

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 755 705**

51 Int. Cl.:

C07C 51/02 (2006.01)
C07C 51/43 (2006.01)
C07C 51/47 (2006.01)
C01B 9/02 (2006.01)
C01B 7/03 (2006.01)
C01F 5/10 (2006.01)
C01F 5/30 (2006.01)
C12P 7/46 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **14.07.2016 PCT/EP2016/066806**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **19.01.2017 WO17009433**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **14.07.2016 E 16739125 (9)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **11.09.2019 EP 3322688**

54 Título: **Procedimiento de fabricación de ácido succínico**

30 Prioridad:

14.07.2015 EP 15176659

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
23.04.2020

73 Titular/es:

**PURAC BIOCHEM BV (100.0%)
Arkelsedijk 46
4206 AC Gorinchem, NL**

72 Inventor/es:

**VAN BREUGEL, JAN;
JANSEN, PETER PAUL;
VIDAL LANCIS, JOSÉ MARÍA;
ĐEKIC ZIVKOVIC, TANJA y
KON, ADRIAAN DIRK**

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 755 705 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 de fabricación de ácido succínico

5 La invención se dirige a un procedimiento de fabricación de ácido succínico, en particular ácido succínico en forma cristalina.

10 El ácido succínico, también conocido como ácido butanodioico, tiene muchas aplicaciones industriales. Se utiliza, por ejemplo, en la industria de alimentos y bebidas. También se usa como material de partida para la producción de ésteres de succinato, que se pueden usar, por ejemplo, como material de partida para la producción de butanodiol, que a su vez se puede usar como monómero en la fabricación de plásticos.

15 Una forma atractiva de fabricar ácido succínico es a través de un procedimiento de fermentación, en el que una fuente de carbono se fermenta por medio de un microorganismo para formar ácido succínico. El líquido en el que se fermenta la fuente de carbohidratos se denomina caldo de fermentación o medio de fermentación. La formación de ácido succínico durante la fermentación dará como resultado una disminución del pH del caldo de fermentación. Dado que tal disminución en el pH puede dañar el procedimiento metabólico del microorganismo, es una práctica común agregar un agente neutralizante, es decir, una base, al medio de fermentación, para mantener el pH en un intervalo en el que el microorganismo pueda funcionar. Como resultado, el ácido succínico producido estará presente en el medio de fermentación en forma de una sal de succinato, siendo el catión de la sal el catión de la base añadida durante la fermentación.

20 Para recuperar el ácido succínico del caldo de fermentación después de la fermentación, se requiere un procesamiento posterior. En dicho procesamiento, la sal de succinato en el caldo de fermentación debe convertirse en ácido succínico. Además, el ácido succínico (o succinato si aún no se ha convertido) debe aislarse del caldo de fermentación. Dado que un caldo de fermentación comprende muchos compuestos, incluidas cantidades significativas de biomasa (como microorganismos) y sal (que se origina del agente neutralizante), la recuperación y el aislamiento del ácido succínico pueden ser bastante complejos.

25 El documento de patente WO2013025105 describe un procedimiento para preparar ácido succínico, que comprende las etapas de proporcionar succinato de magnesio, en particular a través de un procedimiento de fermentación, acidificar el succinato de magnesio con cloruro de hidrógeno para obtener una solución que comprende ácido succínico y cloruro de magnesio, concentrar la solución que comprende ácido succínico y cloruro de magnesio, y precipitar ácido succínico de la solución. La solución de cloruro de magnesio puede someterse a una etapa de descomposición térmica para formar cloruro de hidrógeno y óxido de magnesio, y el cloruro de hidrógeno se recicla a la etapa de acidificación.

30 Se ha encontrado, sin embargo, que el procedimiento como se describe en el documento de patente WO2013025105 requiere una mejora adicional. Más específicamente, se ha encontrado que la precipitación de ácido succínico de la solución de cloruro de magnesio debe mejorarse. Se ha encontrado que en el procedimiento del documento de patente WO2013025105 el ácido succínico precipita en forma de cristales en forma de aguja, que son difíciles de aislar. Esto conduce a un producto que es difícil de aislar por filtración, difícil de lavar y en el que se puede mejorar el rendimiento y la pureza del producto aislado.

35 Se ha encontrado que las propiedades del producto del procedimiento descrito en el documento de patente WO2013025105 se pueden resolver por medio del procedimiento de acuerdo con la invención.

40 El documento de patente WO2008010373 divulga un procedimiento para producir ácido succínico, que comprende una etapa para agregar ácido sulfúrico a una solución que contiene un succinato de metal alcalino, una etapa para precipitar y eliminar el cristal de un sulfato de metal alcalino de la solución, y una etapa de precipitar y recuperar el cristal de ácido succínico. El procedimiento puede comprender además una etapa en la que el cristal recuperado de ácido succínico se redisuelve en agua, luego el ácido succínico se recristaliza enfriando la solución resultante y se recupera. La solución que contiene el cristal redisuelto de ácido succínico puede tratarse con carbonos activados después de la redisolución del cristal de ácido succínico en agua y antes de la recuperación del ácido succínico por recristalización.

