(19) OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 626 835**

(51) Int. CI.:

C07D 307/46 (2006.01)

(12) TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA T3

(86) Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **11.12.2012 PCT/EP2012/075055**

(87) Fecha y número de publicación internacional: **20.06.2013 WO13087613**

(96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **11.12.2012 E 12808306 (0)**

(97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: **01.03.2017 EP 2791126**

(54) Título: **Preparación de 5-hidroximetilfurfural (HMF) a partir de soluciones de hexosa en presencia de vapor de agua**

(30) Prioridad:

13.12.2011 EP 11193157

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
26.07.2017

(73) Titular/es:

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

(72) Inventor/es:

BACKES, RENÉ;
BLANK, BENOIT;
KINDLER, ALOIS y
FELDNER, CARMEN

(74) Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 626 835 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

Preparación de 5-hidroximetilfurfural (HMF) a partir de soluciones de hexosa en presencia de vapor de agua

La presente invención se refiere a un procedimiento para la preparación de 5-hidroximetilfurfural (HMF), el cual está caracterizado porque

a) a un recipiente se introducen soluciones (en lo sucesivo denominadas solución de partida) que contienen

- una hexosa y

- un disolvente orgánico con un punto de ebullición mayor de 200 °C (a presión atmosférica) (denominado componente con alto punto de ebullición),

y vapor de agua,

b) en el recipiente de reacción se efectúa una reacción de la hexosa en HMF en presencia de vapor de agua durante la remoción simultánea por destilación del HMF y

c) se obtiene una solución acuosa que contiene HMF en forma de destilado (en lo sucesivo denominada destilado).

Para síntesis químicas cada vez son más importantes los compuestos que se obtienen de materias primas renovables y que mediante reacciones químicas pueden convertirse en fácilmente en compuestos de aplicación industrial.

En este contexto se conoce 5-hidroximetilfurfural (HMF) el cual puede prepararse mediante diferentes procedimientos a partir de hexosano. A partir de HMF puede obtenerse fácilmente, por ejemplo, ácido 2,5-furanodicarboxílico el cual es adecuado como ácido dicarboxílico para la preparación de polímeros tales como poliésteres o poliuretanos, y puede reemplazar otros ácidos dicarboxílicos a partir de materias primas renovables en aplicaciones industriales.

Por lo regular HMF se prepara mediante deshidratación catalizada con ácido de un hexosano tal como glucosa o fructosa.

Como producto de reacción se obtienen soluciones ácidas que además del HMF contienen productos secundarios y/o sustancias de partida no convertidas. En el caso de la síntesis de HMF por lo regular se efectúa solamente una conversión parcial de las sustancias de partida con el fin de impedir la formación de productos secundarios. Por lo tanto, en términos generales, las soluciones obtenidas contienen sustancias de partida no convertidas tales como hexosano u oligómeros o polímeros compuestos de hexosano. En caso de conversiones superiores, la cantidad de subproductos aumenta.

La separación del HMF de la solución de reacción que contiene sustancias de partida o productos secundarios es complicada y dificulta la accesibilidad de HFM.

De esta manera Feroz Kabir Kazi et al. en Chem. Eng. J. 169 (2011), páginas 329-338 describen la separación del HMF de la solución de reacción ácida mediante un procedimiento complicado de extracción usando un disolvente orgánico (butanol); se obtiene una solución de HMF en butanol.

Del documento DE-A 3601281 se conoce un procedimiento cromatográfico de separación en el cual primero se retira cualquier disolvente orgánico se separa la solución acuosa de HMF con una columna de intercambio iónico. La fracción obtenida de HMF es cristalizada.

Otro procedimiento de separar HMF de la solución de reacción es la conversión del HMF en otro compuesto más fácilmente separable; dado el caso, seguida por una reconversión en HMF después de efectuada la separación. De esta manera, el HMF de acuerdo con Mark Mascal y Edward B.Nikitin en 2008 Angew. Chemie Vol. 47, páginas 7924-7926 se convierte en el 5-clorometilfurfural más estable y a continuación se convierte nuevamente en HMF o en sus derivados. De manera alternativa, de acuerdo con el documento EPA 1834950 se preparan los éteres, o de acuerdo con el documento EP-A 1834951 los ésteres, del HMF que son adecuados directamente para otras síntesis después de efectuada la separación.

