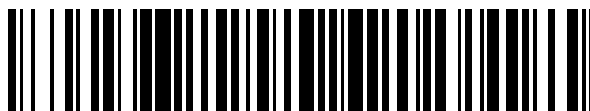


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 724 912**

51 Int. Cl.:

C07C 37/74 (2006.01)

C07C 37/84 (2006.01)

C07C 39/30 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **01.12.2014 PCT/EP2014/076140**

87 Fecha y número de publicación internacional: **11.06.2015 WO15082415**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **01.12.2014 E 14805905 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **06.02.2019 EP 3077353**

54 Título: **Proceso para purificar 2,5-diclorofenol**

30 Prioridad:

04.12.2013 US 201361911509 P
23.12.2013 EP 13199434

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
17.09.2019

73 Titular/es:

BASF SE (100.0%)
Carl-Bosch-Strasse 38
67056 Ludwigshafen am Rhein, DE

72 Inventor/es:

KLAUBER, ERIC GEORGE;
RACK, MICHAEL;
ZIERKE, THOMAS;
WLOCH, SEBASTIAN;
HOLUB, NICOLE;
DUDENHOEFFER, STEFAN;
SCHMELEBECK, GERALD;
JI, JUNMIN y
CORTES, DAVID

74 Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

ES 2 724 912 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 2,5-diclorofenol

5 La presente invención se refiere a un proceso para purificar 2,5-diclorofenol. En una realización preferente, la presente invención proporciona un proceso para purificar 2,5-diclorofenol con una mejor pureza y/o un mejor rendimiento global. 2,5-diclorofenol es un importante producto intermedio en la producción del herbicida dicamba (ácido 3,6-dicloro-2-metoxibenzoico).

Antecedentes de la invención

10 Dicamba es un herbicida selectivo que se utiliza actualmente, p.ej., para el tratamiento de maíz, trigo o pastizales. Elimina malas hierbas de hoja ancha antes y después de que broten. El nombre vulgar dicamba se refiere al compuesto ácido 3,6-dicloro-2-metoxibenzoico.

15 Dicamba se produce normalmente a escala industrial a partir de 2,5-diclorofenol aplicando carboxilación en condiciones Kolbe-Schmitt, metilación y posteriormente saponificación/acidificación. 2,5-diclorofenol, a su vez, puede obtenerse a partir de 1,4-diclorobenceno o 1,2,4-triclorobenceno. La ruta de síntesis a través de 1,4-diclorobenceno implica la nitración y la posterior diazotación y, por tanto, no es deseable para su uso a escala industrial. La ruta de síntesis a través de 1,2,4-triclorobenceno adolece de la disponibilidad limitada de este material de partida y de la formación de varios subproductos que se forman en la síntesis de 2,5-diclorofenol.

Para satisfacer la creciente demanda en el mercado de compuestos como dicamba, existe la necesidad en la técnica de procesos que proporcionen 2,5-diclorofenol con una pureza aceptable y/o una mejor eficiencia de purificación global, de manera que se puedan aprovechar más eficientemente los limitados recursos de este compuesto.

20 El objeto de la presente invención es satisfacer la necesidad expuesta. En particular, el objeto de la presente invención es proporcionar un proceso para purificar 2,5-diclorofenol con una mejor eficiencia de purificación global y/o una alta pureza. El proceso de acuerdo con la presente invención es rentable y se puede llevar a cabo a escala industrial.

La patente estadounidense US 3.013.054 se refiere a la producción de 2-metoxi-3,6-diclorobenzoatos.

25 La patente estadounidense US 3.726.929 divulga un proceso para la producción de dihalofenoles. El proceso se lleva a cabo en presencia de un hidrocarburo eficaz para provocar la reacción de agua o impedir la sublimación de trihalobenceno y/o dicho disolvente es un glicol de C₂-C₄ que se separa de la mezcla de reacción antes de liberar los dihalofenoles.

Sumario de la invención

30 La presente invención se refiere a un proceso para purificar 2,5-diclorofenol, comprendiendo el proceso las etapas de:

- 35 (i) someter una mezcla (M) que comprende 2,5-diclorofenol, 2,4-diclorofenol y, opcionalmente, 3,4-diclorofenol a destilación para obtener un destilado (D) y
 (ii) someter el destilado (D) a una etapa de cristalización por fundido en suspensión para obtener una fracción cristalina (C) y aguas madre (L).

