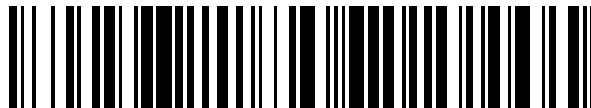


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 935 629**

51 Int. Cl.:

C07C 51/00 (2006.01)

C07C 51/44 (2006.01)

C07D 307/50 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **20.06.2018 PCT/IB2018/054540**

87 Fecha y número de publicación internacional: **27.12.2018 WO18235012**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **20.06.2018 E 18740904 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **19.10.2022 EP 3665147**

54 Título: **Procedimiento de producción del ácido levulínico**

30 Prioridad:

21.06.2017 IT 201700068744

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

08.03.2023

73 Titular/es:

**BIO-ON S.P.A. (100.0%)
Via Dante Alighieri 7/B
40016 San Giorgio Di Piano (BO), IT**

72 Inventor/es:

**CONTI, FABIO;
BEGOTTI, SIMONE y
IPPOLITO, FELICIANO**

74 Agente/Representante:

ISERN JARA, Jorge

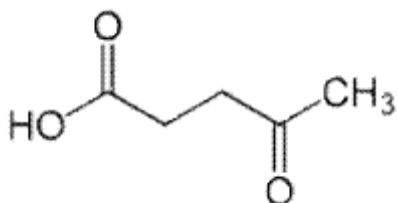
ES 2 935 629 T3

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 producción del ácido levulínico

- 5 La presente invención se refiere a un procedimiento de producción de ácido levulínico. Más en particular, la presente invención se refiere a un procedimiento de producción de ácido levulínico mediante tratamiento térmico a pH ácido de un carbohidrato y posterior recuperación de ácido levulínico mediante un procedimiento que no requiere el uso de disolventes orgánicos.
- 10 El ácido levulínico (también conocido como ácido 4-oxopentanoico o ácido γ -cetovalérico) es un producto orgánico que tiene la fórmula:



- 15 Puede ser ampliamente usado en la industria química, en particular como producto intermedio para producir una amplia variedad de productos tales como resinas, plastificantes, herbicidas, disolventes, aditivos para combustibles, saborizantes, productos farmacéuticos y similares.

20 El ácido levulínico normalmente se produce mediante el tratamiento de carbohidratos a PH ácido y a alta temperatura (hasta 200 °C), usando un ácido fuerte como catalizador, tal como el ácido clorhídrico o el ácido sulfúrico.

Por ejemplo, partiendo de sacarosa, el esquema de reacción que conduce a la formación del ácido levulínico es el siguiente (HMF = 2,5-(hidroximetil)furaldehído o 2,5-(hidroximetil)furfural):

- 25 -
sacarosa (C₁₂H₂₂O₁₁) + H₂O --> glucosa (C₆H₁₂O₆) + fructosa (C₆H₁₂O₆) (I);
- fructosa (C₆H₁₂O₆) --> HMF (C₆H₆O₃) + 3 H₂O (II)
- 30 -
HMF (C₆H₆O₃) + 2 H₂O --> ácido levulínico (C₅H₈O₃) + ácido fórmico (CH₂O₂) (III)
- .

- 35 Sin embargo, el rendimiento de dicho procedimiento es bastante bajo, principalmente debido a la formación de numerosos subproductos de reacción de los que debe separarse el ácido levulínico a través de complejos procedimientos de extracción y purificación. Además de diversos subproductos de bajo peso molecular, incluido el ácido fórmico, el tratamiento térmico a pH ácido de los carbohidratos en condiciones forzadas conduce a la formación de huminas, que son productos de alto peso molecular derivados de reacciones de condensación. Las huminas
- 40 generalmente se separan en forma de sólidos, generalmente de color oscuro, lo que causa numerosos problemas durante el procedimiento de recuperación del ácido levulínico.

La recuperación del ácido levulínico y otros productos de interés, tales como el HMF, se realiza generalmente mediante extracción con un disolvente orgánico apropiado, seleccionado por ejemplo entre: acetato de etilo, metilisobutilcetona (MIBK), acetofenona, ciclohexanona, fenoles y similares. Sobre este punto véase por ejemplo la Solicitud de la Patente US 2006/0142599.