Haru Kawamoto, Shinya Saito et al. describen en J. Wood Sci. (2007), 53, páginas 127 - 133 la pirólisis de celulosa con la formación de levoglucosenona, furfural y/o HMF en diferentes condiciones, incluso introduciendo vapor de agua.

El documento EP-A1-2033958 menciona la posibilidad de una destilación reactiva catalítica para la preparación de HMF.

HMF debe estar presente para otras síntesis en forma tan pura como sea posible. Para otras síntesis son adecuadas principalmente las soluciones acuosas de HMF que no contienen subproductos o sustancias de partida residuales o en el mejor de los casos contienen en muy pequeñas cantidades. Los procedimientos conocidos hasta ahora para preparar con suficiente pureza HMF o sus soluciones acuosas son extremadamente complicados.

El objetivo de la presente invención era por lo tanto un procedimiento con el cual pudiera prepararse HMF de una manera tan sencilla y efectiva como fuera posible, se obtuviera HMF simultáneamente en la forma más pura posible y por lo tanto se separara directamente de la manera más completa posible HMF de sustancias de partida no convertidas o de productos secundarios de la síntesis.

Por consiguiente, ha sido encontrado el procedimiento definido al principio.

En el procedimiento de la invención se prepara HMF en presencia de vapor de agua y se separa directamente de productos secundarios y de sustancias de partida no convertidas de la síntesis de HMF.

Etapa procedimental a)

En la etapa procedimental a) a un recipiente de reacción se introducen soluciones (en lo sucesivo denominadas solución de partida), que contienen

- una hexosa y

- un disolvente orgánico con un punto de ebullición mayor de 200 °C (a presión atmosférica) (llamado componente con alto punto de ebullición),

y vapor de agua.

La hexosa es preferiblemente fructosa, glucosa o mezclas de fructosa y glucosa. De manera particularmente preferida es fructosa o mezclas de fructosa con glucosa.

La solución de partida también puede contener productos secundarios o productos de partida provenientes de la preparación de la hexosa. Por ejemplo, pueden recuperarse hexosano por la descomposición de polímeros como celulosa o almidón. Por lo tanto, la solución de partida puede contener aún cantidades residuales de polímeros de este tipo o sus productos oligoméricos de descomposición.

La solución de partida contiene preferiblemente 1 a 40 % en peso de hexosa, de modo particularmente preferido 5 a 30 % en peso de hexosa, respecto del peso total de la solución de partida.

La solución de partida contiene preferiblemente menos de 10 % en peso, principalmente menos de 5 % en peso y de modo particularmente preferido menos de 1 % en peso de productos secundarios o sustancias de partida provenientes de la preparación de hexosano. Principalmente la solución de partida se encuentra en esencia libre de productos secundarios y de sustancias de partida provenientes de la preparación de hexosano.

La solución de partida contiene además un disolvente orgánico con un punto de ebullición mayor de 200 °C (a presión atmosférica), principalmente mayor de 250 °C (en lo sucesivo llamado componente con alto punto de ebullición).

Como componentes con alto punto de ebullición se consideran disolventes hidrofílicos; pueden ser disolventes orgánicos, próticos, hidrofílicos, por ejemplo alcoholes, o disolventes apróticos hidrofílicos, por ejemplo éteres o cetonas como dimetilsulfóxido.

Componentes con alto punto de ebullición en el contexto de esta invención son poliéteres. Los poliésteres tienen preferiblemente un punto de fusión de menos de 60 °C, principalmente de menos de 30 °C (a presión atmosférica, 1 bar); poliéteres particularmente preferidos son líquidos a 20 °C (presión atmosférica).

Los poliéteres contienen al menos dos grupos de éter. Los poliéteres contienen preferiblemente al menos 3, principalmente al menos 4, de modo particularmente preferido al menos 6 grupos de éter. En términos generales no contienen más de 40, principalmente no más de 30 grupos de éter, de modo particularmente preferido no más de 20 grupos de éter.