En una realización preferente, dicho proceso comprende además la etapa de:

- (iii) combinar una composición obtenida a partir de las aguas madre (L) en la etapa (ii) con una materia prima (F) que comprende 2,5-diclorofenol, 2,4-diclorofenol y, opcionalmente, 3,4-diclorofenol, para obtener la mezcla (M) para someterla a destilación en la etapa (i).

40 Dentro de la técnica se conocen procesos para purificar mezclas que comprenden 2,5-diclorofenol. Por ejemplo, en la patente alemana DE 35 12 877 se describe un proceso para obtener 2,5-diclorofenol a partir de una mezcla isomérica con 2,4-diclorofenol por recristalización en agua. En los procesos de cristalización simples, permanecen grandes cantidades de 2,5-diclorofenol en las aguas madre de modo que la eficiencia de purificación global es baja. Por otra parte, si se lleva a cabo la cristalización hasta el punto de recuperar una fracción mayor de 2,5-diclorofenol, el grado de pureza resultante se ve afectado. Además, los procesos que implican más de una etapa de cristalización para aumentar la cantidad de 2,5-diclorofenol separado de las aguas madre requieren un mayor esfuerzo y coste.

45

Los autores de la presente invención han observado que se puede emplear un proceso de purificación híbrido que

implica la destilación y cristalización purificando 2,5-diclorofenol con un alto grado de pureza y una mayor eficiencia de purificación global.

5 Los autores de la presente invención han investigado también la destilación como un método alternativo para separar 2,5-diclorofenol de impurezas típicas como 2,4-diclorofenol y/o 3,4-diclorofenol. Sin embargo, los autores de la invención han observado que las presiones de vapor, especialmente de 2,5-diclorofenol y 2,4-diclorofenol, son demasiado similares como para permitir una separación eficiente en columnas de destilación de tamaño razonable. Por otra parte, se ha observado que una etapa de destilación de una mezcla que comprende 2,5-diclorofenol, 2,4-diclorofenol y, opcionalmente, 3,4-diclorofenol puede proporcionar una composición enriquecida en su contenido en 2,5-diclorofenol suficiente para una cristalización eficaz. Por tanto, de acuerdo con la presente invención, se somete una materia prima que comprende 2,5-diclorofenol, 2,4-diclorofenol y, opcionalmente, 3,4-diclorofenol a una etapa de destilación (i) y se somete el destilado (D) obtenido a una etapa de cristalización por fundido en suspensión (ii) para obtener una fracción cristalina (C) de 2,5-diclorofenol purificado y aguas madre (L).

15 En una realización preferente de acuerdo con la presente invención, se combina una composición obtenida a partir de las aguas madre (L) con una materia prima (F), que comprende 2,5-diclorofenol, 2,4-diclorofenol y, opcionalmente, 3,4-diclorofenol para obtener una mezcla (M) que se puede reciclar en la etapa de destilación (i). Dependiendo de cómo se lleva a cabo la etapa de cristalización (ii), tal como se describe con mayor detalle más adelante, se puede proporcionar la composición obtenida de las aguas madre (L) tras la separación en disolvente o se pueden utilizar las aguas madre (L) directamente, en caso de que no se utilice disolvente durante la cristalización. Por tanto, la relación de mezclado de la composición obtenida de las aguas madre (L) y de la materia prima (F) reciente puede ajustarse de manera que se obtenga una alta eficiencia de purificación global en la etapa de destilación (i) y se obtenga un alto grado de pureza en la etapa de cristalización por fundido en suspensión (ii).

25 En una realización preferente, la materia prima (F) se obtiene por hidrólisis de 1,2,4-triclorofenol en presencia de un hidróxido de metal alcalino o un alcóxido de metal alcalino, tal como se describe con mayor detalle más adelante. La mezcla de producto obtenida en esta reacción incluye normalmente importantes cantidades de 2,5-diclorofenol e impurezas como 2,4-diclorofenol y/o 3,4-diclorofenol. Por tanto, en una realización preferente, la mezcla (M) anterior y/o la materia prima (F) comprende de 40 a 95 % en peso, más preferentemente de 50 a 85 % en peso, particularmente preferentemente de 40 a 80 % en peso de 2,5-diclorofenol; de 5 a 60 % en peso, más preferentemente de 10 a 40 % en peso, particularmente preferentemente de 10 a 20 % en peso de 2,4-diclorofenol y, opcionalmente, de 0 a 30 % en peso, más preferentemente de 5 a 25 % en peso, particularmente preferentemente de 10 a 20 % en peso de 3,4-diclorofenol.

