoge una muestra de producto hasta que se haya lavado con la alimentación por lo menos tres veces el volumen de la unidad. La presión en el reactor fue de 100 bar. La disolución de alimentación comprendía una cantidad inferior de ácido sulfúrico como catalizador de esterificación. Se investigó el efecto del agua añadiendo un poco de agua a la disolución de alimentación. El producto comprendía el producto esterificado.

Las condiciones de la reacción y los resultados se presentan en la Tabla 2

Tabla 2

Exp. N.	T, °C	Agua de alimentación, vol%	tiempo, min	H ₂ SO ₄ , mmol	Conversión, %
6	240	5	7,9	5	99,4
7	240	5	7,9	10	94,9
8	220	0	7,9	10	95,5
9	220	0	7,9	5	95,2
10	180	5	2,0	5	36,0
11	180	5	3,9	5	85,1

5

Los resultados demuestran que la esterificación se puede realizar efectivamente en un proceso continuo. El producto del mismo puede someterse posteriormente a la separación de cualquier derivado del FFCA presente en el mismo.

10

EJEMPLO 3

De un modo similar al procedimiento del ejemplo 2, se pasó en un modo continuo una disolución de alimentación del 1% en peso de un compuesto ácido de FDCA que comprendía aproximadamente un 1% en peso de FFCA, basándose en el FDCA, en metanol a través de un reactor de flujo ideal de 15 ml a diversas temperaturas y diversas velocidades de alimentación, lo que dio como resultado distintos tiempos de permanencia. Para garantizar las condiciones de estado estable, no se recoge una muestra de producto hasta que se haya lavado con la alimentación por lo menos tres veces el volumen de la unidad. Se analizó la muestra del producto utilizando cromatografía líquida. La presión en el reactor fue de 100 bar y la temperatura se mantuvo a 200 °C. Se cargó el reactor con un catalizador heterogéneo tal como se indica en la Tabla 3. El producto comprendía el producto esterificado. El tiempo de permanencia en cada experimento fue de 2 min.

15

20

Los catalizadores utilizados fueron una H-zeolita Y (Cat. N. 1), H-zeolita-Y ultraestable (Cat. N. 2), H-zeolita-Y muy ultraestable (Cat. N. 3), H-zeolita-Y ultraestable desaluminada (Cat. N. 4) y SAPO-34 (Cat. N. 5).

25

Las condiciones de la reacción y los resultados se presentan en la Tabla 3

Tabla 3

Exp. N.	Cat. N.	Conversión, %
12	1	99,9
13	2	99,6
14	3	84,1
15	4	100,0
16	5	99,9

30

Dichos resultados demuestran que se puede alcanzar muy eficazmente la esterificación de un producto de FDCA mediante un catalizador zeolítico. El producto esterificado se puede someter a separación mediante, por ejemplo, cristalización o destilación.

35

EJEMPLO 4

De un modo similar a los experimentos del ejemplo 3, se realizaron una serie de experimentos utilizando una resina de intercambio iónico de poliestireno-divinilbenceno sulfonado halogenado, comercializada con la marca registrada Amberlyst 70.

40

La presión en el reactor fue de 100 bar. La temperatura varió entre 130 y 160 °C. Se varió el tiempo de permanencia ajustando el caudal de la disolución de alimentación. Los resultados se indican en la Tabla 4 a continuación.

45

Tabla 4

Exp. N.	T, °C	Tiempo de permanencia, min	Conversión, %
17	130	1,0	51,7
18	130	5,0	99,7
19	130	10,0	100,0
20	140	2,4	93,4
21	140	6,9	99,4
22	140	1,0	65,0
23	140	5,0	99,9
24	140	10,0	100,0
25	150	1,0	71,7
26	150	5,0	100,0
27	160	1,0	80,2

- 5 Dichos resultados demuestran que la esterificación se puede realizar asimismo efectivamente utilizando una resina de intercambio iónico como catalizador.

