

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 524 893**

51 Int. Cl.:

A23L 1/236 (2006.01)

C07C 29/76 (2006.01)

C07C 31/26 (2006.01)

C07C 29/09 (2006.01)

C07C 29/14 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **07.10.2011 E 11779815 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **27.08.2014 EP 2624709**

54 Título: **Procedimiento de fabricación de jarabes de sorbitol de alta pureza a partir de sacarosa y utilizaciones**

30 Prioridad:

08.10.2010 FR 1058189

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

15.12.2014

73 Titular/es:

**ROQUETTE FRERES (100.0%)
1 rue de la Haute Loge
62136 Lestrem, FR**

72 Inventor/es:

DUFLOT, PIERRICK

74 Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

ES 2 524 893 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Procedimiento de fabricación de jarabes de sorbitol de alta pureza a partir de sacarosa y utilidades

Campo de la invención

5 La presente invención tiene por objeto un procedimiento de fabricación de jarabes de sorbitol de alta pureza y sus derivados a partir de sacarosa.

Tiene por objeto más precisamente un procedimiento de fabricación de jarabes de sorbitol de alta pureza a partir de sacarosa, estando dicho procedimiento exento de etapa de cristalización.

Técnica anterior

10 El interés industrial del sorbitol es conocido, en particular en campos tales como farmacia, cosmetología, alimentación y química. Se utiliza especialmente en forma de jarabe por su excelente capacidad para la cristalización, sus propiedades humectantes y crioprotectoras. En forma de polvo, el sorbitol se ha utilizado extensamente en comprimidos y chicles debido a su muy buena aptitud para la compresión y su efecto refrescante.

15 El sorbitol de alta pureza se obtiene en general por hidrogenación de dextrosa pura. La dextrosa, o D-glucosa, se obtiene tradicionalmente por cristalización de un jarabe de glucosa, que constituye el resultado de la hidrólisis del almidón que es un polímero de glucosa y representa la reserva de los polisacáridos de energía de numerosas plantas.

Otro polisacárido muy extendido en el mundo vegetal es la sacarosa. Esta está presente en gran concentración en la remolacha y la caña de azúcar en particular.

20 La sacarosa está constituida por una molécula de glucosa y una molécula de fructosa unidas entre sí por un enlace β 1 \rightarrow 2. Este enlace se hidroliza fácilmente bajo el efecto de ácidos o enzimas tales como la invertasa de la levadura por ejemplo. Es fácil pues de obtener, a partir de sacarosa, de disoluciones comúnmente diseñadas con el nombre de « azúcar invertido » que contienen dextrosa y fructosa en cantidades sensiblemente equimoleculares.

25 Así, aunque la sacarosa sea una materia prima abundante y barata, se concibe fácilmente por qué no se utiliza en general como materia prima permitiendo la producción masiva de jarabes de dextrosa de alta pureza, estando asociada inevitablemente dicha producción a la producción concomitante, en cantidad sensiblemente equivalente, de fructosa.

Se conoce sin embargo separar industrialmente la dextrosa y la fructosa contenidas en las disoluciones de azúcar invertido, especialmente por cromatografía sobre resina de intercambio de iones. Este procedimiento permite obtener, por una parte, una fracción rica en fructosa y, por otra parte, una fracción rica en glucosa.

30 La etapa de separación cromatográfica se efectúa en general de manera conocida para el experto en la materia, de manera discontinua o continua (lecho móvil simulado), sobre adsorbentes del tipo resinas catiónicas, fuertemente ácidas, cargadas en iones alcalinos o alcalino-térreos o del tipo zeolitas, cargadas en iones amonio, sodio, potasio, calcio, estroncio o bario. Ejemplos de dichos procedimientos de separación cromatográfica se describen en las patentes de EE.UU. 3 044 904, 3 416 961, 3 692 582, la patente francesa FR 2 391 754, la patente francesa FR 2 099 336, las patentes de EE.UU. 2 985 589, 4 226 977, 4 293 346, 4 157 267, 4 182 633, 4 412 866 y 4 422 881.

