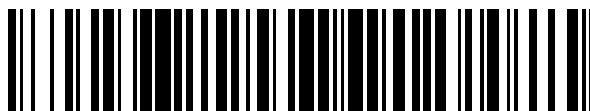


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 755 771**

51 Int. Cl.:

C07C 51/02 (2006.01)

C07C 51/43 (2006.01)

C01B 7/03 (2006.01)

C01F 5/10 (2006.01)

C01F 5/30 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **29.07.2016 PCT/EP2016/068169**

87 Fecha y número de publicación internacional: **09.02.2017 WO17021303**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **29.07.2016 E 16745719 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **18.09.2019 EP 3328790**

54 Título: **Procedimiento para proporcionar una solución de ácido succínico**

30 Prioridad:

31.07.2015 EP 15179272

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:

JANSEN, PETER PAUL;

VAN BREUGEL, JAN;

VAN BOCHOVE, GERARD HENDRIK;

VIDAL LANCIS, JOSÉ MARÍA y

ĐEKIC ZIVKOVIC, TANJA

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 755 771 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 para proporcionar una solución de ácido succínico

La invención se refiere a un procedimiento para proporcionar una solución de ácido succínico.

5 El ácido succínico, también denominado ácido butanodioico, tiene muchas aplicaciones industriales. Se utiliza, por ej., en la industria de los alimentos y bebidas. También se utiliza como un material de partida para la producción de ésteres de succinato, que se pueden utilizar, por ej., como un material de partida para la producción de butanodiol, que a su vez se puede utilizar como monómero en la fabricación de plásticos.

10 Una manera 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 da 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 añadir un agente de neutralización, es decir, una base, al medio de fermentación, para mantener el pH en un intervalo en el que el microorganismo puede actuar. Como resultado, el ácido succínico producido está presente en el medio de fermentación en forma de una sal de succinato, en el que el catión de la sal es el catión de la base añadida durante la fermentación.

15 Para recuperar el ácido succínico del caldo de fermentación después de la fermentación, se requiere un procesamiento corriente abajo. En tal procesamiento, la sal de succinato en el caldo de fermentación se debe convertir en ácido succínico. Además, el ácido succínico (o succinato si aún no se ha convertido) se debe aislar del caldo de fermentación. Dado que un caldo de fermentación comprende numerosos compuestos, que incluyen cantidades significativas de biomasa (tal como microorganismos) y sal (originadas en el agente de neutralización), la recuperación y el aislamiento del ácido succínico pueden ser bastante complejos.

20 El documento WO 2013/025105 A1 describe un procedimiento para preparar ácido succínico, dicho procedimiento comprende las etapas de proporcionar succinato de magnesio, en particular a través de un procedimiento de fermentación, acidificar el succinato de magnesio con ácido clorhídrico 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 se puede someter a una etapa de descomposición térmica para formar cloruro de hidrógeno y óxido de magnesio.

25 Si bien el procedimiento de acuerdo con lo descrito en dicha referencia es bastante atractivo, aún existe la necesidad de seguir mejorando. En particular, se ha encontrado que se necesita mejorar el rendimiento de ácido succínico del procedimiento.

30 El documento CN 101550079A desvela un procedimiento para la purificación de ácido succínico en el que una solución acuosa de succinato se neutraliza en tres etapas subsiguientes llevadas a cabo en tres reactores de neutralización separados, en el que en cada etapa se añade una solución acuosa de ácido clorhídrico concentrado para neutralizar de manera gradual el succinato. Sin embargo, la desventaja de este procedimiento se puede ver en el hecho de que, dado que se utiliza una solución acuosa de ácido clorhídrico para la neutralización, en cada una de las tres etapas de neutralización se introduce agua en la solución de succinato que al menos parcialmente se tiene que eliminar nuevamente antes de la cristalización con el fin de asegurar que una cantidad suficiente de ácido succínico se precipita en forma de cristales. Dado que la solución acuosa obtenida después de la acidificación es corrosiva, a menudo se producen problemas si se elimina el agua de tales soluciones ácidas por medio de evaporación. Una desventaja adicional del procedimiento desvelado en el documento de Patente CN 101550079 A es que el rendimiento es sólo de aproximadamente 70%, en el que este valor se ha calculado con base en los datos dados en los Ejemplos de dicho documento de la técnica anterior. Sin embargo, tales rendimientos bajos son demasiado bajos para un procedimiento económicamente factible.

35 La presente invención proporciona un procedimiento para proporcionar una solución de ácido succínico que resuelve este problema.

La invención se refiere a un procedimiento para proporcionar una solución de ácido succínico, que comprende las etapas de

- 40 - proporcionar un primer medio que contiene succinato de magnesio con una concentración de succinato de magnesio de 18 a 23% en peso a un primer reactor de acidificación en el que se pone en contacto con cloruro de hidrógeno para formar una solución de ácido succínico, cloruro de magnesio y cloruro de hidrógeno,
- 45 - proporcionar un segundo medio que contiene succinato de magnesio con una concentración de succinato de magnesio de 25 a 50% en peso, y ponerlo en contacto en un segundo reactor de acidificación con la solución de ácido succínico, cloruro de magnesio y cloruro de hidrógeno retirada del primer reactor de acidificación, para formar una mezcla acuosa que comprende cloruro de magnesio y ácido succínico con una concentración de ácido succínico de al menos 18% en peso.

Se ha encontrado que el procedimiento de acuerdo con la invención hace posible obtener una solución que comprende ácido succínico y cloruro de magnesio con un incremento en la concentración de ácido succínico. Esto da como resultado un rendimiento superior de ácido succínico en una etapa de precipitación de ácido succínico posterior. También da como resultado menor cantidad de agua en la solución de cloruro de magnesio, lo que es atractivo en el procesamiento posterior de dicha solución. Una ventaja adicional es que el agua se evapora a partir de una solución que no contiene HCl. Debido a que el HCl es un compuesto corrosivo, la eliminación de agua de una solución que no contiene este compuesto es atractiva, dado que coloca requisitos más bajos en el aparato utilizado en la evaporación. Otras ventajas de la presente invención y sus realizaciones específicas se aclararán a partir de la especificación adicional.