La Solicitud de la Patente WO 98/19986 describe un procedimiento de producción de ácido levulínico que comprende el tratamiento de una biomasa a base de celulosa o hemicelulosa con una solución ácida concentrada para formar un

50 gel. A continuación, el gel se diluye y se calienta a 80-100 °C. Después de la separación de la fase líquida de la fase sólida, esta última se trata de nuevo con un ácido concentrado a 80-100 °C. De dicho segundo tratamiento se obtiene una fase líquida y una fase sólida, y después de combinarse con la fase líquida obtenida de la primera separación, la fase líquida se hidroliza nuevamente en un ambiente ácido a 40-240 °C. La recuperación del ácido levulínico se realiza mediante el paso de la mezcla de reacción a través de una columna de cromatografía, en particular un sistema de

55 columna de cromatografía múltiple conocido como "cromatografía de lecho móvil simulado". Este es un procedimiento de recuperación muy lento que requiere el uso de aparatos complejos y costosos.

- 5 La Solicitud de la Patente WO 2013/034763 describe un procedimiento de recuperación de ácido levulínico u otros productos útiles derivados de la hidrólisis ácida de carbohidratos, en el que el producto de reacción se somete a separación por membrana en presencia de un disolvente orgánico, usando una membrana de nanofiltración, que es impermeable a las moléculas que tienen un peso molecular de 100 kDa o más. En otra realización, el procedimiento de recuperación de ácido levulínico contempla una primera etapa de destilación del producto de reacción, para obtener un destilado y un residuo de destilación, que luego se somete a separación a través de una membrana de nanofiltración como se ha descrito anteriormente.
- 10 El documento WO 2017/009217 se refiere a una composición de ácido levulínico que comprende ácido levulínico, ácido fórmico y lactona angélica, y a un procedimiento de aislamiento de tal composición.
- El documento WO 2014/087013 se refiere a un procedimiento de aislamiento de ácido levulínico a partir de una composición en bruto, que se obtiene preferiblemente a partir de hidrólisis ácida de glucosa o fructosa.
- 15 El documento WO 2017/009221 se refiere a un procedimiento para el aislamiento de ácido levulínico obtenido por hidrólisis catalizada por ácido de una materia prima que contiene carbohidratos C6.
- La solicitud pretendía resolver el problema de producir ácido levulínico mediante un procedimiento de reducido impacto ambiental, sin el uso de disolventes orgánicos, que garantice rendimientos de procedimiento satisfactorios a escala industrial, con un grado apropiado de pureza del ácido levulínico. para sus aplicaciones más comunes.
- 20 Tal problema y otros que se ilustrarán mejor a continuación han sido resueltos mediante un procedimiento como se define en la presente descripción y reivindicaciones adjuntas.
- 25 Por lo tanto, según un primer aspecto, la presente invención se refiere a un procedimiento de producción de ácido levulínico, que comprende:
- (a) someter un sustrato a base de carbohidratos a una etapa de tratamiento, para obtener una mezcla de reacción que comprende ácido levulínico, 2,5-(hidroximetil)furfural (HMF), ácido fórmico, huminas insolubles en agua y huminas solubles en agua;
- 30 (b) someter la mezcla de reacción a una etapa de filtración, para obtener una fase sólida que comprende huminas insolubles en agua y una fase líquida que comprende ácido levulínico, HMF, ácido fórmico, huminas solubles en agua;
- 35 (c) calentar la fase líquida obtenida en la etapa (b), para obtener una mezcla líquido-vapor a una temperatura desde 60 °C a 95 °C y una presión desde 150 mbar a 350 mbar;
- (d) someter la mezcla líquido-vapor obtenida en la etapa (c) a destilación fraccionada, para obtener:
- 40 una fase de cabeza a base de agua,
una fase intermedia que comprende ácido fórmico, y
una fase final que comprende ácido levulínico, HMF y huminas solubles en agua;
- 45 (e) someter la fase final obtenida en la etapa (d) a un procedimiento de separación por un evaporador de película delgada a una temperatura desde 150 °C a 220 °C y una presión desde 100 mbar a 350 mbar, para obtener una fase gaseosa que comprende ácido levulínico y HMF, y una fase líquida que comprende huminas solubles en agua;
- 50 (f) someter la fase gaseosa que comprende ácido levulínico y HMF a destilación fraccionada para separar el ácido levulínico de HMF;
- en el que la etapa (a) de tratamiento se realiza sobre un sustrato que contiene sacarosa y comprende las siguientes subetapas:
- 55 (a1) una primera subetapa de hidrólisis ácida de la sacarosa para obtener una mezcla de glucosa y fructosa;
- (a2) una segunda subetapa de separación de la fructosa a partir de la glucosa;
- 60 (a3) una tercera subetapa de tratamiento de la fructosa, sustancialmente libre de glucosa, en medio acuoso a pH ácido y a una temperatura desde 120 °C a 180 °C, para obtener la mezcla de reacción que comprende ácido levulínico, 2,5-(hidroximetil) furfural (HMF), ácido fórmico, huminas insolubles en agua y huminas solubles en agua.
- Dentro del alcance de la presente descripción y las reivindicaciones adjuntas, los valores de presión se indican, a menos que se indique lo contrario, como presión absoluta (mbar).
- 65