45 Por consiguiente, la presente invención se refiere a un procedimiento para preparar ácido succínico que comprende las etapas de:

- 50 - proporcionar una solución acuosa de succinato de magnesio a una etapa de acidificación, en la que la solución de succinato de magnesio se acidifica mediante la adición de cloruro de hidrógeno, obteniendo así una solución acuosa que comprende ácido succínico y cloruro de magnesio,
- 55 - someter una solución acuosa que comprende ácido succínico y cloruro de magnesio derivado de la etapa de acidificación a una etapa de tratamiento con carbón activo,
- 60 - precipitar ácido succínico a partir de una mezcla acuosa que comprende ácido succínico y cloruro de

magnesio resultante de la etapa de tratamiento con carbón activo en una etapa de precipitación para formar ácido succínico sólido y una solución de cloruro de magnesio,

- separar el ácido succínico sólido de la solución de cloruro de magnesio,
- someter la solución de cloruro de magnesio a una descomposición térmica a una temperatura de al menos 300 °C, descomponiendo así el cloruro de magnesio en óxido de magnesio y cloruro de hidrógeno, y
- reciclar el cloruro de hidrógeno generado en la etapa de descomposición térmica a la etapa de acidificación.

Se ha encontrado que la provisión de una etapa de tratamiento con carbón activo en la ubicación específica después de la etapa de acidificación y antes de la etapa de precipitación conduce a un procedimiento de precipitación con propiedades mejoradas. Más particularmente, se ha descubierto que el procedimiento de acuerdo con la invención produce cristales en forma de bloque, en lugar de los cristales en forma de aguja que se forman en el procedimiento del documento de patente WO2013/025105. Los cristales en forma de bloque son más fáciles de aislar, por ejemplo, por filtración. Esto resulta en un procesamiento más fácil y un rendimiento mejorado. Los cristales también son más fáciles de lavar, lo que resulta en un producto final con un contenido de cloro más bajo. Los cristales también son más grandes.

El procedimiento de acuerdo con la invención se discutirá con mayor detalle a continuación.

El procedimiento de acuerdo con la invención también se ilustrará con referencia a las Figuras, sin limitarse a las mismas.

La Figura 1 ilustra una primera realización de la presente invención.

La Figura 2 muestra cristales de ácido succínico obtenidos en un procedimiento de acuerdo con la invención.

La Figura 3 muestra cristales de ácido succínico obtenidos en un procedimiento que no corresponde con la invención.

En la Figura 1, se proporciona una solución acuosa de succinato de magnesio a través de la línea (1) al reactor de acidificación (2), en el que se pone en contacto con HCl, y se proporciona a través de la línea (3). Se extrae una solución acuosa que comprende ácido succínico y cloruro de magnesio a través de la línea (4), y se proporciona a la etapa de tratamiento con carbono (5). La solución retirada de la etapa de tratamiento de carbono (5) se proporciona a través de la línea (6) al reactor de precipitación (7). En el reactor de precipitación (7) se forma una suspensión de ácido succínico sólido que se proporciona a través de la línea (8) al separador (9). En el separador (9) se separa un producto sólido de ácido succínico, por ejemplo, por filtración, y se retira a través de la línea (10). La solución de cloruro de magnesio se retira a través de la línea (11), y se proporciona a la etapa de descomposición térmica (12). En la etapa de descomposición térmica (12), la solución de cloruro de magnesio se descompone para formar gas de HCl y MgO sólido. El MgO sólido se extrae a través de la línea (13) y, si así se desea, puede proporcionarse directamente o después de la conversión en hidróxido de magnesio o carbonato o bicarbonato de magnesio como base a un reactor de fermentación (no mostrado), en particular un reactor de fermentación en el que el ácido succínico se produce por fermentación de una fuente de carbono. El HCl se proporciona, directamente o después de la disolución en un líquido acuoso, al reactor de acidificación (2).

La invención comienza con la provisión de una solución acuosa de succinato de magnesio a una etapa de acidificación.

La solución acuosa de succinato de magnesio puede derivarse de diversas fuentes. En una realización, la solución acuosa de succinato de magnesio se deriva de un procedimiento de fermentación. En dicho procedimiento de fermentación, una fuente de carbono se fermenta en un medio de fermentación por medio de un microorganismo capaz de producir ácido succínico para formar ácido succínico, y al menos parte del ácido succínico se neutraliza con una base de magnesio seleccionada a partir de óxido de magnesio, hidróxido de magnesio, carbonato de magnesio y bicarbonato de magnesio. Una vez que se ha completado la fermentación, el medio de fermentación que comprende succinato de magnesio disuelto generalmente se someterá a una etapa de eliminación de biomasa, por procedimientos conocidos en la técnica. La solución de succinato de magnesio resultante se puede proporcionar como material de partida en el procedimiento de acuerdo con la invención. Los procedimientos de fermentación son conocidos en la técnica, y no requieren de mayor explicación en la presente memoria.