35 Sin embargo, en dichos procedimientos, la fracción glucosa recuperada después de la etapa de cromatografía presenta una pureza relativamente escasa y es por lo tanto indispensable efectuar una etapa de purificación de dicha fracción de glucosa para obtener una disolución de glucosa de alta pureza. La fabricación de sorbitol de alta pureza necesita pues, previamente a la etapa de hidrogenación de D-glucosa en sorbitol, al menos dos etapas: una etapa de separación de la glucosa y la fructosa y una etapa de purificación de la fracción glucosa. Como ejemplo, la Solicitante ha desarrollado especialmente un procedimiento de producción de sorbitol de alta pureza que implica una etapa de cromatografía sobre resina de intercambio de cationes seguido por una etapa de purificación de la fracción glucosa por cristalización. Dicho procedimiento se describe en el documento de patente europea EP 0 237 442. Según un modo de realización preferido, la etapa de separación cromatográfica se efectúa aplicando el procedimiento y el equipo descritos en la patente de EE.UU. 4 422 881 y la patente francesa FR 2 454 830 correspondientes, cuya titular es la Sociedad Solicitante.

40 Es mérito de la Solicitante haber conseguido fabricar un jarabe de sorbitol de alta pureza a partir de sacarosa, haciendo intervenir en el procedimiento de fabricación del sorbitol de alta pureza una etapa de cromatografía no seguida por una etapa complementaria de purificación tal como una etapa de cristalización. Así, gracias al procedimiento según la invención, es posible fabricar sorbitol de alta pureza a partir de sacarosa de manera simplificada, no haciendo intervenir más que tres etapas principales: (a) una etapa de hidrólisis de la sacarosa en glucosa y fructosa, (b) una etapa de separación de las fracciones glucosa y fructosa y (c) una etapa de hidrogenación de la fracción glucosa.

La patente europea EP 0168315 A1 describe un procedimiento de preparación de un jarabe de sorbitol de muy alta pureza, caracterizado por el hecho de que una materia prima cuya primera parte está constituida por un hidrolizado de almidón, se somete a un procedimiento que comprende en combinación:

- una etapa de hidrogenación catalítica de la materia prima,

5 - una etapa de separación cromatográfica de la materia prima que ha experimentado hidrogenación en una primera fracción que contiene sorbitol muy puro y que se recupera y una segunda fracción que contiene, además de sorbitol, azúcares no hidrogenados así como di- y polisacáridos hidrogenados,

10 - una etapa de hidrólisis ácida de dicha segunda fracción, lo que proporciona un hidrolizado de almidón parcialmente hidrogenado que es reciclado y que constituye una segunda parte de la materia prima sometida a la etapa de hidrogenación.

Resumen de la invención

La presente invención consiste pues en un procedimiento de fabricación de un jarabe de sorbitol con un contenido en azúcares totales reductores menor que o igual a 0,2% y un contenido en manitol menor que 1% con una materia seca (MS) de 70% en peso a partir de sacarosa, caracterizado por que comprende las etapas que consisten en:

15 a. hidrolizar una disolución de sacarosa en una disolución de azúcar invertido,

b. separar por cromatografía en lecho móvil simulado la disolución de azúcar invertido en

- un jarabe de dextrosa a al menos 99,3%, preferiblemente 99,4%, más preferiblemente 99,5% e incluso más preferiblemente 99,7%, de riqueza en dextrosa,

- un jarabe de fructosa a al menos 90%, preferiblemente 92%, de riqueza en fructosa,

20 c. hidrogenar, preferiblemente directamente después de la etapa (b), dicho jarabe de dextrosa en un jarabe de sorbitol con un contenido en azúcares totales reductores menor que o igual a 0,2% y un contenido en manitol menor que 1% a una MS de 70% en peso.