En una forma de realización particular, los poliéteres no contienen heteroátomos aparte de oxígeno en forma de grupos de éter y dado el caso grupos hidroxilo.

Principalmente son poliéteres alifáticos; poliéteres particularmente preferidos son polialquilenglicoles, en cuyo caso los grupos hidroxilo terminales pueden estar eterificados con grupos alquilo, principalmente grupos alquilo C_1 a C_4.

Los grupos alquileno de los polialquilenglicoles pueden ser, por ejemplo, grupos de alquileno C_2 a C_{10}, principalmente C_2 a C_4, como grupos de etileno, propileno o butileno. Los polialquilenglicoles también pueden contener diferentes grupos de alquileno, por ejemplo en forma de bloques.

Por lo tanto, de manera muy particular se prefieren polialquilen(C_2 a C_4)glicoles, principalmente polietilenglicol cuyos grupos hidroxilo terminales opcionalmente pueden estar eterificados con grupos alquilo; la cantidad de los grupos de éter de alquileno de repetición corresponde a la cantidad anterior de los grupos de éter; la cantidad de los grupos de éter de alquileno de repetición es principalmente 4 a 30, de modo particularmente preferido 6 a 20. Los grupos hidroxilo terminales de los polialquilenglicoles pueden estar eterificados con grupos alquilo, principalmente grupos alquilo C_1 a C_4.

La solución de partida puede contener el componente anterior con alto punto de ebullición como único disolvente. En este caso la hexosa se disuelve en el componente con alto punto de ebullición.

En una forma de realización preferida, la solución de partida contiene además del componente un alto punto de ebullición al menos otro disolvente. El otro disolvente puede ser principalmente agua o disolventes orgánicos hidrofílicos con un punto de ebullición de menos de 200 °C (componentes con bajo punto de ebullición), en los cuales la hexosa usada debería ser soluble, o mezclas de agua con componentes con bajo punto de ebullición.

El otro disolvente es de modo particularmente preferido agua. Por lo tanto, la solución de partida es de modo particularmente preferido una solución acuosa.

En una forma particular de realización, la solución de partida contiene como disolvente exclusivamente agua y el componente con alto punto de ebullición.

La solución de partida contiene el componente con alto punto de ebullición, principalmente el poliéter, preferiblemente en cantidades de 5 a 90 % en peso, principalmente de 30 a 80 % en peso, de modo particularmente preferido de 50 a 70 % en peso, respecto del peso total de la solución de partida.

El contenido de componentes con bajo punto de ebullición en la solución de partida es preferiblemente de menos de 50 % en peso, principalmente de menos de 30 % en peso y de modo particularmente preferido de menos de 20 % en peso.

La solución de partida contiene además preferiblemente un ácido. Los ácidos catalizan la conversión de hexosa en HMF. Como ácidos se consideran ácidos heterogéneos que están dispersos en la solución de partida o ácidos homogéneos que están disueltos en la solución de partida.

La solución de partida contiene preferiblemente un ácido homogéneo. Como ácidos homogéneos se consideran ácidos inorgánicos u orgánicos. A manera de ejemplo pueden mencionarse ácido para-toluenosulfónico, ácido metanosulfónico ($MeOSO_3H$), ácido oxálico, ácido sulfúrico, ácido clorhídrico o ácido fosfórico. La solución de partida contiene el ácido preferiblemente en cantidades de 0,1 a 10 % molar (respecto de la hexosa), de modo particularmente preferido de 0,1 a 5 % molar.

Soluciones de partida preferidas contienen a manera de ejemplo

1 a 40 % en peso de hexosa

5 a 90 % en peso de componente con alto punto de ebullición, preferentemente poliéter

1 a 50 % en peso de agua

0,1 a 10 mol % de ácido (respecto de la hexosa)

0 a 10 % en peso de otros componentes, por ejemplo productos secundarios provenientes de la síntesis de la hexosa,

respecto del peso total de la solución.