EJEMPLO 5

- 10 Se aislaron dos productos ácidos, obtenidos a partir de dos oxidaciones separadas de metoximetilfurfural sobre un catalizador de cobalto/manganeso/bromuro. Se determinaron las cantidades de ácido 2-formilfuran-5-carboxílico y ácido furan-2,5-dicarboxílico en ambos productos. Se lavó un producto ácido con agua en una cantidad de diez veces el peso del producto ácido. Se lavó otro producto ácido asimismo con ácido acético en una cantidad de diez veces el peso del producto ácido.

- 15 Los productos ácidos se recogieron posteriormente en metanol (en un medio pastoso al 20%) y en un reactor químico por cargas mantenido a 160 °C y 40 bar durante un período de 6 horas. Se determinaron las cantidades de los compuestos resultantes. El producto limpiador, la composición de los materiales iniciales y las cantidades de los compuestos resultantes se indican en la Tabla 5, en la que AcOH = ácido acético y FDCA-DME = éster dimetílico del FDCA. Las cantidades se indican en porcentajes molares, basándose en el material inicial y los compuestos resultantes, respectivamente.

Tabla 5

Exp. N.	Lavado	Material inicial		Compuestos resultantes ⁽¹⁾				
		FDCA	FFCA	FDCA	FDCA-ME	FDCA-DME	FFCA	FFCA-ME
28	agua	98,8	1,2	0,9	26,3	73,1	0,1	0,7
29	AcOH	98,4	1,6	4,4	18,1	74,9	0,3	1,1

⁽¹⁾ Debido a las acciones experimentales analíticas, los porcentajes no suman exactamente el 100%

- 25 Los experimentos demuestran que la esterificación se puede realizar convenientemente sin utilizar un catalizador adicional.

EJEMPLO 6

- 30 En una serie de experimentos por cargas, el éster dimetílico del ácido 2,5-furandicarboxílico se recogió en agua sin o con un catalizador. El catalizador era ácido sulfúrico (catalizador A) o acetato de zinc (catalizador B). A diversas temperaturas, presiones y durante distintos tiempos de contacto, se sometió a hidrólisis la mezcla obtenida. Las condiciones de la reacción y los resultados se muestran en la Tabla 6.

Tabla 6

Exp. N.	T, °C	catalizador	Tiempo de contacto, min	p, bar	FDCA-DME en alimentación, % en peso	Conversión, %
30	100	1% en peso, A	300	1	25	24,6
31	120	0,25% en peso, A	360	20	20	57,2
32	120	1% en peso, A	360	20	20	94,4
33	120	1% en peso,	360	20	20	37,5
34	140	-	360	20	20	75,4
35	140	1% en peso,	100	20	20	96,7
36	140	1% en peso,	360	20	20	91,2
37	160	-	100	20	20	98,2
38	160	1% en peso,	100	20	20	81,2
39	160	1% en peso,	300	20	20	98,5
40	180	-	30	15	25	57,6

Estos resultados demuestran que, si se ha purificado el producto esterificado, se puede alcanzar fácilmente la hidrólisis para recuperar el ácido del FDCA, si se pretende dicho producto.

5

EJEMPLO 7

Se tomó un compuesto de FDCA ("Compuesto A") en metanol y ácido sulfúrico en un recipiente cerrado. La relación en peso entre el compuesto de FDCA y el metanol fue de 1:4. La mezcla resultante se sometió a esterificación a 80 °C durante aproximadamente 12 horas a presión autógena. Se formó un precipitado, que se separó por filtración. Se volvió a disolver en metanol la torta de filtro a 60 °C y se recristalizó por enfriamiento a 25 °C. Se recuperó por filtración el producto recristalizado de este modo que comprende principalmente FDCA-DME y se secó ("Compuesto B").

Se mezcló el compuesto B con una disolución acuosa de hidróxido sódico; la relación equivalente entre el hidróxido sódico y el éster dimetílico de FDCA fue de 2,41. El diéster se saponificó con la sal disódica calentando la mezcla a aproximadamente 80 °C y a aproximadamente la presión atmosférica. La cantidad de agua resultó suficiente para solubilizar completamente la sal disódica.