Descripción detallada

25 La presente invención tiene por objeto un procedimiento de fabricación de jarabes de sorbitol de alta pureza a partir de sacarosa; dicho procedimiento, que comprende tres etapas principales de: hidrólisis (a), separación por cromatografía (b) e hidrogenación (c), está exento de etapa de cristalización. Según un modo preferido de la presente invención, la etapa (b) de separación por cromatografía en lecho móvil simulado funciona en el modo Modo SMB mejorado, dicha etapa (b) presenta por otro lado preferiblemente un rendimiento de recuperación de glucosa mayor que 85%, preferiblemente mayor que 87% y más preferiblemente incluso mayor que 88%.

30 El procedimiento según la invención se puede aplicar con ayuda de una instalación que comprende esencialmente:

- un recinto A en el interior del cual se procede a la inversión de la sacarosa,

- un recinto B de separación cromatográfica y

- un recinto C en el interior del cual se procede a la hidrogenación del jarabe enriquecido en glucosa, recogido después de la etapa de cromatografía, en un jarabe de sorbitol.

35 Diversos sistemas de filtración, decoloración y/o desmineralización que se agregan normalmente a estos recintos y que son conocidos por el experto en la materia pueden completar la instalación conforme a la invención.

Se proporcionarán indicaciones más precisas más adelante, a título indicativo, en lo que se refiere a la constitución y funcionamiento de estos diferentes recintos.

40 El recinto A recibe la sacarosa puesta en disolución acuosa con una materia seca comprendida en general entre 30 y 70% aproximadamente. La sacarosa se somete después a una etapa de inversión, es decir una hidrólisis en un jarabe de azúcar invertido. En la presente solicitud, se entiende por « azúcar invertido » una mezcla sensiblemente equimolar de glucosa y fructosa obtenida por hidrólisis de sacarosa. La hidrólisis se puede realizar por cualquier procedimiento enzimático o químico conocido por el experto en la materia. Según un modo de realización preferido, la inversión se puede realizar por la acción hidrolizante de la invertasa de levadura, por ejemplo la Invertase® comercializada por la compañía NOVO NORDISK, París, Francia, para obtener un poder rotatorio específico de aproximadamente -19 Grados.

45 La inversión efectuada en el recinto A puede ser del tipo continuo o discontinuo, pero está constituida ventajosamente por un reactor continuo que contiene la enzima en forma inmovilizada o incluso una resina catiónica fuerte en forma de hidrógeno.

La etapa (b) de separación por cromatografía en lecho móvil simulado de la disolución de azúcar invertido se realiza en el recinto B. El recinto B se concibe y explota para obtener, por una parte, una fracción « Glucosa » que es un jarabe rico en dextrosa que contiene preferiblemente al menos 99,3%, preferiblemente 99,4%, incluso preferiblemente 99,5% y preferiblemente incluso 99,7% de dextrosa y, por otra parte, una fracción « Fructosa », que consiste en un jarabe enriquecido en fructosa, con un contenido en glucosa lo más reducido posible.

La etapa de separación cromatográfica se efectúa en un conjunto SMB (Lecho Móvil Simulado, por sus siglas en inglés) de uno o varios lechos móviles simulados rellenos de resina de intercambio de iones, por ejemplo conocida con la referencia DIAION UBK 535K, Resindion S. R. L., Mitsubishi Chemical Corporation, Binasco, Italia. Este conjunto funciona preferiblemente en el modo ISMB (Modo SMB Mejorado), realizando el objeto especialmente de los documentos de las patentes europeas EP 1352967 y EP 663224. Esta técnica se mejora con respecto a un conjunto SMB clásico, conocido para el experto en la materia, por el hecho de que permite obtener concentraciones más elevadas evitando recircular el permeado durante el fraccionamiento. Además, permite trabajar con una carga volumétrica más importante, un volumen más reducido de resina con respecto a la técnica clásica SMB y un consumo de agua y energía más bajo. El modo ISMB de explotación de la cromatografía permite mantener en el interior de cada columna un perfil constante de reparto y concentración de diferentes fracciones y favorece por consiguiente la separación.

Se utiliza preferiblemente una cromatografía que posee un número limitado de columnas, por ejemplo 4. Así, según un modo preferido de la presente invención, se utilizan cuatro columnas montadas en serie y formando un conjunto SMB 4.