La solución de succinato de magnesio proporcionada a la etapa de acidificación generalmente tiene una concentración de succinato de magnesio de 5-50% en peso. Dentro de este intervalo, se prefieren concentraciones más altas, porque esto resulta en un rendimiento mejorado de ácido succínico en la etapa de precipitación. Por otro lado, concentraciones más altas pueden dar como resultado la cristalización de succinato de magnesio o un procedimiento no controlado. La concentración adecuada de succinato de magnesio también dependerá de la concentración de HCl. En la práctica, se puede preferir una concentración de succinato de magnesio de 15-50% en peso, en particular 15-40% en peso. Para concentraciones más altas puede ser necesario tener la solución de succinato de magnesio a una temperatura más alta para evitar la precipitación. Por lo tanto, puede preferirse que

la solución esté a una temperatura de 20-140 °C, en particular 60-120 °C, más particularmente 80-120 °C. Como será evidente para los expertos en la técnica, cuando la temperatura de la solución es superior a 100 °C, la solución debe estar bajo una presión que sea lo suficientemente alta como para garantizar que la solución esté en la fase líquida.

5 La concentración de la solución de succinato de magnesio derivada de un procedimiento de fermentación generalmente se encuentra en el intervalo de 1-17% en peso, en particular en el intervalo de 5-14% en peso. Puede preferirse someter la solución de succinato de magnesio antes de la acidificación a una etapa de concentración, en la que el agua se elimina por evaporación, si así se desea, a temperatura aumentada y/o presión reducida; de modo que el intervalo, se obtiene una solución de succinato de magnesio con una concentración de succinato de magnesio en la concentración deseada.

15 En la etapa de acidificación, la solución de succinato de magnesio se pone en contacto con cloruro de hidrógeno (HCl). La acidificación de HCl puede realizarse, por ejemplo, con una solución acuosa de HCl o gas de HCl. Cuando se usa una solución de HCl, preferentemente tiene una concentración de HCl que es relativamente alta, para evitar la adición de agua innecesaria al sistema. Por lo tanto, la solución de HCl comprende preferentemente al menos 5% en peso, más preferentemente al menos 10% en peso e incluso más preferentemente al menos 20% en peso de HCl.

20 El uso de una corriente de HCl gaseoso también es posible. En una realización, la corriente de HCl gaseoso se deriva de la descomposición térmica del cloruro de magnesio. Esto se discutirá con mayor detalle a continuación.

25 La cantidad de HCl añadida en la etapa de acidificación se rige por la cantidad necesaria para convertir el succinato de magnesio en ácido succínico. Puede preferirse que la proporción de la cantidad total de HCl proporcionada al procedimiento y la cantidad total de succinato de magnesio proporcionada al procedimiento sea tal que exista un ligero exceso de HCl. Por ejemplo, el exceso de HCl utilizado puede ser tal que la mezcla acuosa final que comprende ácido succínico y cloruro de magnesio tenga un pH 2 o inferior, preferentemente un pH de 1-2.

30 La temperatura del HCl puede variar dentro de amplios intervalos, por ejemplo, entre 5 y 130 °C, dependiendo también de si el HCl se proporciona en forma gaseosa o en forma de una solución acuosa. Se pueden preferir temperaturas más altas, porque la reacción de acidificación se lleva a cabo preferentemente a una temperatura más alta. Además, si el HCl se deriva de la descomposición térmica del cloruro de magnesio, como se discutirá con mayor detalle a continuación, tendrá por sí mismo una temperatura más alta. Una temperatura adecuada para el HCl puede estar en el intervalo de 50-120 °C, en particular 70-120 °C.

35 La etapa de acidificación puede llevarse a cabo en una sola etapa, o en más de una etapa, según se desee.

40 El producto de la etapa de acidificación es una solución acuosa que comprende ácido succínico y cloruro de magnesio.

45 En el procedimiento de acuerdo con la invención, se lleva a cabo una etapa de tratamiento de carbono después de la etapa de acidificación. Por lo tanto, el tratamiento con carbono se realiza en la solución acuosa que comprende ácido succínico y cloruro de magnesio como se obtiene después de la etapa de acidificación (opcionalmente seguida de una etapa de concentración), en el que esta solución preferentemente comprende ácido succínico en una concentración de al menos 10% en peso., más preferentemente al menos 15% en peso y cloruro de magnesio en una concentración de al menos 10% en peso, más preferentemente al menos 15% en peso.

50 Para evitar la interferencia con el tratamiento con carbón, se requiere que las concentraciones de ácido succínico y cloruro de magnesio en la solución acuosa sometida al tratamiento con carbón sean tales que estos compuestos se disuelvan completamente. Esto se puede lograr mediante una selección adecuada de la concentración de ácido succínico, la concentración de cloruro de magnesio, el pH y la temperatura. No es la intención de la presente invención que la etapa de acidificación o la etapa de concentración opcional se lleven a cabo de tal manera que una cantidad sustancial de ácido succínico (una cantidad sustancial sea preferentemente una cantidad de al menos 10% en peso, basada en la cantidad total de ácido succínico en la solución acuosa acidificada y opcionalmente concentrada que comprende ácido succínico y cloruro de magnesio) se precipite después de lo cual los cristales precipitados, ya sea directamente o después de haber sido separados primero del líquido, se vuelvan a disolver (por ejemplo, por adición de un diluyente como, por ejemplo, agua) y luego se tratan con carbono. En este contexto, se prefiere particularmente que, controlando los parámetros del procedimiento tales como la concentración de cloruro de magnesio, la concentración de ácido succínico, el pH y la temperatura, la acidificación y la etapa de concentración opcional posterior se lleven a cabo de tal manera que, como máximo 5% en peso, más preferentemente como máximo 1% en peso e incluso más preferentemente como máximo 0,1% en peso del ácido succínico se precipite a partir de la solución acidificada y opcionalmente concentrada antes de realizar el tratamiento con carbono, estas cantidades de nuevo se basan sobre la cantidad total de ácido succínico en la solución acuosa acidificada y opcionalmente concentrada que comprende ácido succínico y cloruro de magnesio.