El procedimiento según la presente invención permite producir ácido levulínico y otros productos útiles con altos rendimientos (alrededor del 35-45 %), costes de producción relativamente contenidos, y especialmente con un bajo impacto ambiental, ya que es un procedimiento con un consumo de energía relativamente bajo con respecto a los procedimientos conocidos, y que no requiere el uso de disolventes o reactivos contaminantes.

5 Al final del procedimiento se obtiene ácido levulínico que es el producto principal y se encuentra en forma de solución acuosa, con una concentración preferiblemente del 50 % al 90 % en peso, más preferiblemente del 70 % al 85 % en peso.

10 También se obtiene HMF, que puede ser aprovechado como tal, siendo un producto que tiene diversas aplicaciones, por ejemplo, para la producción de resinas termoendurecibles y poliésteres (a través de su derivado, el ácido furandicarboxílico).

15 Alternativamente, el HMF obtenido en la etapa (f) se puede reintroducir en el sustrato inicial que se somete al tratamiento con pH ácido de la etapa (a), para aumentar el rendimiento global de ácido levulínico.

20 En relación con la etapa (a) de tratamiento de un sustrato a base de carbohidrato en ambiente acuoso a pH ácido a una temperatura desde 120 °C a 200 °C, este se lleva a cabo preferiblemente a un pH de 0 a 5, más preferiblemente desde 0.5 a 4. La temperatura es preferiblemente desde 120 °C a 170 °C. Para obtener el pH ácido se puede usar un ácido mineral, seleccionado por ejemplo entre: ácido sulfúrico, ácido clorhídrico, ácido fosfórico, ácido nítrico, ácido bórico, ácido fluorhídrico, ácido bromhídrico o un ácido de Lewis. Preferiblemente se puede usar ácido sulfúrico diluido, por ejemplo a una concentración desde 1.5 a 3 % en peso.

25 La acidificación del medio de reacción también se puede obtener usando una resina de intercambio iónico que contiene grupos ácidos, en particular grupos sulfónicos. Una amplia gama de resinas de este tipo está disponible comercialmente con la marca comercial Amberlite™ (Sigma Aldrich) (véase, por ejemplo, la patente US 2 738 367). Alternativamente, es posible usar una resina de intercambio iónico fluorada que contiene grupos sulfónicos, tales como las conocidas con la marca comercial Nafion™ (Du Pont). El uso de una resina de intercambio iónico también permite una separación más fácil del catalizador, que es sólido, después de completar la hidrólisis, con un menor impacto ambiental ya que la resina se puede regenerar y reusar fácilmente.

30 Preferiblemente, la etapa (a) se lleva a cabo a una presión desde 0.5 bar a 50 bar, más preferiblemente desde 1 bar a 20 bar. El tiempo de reacción puede variar dentro de grandes límites, principalmente en función del sustrato y del ácido usado, así como naturalmente de las condiciones de reacción. En general, el tiempo de reacción oscila entre 60 segundos y 18 horas, más preferiblemente entre 60 minutos y 10 horas.

35 El sustrato a base de hidratos de carbono que contiene sacarosa se puede seleccionar entre una amplia gama de productos, tanto productos sustancialmente puros, como mezclas de productos, en general de origen natural, tales como productos derivados del procesamiento industrial de plantas tales como, por ejemplo, jugos, melazas, pulpas derivadas del procesamiento de remolacha azucarera o caña de azúcar.

La etapa (a) de tratamiento en medio acuoso se realiza sobre un sustrato que contiene sacarosa y comprende las siguientes subetapas:

45 (a1) una primera subetapa de hidrólisis ácida de sacarosa para obtener una mezcla de glucosa y fructosa;

(a2) una segunda subetapa de separación de la fructosa a partir de la glucosa;

50 (a3) una tercera subetapa de tratamiento de la fructosa, sustancialmente libre de glucosa, en medio acuoso a pH ácido y a una temperatura desde 120 °C a 180 °C, para obtener una mezcla de reacción que comprende ácido levulínico, 2,5-(hidroximetil) furfural (HMF), ácido fórmico, huminas insolubles en agua y huminas solubles en agua.