- 10 La invención se explicará con más detalle a continuación, con referencia a las Figuras, sin estar limitada a las mismas o por las mismas.

La Figura 1 proporciona una representación de una primera realización de la presente invención.

La Figura 2 proporciona una representación de una realización adicional de la presente invención.

La Figura 3 proporciona una representación de otra realización adicional de la presente invención.

- 15 La Figura 4 proporciona una representación de un procedimiento de purificación en conformidad con las enseñanzas del documento WO 2013/025105 A1.

Una característica de la presente invención es el uso de dos medios que contienen succinato de magnesio, a saber, un primer medio que contiene succinato de magnesio con una concentración de succinato de magnesio de 18 a 23% en peso, y un segundo medio que contiene succinato de magnesio con una concentración de succinato de magnesio de 25 a 50% en peso. El primer medio que contiene succinato de magnesio por lo general es una solución de succinato de magnesio. Se acidifica con HCl, para formar una solución de ácido succínico, cloruro de magnesio y cloruro de hidrógeno en exceso, y esta solución después se usa para acidificar el segundo medio que contiene succinato de magnesio. Dependiendo de la concentración, el segundo medio que contiene succinato de magnesio puede ser una solución de succinato de magnesio. También puede ser una suspensión de succinato de magnesio en una solución de succinato de magnesio.

En la Figura 1 se proporciona un primer medio acuoso que contiene succinato de magnesio con una concentración en el intervalo de 18 a 23% en peso a través de la línea (1) a un primer reactor de acidificación (2). En el primer reactor de acidificación (2), se añade HCl a través de la línea (3), y una solución acuosa que comprende ácido succínico, cloruro de magnesio, y HCl se retira a través de la línea (4), y se proporciona al segundo reactor de acidificación (6). En el segundo reactor de acidificación (6), se combina con un segundo medio que contiene succinato de magnesio con una concentración de succinato de magnesio de 25 a 50% en peso, que se proporciona a través de la línea (5). Esto da como resultado la formación de una mezcla acuosa que comprende cloruro de magnesio y ácido succínico con una concentración de ácido succínico de al menos 18% en peso, que se retira a través de la línea (7).

35 El primer medio que contiene succinato de magnesio tiene una concentración de succinato de magnesio en el intervalo de 18 a 23% en peso. El funcionamiento a concentraciones más bajas es posible, pero en general no es atractivo, ya que deriva en la presencia de cantidades innecesariamente altas de agua en el sistema. El límite superior de la concentración de succinato de magnesio se rige por la concentración de ácido succínico que se forma en el primer reactor de acidificación. Si la cantidad de ácido succínico formada en este caso es demasiado alta, el ácido succínico precipita en el reactor de acidificación, y esto puede interferir con el procedimiento de acidificación.

En principio, la temperatura y la presión de esta solución no son críticas. En general, es conveniente su operación a una presión que sea la atmosférica o esté ligeramente por encima o por debajo de la atmosférica. Una presión adecuada puede estar, por ej., en el intervalo de 0,05 a 0,2 MPa, en particular de 0,09 a 0,12 MPa. La temperatura puede, por ej., estar en el intervalo de 20 a 120 °C (en la que, cuando la temperatura está por encima de 100 °C, la presión debe seleccionarse en un valor tal que la solución se encuentre todavía en la fase líquida). Sin embargo, a menudo se prefieren temperaturas en el extremo superior del intervalo debido a que a temperaturas más elevadas aumenta la solubilidad del succinato de magnesio. Además, el primer medio que contiene succinato de magnesio a menudo se deriva de una etapa en la que el agua se ha evaporado a temperatura elevada. Por lo general, esto resulta en una temperatura más alta para el primer medio que contiene succinato de magnesio, por ej., en el intervalo de 50 a 100 °C, en particular de 80 a 100 °C.

En el primer reactor de acidificación, la solución de succinato de magnesio se pone en contacto con cloruro de hidrógeno. La acidificación de HCl se puede llevar a cabo, por ejemplo, con una solución de HCl acuoso o HCl gaseoso. Cuando se utiliza una solución de HCl, preferentemente tiene la concentración de HCl que es relativamente alta, para evitar la adición de agua innecesaria en el sistema. Por tanto, la solución de HCl preferentemente comprende al menos 5% en peso, más preferentemente al menos 10% en peso e incluso más preferentemente al menos 20% en peso de HCl.

También es posible el uso de una corriente de HCl gaseoso. En una realización, la corriente de HCl gaseoso se

deriva de la descomposición térmica del cloruro de magnesio. Esto se discute con más detalle a continuación. Se ha encontrado que la presente invención es en particular atractiva para el procesamiento de corrientes de HCl gaseoso, en particular las que se derivan de la descomposición térmica del cloruro de magnesio.

La cantidad de HCl añadido en la primera etapa de acidificación se rige no sólo por la cantidad necesaria para convertir la cantidad de succinato de magnesio en la primera etapa de acidificación en ácido succínico, sino también por la cantidad de succinato de magnesio que se va a convertir en ácido succínico en la segunda etapa de acidificación. Se puede preferir que la relación de la cantidad total de HCl proporcionado con el procedimiento y la cantidad total de succinato de magnesio proporcionado al procedimiento sea tal que haya un ligero exceso de HCl. Por ejemplo, el exceso de HCl usado puede ser tal que la mezcla acuosa final que comprende ácido y cloruro de magnesio succínico tenga un pH de 2 o menos, preferentemente un pH de 0-2, en particular un pH de 1-2.

La temperatura del HCl puede oscilar dentro de amplios intervalos, por ej., entre 5 y 130 °C, dependiendo también de si el HCl se proporciona en forma gaseosa, o en la forma de una solución acuosa. Pueden preferirse temperaturas más altas, debido a que la reacción de acidificación preferentemente se lleva a cabo a una temperatura más alta. Además, si el HCl se deriva de la descomposición térmica del cloruro de magnesio, de acuerdo con lo que se discute en más detalle a continuación, de por sí tendrá una temperatura más alta. Una temperatura adecuada para el HCl puede estar en el intervalo de 50 a 120 °C, en particular 70 a 120 °C.