35 Tal como se ha mencionado, los autores de la presente invención han observado que es adecuada una etapa de destilación para satisfacer los requisitos de alimentación de la etapa de cristalización, es decir, para proporcionar una fracción adecuada de 2,5-diclorofenol en el destilado para alimentar el cristalizador. Asimismo, es adecuada una etapa de destilación para reducir significativamente la cantidad de otras importantes impurezas, como por ejemplo especialmente 3,4-diclorofenol y para mantener el alto rendimiento global. Por tanto, en una realización preferente, el destilado (D) obtenido en la etapa (i) comprende de 50 a 95 % en peso, más preferentemente de 55 a 85 % en peso, particularmente preferentemente de 60 a 80 % en peso de 2,5-diclorofenol.

40 La etapa de destilación (i) se lleva a cabo normalmente en una columna de destilación conocida en la técnica. En una realización preferente, la etapa de destilación (i) se lleva a cabo a una presión de 5 kPa a 25 kPa, más preferentemente de 5 kPa a 20 kPa, particularmente preferentemente de 8 kPa a 20 kPa, y una temperatura de fondo de 60 °C a 230 °C, más preferentemente de 65 °C a 215 °C, particularmente preferentemente de 70 °C a 200 °C. La temperatura en la cabeza de la columna depende del punto de ebullición de la mezcla a la presión dada y será normalmente en torno a 60 °C.

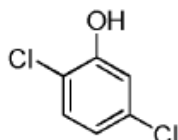
45 Por tanto, se puede obtener un destilado (D) que comprende 2,5-diclorofenol en cantidades suficientemente altas para una cristalización eficaz para obtener un grado de pureza aceptable. Por consiguiente, en una realización preferente de la invención, la fracción cristalina (C) obtenida en la etapa (ii) comprende de 80 a 99,9 % en peso, más preferentemente de 85 a 99,9 % en peso, particularmente preferentemente de 90 a 99,9 % en peso de 2,5-diclorofenol.

50 Existen varias opciones en la técnica en cuanto a cómo llevar a cabo la etapa de cristalización. Por ejemplo, se puede cristalizar la mezcla obtenida tras la destilación en una solución súper saturada en un disolvente adecuado, como por ejemplo la recristalización en agua, tal como se describe en la patente alemana DE 35 12 877. Sin embargo, será necesario eliminar el disolvente de las aguas madre (L) obtenidas tras la cristalización. La temperatura durante la cristalización por fundido en suspensión es normalmente lo suficientemente alta como para proporcionar inicialmente un fundido, pero lo suficientemente baja para permitir la cristalización de 2,5-diclorofenol. Por tanto, la temperatura durante la cristalización por fundido en suspensión oscila normalmente entre 15 °C y 55 °C.

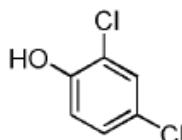
Descripción detallada de la invención

A continuación, se describen con mayor detalle realizaciones ilustrativas de la presente invención.

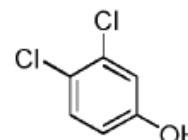
La presente invención proporciona un proceso mejorado para purificar 2,5-diclorofenol. Tal como se ha indicado, 2,5-diclorofenol es un producto intermedio importante para la síntesis química del herbicida dicamba. 2,5-diclorofenol se puede obtener por hidrólisis de 1,2,4-triclorobenceno. Los procesos convencionales para hidrolizar 1,2,4-trihalobenceno se llevan a cabo normalmente utilizando un hidróxido de metal alcalino, como NaOH, y un disolvente alcohólico, como metanol. La reacción tiene como resultado una mezcla de diferentes regioisómeros, es decir, 2,5-regioisómeros, 2,4-regioisómeros y 3,4-regioisómeros.