65 De acuerdo con una realización particularmente preferente del procedimiento de acuerdo con la presente

invención, la acidificación y la etapa de concentración opcional posterior se llevan a cabo de tal manera que casi ningún ácido succínico se precipita en absoluto a partir de la solución acidificada y opcionalmente concentrada antes de realizar el tratamiento con carbón.

5 En una realización, la solución obtenida de la etapa de acidificación (u opcionalmente la solución que se obtiene a partir de la misma después de una etapa de concentración posterior), que se somete al tratamiento con carbono, tiene una concentración de ácido succínico de al menos 10% en peso, en particular al menos 15% en peso. También se pueden aplicar concentraciones más altas, por ejemplo, al menos 18% en peso, cuando se usan temperaturas elevadas, por ejemplo, al menos 60 °C, en particular al menos 75 °C, o incluso al menos 85 °C. Para
10 concentraciones aún más altas, por ejemplo, al menos 20% en peso, pueden requerirse temperaturas aún más altas, por ejemplo, al menos 90 °C, o al menos 100 °C. Cuando se trabaja por encima de 100 °C, será necesario trabajar bajo presión para garantizar que la solución se encuentre en la fase líquida. Como temperatura máxima se puede mencionar un valor de 180 °C. El límite superior para la concentración de ácido succínico dependerá de la temperatura, el pH y la concentración de cloruro de magnesio de la solución. Como máximo general, se puede
15 mencionar un valor de 25% en peso. Está dentro del alcance de la persona experta en la técnica el seleccionar una concentración adecuada de ácido succínico.

La concentración de cloruro de magnesio de la mezcla acuosa generalmente se encuentra en el intervalo de 10-25% en peso, más particularmente 15-25% en peso, dependiendo de las concentraciones de succinato de
20 magnesio en la solución previa. Dado que el cloruro de magnesio tiene una solubilidad relativamente alta, la concentración de cloruro de magnesio es menos crítica que la concentración de ácido succínico.

La solución generalmente tiene un pH inferior a 2, en particular entre 1 y 2.

25 Si se desea, se puede llevar a cabo una etapa de concentración en la solución acuosa que comprende ácido succínico y cloruro de magnesio después de la etapa de acidificación y antes del tratamiento con carbón, siempre que se cumplan los requisitos anteriores en cuanto a la solubilidad del ácido succínico y cloruro de magnesio durante la etapa de tratamiento de carbono. La etapa de concentración puede llevarse a cabo mediante
30 procedimientos conocidos en la técnica, y generalmente implicará la eliminación de agua a presión elevada y/o temperatura reducida.

Se ha encontrado que el rendimiento del tratamiento con carbono en esta ubicación particular en el procedimiento resulta en propiedades mejoradas del ácido succínico sólido, en particular con una estructura cristalina mejorada.

35 El tratamiento con carbón puede llevarse a cabo poniendo en contacto el producto de la etapa de acidificación, después de una etapa de concentración adicional, con carbón activo. Esto puede llevarse a cabo mediante procedimientos conocidos en la técnica, por ejemplo, haciendo pasar la solución a través de una columna que comprende carbón activo, o agregando carbón activo a la solución y mezclándolo a través del medio seguido de su eliminación, por ejemplo, por filtración, o por otros procedimientos adecuados. El tiempo de contacto puede
40 variar dentro de amplios intervalos. Se encuentra, por ejemplo, en el intervalo de 1 minuto a 24 horas, en particular de 10 minutos a 3 horas, más específicamente de 60 minutos a 150 minutos.

La temperatura a la que se lleva a cabo el tratamiento con carbón no es crítica, siempre que sea lo suficientemente alta como para que el ácido succínico no precipite de la solución. Esto también dependerá de la concentración de
45 ácido succínico. La temperatura puede ser adecuada en el intervalo de 5-150 °C, en particular en el intervalo de 20-130 °C, más particularmente en el intervalo de 50-120 °C.

La cantidad de carbono puede variar dentro de amplios intervalos, por ejemplo, entre 0,01 y 10 gramos de carbono por litro de solución acuosa a tratar, más particularmente entre 0,1 y 2 gramos de carbono por litro de solución
50 acuosa a tratar.

El carbono utilizado en el tratamiento de carbono es carbón activado. El carbón activado puede estar en forma de partículas, por ejemplo, con un diámetro de 0,2-3 mm. También puede estar en forma de polvo.