La primera etapa de acidificación da como resultado la formación de una solución de ácido succínico, cloruro de magnesio y cloruro de hidrógeno. Las cantidades de ácido succínico y cloruro de magnesio son dependientes de la cantidad de succinato de magnesio proporcionado con el primer medio que contiene succinato de magnesio y la cantidad de agua suministrada con el HCl. En general, la solución comprende 15 a 23% en peso de ácido succínico, preferentemente 17 a 20% en peso. La solución comprende en general de 10 a 20% en peso de cloruro de magnesio, en particular de 12 a 17% en peso. La cantidad de HCl presente en la solución en general está en el intervalo de 0,1 a 6% en peso.

La temperatura en el reactor de acidificación y de la solución producida en el mismo puede oscilar dentro de amplios intervalos, por ej., entre 20 y 100 °C. La solución preferentemente se encuentra en o alrededor de la presión atmosférica, por ej., entre 0,09 y 0,12 MPa. Se prefiere que la temperatura esté en el extremo superior del intervalo, dado que esto evita la precipitación prematura de ácido succínico. Por lo tanto, puede ser preferible que la solución esté a una temperatura de 60-100 °C, en particular de 80-100 °C.

La solución que comprende ácido succínico, cloruro de magnesio y HCl se proporciona al segundo reactor de acidificación, en el que se combina con un segundo medio que contiene succinato de magnesio con una concentración de succinato de magnesio de 25-50% en peso. El límite inferior de este intervalo está regido por el deseo de mantener la cantidad de agua en el sistema lo más baja posible. El límite superior está regido por consideraciones de procesamiento. Puede ser preferible que la concentración de succinato de magnesio esté en el intervalo de 30-50% en peso, preferentemente en el intervalo de 35-45% en peso.

Para poder manipular la solución de succinato de magnesio a estas altas concentraciones, se prefiere que la solución tenga una temperatura de al menos 50 °C, en particular al menos 80 °C, más en particular al menos 100 °C. Como máximo, se puede mencionar una temperatura de 160 °C. Un intervalo preferido puede ser de 105 a 140 °C. Como es evidente para los expertos en la técnica, la solución debe estar bajo una presión que sea lo suficientemente alta como para asegurar que el cloruro de magnesio se encuentre en la fase líquida.

En la segunda reacción de acidificación, se combinan la solución que comprende ácido succínico, cloruro de magnesio y HCl y el segundo medio que contiene succinato de magnesio. La temperatura en el segundo reactor de acidificación y la temperatura de la mezcla retirada del mismo no son críticas. Como un intervalo general, se puede mencionar de 20-100 °C. Para limitar la cantidad de ácido succínico que precipita en el reactor de acidificación, puede ser preferible que la temperatura esté en el extremo superior del intervalo, por ej., entre 50 y 100 °C, más en particular entre 80 y 100 °C.

Si se desea, se puede añadir HCl adicional al segundo reactor de acidificación. Sin embargo, por razones de economía del procedimiento, se prefiere que la cantidad de HCl adicional añadida a la segunda reacción de acidificación sea limitada. En particular, se prefiere que del HCl requerido para neutralizar el succinato de magnesio en el segundo medio que contiene succinato de magnesio, al menos el 50% se proporcione por el producto de la primera reacción de acidificación, en particular al menos 70%, más en particular, al menos 90%. De acuerdo con una realización particularmente preferida del procedimiento de acuerdo con la presente invención se añaden menos que 5% en moles, más preferentemente menos que 1% en moles e incluso más preferentemente menos que 0,1% en moles de HCl a la mezcla en el segundo reactor de acidificación que se obtiene al poner en contacto el segundo medio que contiene succinato de magnesio con la solución retirada del primer reactor de acidificación, en cada caso con base en la cantidad molar total de ácido succínico y succinato de magnesio en dicha mezcla. De acuerdo con una realización incluso más preferida del procedimiento de acuerdo con la presente invención casi no se añade HCl a la mezcla (lo que significa que casi el 100% del HCl utilizado para neutralizar el succinato de magnesio se proporciona por el producto de la primera reacción de acidificación).

En el procedimiento de acuerdo con la invención, la relación entre el primer medio que contiene succinato de magnesio y el segundo medio que contiene succinato de magnesio se puede cuantificar mejor por medio de las cantidades relativas de succinato proporcionadas por estas corrientes al succinato presente en el producto final de ácido succínico. En una realización, del succinato en el producto final de ácido succínico se deriva entre 10 y 90% del primer medio que contiene succinato de magnesio, en particular entre 25 y 90%, más en particular entre 50 y 90%. El equilibrio se proporciona por el succinato derivado del segundo medio que contiene succinato.

Cuando se proporciona el HCl a la primera etapa de acidificación en forma gaseosa, se prefiere que el volumen de líquido en la primera etapa de acidificación sea tan grande que se absorba todo el HCl suministrado al medio, para evitar la ventilación de HCl. Esto se puede garantizar por la selección de una temperatura adecuada y un volumen de líquido adecuado para el medio que contiene succinato de magnesio. Llevar a cabo lo dicho está dentro del ámbito de los expertos en la técnica.

El producto de la segunda reacción de acidificación es una mezcla acuosa que comprende cloruro de magnesio y al menos 18% en peso de ácido succínico. Dependiendo de la temperatura y la composición adicional, la mezcla puede ser una solución con ambos de cloruro de magnesio y ácido succínico disueltos, o puede ser una suspensión, con parte del ácido succínico disuelto y parte del ácido succínico presente en forma de partículas sólidas. En principio, también es posible que parte de la forma de cloruro de magnesio esté presente en forma de partículas sólidas. Sin embargo, debido a la alta solubilidad del cloruro de magnesio, es menos probable que esto ocurra. La mezcla acuosa por lo general tiene una concentración de ácido succínico de 18-30% en peso, más en particular de 18-25% en peso. Las concentraciones superiores a 30% en peso son difíciles de obtener. Para concentraciones inferiores a 18% en peso, el procedimiento tiene un interés económico disminuido. La concentración de cloruro de magnesio de la mezcla acuosa por lo general está en el intervalo de 10-25% en peso, más en particular de 15-25% en peso, dependiendo de las concentraciones de succinato de magnesio en las soluciones anteriores.