2,5-regioisómero



2,4-regioisómero



3,4-regioisómero

10

15

Por ejemplo, la hidrólisis de 1,2,4-triclorobenceno en metanol utilizando NaOH tiene como resultado una mezcla de 2,5-diclorofenol, 2,4-diclorofenol y 3,4-diclorofenol y cantidades menores de éter metílico de 2,5-diclorofenol, éter metílico de 2,4-diclorofenol y éter metílico de 3,4-diclorofenol. La mezcla comprende normalmente de 40 a 95 % en peso, preferentemente de 50 a 85 % en peso, más preferentemente de 40 a 80 % en peso de 2,5-diclorofenol; de 5 a 60 % en peso, preferentemente de 10 a 40 % en peso, más preferentemente de 10 a 20 % en peso de 2,4-diclorofenol; y, opcionalmente, de 0 a 30 % en peso, preferentemente de 5 a 25 % en peso, más preferentemente de 10 a 20 % en peso de 3,4-diclorofenol.

20

25

De acuerdo con la presente invención, se somete una mezcla (M) que comprende 2,5-diclorofenol, 2,4-diclorofenol y, opcionalmente, 3,4-diclorofenol a una etapa de destilación (i) para obtener un destilado (D). Por ejemplo, en este punto se puede utilizar una mezcla obtenida tal como se ha descrito, obtenida por hidrólisis de 1,2,4-triclorobenceno. Alternativamente, puede obtenerse una mezcla (M) combinando una composición obtenida a partir de las aguas madre (L) en la etapa de cristalización por fundido en suspensión (ii) con materia prima (F) nueva que comprende 2,5-diclorofenol, 2,4-diclorofenol y, opcionalmente, 3,4-diclorofenol. En esta realización, se puede emplear una mezcla obtenida a partir de la hidrólisis de 1,2,4-triclorofenol, tal como se ha descrito como materia prima (F).

30

La destilación separa normalmente la mayor parte de 3,4-diclorofenol y aumenta el contenido en 2,5-diclorofenol. Siendo así, en una realización preferente, el destilado (D) comprende 2,5-diclorofenol en una cantidad de 60 a 95 % en peso, siendo el resto sobre todo 2,4-diclorofenol. Por ejemplo, el destilado (D) puede comprender de 50 a 95 % en peso, más preferentemente de 55 a 85 % en peso, particularmente preferentemente de 60 a 80 % en peso de 2,5-diclorofenol; y de 5 a 50 % en peso, más preferentemente de 15 a 45 % en peso, lo más preferentemente de 20 a 40 % en peso de 2,4-diclorofenol.

35

40

45

Asimismo, la destilación se lleva a cabo en una columna de destilación convencional conocida en la técnica. Dichas columnas convencionales pueden tener una altura de aproximadamente 70 a 90 m, si bien, de acuerdo con la invención, pueden emplearse columnas de una altura menor, como por ejemplo de 25 a 60 m.

La etapa de destilación (i) se lleva a cabo a presión reducida, normalmente, a una presión de aproximadamente 5 kPa a 25 kPa, más preferentemente de 5 kPa a 20 kPa, particularmente preferentemente de 8 kPa a 20 kPa, y una temperatura de fondo de 60 °C a 230 °C, más preferentemente de 65 °C a 215 °C, particularmente preferentemente de 70 °C a 200 °C. Las personas expertas en la materia sabrán que las presiones más altas requieren el uso de temperaturas más altas. La separación de 2,5-diclorofenol de 2,4-diclorofenol durante la destilación es mejor a presiones más bajas. Por tanto, en una realización, la etapa de destilación se lleva a cabo a una presión de aproximadamente 5 kPa a aproximadamente 8 kPa y una temperatura de fondo de columna de 150 °C a aproximadamente 156 °C. Por otra parte, se puede reducir la producción si la presión es baja. Por lo tanto, en una realización alternativa, la etapa de destilación se lleva a cabo a una presión de aproximadamente 12 kPa a aproximadamente 15 kPa y una temperatura de fondo de columna de 166 °C a aproximadamente 176 °C. Si se desea un mayor aumento de pureza y producción durante la destilación, se puede llevar a cabo la etapa de destilación a una presión de 8 kPa a aproximadamente 12 kPa y una temperatura de fondo de columna de 156 °C a aproximadamente 166 °C. La temperatura de la cabeza de columna en cada caso depende del punto de ebullición de la composición dada a la presión dada y será normalmente en torno a 60 °C.

50

De acuerdo con la presente invención, el destilado (D) así obtenido se somete a una etapa de cristalización por fundido en suspensión (ii). En la etapa de cristalización por fundido en suspensión (ii), se obtiene una fracción

crystalina (C) y unas aguas madre (L). La expresión "aguas madre" en este sentido se refiere al residuo líquido que resulta de la separación de los cristales obtenidos.