55 La realización de la subetapa (a3) sobre fructosa sustancialmente libre de glucosa permite reducir considerablemente la producción de huminas, con un aumento significativo del rendimiento del procedimiento y una simplificación de las etapas posteriores de separación de las huminas a partir de los otros productos de reacción.

En relación con la primera subetapa (a1), se realiza preferiblemente a un pH de 2 a 4. Preferiblemente la temperatura de reacción es desde 120 °C a 150 °C. Preferiblemente, el tiempo de reacción es desde 60 segundos a 700 segundos.

60 La subetapa (a2) se puede realizar según técnicas conocidas, por ejemplo, mediante cromatografía de resinas de intercambio iónico, en particular resinas sulfonadas con iones de calcio como contraiones.

65 En relación con la tercera subetapa (a3), se realiza preferiblemente a un pH desde 0.5 a 4. Preferiblemente la temperatura de reacción es desde 120 °C a 170 °C. Preferiblemente, el tiempo de reacción es desde 1 hora a 10 horas.

En relación con la etapa (b) de filtración de la mezcla de productos obtenidos de la etapa (a), se puede realizar según técnicas conocidas, en particular mediante filtración ortogonal de membrana. La filtración permite separar las huminas insolubles como residuo sólido, mientras que la fase líquida, que comprende ácido levulínico, HMF, ácido fórmico, huminas solubles en agua, se envía a las etapas posteriores. Las huminas insolubles pueden eliminarse, por ejemplo, a través de un procedimiento de purificación biológica, posiblemente con la producción de biogás, que se puede usar para el requerimiento energético del sistema o para otros usos.

La fase líquida obtenida en la etapa de filtración (b) luego se calienta, para obtener una mezcla líquido-vapor a una temperatura desde 60 °C a 95 °C, preferiblemente desde 70 °C a 90 °C, y a una presión desde 150 mbar a 350 mbar, preferiblemente desde 200 mbar a 300 mbar.

El solicitante ha señalado que el calentamiento de tal fase líquida presenta diversos problemas, principalmente relacionados con el hecho de que el calentamiento de una masa considerable de líquido requiere mucho tiempo, por lo tanto aumenta el riesgo de degradación de los productos presentes en el líquido, con la consiguiente disminución del rendimiento y la necesidad de eliminar los subproductos de degradación.

Por lo tanto, es particularmente ventajoso realizar tal etapa de calentamiento a través de un evaporador de película descendente o ascendente, en particular un evaporador de película descendente. Se trata de dispositivos conocidos, en los que el calentamiento y transformación de líquido en vapor tiene lugar en el interior de una pluralidad de tubos, a su vez calentados por un fluido (por ejemplo, vapor a baja presión), en cuyo interior fluye el líquido en forma de película a lo largo de las paredes internas de los propios tubos. En el caso de un evaporador de película descendente, la película de líquido fluye en dirección descendente, gracias a la acción de la fuerza de la gravedad, mientras que en el caso de un evaporador de película ascendente, la película de líquido es empujada hacia arriba por el vapor desarrollado a partir de la ebullición. De esta forma, el líquido se calienta rápidamente, con tiempos de residencia a altas temperaturas bastante reducidos respecto al calentamiento convencional, y en consecuencia un menor riesgo de degradación de los productos orgánicos presentes en el propio líquido.

En general, los evaporadores de película permiten coeficientes de intercambio de calor muy elevados gracias a la velocidad del líquido en contacto con los tubos. Adicionalmente, la presencia de una fase de vapor continua dentro de los tubos hace que el intercambiador de calor sea apropiado para operar a una presión sustancialmente uniforme como resultado de la baja pérdida de carga.

La mezcla líquido-vapor a la salida de la etapa de calentamiento (c) se envía luego a la etapa de destilación fraccionada (d), para obtener una fase de cabeza en base acuosa, una fase intermedia de ácido fórmico y una fase final que comprende ácido levulínico, HMF y huminas solubles en agua. La destilación fraccionada (d) se puede llevar a cabo según técnicas conocidas, por ejemplo, a través de una columna de destilación con relleno estructurado.

En la cabeza de la columna de destilación se obtiene sustancialmente agua que se encuentra en forma de vapor y que, tras la condensación, puede ser usada nuevamente en todas las etapas anteriores del procedimiento, permitiendo una reducción considerable de los consumos de agua.