55 El carbón activado es bien conocido en la técnica, está disponible comercialmente y no requiere de mayor explicación en la presente memoria.

La etapa de tratamiento de carbono genera una solución acuosa que comprende ácido succínico y cloruro de magnesio, que se proporciona a una etapa de precipitación.

60 Si se desea, se puede llevar a cabo una etapa de concentración después del tratamiento con carbón y antes de la etapa de concentración, generalmente mediante la eliminación del agua por evaporación. Una concentración más alta de ácido succínico en la solución aumentará la eficiencia de la precipitación de ácido succínico.

65 Puede ser que durante la etapa de concentración algo de ácido succínico ya esté precipitado. Esto no interfiere

con la etapa de precipitación adicional. La cantidad de agua eliminada en la etapa de concentración debe seleccionarse de manera que no precipite cloruro de magnesio. Sin embargo, debido a la alta solubilidad del cloruro de magnesio, esto puede evitarse fácilmente.

5 El producto proporcionado a la etapa de precipitación puede ser, por lo tanto, una solución acuosa en la que el ácido succínico y el cloruro de magnesio están en estado disuelto. También puede ser una suspensión acuosa que comprende cloruro de magnesio en estado disuelto y ácido succínico que está parcialmente en estado disuelto y parcialmente en estado sólido. En la presente memoria descriptiva, el término mezcla acuosa pretende abarcar tanto la solución como la suspensión.

10

Se puede preferir que la mezcla acuosa proporcionada a la etapa de precipitación tenga una concentración de ácido succínico de al menos 15% en peso, en particular al menos 18% en peso, más particularmente al menos 20% en peso. Las concentraciones más altas de ácido succínico son ventajosas porque dan como resultado un mayor rendimiento de ácido succínico en la etapa de precipitación. Como máximo general, se puede mencionar un valor de 30% en peso. Las concentraciones superiores al 30% en peso son difíciles de obtener. Se puede preferir que la concentración de ácido succínico sea como máximo del 25% en peso.

15

La concentración de cloruro de magnesio de la mezcla acuosa generalmente se encuentra en el intervalo de 10-25% en peso, más particularmente 15-25% en peso, dependiendo de las concentraciones de succinato de magnesio en la solución previa.

20

Como se indicó anteriormente, la mezcla generalmente tiene un pH inferior a 2, en particular entre 1 y 2.

25

En la etapa de precipitación, el ácido succínico se precipita de la solución, dando como resultado la formación de ácido succínico en forma sólida, que puede separarse de la solución de cloruro de magnesio.

30

En la etapa de precipitación, el ácido succínico se precipita a partir de la mezcla acuosa mediante procedimientos conocidos en la técnica, que incluyen la disminución de la temperatura de la mezcla, por ejemplo, mediante cristalización de enfriamiento natural, cristalización de enfriamiento controlado o cristalización de enfriamiento rápido, eliminación de agua de la mezcla para aumentar la concentración de ácido succínico y agregar un antisolvente. La última realización puede ser menos preferente porque abarca la adición de componentes adicionales al sistema.

35

En una realización, en la que la mezcla acuosa ya contiene algo de ácido succínico en forma sólida generado durante la etapa de precipitación, puede ser ventajoso aumentar primero la temperatura de la mezcla a un valor en el que todo el ácido succínico esté presente en solución, y luego disminuye la temperatura para iniciar la cristalización del ácido succínico. En una realización, la solución a partir de la cual se debe precipitar el ácido succínico se enfría desde una temperatura de al menos 35 °C a una temperatura inferior a 30 °C, preferentemente desde una temperatura de al menos 40 °C a una temperatura inferior a 25 °C. Las diferencias de temperatura más altas permiten aumentar el rendimiento del precipitado de ácido succínico.

40

El ácido succínico precipitado se puede separar de la solución de cloruro de magnesio mediante procedimientos conocidos en la técnica. Los procedimientos adecuados incluyen técnicas de filtración, que también incluyen filtración por membrana, técnicas de sedimentación, técnicas basadas en separación por gravedad, tales como decantación, y técnicas que comprenden una etapa de centrifugación. También se pueden utilizar combinaciones de varios procedimientos, por ejemplo, centrifugación seguida de decantación.

45

Como se indicó anteriormente, los cristales obtenidos mediante el procedimiento de acuerdo con la invención tienen una forma de bloque regular, que les permite separarse por filtración y lavarse con facilidad. Además, los cristales obtenidos por el procedimiento de acuerdo con la invención se pueden lavar a un contenido de cloruro mucho más bajo que los cristales en forma de aguja que se obtienen usando el procedimiento del documento de patente WO2013/025105.

50

La solución de cloruro de magnesio resultante de la etapa de separación puede procesarse según se desee. En una realización, si todavía quedan cantidades significativas de ácido succínico en la solución de cloruro de magnesio, se pueden llevar a cabo una o más etapas adicionales de precipitación de ácido succínico, seguida de una o más etapas de separación adicionales. Estas etapas pueden llevarse a cabo de la manera discutida anteriormente.