5 La fracción cristalina (C) obtenida en la etapa de cristalización por fundido en suspensión (ii) comprende 2,5-diclorofenol en un alto grado de pureza. La pureza final, así como la eficiencia de separación obtenida tras la cristalización puede depender de varios factores como la duración de la cristalización o el grado de enfriamiento durante la cristalización. La fracción cristalina (C) obtenida de acuerdo con la presente invención comprende 2,5-diclorofenol en un grado de pureza suficiente para su uso en la síntesis química. Sin embargo, si se desea, pueden conseguirse grados de pureza incluso superiores. En una realización preferente, la fracción cristalina (C) obtenida en la etapa (ii) comprende de 80 a 99,9 % en peso, más preferentemente de 85 a 99,9 % en peso, particularmente
10 preferentemente de 90 a 99,9 % en peso de 2,5-diclorofenol, siendo el resto sobre todo 2,4-diclorofenol. Un grado de pureza adecuado para la síntesis química que se puede obtener de acuerdo con la presente invención es p.ej., de 80 a 99,9 % en peso, preferentemente de 85 a 97 % en peso de 2,5-diclorofenol en la fracción cristalina (C).

15 La etapa de cristalización por fundido en suspensión (ii) se realiza en un cristizador. Las ventajas de la cristalización por fundido incluyen un menor flujo de masa de manera que es posible utilizar unidades más pequeñas. La cristalización por fundido es conocida dentro de la técnica en principio. Cuando se aplica la cristalización por fundido, se proporciona un fundido líquido del destilado (D) a una temperatura suficientemente alta (normalmente entre 20 y 55 °C) y se deja que el fundido líquido se enfríe lentamente para que tenga lugar la cristalización de 2,5-diclorofenol. Por lo tanto, la temperatura durante la cristalización por fundido es normalmente inferior a 55 °C.

20 Para la cristalización por fundido en suspensión, normalmente se emplea un vaso con agitador e intercambio de calor interno o externo para el modo discontinuo o continuo, seguido de una unidad de separación. Por ejemplo, se puede llevar a cabo la cristalización por fundido en suspensión utilizando vasos en agitación con refrigeración interna o externa, como un cristizador de disco de refrigeración o un cristizador de superficie raspada. La cristalización por flujo de capa en suspensión normalmente incluye también una etapa de separación sólido/líquido. El equipo
25 adecuado para la separación sólido/líquido puede ponerse en funcionamiento de forma discontinua o continua e incluye p.ej., filtros, como filtros de correa o tambor, prensas de filtro o un filtro a presión Nutsch, centrífugas, como una centrífuga de empuje o una centrífuga de tornillo sinfín o columnas de lavado.

30 En una realización preferente de la presente invención, la composición obtenida de las aguas madre (L) se recicla para la etapa de destilación. Si bien la cristalización tal como se ha descrito es adecuada para obtener finalmente un alto grado de pureza, se ha advertido que quedan de forma natural grandes cantidades del 2,5-diclorofenol deseado en las aguas madre (L). Por ejemplo, la composición obtenida a partir de las aguas madre (L) puede comprender 2,5-diclorofenol en una cantidad de 30 a 90 % en peso, más preferentemente de 35 a 90 % en peso, particularmente preferentemente de 40 a 90 % en peso de 2,5-diclorofenol, siendo el resto sobre todo 2,4-diclorofenol. Por lo tanto, al reciclar la composición obtenida desde las aguas madre (L) para la etapa de destilación, puede aumentarse la
35 eficiencia de purificación global o el rendimiento, es decir, la cantidad total de 2,5-diclorofenol puro obtenido a partir de una composición en bruto dada.

40 En una realización, el reciclado de la composición obtenida a partir de las aguas madre (L) para la etapa de destilación se lleva a cabo combinando una composición obtenida a partir de las aguas madre (L) en la etapa (ii) con una materia prima (F) que comprende 2,5-diclorofenol, 2,4-diclorofenol y, opcionalmente, 3,4-diclorofenol, para obtener una mezcla (M) para someterla a destilación en la etapa (i). Tal como se ha mencionado, en este punto se puede emplear una mezcla obtenida a partir de la hidrólisis de 1,2,4-triclorofenol, tal como se describe en el presente documento. Esta etapa puede realizarse en una mezcladora adecuada, tal como se conoce en la técnica. Las mezcladoras adecuadas no están específicamente limitadas y podrían ser p.ej., un simple vaso con un agitador. La relación de mezclado entre la materia prima (F) y la composición obtenida a partir de las aguas madre (L) puede
45 ajustarse según se desee, dependiendo p.ej. de la eficiencia de purificación global deseada, la pureza final deseada o la producción deseada. Si se utilizan cantidades mayores de materia prima (F) nueva con respecto a la composición obtenida a partir de las aguas madre (L), la producción puede aumentarse pero puede verse afectada la eficiencia de purificación global y/o pureza.