De la columna de destilación se obtiene también una fase intermedia, preferiblemente en forma gaseosa, que comprende principalmente ácido fórmico. El ácido fórmico obtenido en fase gaseosa se somete luego a condensación y se envía a almacenamiento.

Es importante subrayar que la fase intermedia que contiene el ácido fórmico está preferiblemente en fase gaseosa, y no en fase líquida, y por lo tanto se toma en un punto de la columna, por debajo del plato de alimentación de la mezcla líquido-vapor en la salida de la etapa (c) de calentamiento, donde la mezcla se encuentra todavía en fase gaseosa. De hecho, si el ácido fórmico se extrajera de la columna en forma líquida, contendría cantidades significativas de ácido levulínico, que luego se separaría del ácido fórmico por otros medios, con una reducción inevitable del rendimiento total del procedimiento de recuperación del ácido levulínico.

La fase final, en forma líquida, que comprende ácido levulínico, HMF y huminas solubles en agua, se envía luego a un procedimiento de separación a través de un evaporador de película delgada a una temperatura desde 150 °C a 220 °C, preferiblemente desde 180 °C a 210 °C, y una presión desde 100 mbar a 350 mbar, preferiblemente desde 150 mbar a 300 mbar, para obtener una fase gaseosa que comprende ácido levulínico y HMF, y una fase líquida que comprende huminas solubles en agua.

A diferencia de un evaporador de película descendente o ascendente, el evaporador de película delgada comprende un único tubo en cuyo interior fluye el líquido que se va a tratar a lo largo de la pared interna del propio tubo. La película de líquido se distribuye uniformemente sobre la pared gracias a la acción de un rotor de palas insertado en el interior del tubo que, al ponerse en rotación, además de distribuir el líquido sobre la pared, crea un flujo turbulento en la propia película que sustancialmente mejora el intercambio de calor. Este tipo de evaporador permite separar rápidamente la porción más volátil de la porción menos volátil, gracias a la agitación del líquido en forma de película en condiciones controladas. El evaporador opera preferiblemente a presión reducida para disminuir la temperatura de separación de

la fase de vapor de la fase líquida. El calentamiento de la pared del tubo se realiza, por ejemplo, a través de bobinas externas en cuyo interior circula un fluido calefactor, por ejemplo, vapor de agua.

5 La fase líquida que comprende las huminas solubles en agua se puede enviar para su eliminación, por ejemplo, a través de un procedimiento de purificación biológica, posiblemente con la producción de biogás, que puede ser el mismo usado para la eliminación de las huminas insolubles en agua como se indicó anteriormente.

10 La fase de vapor que comprende ácido levulínico y HMF se envía a la etapa de destilación fraccionada (f), para separar el ácido levulínico de HMF.

La destilación fraccionada (f) se puede llevar a cabo según técnicas conocidas, por ejemplo, a través de una columna de destilación con relleno apropiado para operar a presiones reducidas.

15 El enfriamiento y condensación del ácido levulínico puede integrarse opcionalmente con la producción de vapor a baja presión, garantizando de este modo el ahorro energético (de hecho, los vapores de cabeza están por lo general entre 140 y 180 °C).

20 A partir de la etapa de destilación fraccionada se obtiene una fase de cabeza que consiste sustancialmente en ácido levulínico y una fase final que consiste esencialmente en HMF. El grado de pureza de tales flujos depende obviamente de las condiciones de separación en la columna. Si es necesario, según el uso que se pretenda hacer de estos dos productos, se pueden purificar adicionalmente según técnicas conocidas.

La presente invención se ilustrará ahora más a través de:

25 La figura 1, que es una representación esquemática de una planta adaptada para realizar el procedimiento reivindicado.

30 Con referencia a la figura 1, el sustrato a base de carbohidratos se alimenta a un reactor (1), donde se trata en un ambiente acuoso a pH ácido a una temperatura desde 120 °C a 200 °C, para obtener un flujo (2) a la salida de la mezcla de reacción que comprende ácido levulínico, 2,5-(hidroximetil)furfural (HMF), ácido fórmico, huminas insolubles en agua y huminas solubles en agua.