De acuerdo con lo indicado con anterioridad, la mezcla por lo general tiene un pH por debajo de 2, en particular entre 0 y 2, más en particular entre 1 y 2.

En una realización de la presente invención, el primer medio que contiene succinato de magnesio y/o el segundo medio que contiene succinato de magnesio, preferentemente tanto el primer medio que contiene succinato de magnesio como el segundo medio que contiene succinato de magnesio, se obtienen sometiendo a una solución acuosa de succinato de magnesio con una concentración de succinato de magnesio en el intervalo de 5 a 15% en peso a una etapa de concentración en un reactor de evaporación en el que se evapora el agua para obtener una solución de succinato de magnesio con la concentración especificada.

Por lo tanto, en una realización, una solución de succinato de magnesio con una concentración en el intervalo de 5-15% en peso se somete a una etapa de evaporación a temperatura elevada y/o reducción de la presión para evaporar el agua para obtener un medio que contiene succinato de magnesio con una concentración de 18-23% en peso. Para propiedades adicionales de este medio, se hace referencia a lo indicado con anterioridad para el medio a proporcionar al primer reactor de acidificación. Se puede preferir por razones de control del procedimiento la evaporación a temperatura elevada a una presión tal que se evita la precipitación del succinato de magnesio.

En una realización adicional, una solución de succinato de magnesio con una concentración en el intervalo de 5-15% en peso se somete a una etapa de evaporación a temperatura elevada y/o reducción de la presión para evaporar el agua para obtener un medio que contiene succinato de magnesio con una concentración de 25-50% en peso. Para propiedades adicionales de este medio, se hace referencia a lo indicado con anterioridad para el medio que contiene succinato de magnesio a proporcionar al segundo reactor de acidificación. Se puede preferir por razones de control del procedimiento la evaporación a temperatura elevada a una presión tal que se evita la precipitación del succinato de magnesio.

Se puede preferir en particular que las realizaciones en los dos párrafos precedentes sean combinadas. En ese caso, una única solución de succinato de magnesio se puede usar como un material de partida para las dos etapas de evaporación. Esta realización se ilustra en la Figura 2, sin limitarse a la misma o por la misma.

En la Figura 2, una solución acuosa de succinato de magnesio con una concentración de 5-15% en peso se proporciona a través de la línea (8). Se divide en una línea de alimentación (9) en un primer reactor de evaporación (10) y una línea de alimentación (11) en un segundo reactor de evaporación (12). En el primer reactor de evaporación (10), el agua se evapora y se elimina a través de la línea (13), en una cantidad tal que el medio acuoso que contiene succinato de magnesio se obtiene con una concentración de succinato de magnesio en el intervalo de 18-23% en peso. El medio que contiene succinato de magnesio se retira a través de la línea (1), y se proporciona a un primer reactor de acidificación (2), de acuerdo con lo discutido con anterioridad para la Figura 1. En el segundo reactor de evaporación (12), el agua se evapora y se elimina a través de la línea (14), en una cantidad tal que el medio acuoso que contiene succinato de magnesio se obtiene con una concentración de succinato de magnesio en el intervalo de 25-50% en peso. El medio que contiene succinato de magnesio se retira a través de la línea (5), y se proporciona al segundo reactor de acidificación (6), de acuerdo con lo discutido con anterioridad para la Figura 1. Para los elementos adicionales de la Figura 2, se hace referencia a lo indicado con anterioridad para los elementos correspondientes de la Figura 1.

Por lo tanto, la presente invención también se refiere a un procedimiento que comprende las etapas de

- 5 - someter una solución de succinato de magnesio con una concentración de succinato de magnesio de 5 a 15% en peso a al menos una etapa de concentración en al menos un reactor de evaporación, para obtener un primer medio que contiene succinato de magnesio con una concentración de succinato de magnesio de 18 a 23% en peso y un segundo medio que contiene succinato de magnesio con una concentración de 25 a 50% en peso,
- proporcionar el primer medio que contiene succinato de magnesio con una concentración de succinato de magnesio de 18 a 23% en peso a un primer reactor de acidificación en el que se pone en contacto con cloruro de hidrógeno para formar una solución de ácido succínico, cloruro de magnesio y cloruro de hidrógeno,
- 10 - poner en contacto el segundo medio que contiene succinato de magnesio con una concentración de succinato de magnesio de 25 a 50% en peso en un segundo reactor de acidificación con la solución de ácido succínico, cloruro de magnesio y cloruro de hidrógeno retirada del primer reactor de acidificación, para formar una mezcla acuosa que comprende cloruro de magnesio y ácido succínico con una concentración de ácido succínico de al menos 18% en peso.
- 15 En la Figura 2, se presentan dos evaporadores separados. Como es evidente para los expertos en la técnica, también es posible llevar a cabo la etapa de evaporación para generar el primer medio que contiene succinato de magnesio y la etapa de evaporación para generar el segundo medio que contiene succinato de magnesio en una sola unidad de evaporación al hacer pasar la solución a través de la unidad en un mayor o menor número de ciclos.
- 20 La mezcla acuosa que comprende cloruro de magnesio y ácido succínico derivado del segundo reactor de acidificación se puede procesar de acuerdo con lo deseado. En una realización, se proporciona a una etapa de precipitación/separación, en la que el ácido succínico precipita de la solución, lo que da como resultado la formación de ácido succínico en forma sólida, que se puede separar de la solución de cloruro de magnesio.
- 25 De acuerdo con lo indicado con anterioridad, la mezcla acuosa que comprende cloruro de magnesio y ácido succínico derivado del segundo reactor de acidificación ya puede comprender ácido succínico en forma sólida. Para aumentar la cantidad de ácido succínico presente en forma sólida, se pueden emplear medidas convencionales de la técnica. Las medidas incluyen disminuir la temperatura de la mezcla, eliminar el agua para aumentar la concentración de ácido succínico, y añadir un antidisolvente. La última realización puede ser menos preferida dado que implica la adición de más componentes al sistema.
- 30 En este contexto, cabe señalar que el procedimiento de acuerdo con la invención hace posible obtener una mezcla de producto con una concentración de ácido succínico más alta y una concentración de cloruro de magnesio más alta que el procedimiento de una sola etapa descrito en el documento WO2013/025105. Dado que tanto una concentración de ácido succínico más alta como una concentración de cloruro de magnesio más alta dan como resultado un aumento de la precipitación del ácido succínico, se mejora el rendimiento de ácido succínico. Esto también tiene la ventaja de que la solución de cloruro de magnesio restante contiene menos ácido succínico, que es ventajoso en el procesamiento posterior de dicha solución.
- 35 Para más información sobre la precipitación de ácido succínico de la solución de cloruro de magnesio, se hace referencia al documento WO2013/025105.
- 40 El ácido succínico precipitado se puede separar de la solución de cloruro de magnesio por medio de procedimientos conocidos en la técnica. Los procedimientos adecuados incluyen técnicas de filtración, que incluyen también la filtración de membrana, técnicas de sedimentación, técnicas basadas en la separación por gravedad, tal como decantación, y técnicas que comprenden una etapa de centrifugación. También se pueden utilizar combinaciones de diversos procedimientos, por ej., centrifugación seguida por decantación.
- 45 La solución de cloruro de magnesio resultante de la etapa de separación se puede procesar de acuerdo con lo deseado. En una realización, si aún restan cantidades significativas de ácido succínico en la solución de cloruro de magnesio, se pueden llevar a cabo etapas de precipitación adicionales, seguidas por etapas de separación adicionales.
- 50 En una realización, la solución de cloruro de magnesio, independientemente después de haber sido sometida a otras etapas de precipitación/separación, o no, se puede proporcionar a una etapa de descomposición térmica. En una 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 ninguna explicación adicional en la presente memoria. Estos se describen, por ej., en los documentos WO 2013/025105, WO 2015/00956, y la solicitud de PCT no publicada PCT/EP2015/056895.
- 55 En una realización, la solución de partida de succinato de magnesio con una concentración de succinato de magnesio de 5-15% en peso se deriva de un procedimiento de fermentación. En tal 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 neutralizar 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 en general, se somete a una etapa de eliminación de la biomasa, por medio de 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, en particular como alimentación a las primeras y segundas etapas de evaporación descritas con anterioridad.