Se neutralizó la sal disódica añadiendo un pequeño exceso de ácido sulfúrico con lo que precipitó el FDCA liberado. Se recuperó por filtración el FDCA precipitado y se lavó con agua. Se retiró del filtro el producto de FDCA lavado y se recogió en agua a 150 °C y a 5 bar para disolver completamente el producto de FDCA. Se enfrió a temperatura ambiente la disolución obtenida al mismo tiempo que precipitó el FDCA recristalizado. Dicho producto recristalizado de FDCA se obtuvo por filtración y secado posterior al vacío a 70 °C ("Compuesto C"). El rendimiento del Compuesto C fue de aproximadamente un 65% en moles, basándose en el Compuesto A.

Los componentes de los Compuestos A, B y C se muestran en la Tabla 7.

30

Tabla 7

Compuesto	FFCA, ppm en peso	FFCA-ME, ppm en peso	FDCA, % en peso	FDCA-ME, ppm en peso	FDCA-DME, % en peso
A	8751	21	98,0	10.616	-
B	0	18	-	3.149	99,7
C	0	0	100,0	37	-

Los resultados demuestran que la secuencia de esterificación de un producto de FDCA con recristalización y saponificación posterior produce un rendimiento satisfactorio del producto de FDCA puro.

35

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento destinado a purificar un compuesto ácido que comprende ácido 2-formilfuran-5-carboxílico y ácido 2,5-furandicarboxílico, que comprende;
5 poner en contacto el compuesto ácido con un alcohol para obtener un compuesto esterificado;
separar el éster de ácido 2-formilfuran-5-carboxílico del compuesto esterificado para obtener un producto esterificado purificado; y
poner en contacto el compuesto esterificado purificado con agua para saponificación o hidrólisis, a fin de
10 obtener un compuesto del producto, que comprende ácido 2,5-furandicarboxílico y una cantidad reducida de ácido 2-formilfuran-5-carboxílico.
2. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que el compuesto ácido proviene de la oxidación de 5-alcoximetilfurfural, 5-hidroximetilfurfural o una mezcla de los mismos.
- 15 3. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 o 2, en el que el compuesto ácido comprende entre el 0,1 y el 4,0% en peso de ácido 2-formilfuran-5-carboxílico, basándose en el peso del compuesto ácido.
4. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que el compuesto ácido se pone en
20 contacto con un monoalcohol.
5. Procedimiento según la reivindicación 4, en el que el monoalcohol es un alcohol que presenta entre 1 y 8 átomos de carbono, siendo preferentemente etanol o metanol.
- 25 6. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en el que el alcohol se encuentra presente en un exceso molar del compuesto ácido, encontrándose la relación molar entre el alcohol y el compuesto ácido comprendida preferentemente entre 5:1 y 100:1.
- 30 7. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en el que el compuesto ácido se pone en contacto con un alcohol con o sin un catalizador de esterificación.
8. Procedimiento según la reivindicación 7, en el que el compuesto ácido se pone en contacto con un alcohol en presencia de un catalizador de esterificación y el catalizador de esterificación es un catalizador ácido, seleccionándose el catalizador ácido preferentemente de entre el grupo que comprende ácidos inorgánicos
35 minerales, zeolitas, resinas de intercambio iónico y mezclas de los mismos.
9. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en el que el compuesto ácido se pone en contacto con un alcohol a una temperatura comprendida entre 60 y 250 °C, preferentemente entre 70 y 200 °C, y una presión comprendida entre 1 y 100 bar, preferentemente entre 1 y 70 bar.
- 40 10. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, en el que se somete el compuesto esterificado a cristalización y/o destilación.
- 45 11. Procedimiento según la reivindicación 10, en el que el compuesto esterificado se deja cristalizar por enfriamiento a una temperatura comprendida entre -30 y 40 °C, preferentemente a una temperatura comprendida entre -10 a 30 °C.
- 50 12. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, en el que el compuesto esterificado purificado se pone en contacto con agua en presencia de un catalizador de hidrólisis.
13. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, en el que el compuesto esterificado purificado se pone en contacto con agua sin un catalizador de hidrólisis.
- 55 14. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 13, en el que el compuesto esterificado purificado se pone en contacto con agua a una temperatura comprendida entre 120 y 180 °C y a una presión comprendida entre 5 y 30 bar.
15. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 14, que se realiza como proceso continuo.