El soporte de cromatografía es preferiblemente una resina catiónica gel en forma de calcio. Esta resina se utiliza preferiblemente entre los cationes alcalinos y alcalino-térreos. Una tasa reducida de reticulación y una granulometría reducida (220 μm de diámetro medio) con tasa de uniformidad elevada (más de 85% de las bolas de resinas entre 200 y 400 μm) serán preferidas para mejorar la separación. Según un modo preferido de realización, se utiliza una resina de intercambio de iones catiónicos ácidos fuertes tales como la resina FINEX CS 104 GC.

El procedimiento de ISMB según la invención permite obtener una fracción « Glucosa » de una pureza mínima en glucosa de 96% con un rendimiento de recuperación de glucosa mayor que 85%, preferiblemente mayor que 87% y más preferiblemente incluso mayor que 88%. Según la presente invención, se entiende por « rendimiento de recuperación de glucosa » el siguiente cociente:

$$\rho_{\text{glucosa}} = (\text{MS de glucosa en la fracción Glucosa}) / (\text{MS de glucosa a la entrada de la cromatografía})$$

El recinto C se alimenta a partir de la fracción enriquecida en glucosa resultante del recinto B. Dicha fracción Glucosa, resultante de la etapa de cromatografía, se hidrogena en el recinto C de manera clásica. Según un modo preferido, la fracción Glucosa se hidrogena al 45% de MS bajo una presión de hidrógeno de 6 MPa (60 bar). Durante la hidrogenación, el pH decrece lentamente a un valor base de alrededor de 4,5. Según un modo preferido de la invención, el pH se mantiene bajo (aproximadamente 4,5) durante más de 15 minutos, preferiblemente más de 20 minutos para hidrolizar las trazas residuales de sacarosa. Se eleva a continuación el pH a 8, preferiblemente por adición de sosa, preferiblemente en forma de disolución acuosa de sosa, para terminar la hidrogenación hasta un contenido en azúcares reductores menor que o igual a 0,2%, preferiblemente menor que o igual a 0,1% sobre seco.

Según un modo preferido de la invención, el jarabe se evapora a continuación a una materia seca (MS) mayor que 50%.

Después del procedimiento según la invención, se obtiene un jarabe de sorbitol extremadamente puro que se podrá deshidratar totalmente para formar polvo de sorbitol. Según un modo preferido de la invención, se obtiene un jarabe cuyo análisis final, según el método gravimétrico Bertrand, puso de manifiesto una tasa de azúcares reductores totales menor que o igual a 0,2%, preferiblemente menor que o igual a 0,1% y una tasa de manitol menor que 1% a una MS de 70% en peso. El análisis por HPLC sobre seco proporciona una riqueza en sorbitol mayor que 97%, preferiblemente mayor que 98%.

Según un modo particular de realización de la invención, el jarabe enriquecido en glucosa, resultante de la etapa de cromatografía, se purifica de manera conocida para el experto en la materia, por ejemplo por decoloración y/o desmineralización.

El sorbitol obtenido después del procedimiento según la invención encuentra aplicación en las industrias químicas, farmacéuticas, cosmetológicas y alimentarias especialmente. Así, la presente invención tiene igualmente por objeto la utilización de un jarabe de sorbitol obtenido o susceptible de ser obtenido por la aplicación del procedimiento según la invención para la fabricación de alimentos, productos farmacéuticos o cosmetológicos.

El sorbitol se utiliza igualmente en papelería, fundición y representa la materia prima de la síntesis de la vitamina C.

Además, el sorbitol obtenido según la invención se puede utilizar para hacer anhídridos, éteres o ésteres que encuentran aplicación en las industrias de las materias plásticas o de la detergencia, por ejemplo.

Por último, la fracción Fructosa recuperada en la etapa (b) y que consiste en un jarabe enriquecido en fructosa, que contiene un contenido en glucosa lo más reducido posible, se puede utilizar ventajosamente en alimentación humana, especialmente como materia prima para la preparación de manitol o ser reciclada con una glucosa isomerasa para preparar un azúcar invertido.