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

En una realización, en la que el procedimiento de acuerdo con la invención comprende una etapa de descomposición térmica, el óxido de magnesio generado en la etapa de descomposición térmica se proporciona como agente de neutralización a un procedimiento de fermentación que genera ácido succínico, ya sea directamente, o después de la conversión en hidróxido de magnesio, carbonato de magnesio o bicarbonato de magnesio.

En una realización, en la que el procedimiento de acuerdo con la invención comprende una etapa de descomposición térmica, el cloruro de hidrógeno generado en la etapa de descomposición térmica se proporciona al primer reactor de acidificación, en forma gaseosa o después de la disolución o absorción en agua para formar una solución acuosa de HCl. Es una realización preferida de la presente invención proporcionar el HCl generado en la etapa de descomposición térmica al primer reactor de acidificación en forma gaseosa.

Una realización preferida de la presente invención se ilustra en la Figura 3.

En la Figura 3, una mezcla acuosa que comprende cloruro de magnesio y ácido succínico con una concentración de ácido succínico de al menos 18% en peso se retira a través de la línea (7), y se proporciona a una etapa de separación (15). En la etapa de separación (15), el ácido succínico se separa, y se retira a través de la línea (16). Una solución de cloruro de magnesio se retira a través del conducto (17), y se proporciona a una etapa de descomposición térmica (18), en la que el cloruro de magnesio se descompone para formar óxido de magnesio, retirado a través de la línea (19) y HCl. El HCl se retira de la etapa de descomposición térmica a través de la línea (3) y se proporciona al primer reactor de acidificación (2), ya sea, y según lo preferido, en la forma gaseosa en la que se obtiene en la etapa de descomposición térmica, o después de la absorción en agua para formar un medio acuoso (en un aparato de absorción que no se muestra). Para una descripción de los elementos adicionales en la Figura 3, se hace referencia a la descripción de las Figuras 1 y 2.

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, dicha la 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 por medio de la adición de una base de magnesio seleccionada de óxido de magnesio, hidróxido de magnesio, carbonato de magnesio y bicarbonato de magnesio, obteniendo de este modo una solución de succinato de magnesio con una concentración de succinato de magnesio de 5-15% en peso,
- someter una solución de succinato de magnesio con una concentración de succinato de magnesio de 5-15% en peso a al menos una etapa de concentración en al menos un reactor de evaporación, para obtener un primer medio que contiene succinato de magnesio con una concentración de succinato de magnesio de 18-23% en peso y un segundo medio que contiene succinato de magnesio con una concentración de 25-50% en peso,
- proporcionar el primer medio que contiene succinato de magnesio con una concentración de succinato de magnesio de 18-23% en peso a un primer reactor de acidificación en el que se pone en contacto con cloruro de hidrógeno para formar una solución de ácido succínico, cloruro de magnesio y cloruro de hidrógeno,
- poner en contacto el segundo medio que contiene succinato de magnesio con una concentración de succinato de magnesio de 25-50% en peso en un segundo reactor de acidificación con la solución de ácido succínico, cloruro de magnesio y cloruro de hidrógeno retirada del primer reactor de acidificación, para formar una mezcla acuosa que comprende cloruro de magnesio y ácido succínico con una concentración de ácido succínico de al menos 18% en peso,
- someter la mezcla acuosa de cloruro de magnesio y ácido succínico con una concentración de ácido succínico de al menos 18% en peso a una etapa de precipitación y una etapa de separación, para generar ácido succínico sólido y una solución de cloruro de magnesio,
- proporcionar la solución de cloruro de magnesio a una etapa de descomposición térmica a una temperatura de al menos 300 °C, lo que da como resultado la formación de óxido de magnesio y cloruro de hidrógeno,

- opcionalmente proporcionar el óxido de magnesio como agente neutralizante a la etapa de fermentación, en su estado actual o después de la conversión a hidróxido de magnesio, carbonato de magnesio o bicarbonato de magnesio,
- proporcionar el cloruro de hidrógeno al primer reactor de acidificación, ya sea directamente, o después de la absorción en agua para formar una solución de cloruro de hidrógeno.