55

60

La solución de cloruro de magnesio derivada de la etapa de separación del ácido succínico sólido de la solución de cloruro de magnesio se proporciona a una etapa de descomposición térmica. En la etapa de descomposición térmica, el cloruro de magnesio se descompone a una temperatura de al menos 300 °C, en particular en el intervalo de 350 a 600 °C en presencia de agua para formar óxido de magnesio en forma sólida y cloruro de hidrógeno en forma gaseosa. Los procedimientos de descomposición térmica adecuados son conocidos en la técnica y no requieren de mayor explicación en la presente memoria. Estos se divulgan, por ejemplo, en los documentos de

65

patente WO2013/025105, WO2015/00956, y en la solicitud PCT no publicada previamente PCT/EP2015/056895.

El cloruro de hidrógeno generado en la etapa de descomposición térmica se recicla a la etapa de acidificación. El HCl se puede proporcionar en forma gaseosa o después de la disolución en agua para formar una solución acuosa de HCl.

En una realización, la solución acuosa inicial de succinato de magnesio se deriva de un procedimiento de fermentación. En dicho procedimiento de fermentación, una fuente de carbono se fermenta en un medio de fermentación por medio de un microorganismo capaz de producir ácido succínico para formar ácido succínico, mientras se neutraliza al menos parte del ácido succínico con una base de magnesio seleccionada de óxido de magnesio, hidróxido de magnesio, carbonato de magnesio y bicarbonato de magnesio. Una vez que se ha completado la fermentación, el medio de fermentación que comprende succinato de magnesio disuelto generalmente se someterá a una etapa de eliminación de biomasa, por procedimientos conocidos en la técnica. La solución de succinato de magnesio resultante puede proporcionarse como material de partida en el procedimiento de acuerdo con la invención, ya sea después de haber sido sometida, o no, a una etapa de concentración para eliminar el agua.

Los procedimientos de fermentación son conocidos en la técnica, y no requieren de mayor explicación en la presente memoria.

Además del HCl, la etapa de descomposición térmica también genera óxido de magnesio. Este se puede procesar según se desee. En una realización, el óxido de magnesio generado en la etapa de descomposición térmica se proporciona como agente neutralizante para un procedimiento de fermentación que genera ácido succínico, directamente o después de la conversión en hidróxido de magnesio, carbonato de magnesio o bicarbonato de magnesio.

En una realización, la presente invención se refiere a un procedimiento integrado que comprende las etapas de:

- someter una fuente de carbono a una etapa de fermentación para formar ácido succínico, cuya etapa de fermentación comprende las etapas de fermentar una fuente de carbono por medio de un microorganismo capaz de producir ácido succínico en un caldo de fermentación para formar ácido succínico y neutralizar al menos parte del ácido succínico agregando una base de magnesio seleccionada entre óxido de magnesio, hidróxido de magnesio, carbonato de magnesio y bicarbonato de magnesio, obteniendo así una solución de succinato de magnesio,
- proporcionar la solución acuosa de succinato de magnesio, opcionalmente después de una etapa de eliminación de biomasa y/o una etapa de concentración, a una etapa de acidificación, en la que la solución de succinato de magnesio se acidifica mediante la adición de cloruro de hidrógeno, obteniendo así una solución acuosa que comprende ácido succínico y cloruro de magnesio,
- someter una solución acuosa que comprende ácido succínico y cloruro de magnesio derivado de la etapa de acidificación a una etapa de tratamiento con carbón activo,
- precipitar ácido succínico a partir de una mezcla acuosa que comprende ácido succínico y cloruro de magnesio resultante de la etapa de tratamiento con carbón activo en una etapa de precipitación para formar ácido succínico sólido y una solución de cloruro de magnesio,
- separar el ácido succínico sólido de la solución de cloruro de magnesio,
- someter la solución de cloruro de magnesio a una descomposición térmica a una temperatura de al menos 300 °C, descomponiendo así el cloruro de magnesio en óxido de magnesio y cloruro de hidrógeno, y
- reciclar el cloruro de hidrógeno generado en la etapa de descomposición térmica a la etapa de acidificación, y opcionalmente
- proporcionar el óxido de magnesio como agente neutralizante para la etapa de fermentación, como tal o después de la conversión en hidróxido de magnesio, carbonato de magnesio o bicarbonato de magnesio,

Las diversas etapas del procedimiento de acuerdo con esta realización de la invención pueden llevarse a cabo como se describió con mayor detalle anteriormente.

Será evidente para la persona experta en la técnica que los diversos aspectos de la presente invención, que se describieron anteriormente en diferentes párrafos, pueden combinarse, a menos que sean mutuamente excluyentes.

La invención y ciertas realizaciones de las invenciones se ilustran mediante los siguientes ejemplos y/o realizaciones, sin limitarse a los mismos.

Ejemplo 1

Ejemplo 1a: procedimiento de acuerdo con la invención

5 Una solución acuosa de succinato de magnesio con una concentración de succinato de magnesio del 22,5% en peso se acidificó mediante la adición de HCl. Se proporcionó HCl en forma de un gas que contiene HCl. La corriente de gas de HCl se derivó a partir de una etapa de descomposición térmica en la que una solución de cloruro de magnesio derivada de una etapa de precipitación con succinato se sometió a una etapa de descomposición térmica. La cantidad de HCl se seleccionó de manera que el pH de la solución acuosa resultante fuera de 1,1. La solución acidificada resultante tenía una concentración de ácido succínico de 19% en peso y una concentración de cloruro de magnesio de 14% en peso. La solución tenía una temperatura de 92 °C.