- 5 La invención se comprenderá incluso mejor con ayuda de los ejemplos que siguen, los cuales no se destinan a ser limitantes y tienen en cuenta solamente ciertos modos de realización según la invención.

Ejemplo 1 : Producción, según la invención, de sorbitol de alta pureza a partir de sacarosa.

Se procede a la inversión de la sacarosa en una cuba de 100 m³ (recinto A) de la siguiente manera:

- 10 Se disuelve la sacarosa en agua al 50% de MS y se lleva la disolución a 60°C. Se ajusta el pH a 4,75. Se añade a continuación una disolución enzimática de invertasa comercializada por la compañía NOVO, con la denominación Invertase®, a razón de 20 g por tonelada de sacarosa. Después de 20 horas de inversión, el jarabe invertido obtenido presenta la siguiente composición (análisis por cromatografía líquida de alta presión): 51,2% de glucosa, 48,7% de fructosa y 0,1% de otras osas.

- 15 Se desmineraliza a continuación el jarabe invertido, después se concentra a una materia seca de 55% antes de ser enviado al recinto de cromatografía continua de separación secuencial ISMB comercializado por la compañía EURODIA. Dicho recinto cromatográfico tiene un volumen de 28 m³ y está provisto de resinas FINEX CS 104 GC de un diámetro medio de 220 µm.

- 20 Se alimenta la cromatografía con, por una parte, el jarabe invertido como un caudal de 1,9 m³/h o 1,27 T seco/h y, por otra parte, agua desmineralizada a un caudal de 2,88 m³/h. En estas condiciones, la cromatografía se alimenta a razón de 55% de MS.

Se conduce la cromatografía de manera que se extraiga la glucosa a una riqueza de 99,4%. La fracción Glucosa se extrae así a un caudal de 2,86 m³/h o 0,58 T seco/h y presenta la siguiente composición: glucosa 99,4%, fructosa 0,5% y otros 0,1%.

- 25 En estas condiciones, la fracción enriquecida en fructosa se titula a 9,9% de glucosa. Así, la fracción Fructosa se extrae a un caudal de 1,92 m³/h o 0,69 T seco/h y presenta la siguiente composición: glucosa 9,9% y fructosa 90,1%.

El jarabe enriquecido en glucosa (o fracción Glucosa), resultante de la etapa de cromatografía, se purifica de manera clásica por decoloración y/o desmineralización. Se titula a 99,4% de glucosa (sobre la base de la MS) y no contiene polisacáridos de pesos moleculares altos.

- 30 Se hidrogena la fracción Glucosa a 45% de MS, 140°C, bajo una presión de hidrógeno de 6 MPa (60 bar). Durante la hidrogenación, el pH disminuye lentamente hasta 4,5. Se deja el pH a un valor de 4,5 durante 20 minutos para hidrolizar las trazas residuales de sacarosa. Se aumenta a continuación el pH a ocho por adición de sosa para terminar la hidrogenación hasta un contenido en azúcares reductores menor que 0,1% sobre seco.

- 35 Se purifica a continuación el jarabe hidrogenado por desmineralización y tratamiento sobre carbono activo y se evapora a 70% de MS. Se obtiene así un jarabe de dextrosa hidrogenada o jarabe de sorbitol que presenta una tasa de azúcares reductores totales igual a 0,1% a 70% de MS. Dicho jarabe de sorbitol presenta una riqueza en sorbitol de 98,9%, en manitol de 0,7%, en iditol de 0,3% (análisis en seco). El complemento a 100% se analiza como los productos de craqueo y otros constituyentes.

Ejemplo 2 : Producción de sorbitol de alta pureza a partir de glucosa monohidratada.

- 40 Se lleva una disolución de glucosa que procede de la refundición de una dextrosa monohidratada LYCADEX® comercializada por la Compañía Solicitante que presenta un poder rotatorio específico de 53,1 Grados a 45% de MS en un hidrogenador de 18 m³. Se lleva la temperatura a 140 °C y la presión de hidrógeno a 6 MPa (60 bar).