Soluciones de partida particularmente preferidas contienen por ejemplo

5 a 30 % en peso de hexosa

30 a 80 % en peso de componente con alto punto de ebullición, preferentemente poliéter

10 a 50 % en peso de agua

0,1 a 5 mol % de ácido (respecto de la hexosa)

0 a 5 % en peso de otros componentes, por ejemplo productos secundarios provenientes de la síntesis de la hexosa,

respecto del peso total de la solución.

La solución de partida descrita previamente y el vapor de agua se introducen a un recipiente de reacción.

Etapa procedimental b)

En la etapa procedimental b), la conversión de la solución de partida en HMF se efectúa en conexión con una destilación de vapor de agua conocida *per se*. Para este propósito, la solución de partida se pone en contacto con el vapor de agua en el recipiente de reacción.

El tratamiento de la solución de partida con el vapor de agua se efectúa preferentemente a presión reducida; principalmente se toma en consideración una presión de 1 a 300 mbares. La presión en el recipiente de reacción es principalmente de 1 a 100 mbares, de modo particularmente preferido de 1 a 50 mbares y en una forma de realización muy particularmente preferida es de 1 a 40 o de 1 a 35 mbares.

El tratamiento de la solución de partida con vapor de agua se efectúa preferiblemente a una temperatura de la solución de partida de 100 a 200 °C, de modo particularmente preferido desde 120 a 180 °C y de modo particularmente preferido desde 140 a 180 °C y de modo muy particularmente preferido desde 150 a 180 °C.

El procedimiento de la invención es operado de preferencia de manera continua.

Para este fin, la solución de partida y el vapor de agua se introducen continuamente al recipiente de reacción y el producto obtenido, o el destilado, se retiran continuamente.

Las corrientes de volumen dependen del tamaño y de la eficiencia de separación del recipiente de reacción seleccionado.

En una forma preferida de realización, la proporción del volumen introducido de vapor de agua al volumen de la solución de partida introduce se encuentra en un intervalo de 0,5 a 2 unidades de volumen de vapor de agua por 1 unidad de volumen de solución de partida, de modo particularmente preferido en el intervalo de 0,8 a 1,5 unidades de volumen de vapor de agua por 1 unidad de volumen de solución de partida y principalmente 0,8 a 1,2 unidades de volumen de vapor de agua por 1 unidad de volumen de solución de partida.

Como recipiente de reacción son adecuados los evaporadores habituales que están configurados para la introducción de la solución de partida y el vapor de agua y principalmente para el procedimiento continuo descrito previamente.

Evaporadores preferidos son evaporadores de capa delgada. En estos, la solución de partida se encuentra presente en el evaporador como una película de líquido.

Particularmente se prefieren evaporadores de capa delgada verticales; evaporadores de capa delgada verticales de este tipo se conocen bajo las denominaciones de aparatos como "Luwa" o principalmente "Sambay".

Los evaporadores de capa delgada verticales preferidos son en últimas un tubo perpendicular con dispositivos internos para distribuir y mezclar la solución de partida y dispositivos externos para calentar la pared del tubo.

La solución de partida se introduce preferentemente en la parte superior del evaporador de capa delgada y se distribuye como una película sobre la pared del tubo caliente. El vapor de agua puede introducirse al evaporador, preferentemente al evaporador de capa delgada, conjuntamente con la solución de partida o en cualquier otro sitio del evaporador. La solución de partida y el vapor de agua pueden introducirse en el evaporador en dirección igual (co-corriente) o en dirección opuesta (contra-corriente).

Preferentemente se suministra el vapor de agua en contracorriente a la solución de partida. Para este propósito se alimenta la solución de partida principalmente en la parte superior del evaporador y el vapor de agua se introduce en la parte inferior del evaporador.

El vapor de agua y los componentes volátiles de la solución de partida se descargan preferiblemente por un separador en la cabeza del evaporador y se condensa (destilado).

Los componentes no volátiles atraviesan el evaporador y se separan como producto líquido de fondo.

La figura 1 muestra un aparato correspondiente que consiste en un evaporador de capa delgada (Sambay) y un dispositivo para la condensación.