Las diversas etapas del procedimiento de acuerdo con esta realización de la invención se pueden llevar a cabo de acuerdo con lo descrito en más detalle con anterioridad.

Será evidente para los expertos en la técnica que los diversos aspectos de la presente invención que se han descrito con anterioridad en diferentes párrafos se pueden combinar, a menos que se excluyan mutuamente.

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

Ejemplo comparativo

En este ejemplo, se hace referencia al procedimiento de acuerdo con lo descrito en el documento WO 2013/025105 A1. La Figura 4 describe la configuración para el procedimiento que se ha utilizado en este ejemplo comparativo.

- 15 Una solución acuosa de succinato de magnesio con una concentración de 7% en peso y una temperatura de 80 °C se proporciona a través de la línea de alimentación (9) a un reactor de evaporación (10) en el que se evapora el agua y se retira a través de la línea (13) en una cantidad tal que una solución acuosa de succinato de magnesio (1) se obtiene con una concentración de succinato de magnesio en el intervalo de 22% en peso, con una temperatura de 95 °C. La solución de succinato de magnesio (1) se proporciona a un reactor de acidificación (2). En el reactor de acidificación, se añade HCl a través de la línea (3) en forma gaseosa, a una temperatura de 115 °C. Esto da como resultado la formación de una solución acuosa (4) que comprende cloruro de magnesio y ácido succínico con una concentración de ácido succínico de 18% en peso, y una concentración de cloruro de magnesio de 15% en peso, en la que la solución tiene una temperatura de 95 °C. Esta solución acuosa se somete a una etapa de precipitación y a una etapa de separación, para generar ácido succínico sólido y una solución de cloruro de magnesio. El rendimiento global del ácido succínico es de 95% en peso.

Ejemplo

En este ejemplo, se hace referencia al procedimiento de acuerdo con lo ilustrado en la Figura 2.

- 30 Una solución acuosa de succinato de magnesio con una concentración de 7% en peso y una temperatura de 80 °C se proporciona a través de la línea (8). Se divide en una línea de alimentación (9) en un primer reactor de evaporación (10) y una línea de alimentación (11) en un segundo reactor de evaporación (12).

- 35 En el primer reactor de evaporación (10), el agua se evapora y se retira a través de la línea (13), en una cantidad tal que una solución acuosa de succinato de magnesio se obtiene con una concentración de succinato de magnesio en el intervalo de 22% en peso, con una temperatura de 95 °C. La solución de succinato de magnesio se retira a través de la línea (1), y se proporciona a un primer reactor de acidificación (2). En el segundo reactor de evaporación (12), el agua se evapora y se elimina a través de la línea (14), en una cantidad tal que una solución acuosa de succinato de magnesio se obtiene con una concentración de succinato de magnesio en el intervalo de 35% en peso. La solución de succinato de magnesio tiene una temperatura de 115 °C y se encuentra a la presión autógena. Se retira a través de la línea (5), y se proporciona al segundo reactor de acidificación (6).

- 40 En el primer reactor de acidificación (2), se añade HCl a través de la línea (3) en forma gaseosa, a una temperatura de 115 °C, y una solución acuosa con una temperatura de 95 °C que comprende ácido succínico a una concentración de 15% en peso, cloruro de magnesio en una concentración de 18% en peso, y el HCl se retira a través de la línea (4), y se proporciona al segundo reactor de acidificación (6). En el segundo reactor de acidificación (6), se combina con el segundo medio que contiene succinato de magnesio. Esto da como resultado la formación de una solución acuosa que comprende cloruro de magnesio y ácido succínico con una concentración de ácido succínico de 21% en peso, y una concentración de cloruro de magnesio de 18% en peso, la solución tiene una temperatura de 120 °C, que se retira a través de la línea (7). Esta solución acuosa se somete a una etapa de precipitación y a una etapa de separación, para generar ácido succínico sólido y una solución de cloruro de magnesio. El rendimiento global de ácido succínico es mayor que 97% en peso.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para proporcionar una solución de ácido succínico, que comprende las etapas de

- proporcionar un primer medio que contiene succinato de magnesio con una concentración de succinato de magnesio de 18 a 23% en peso a un primer reactor de acidificación en el que se pone en contacto con cloruro de hidrógeno para formar una solución de ácido succínico, cloruro de magnesio y cloruro de hidrógeno,

- proporcionar un segundo medio que contiene succinato de magnesio con una concentración de succinato de magnesio de 25 a 50% en peso, y ponerlo en contacto en un segundo reactor de acidificación con la solución de ácido succínico, cloruro de magnesio y cloruro de hidrógeno retirada del primer reactor de acidificación, para formar una mezcla acuosa que comprende cloruro de magnesio y ácido succínico con una concentración de ácido succínico de al menos 18% en peso.

2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el primer medio que contiene succinato de magnesio y/o el segundo medio que contiene succinato de magnesio, preferentemente tanto el primer medio que contiene succinato de magnesio como el segundo medio que contiene succinato de magnesio se obtienen sometiendo a una solución acuosa de succinato de magnesio con una concentración de succinato de magnesio en el intervalo de 5 a 15% en peso a una etapa de concentración en un reactor de evaporación en el que se evapora agua para obtener una solución de succinato de magnesio con la concentración especificada.

3. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 2, que comprende las etapas de

- someter una solución de succinato de magnesio con una concentración de succinato de magnesio de 5 a 13% en peso a al menos una etapa de concentración en al menos un reactor de evaporación, para obtener un primer medio que contiene succinato de magnesio con una concentración de succinato de magnesio de 18 a 23% en peso y un segundo medio que contiene succinato de magnesio con una concentración de 25 a 50% en peso,

- proporcionar el primer medio que contiene succinato de magnesio con una concentración de succinato de magnesio de 18 a 23% en peso a un primer reactor de acidificación en el que se pone en contacto con cloruro de hidrógeno para formar una solución de ácido succínico, cloruro de magnesio y cloruro de hidrógeno,

- poner en contacto el segundo medio que contiene succinato de magnesio con una concentración de succinato de magnesio de 25 a 50% en peso en un segundo reactor de acidificación con la solución de ácido succínico, cloruro de magnesio y cloruro de hidrógeno retirada del primer reactor de acidificación, para formar una mezcla acuosa que comprende cloruro de magnesio y ácido succínico con una concentración de ácido succínico de al menos 20% en peso.

4. Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el HCl proporcionado al primer reactor de acidificación se proporciona en forma gaseosa.

5. Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el HCl proporcionado a la primera etapa de acidificación se deriva de la descomposición térmica del cloruro de magnesio.

6. Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que además comprende las etapas de:

- someter la mezcla de cloruro de magnesio y ácido succínico con una concentración de ácido succínico de al menos 18% en peso a una etapa de precipitación y una etapa de separación, para generar ácido succínico sólido y una solución de cloruro de magnesio,

- proporcionar la solución de cloruro de magnesio a una etapa de descomposición térmica a una temperatura de al menos 300 °C, lo que da como resultado la formación de óxido de magnesio y cloruro de hidrógeno,

- proporcionar el cloruro de hidrógeno al primer reactor de acidificación, ya sea directamente en forma gaseosa, o después de la absorción en agua para formar una solución de cloruro de hidrógeno.

7. Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que comprende las etapas de

- someter una fuente de carbono a una etapa de fermentación para formar ácido succínico, dicha 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 por medio de la adición de una base de magnesio seleccionada de óxido de magnesio, hidróxido de magnesio, carbonato de magnesio y bicarbonato de magnesio, para obtener de este modo una solución de succinato de magnesio con una concentración de succinato de magnesio de 5 a 15% en peso,

- 5
 - someter una solución de succinato de magnesio con una concentración de succinato de magnesio de 5 a 15% en peso a al menos una etapa de concentración en al menos un reactor de evaporación, para obtener un primer medio que contiene succinato de magnesio con una concentración de succinato de magnesio de 18 a 23% en peso y un segundo medio que contiene succinato de magnesio con una concentración de 25 a 50% en peso,
 - proporcionar el primer medio que contiene succinato de magnesio con una concentración de succinato de magnesio de 18 a 23% en peso a un primer reactor de acidificación en el que se pone en contacto con cloruro de hidrógeno para formar una solución de ácido succínico, cloruro de magnesio y cloruro de hidrógeno,
- 10
 - poner en contacto el segundo medio que contiene succinato de magnesio con una concentración de succinato de magnesio de 25 a 50% en peso en un segundo reactor de acidificación con la solución de ácido succínico, cloruro de magnesio y cloruro de hidrógeno retirada del primer reactor de acidificación, para formar una mezcla acuosa que comprende cloruro de magnesio y ácido succínico con una concentración de ácido succínico de al menos 20% en peso,
- 15
 - someter la mezcla de cloruro de magnesio y ácido succínico con una concentración de ácido succínico de al menos 18% en peso a una etapa de precipitación y una etapa de separación, para generar ácido succínico sólido y una solución de cloruro de magnesio,
 - proporcionar la solución de cloruro de magnesio a una etapa de descomposición térmica a una temperatura de al menos 300 °C, lo que da como resultado la formación de óxido de magnesio y cloruro de hidrógeno,
- 20
 - opcionalmente proporcionar el óxido de magnesio como agente neutralizante a la etapa de fermentación, en su estado actual o después de la conversión a hidróxido de magnesio, carbonato de magnesio o bicarbonato de magnesio,
 - proporcionar el cloruro de hidrógeno al primer reactor de acidificación, ya sea directamente, o después de la disolución en agua para formar una solución de cloruro de hidrógeno.
- 8. Procedimiento de producción de butanodiol, que comprende las etapas de:
 - 25
 - preparar ácido succínico sólido por medio de un procedimiento definido en las reivindicaciones 6 o 7;
 - usar el ácido succínico sólido como un material de partida para la producción de ésteres de ácido succínico;
 - usar los ésteres de ácido succínico como un material de partida para la producción de butanodiol.