- 45 El pH disminuye lentamente hasta un valor de 4,5. En ese momento, el pH vuelve a subir a 8 por adición de sosa. Cuando el contenido en azúcares reductores es menor que 0,1% sobre seco, se detiene la reacción. El jarabe de sorbitol así obtenido se purifica a continuación por desmineralización y tratamiento sobre carbono activo. Dicho jarabe de sorbitol se evapora después a 70% de MS. Se obtiene así un jarabe de sorbitol que presenta una tasa de azúcares reductores totales igual a 0,18% a 70% de MS. Dicho jarabe de sorbitol presenta una riqueza en sorbitol de 98,6%, en manitol de 0,4%, en iditol de 0,3%, en DP₂ hidrogenados de 0,2% (análisis sobre seco). El complemento a 100% se analiza como los productos de craqueo y otros constituyentes.

- 50 El procedimiento según la invención, tal como se describe en el ejemplo 1, permite obtener, a partir de sacarosa, un jarabe de sorbitol de pureza equivalente al procedimiento de referencia de obtención de sorbitol de alta pureza ya descrito.

Ejemplo 3: Producción de sorbitol a partir de sacarosa utilizando un procedimiento de cromatografía SMB clásico.

Se procede a la inversión de la sacarosa tal como se describió en el ejemplo 1. Después de la etapa de inversión, el jarabe invertido obtenido presenta la composición siguiente (análisis por cromatografía líquida de alta presión): 51,2% de glucosa, 48,7% de fructosa y 0,1% de otras osas.

5 Se desmineralizada a continuación el jarabe invertido, después se concentra a una materia seca del 55 % antes de ser conducido a un recinto de cromatografía SMB clásico que funciona según las explicaciones de la patente francesa FR 2 550 462. Dicho recinto cromatográfico tiene un volumen de 80 m³ y está provisto de 10 platos y resina FINEX CS 104 GC de diámetro medio 220 µm.

10 Se alimenta la cromatografía SMB con, por una parte, el jarabe invertido con un caudal de 5,8 m³/h o 3,9 T seco/h y, por otra parte, agua desmineralizada a un caudal de 12 m³/h. En estas condiciones, la cromatografía se alimenta a razón de 55% de MS.

Se conoce la cromatografía de manera que se extraiga la glucosa a una riqueza lo más elevada posible, es decir a una riqueza de 97,8%. La fracción Glucosa se extrae así a un caudal de 10,95 m³/h o 1,7 T seco/h y presenta una MS de 14,5% y la siguiente composición: glucosa 97,8%, fructosa 2,1% y otros y 0,1%.

15 En estas condiciones, la fracción enriquecida en fructosa tiene un título de 14,1% de glucosa. Así, la fracción Fructosa se extrae a un caudal de 6,85 m³/h o 2,2 T seco/h y presenta una MS de 29,5% y la siguiente composición: glucosa 14,1% y fructosa 85,9%.

El jarabe enriquecido en glucosa (o fracción Glucosa), resultante de la etapa de cromatografía, se purifica de manera clásica por decoloración y/o desmineralización, se titula a 97,8% de glucosa (sobre la base de la MS) y no contiene polisacárido de alto peso molecular.

20 Se hidrogena el jarabe enriquecido en glucosa de la misma manera que en el ejemplo 1. De acuerdo con el ejemplo 1, se purifica a continuación el jarabe hidrogenado y se evapora a 70% de MS. Se obtiene así un jarabe de sorbitol que presenta una tasa de azúcares reductores totales igual a 0,11% a 70% de MS. Dicho jarabe de sorbitol presenta una riqueza en sorbitol de 97,6%, en manitol de 1,8%, en iditol de 0,3% (análisis sobre seco). El complemento a 100% se analiza como los productos de craqueo y otros constituyentes.

25 Así, un procedimiento de cromatografía SMB clásico, no conforme a la invención, no seguido por una etapa de purificación de la fracción Glucosa tal como cristalización, no permite obtener un sorbitol de alta pureza a partir de sacarosa, es decir un sorbitol que presente un contenido en azúcares reductores menor que o igual a 0,2% de azúcares reductores.