50 Este proceso no está limitado al uso de una sola columna de destilación o un solo cristizador, sino que son posibles configuraciones que implican más de una columna de destilación y/o más de un cristizador. Por ejemplo, puede introducirse la composición inicial en una primera columna de destilación, introducirse el primer destilado resultante en una segunda columna de destilación, someter el segundo destilado resultante a cristalización y reciclar la composición obtenida de las aguas madre para la segunda columna de destilación, opcionalmente, después de combinarla con una porción del primer destilado. Asimismo, la fracción cristalina obtenida en un primer cristizador
55 puede someterse de nuevo a cristalización y se puede reciclar las aguas madre obtenidas en la segunda etapa de cristalización para la segunda etapa de cristalización, opcionalmente, tras la combinación con un destilado obtenido de acuerdo con la presente invención.

El proceso de purificación de acuerdo con la presente invención puede llevarse a cabo a escala industrial, p.ej., de

forma continua o discontinua. El proceso de acuerdo con la invención proporciona 2,5-diclorofenol en un alto grado de pureza con una alta eficiencia de purificación global.

REIVINDICACIONES

1. Un proceso para purificar 2,5-diclorofenol, comprendiendo el proceso las etapas de:
 - (i) someter una mezcla (M) que comprende 2,5-diclorofenol, 2,4-diclorofenol y, opcionalmente, 3,4-diclorofenol a destilación para obtener un destilado (D) y
 - (ii) someter el destilado (D) a una etapa de cristalización por fundido en suspensión para obtener una fracción cristalina (C) y aguas madre (L).
2. El proceso de acuerdo con reivindicación 1, que comprende además la etapa de:
 - (iii) combinar una composición obtenida a partir de las aguas madre (L) en la etapa (ii) con una materia prima (F) que comprende 2,5-diclorofenol, 2,4-diclorofenol y, opcionalmente, 3,4-diclorofenol, para obtener la mezcla (M) para someterla a destilación en la etapa (i).
3. El proceso de acuerdo con reivindicación 2, en donde la materia prima (F) se obtiene por hidrólisis de 1,2,4-triclorofenol en presencia de un hidróxido de metal alcalino o alcóxido de metal alcalino.
4. El proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en donde la mezcla (M) y/o la materia prima (F) comprende de 40 a 95 % en peso, preferentemente de 50 a 85 % en peso, más preferentemente de 40 a 80 % en peso de 2,5-diclorofenol; de 5 a 60 % en peso, preferentemente de 10 a 40 % en peso, más preferentemente de 10 a 20 % en peso de 2,4-diclorofenol; y, opcionalmente, de 0 a 30 % en peso, preferentemente de 5 a 25 % en peso, más preferentemente de 10 a 20 % en peso de 3,4-diclorofenol.
5. El proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el destilado (D) obtenido en la etapa (i) comprende de 50 a 95 % en peso, preferentemente de 55 a 85 % en peso, más preferentemente de 60 a 80 % en peso de 2,5-diclorofenol.
6. El proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde la fracción cristalina (C) obtenida en la etapa (ii) comprende de 80 a 99,9 % en peso, más preferentemente de 85 a 99,9 % en peso, particularmente preferentemente de 90 a 99,9 % en peso de 2,5-diclorofenol.
7. El proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde la etapa de destilación (i) se lleva a cabo en una columna de destilación a una presión de 5 kPa a 25 kPa, preferentemente de 5 kPa a 20 kPa, más preferentemente de 8 kPa a 20 kPa, y una temperatura de fondo de 60 °C a 230 °C, preferentemente de 65 °C a 215 °C, más preferentemente de 70 °C a 200 °C.
8. El proceso of reivindicación 1, en donde la etapa de cristalización por fundido en suspensión comprende además una etapa de separación de los cristales obtenidos del fundido.