Fig. 1

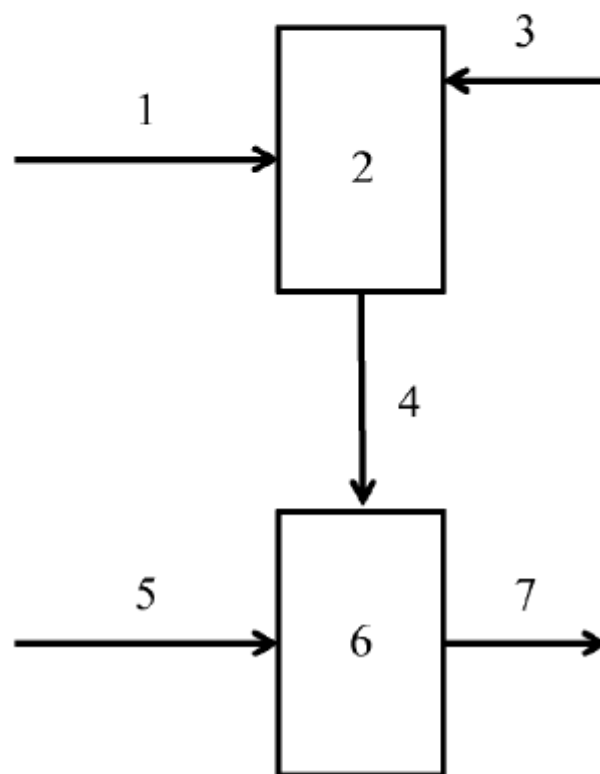


Fig. 2

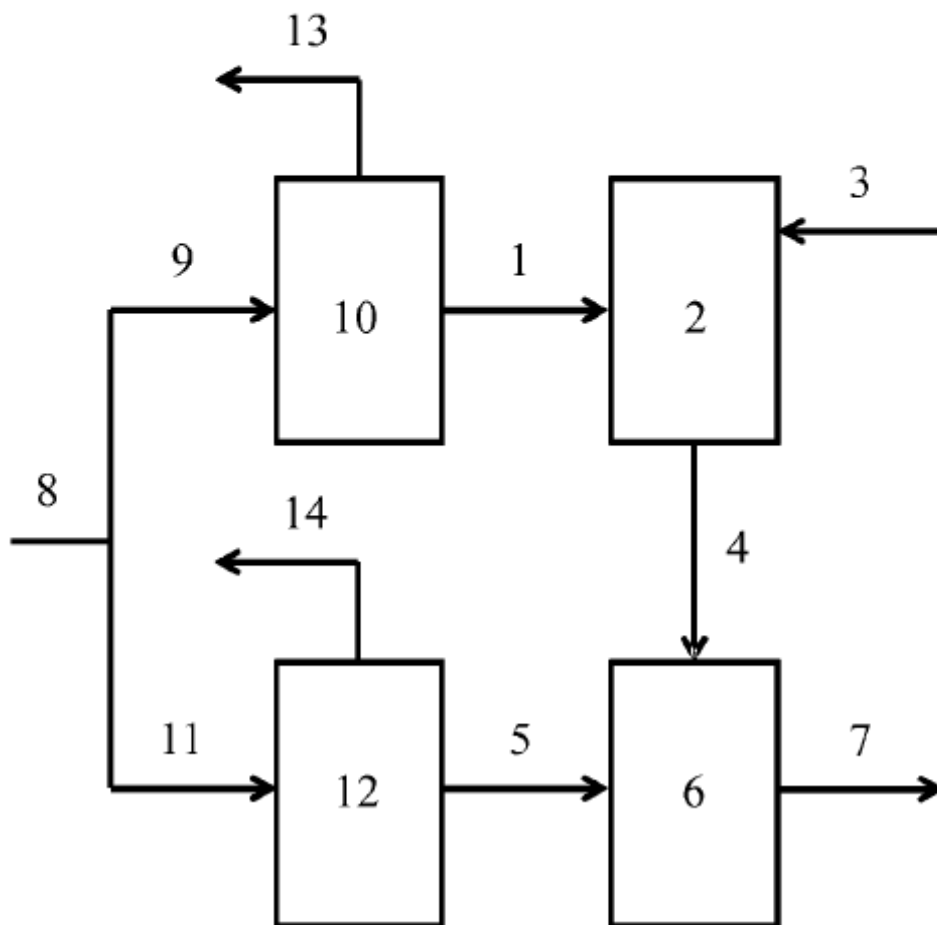


Fig. 3

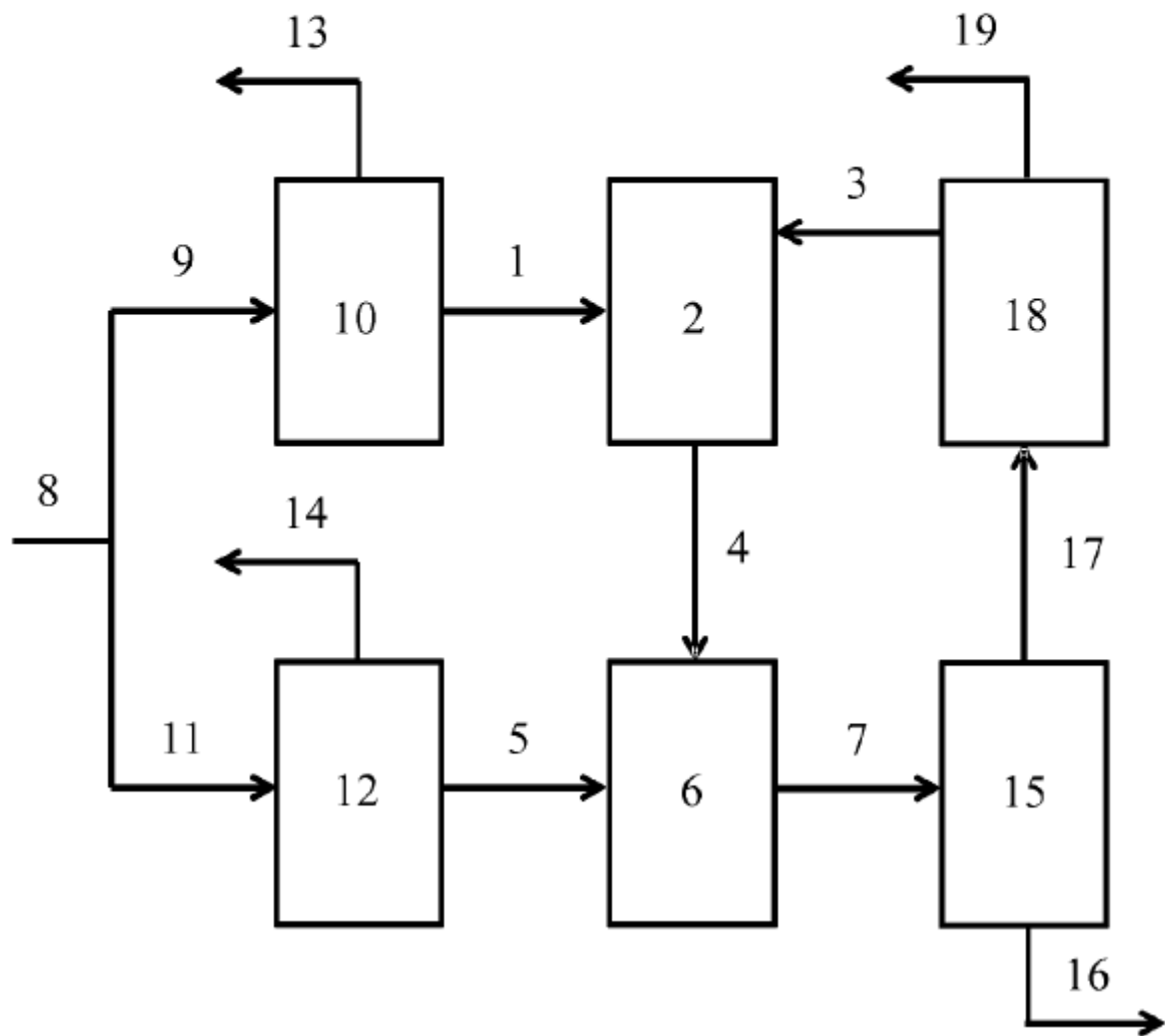


Fig. 4