La reacción en el paso procedimental b) puede realizarse según se desee de tal manera que solamente se efectúe una conversión parcial de la hexosa en HMF o una conversión completa de la hexosa en HMF. En caso de una conversión parcial, la hexosa no convertida puede hacerse reaccionar nuevamente; en caso de una conversión completa, puede dar lugar cada vez más a la formación de productos secundarios, principalmente las llamadas huminas, es decir oligómeros del HMF.

Preferentemente se convierte al menos 40 % en peso, principalmente al menos 60 % en peso y en una forma de realización particular al menos 80 % en peso de la hexosa.

Etapa procedimental c)

Como destilado se obtiene una solución acuosa que comprende HMF. El destilado contiene el HMF formado durante la conversión y agua de la destilación del vapor de agua.

El destilado contiene principalmente más de 60 %, principalmente más de 80 % del HMF obtenido en total durante la conversión.

Además, el destilado también puede contener componentes con alto punto de ebullición. En el caso del uso de poliéteres como componentes con alto punto de ebullición, el destilado no contiene, o contiene sólo pequeñas cantidades de componente con alto punto de ebullición; el contenido de poliéter en el destilado es entonces principalmente de menos de 5 % en peso, preferentemente de menos de 2 % en peso y de modo particularmente preferido de menos de 1 o de menos de 0,5 % en peso, respecto del peso total del destilado.

Los productos secundarios que se forman durante la conversión de la hexosa en HMF son principalmente huminas (oligómeros del HMF). En el procedimiento de la invención, las huminas no se producen esencialmente en el destilado, sino en el fondo (véase la figura 1).

Por lo tanto, el destilado no contiene, o contiene sólo en cantidades muy pequeñas, huminas; el contenido de hminas en el destilado es en términos generales de menos de 2, principalmente de menos de 0,5 y de modo particularmente preferido de menos de 0,1 % en peso. El destilado es transparente y tiene una ligera coloración amarilla.

Además, el destilado no contiene, o contiene sólo pequeñas cantidades de hexosa no convertida; hexosa no convertida se encuentra de modo preponderante en el fondo.

El contenido de hexosa no convertida en el destilado es en términos generales de menos de 5 % en peso, principalmente de menos de 2 % en peso y de modo particularmente preferido de menos de 1 % en peso.

Una ventaja del procedimiento de la invención es que los productos secundarios de la síntesis de HMF, los poliéteres como componentes con alto punto de ebullición y la hexosa no convertida se encuentran esencialmente en el fondo.

El HMF en el procedimiento de preparación según la invención se obtiene directamente como un destilado con alta pureza. El procedimiento de la invención es por lo tanto un procedimiento sencillo y efectivo para la preparación de HMF y la separación simultánea de HMF de productos secundarios y sustancias de partida no convertidas.

El destilado es adecuado para síntesis químicas en las cuales se emplea HMF como sustancia de partida. El destilado es principalmente adecuado para síntesis químicas en las cuales se desea o se necesita la sustancia de partida HMF de alta pureza. A manera de ejemplo pueden mencionarse aquí el uso de la solución producto para la preparación de ácido 2,5-furanodicarboxílico o de 2,5-bis-(hidroximetil)furano.

Ejemplos

Ejemplo 1:

Deshidratación *in situ* de fructosa y aislamiento de HMF por medio de destilación de vapor de agua

Solución de partida

Las soluciones de partida se obtuvieron mezclando sustancias puras.

Las soluciones de partida contenían fructosa, componentes con alto punto de ebullición, ácido y agua (véase tabla).

Como componentes con alto punto de ebullición fueron usados:

DMSO: dimetilsulfóxido

PEG-600: un polietilenglicol con un peso molecular de 600

Tetraglima: éter dimetílico de tetraetilenglicol

Como ácidos se usaron:

H_2SO_4: ácido sulfúrico

p-TSA: ácido para-toluenosulfónico

MSA: ácido metanosulfónico

Ácido oxálico

Realización de la destilación de vapor de agua

La destilación de vapor de agua fue realizada en el aparato de acuerdo con la figura 1. El aparato está compuesto por un Sambay de vidrio el cual es operado en procedimiento a contracorriente.