10 La solución acuosa se sometió a un tratamiento con carbón proporcionándola a una columna llena de carbón activo, a un flujo de 1 volumen de lecho por hora.

15 La solución acuosa derivada del tratamiento con carbón se sometió a una etapa de precipitación en la que la solución se dejó enfriar a temperatura ambiente, sin enfriamiento adicional, mientras se agitaba con un agitador magnético.

El ácido succínico precipitado se eliminó por filtración. La Figura 2 es una microfotografía (grado de ampliación de 50x) de los cristales de ácido succínico obtenidos.

20 Como se puede apreciar en la Figura 2, los cristales obtenidos por el procedimiento de acuerdo con la invención tienen una estructura regular en forma de caja. Se pueden aislar fácilmente por filtración y lavar para lograr una alta pureza.

Ejemplo 1b: procedimiento comparativo

25 Se repitió el Ejemplo 1a, excepto que no se llevó a cabo tratamiento con carbón entre la etapa de acidificación y la etapa de precipitación. La Figura 3 es una microfotografía (grado de ampliación de 10x) de los cristales de ácido succínico obtenidos.

30 Como se puede apreciar en la Figura 3, los cristales obtenidos por este procedimiento comparativo tienen una estructura muy fina en forma de aguja. Esto los hace difíciles de aislar y lavar.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento de preparación de ácido succínico que comprende las etapas de:
 - 5 - proporcionar una solución acuosa de succinato de magnesio a una etapa de acidificación, en la que la solución de succinato de magnesio se acidifica mediante la adición de cloruro de hidrógeno, obteniendo así una solución acuosa que comprende ácido succínico y cloruro de magnesio,
 - someter una solución acuosa que comprende ácido succínico y cloruro de magnesio derivado de la etapa de acidificación a una etapa de tratamiento con carbón activo,
 - 10 - precipitar ácido succínico a partir de una mezcla acuosa que comprende ácido succínico y cloruro de magnesio resultante de la etapa de tratamiento con carbón activo en una etapa de precipitación para formar ácido succínico sólido y una solución de cloruro de magnesio,
 - separar el ácido succínico sólido de la solución de cloruro de magnesio,
 - 15 - someter la solución de cloruro de magnesio a una descomposición térmica a una temperatura de al menos 300 °C, descomponiendo así el cloruro de magnesio en óxido de magnesio y cloruro de hidrógeno, y
 - reciclar el cloruro de hidrógeno generado en la etapa de descomposición térmica a la etapa de acidificación.

- 20 2. Procedimiento integrado que comprende las etapas de:
 - someter una fuente de carbono a una etapa de fermentación para formar ácido succínico, cuya etapa de fermentación comprende las etapas de fermentar una fuente de carbono por medio de un microorganismo capaz de producir ácido succínico en un caldo de fermentación para formar ácido succínico y neutralizar al menos parte del ácido succínico agregando una base de magnesio seleccionada entre óxido de magnesio, hidróxido de magnesio, carbonato de magnesio y bicarbonato de magnesio, obteniendo así una solución de succinato de magnesio,
 - 25 - proporcionar la solución acuosa de succinato de magnesio, opcionalmente después de una etapa de eliminación de biomasa y/o una etapa de concentración, a una etapa de acidificación, en la que la solución de succinato de magnesio se acidifica mediante la adición de cloruro de hidrógeno, obteniendo así una solución acuosa que comprende ácido succínico y magnesio cloruro,
 - 30 - someter una solución acuosa que comprende ácido succínico y cloruro de magnesio derivado de la etapa de acidificación a una etapa de tratamiento con carbón activo,
 - precipitar ácido succínico a partir de una mezcla acuosa que comprende ácido succínico y cloruro de magnesio resultante de la etapa de tratamiento con carbón activo en una etapa de precipitación para formar ácido succínico sólido y una solución de cloruro de magnesio,
 - 35 - separar el ácido succínico sólido de la solución de cloruro de magnesio,
 - someter la solución de cloruro de magnesio a una descomposición térmica a una temperatura de al menos 300 °C, descomponiendo así el cloruro de magnesio en óxido de magnesio y cloruro de hidrógeno, y
 - 40 - reciclar el cloruro de hidrógeno generado en la etapa de descomposición térmica a la etapa de acidificación.

3. Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que la solución de succinato de magnesio proporcionada a la etapa de acidificación tiene una concentración de succinato de magnesio de 5-50% en peso, en particular de 15-40% en peso.

4. Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que la etapa de acidificación se lleva a cabo a un pH entre 1 y 2.

- 50 5. Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que la solución sometida al tratamiento con carbón tiene una concentración de ácido succínico de al menos 10% en peso, en particular al menos 15% en peso.

6. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 5, en el que la concentración de ácido succínico es al menos 18% en peso a una temperatura de al menos 60 °C, en particular al menos 75 °C, o incluso al menos 85 °C.

7. Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que el tratamiento con carbón activo se lleva a cabo haciendo pasar la solución a través de una columna que comprende carbón activo, o agregando carbón activo a la solución y mezclándolo a través del medio seguido de su eliminación, por ejemplo, por filtración.

8. Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que el tiempo de contacto durante el tratamiento con carbón activo se encuentra en el intervalo de 1 minuto a 24 horas, en particular de 10 minutos a 3 horas, más específicamente de 60 minutos a 150 minutos.

- 65 9. Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que el tratamiento

con carbón activo se lleva a cabo a una temperatura de 50-120 °C.

Fig. 1

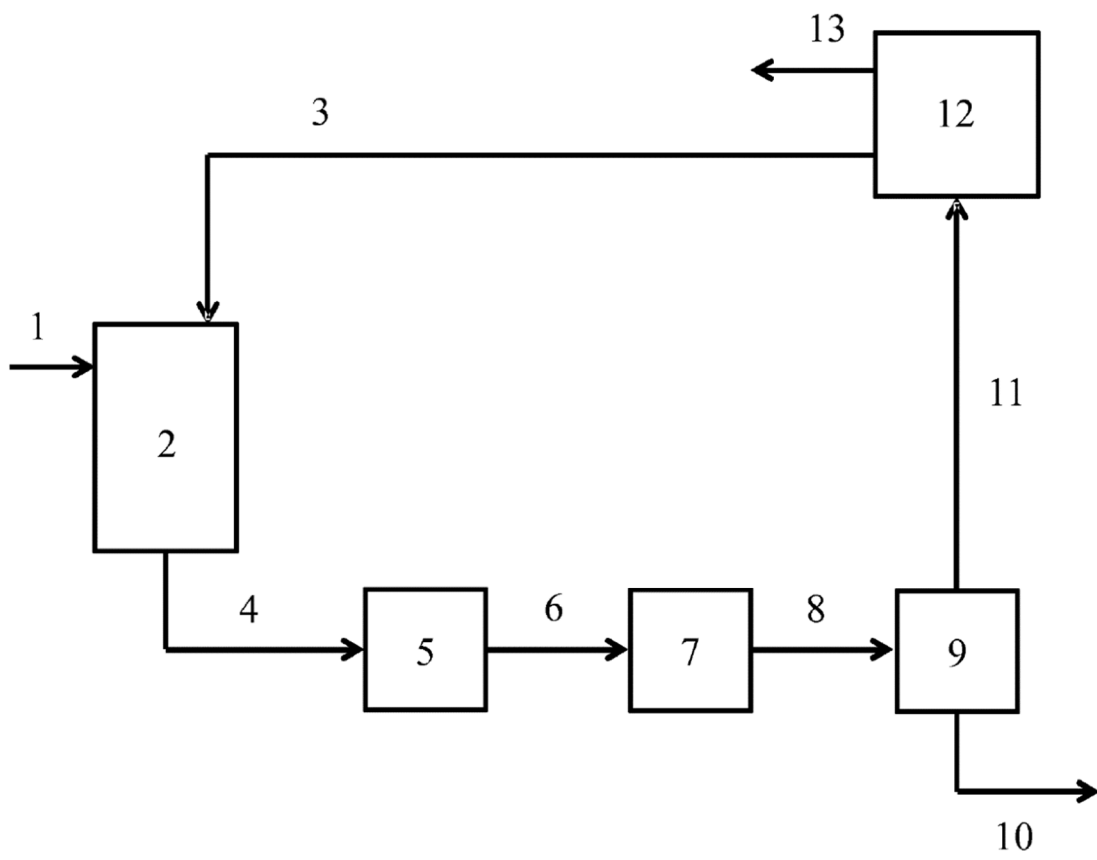


Fig. 2

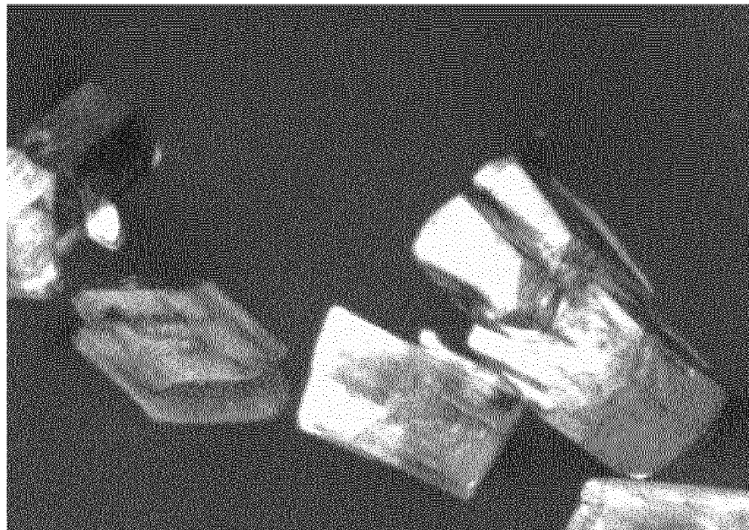


Fig. 3