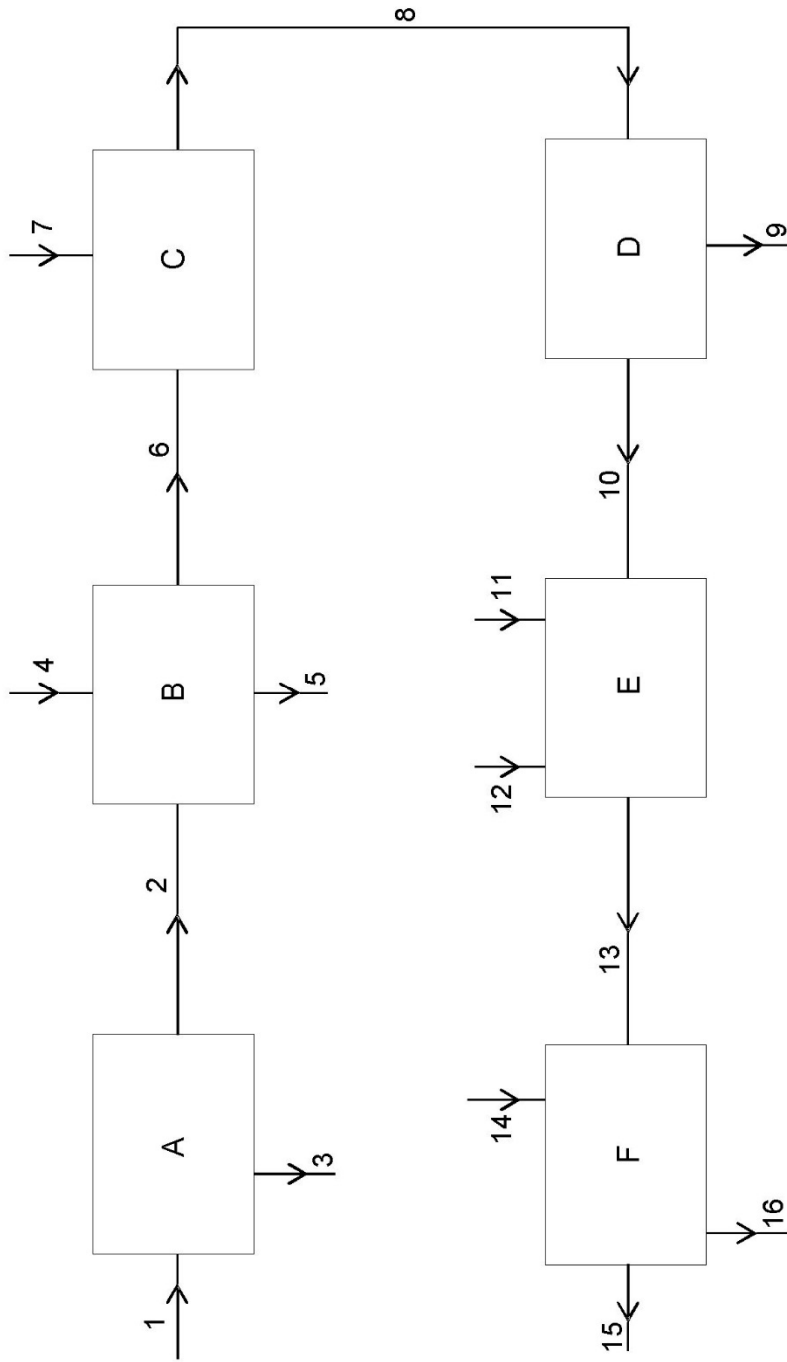


FIGURA 1