La solución de partida fue introducida en la cabeza, el vapor de agua en el tercio inferior.

La composición de la solución de partida para diferentes componentes con alto punto de ebullición así como las temperaturas y presiones seleccionadas están listadas en la tabla.

La temperatura indicada es aquella del medio de calentamiento en la pared exterior del tubo que corresponde en una buena aproximación a aquellas de la película líquida de la solución de partida en la pared interna del tubo.

Los experimentos se realizaron continuamente; después de cada nuevo ajuste de temperatura y depresión se esperó hasta que se alcanzó un estado estacionario.

La composición fue determinada por medio de HPLC.

Las conversiones indicadas de fructosa resultaron de las cantidades residuales de fructosa en el fondo y en el destilado; la fructosa fue convertida en HMF y en productos secundarios (huminas). Las cantidades catalíticas indicadas de ácido son respecto de la fructosa. El rendimiento de HMF es la fracción porcentual del HMF en el destilado o en el fondo respecto del contenido de fructosa en la solución de partida.

Componente con alto punto de ebullición	Concentración de componente con alto punto de ebullició	Concentración de fructosa [% en peso]	Ácido	Cantidad de ácido [% molar respecto de mol de fructosa	Temperatura [°C]	Presión [mbares]	Fructosa [% en peso] en el		HMF [% en peso] en el		Conversión de fructosa [%]	Rendimiento de HMF [%]	
							Destilado	Fondo	Destilado	Fondo		Destilado	Fondo
Tetraglima	50	10	Ácido oxálico	18	160	180	0,01	0,00	0,44	0,0	99,7	18,6	0,0
DMSO	90	10	H_2SO_4	0,9	160	180	0,00	0,00	0,90	0,00	100,0	17,21	0,0
DMSO	90	10	H_2SO_4	0,01	110	380	0,00	5,43	0,05	2,94	72,1	1,0	21,6
PEG-600	49	24	MSA	0,6	160	25	0,17	5,73	1,73	0,22	80,9	19,1	1,0
PEG-600	49	24	MSA	1,0	160	30	0,16	0,13	1,87	0,26	98,5	19,9	1,0
PEG-600	49	24	p-TSA	1,0	160	30	0,03	0,07	2,12	0,39	99,6	22,2	0
PEG-600	49	24	Ácido oxálico	1,0	160	30	0,17	12,72	0,40	0,31	65,7	4,0	1,2

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la preparación de 5-hidroximetilfurfural (HMF), **caracterizado porque**

a) a un recipiente de reacción se introducen soluciones (en lo sucesivo llamadas solución de partida), que contienen

- una hexosa y

- un disolvente orgánico con un punto de ebullición mayor de 200 °C (a presión atmosférica) (llamado componente con alto punto de ebullición),

y vapor de agua,

b) en el recipiente de reacción se efectúa una conversión de la hexosa en HMF en presencia de vapor de agua durante la separación simultánea por destilación del HMF y

c) como destilado se obtiene una solución acuosa que contiene HMF (en lo sucesivo llamada destilado).

2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado porque** la proporción del volumen introducido de vapor de agua al volumen de la solución de partida introducida se encuentra en un intervalo de 0,5 a 2 unidades de volumen de vapor de agua por 1 unidad de volumen de solución de partida.

3. Procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 o 2, **caracterizado porque** la solución de partida contiene además un ácido.

4. Procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1, 2 o 3, **caracterizado porque** la hexosa es fructosa, glucosa o mezclas de fructosa y glucosa.

5. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado porque** el componente con alto punto de ebullición es un poliéter.

6. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado porque** el poliéter es un polialquileno C_2 a C_4-glicol, cuyos grupos hidroxilo terminales están opcionalmente eterificados con grupos alquilo C_1-C_4.

7. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado porque** la solución de partida contiene el componente con alto punto de ebullición en cantidades del 5 al 90 % en peso.

8. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado porque** la solución de partida es una solución acuosa.

9. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado porque** la conversión en HMF se efectúa en presencia de un ácido soluble en la solución de partida.

10. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado porque** la conversión en HMF se efectúa a de 100 °C a 200 °C.

11. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado porque** la conversión en HMF se efectúa a una presión de 1 a 300 mbares.

12. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado porque** el procedimiento se realiza continuamente, en cuyo caso la solución de partida y el vapor de agua se introducen al evaporador de manera continua y la solución producto se retira continuamente.

13. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado porque** el recipiente de reacción es un evaporador de capa delgada.

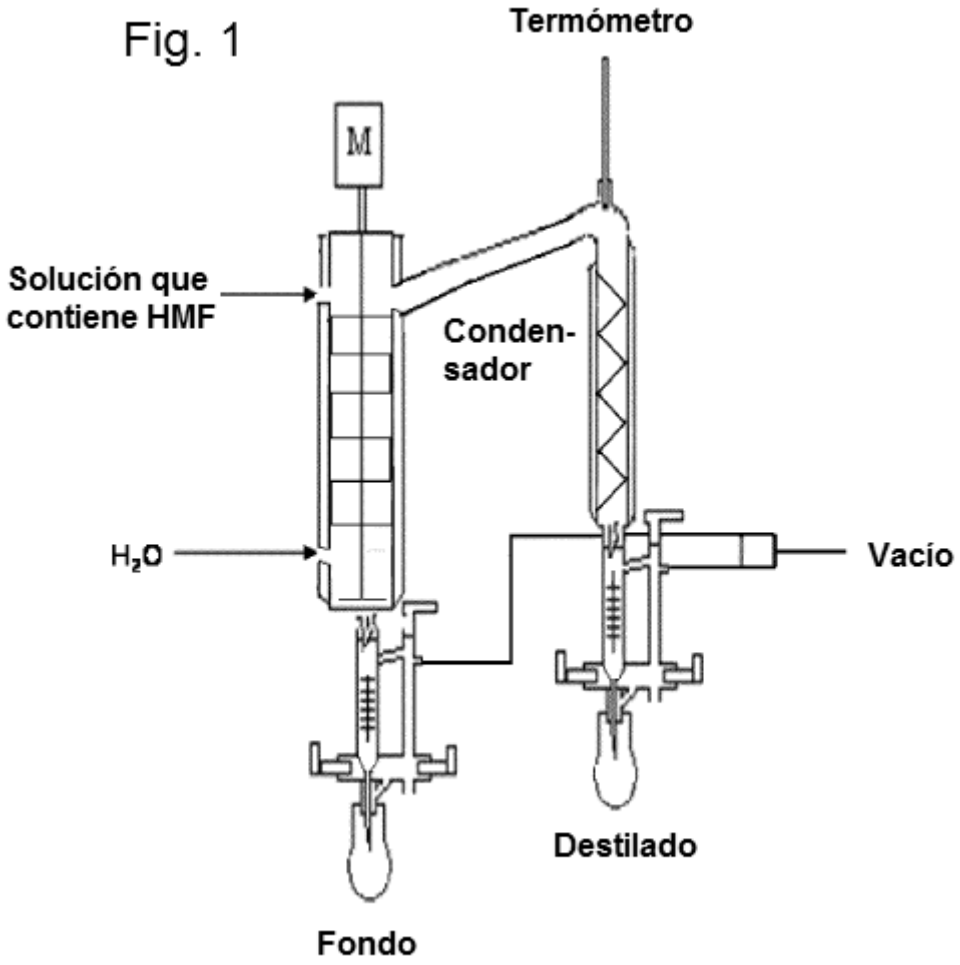
14. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado porque** el vapor de agua se introduce en contracorriente a la solución de partida.

15. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado porque** en el destilado se encuentra más del 60 % del HMF obtenido.

16. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado porque** se convierten al menos el 40 % en peso de la hexosa.

17. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado porque** el destilado se usa para la preparación de ácido 2,5-furanodicarboxílico o 2,5-bis(hidroximetil)furano.

Fig. 1


Termómetro
M
Solución que contiene HMF
Conden-sador
H_2O
Vacío
Destilado
Fondo