35 El flujo (2) se alimenta a una etapa de filtración, por ejemplo, a través de un filtro (3) ortogonal de membrana del que se obtiene un residuo (4) sólido y un flujo (5) de fase líquida que comprende ácido levulínico, HMF, ácido fórmico, huminas solubles en agua. El flujo (5) de la fase líquida se envía a la etapa de calentamiento que se realiza preferiblemente en un evaporador (6) de película descendente. La mezcla (7) líquido-vapor obtenida del evaporador (6) se envía a una columna (8) de destilación fraccionada, de la que se obtienen tres fases: una fase (9) de cabeza constituida esencialmente por agua; una fase (10) intermedia que consiste esencialmente en ácido fórmico, y una fase (11) final que consiste esencialmente en ácido levulínico, HMF y huminas solubles en agua.

40 La fase (11) final se envía luego a un evaporador (12) de película delgada, que funciona a una temperatura desde 150 °C a 220 °C y a una presión desde 100 mbar a 350 mbar. Del evaporador (12) se obtiene una fase (13) gaseosa constituida esencialmente por ácido levulínico y HMF, y una fase (14) líquida constituida esencialmente por huminas solubles en agua.

45 Finalmente, la fase (13) gaseosa se envía a una columna (15) de destilación fraccionada, de la que se obtienen dos caudales distintos: un flujo (16) de cabeza constituido esencialmente por ácido levulínico, y un flujo (17) final constituido esencialmente por HMF.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento de producción del ácido levulínico, que comprende:
- 5 (a) someter un sustrato a base de carbohidratos a una etapa de tratamiento para obtener una mezcla de reacción que comprende ácido levulínico, 2,5-(hidroximetil)furfural (HMF), ácido fórmico, huminas insolubles en agua y huminas solubles en agua;
- 10 (b) someter la mezcla de reacción a una etapa de filtración, para obtener una fase sólida que comprende huminas insolubles en agua y una fase líquida que comprende ácido levulínico, HMF, ácido fórmico, huminas solubles en agua;
- (c) calentar la fase líquida obtenida en la etapa (b), para obtener una mezcla líquido-vapor a una temperatura desde 60 °C a 95 °C y una presión desde 150 mbar a 350 mbar;
- 15 (d) someter la mezcla líquido-vapor obtenida en la etapa (c) a destilación fraccionada, para obtener:
- una fase de cabeza a base de agua,
- una fase intermedia que comprende ácido fórmico, y
- 20 una fase final que comprende ácido levulínico, HMF y huminas solubles en agua;
- (e) someter la fase final obtenida en la etapa (d) a un procedimiento de separación por un evaporador de película delgada a una temperatura desde 150 °C a 220 °C y una presión desde 100 mbar a 350 mbar, para obtener una fase gaseosa que comprende ácido levulínico y HMF, y una fase líquida que comprende huminas solubles en agua;
- 25 (f) someter la fase gaseosa que comprende ácido levulínico y HMF a destilación fraccionada para separar el ácido levulínico de HMF;
- 30 en el que la etapa (a) de tratamiento se realiza sobre un sustrato que contiene sacarosa y comprende las siguientes subetapas:
- (a1) una primera subetapa de hidrólisis ácida de la sacarosa para obtener una mezcla de glucosa y fructosa;
- 35 (a2) una segunda subetapa de separación de la fructosa a partir de la glucosa;
- (a3) una tercera subetapa de tratamiento de la fructosa, sustancialmente libre de glucosa, en medio acuoso a pH ácido y a una temperatura desde 120 °C a 180 °C, para obtener la mezcla de reacción que comprende ácido levulínico, 2,5-(hidroximetil)furfural (HMF), ácido fórmico, huminas insolubles en agua y huminas solubles en agua.
- 40 2. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que la etapa (a) de tratamiento del sustrato se lleva a cabo a un pH de 0 a 5, preferiblemente desde 0.5 a 4.
- 45 3. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la etapa (a) de tratamiento se lleva a cabo a una presión desde 0.5 bar a 50 bar, preferiblemente desde 1 bar a 20 bar.
4. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la etapa (b) de filtración se lleva a cabo mediante filtración ortogonal por membrana.
- 50 5. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la etapa (c) de calentamiento se lleva a cabo mediante un evaporador de película descendente o ascendente, en particular un evaporador de película descendente.
- 55 6. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la fase intermedia que comprende ácido fórmico se encuentra en forma gaseosa.
7. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el evaporador de película delgada comprende un único tubo en cuyo interior la fase final que se va a tratar fluye a lo largo de una pared interna del propio tubo, y la fase final se distribuye uniformemente sobre dicha pared gracias a la acción de un rotor de palas insertado en el interior del tubo.
- 60

Fig. 1