30 Ejemplo 4: Producción de sorbitol a partir de sacarosa utilizando un procedimiento de cromatografía SMB clásico seguido por una etapa de cristalización.

Se procede de la misma manera que en el ejemplo 3 hasta la obtención de jarabe enriquecido en glucosa (o fracción Glucosa), resultante de la etapa de cromatografía. El jarabe enriquecido en glucosa se purifica a continuación de manera clásica por decoloración y/o desmineralización, se titula a 97,8% de glucosa (sobre la base de la MS) y no contiene polisacárido de alto peso molecular.

35 El jarabe enriquecido en glucosa y purificado se concentra a continuación a 74% de MS y se lleva a un cristizador discontinuo de 30 m³. Se añade al jarabe purificado 5% de cebos de cristalización (porcentaje en MS). Se enfría el cristizador de 50°C a 25°C en 48 horas. La masa cocida obtenida después del procedimiento de cristalización se separa en una centrifuga secadora. Después de lavado, los cristales presentan un poder rotatorio específico igual a 52,8 Grados. Los cristales, analizados por HPLC, presentan una riqueza en glucosa igual a 99,8% y en fructosa igual a 0,2%. El rendimiento de los cristales sobre materia seca introducida en cristalización es de 53%. Las aguas madres presentan una riqueza en glucosa de 95,7% y 4% en fructosa. El complemento a 100% está constituido por sacarosa y trazas de hidroxil-metil-furfurano.

40 Se ponen los cristales en disolución y se hidrogenan de la misma manera que en el ejemplo 3. Después de purificación y evaporación, se obtiene así un jarabe de sorbitol que presenta una tasa de azúcares reductores totales igual a 0,07% a 70% de MS. Dicho jarabe de sorbitol presenta una riqueza en sorbitol de 99,1%, en manitol de 0,4%, en iditol de 0,3% (análisis sobre seco). El complemento a 100% se analiza como los productos de craqueo y otros constituyentes.

45 Así, utilizando un procedimiento de cromatografía SMB clásico, no conforme a la invención, es indispensable una etapa de purificación tal como una etapa de cristalización de la fracción Glucosa resultante de la cromatografía SMB para obtener un sorbitol de alta pureza a partir de sacarosa, es decir un sorbitol que contiene 0,2% de azúcares reductores totales.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento de fabricación de un jarabe de sorbitol con un contenido en azúcares totales reductores menor que o igual a 0,2% y un contenido en manitol menor que 1% a una materia seca de 70% en peso a partir de sacarosa, caracterizado por que comprende las etapas que consisten en:
- 5 a. hidrolizar una disolución de sacarosa en una disolución de azúcar invertido,
- b. separar por cromatografía en lecho móvil simulado la disolución de azúcar invertido en
- un jarabe de dextrosa a al menos 99,3%, preferiblemente 99,4%, incluso preferiblemente al menos 99,5% e incluso más preferiblemente 99,7%, de riqueza en dextrosa,
 - un jarabe de fructosa a al menos 90%, preferiblemente 92%, de riqueza en fructosa,
- 10 c. hidrogenar, preferiblemente directamente después de la etapa (b), dicho jarabe de dextrosa en un jarabe de sorbitol con un contenido en azúcares totales reductores menor que o igual a 0,2% y un contenido en manitol menor que 1% a una materia seca de 70% en peso.
2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por que está exento de etapa de cristalización.
3. Procedimiento según la reivindicación 1 ó 2, caracterizado por que la etapa (b) de separación por cromatografía en lecho móvil simulado funciona en el modo Modo SMB mejorado.
- 15 4. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado por que la etapa (b) de separación por cromatografía en lecho móvil simulado presenta un rendimiento de recuperación de glucosa mayor que 85%, preferiblemente mayor que 87% y más preferiblemente incluso mayor que 88%.
5. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado por que el pH al final de la etapa
- 20 (c) se deja a 4,5 durante más de 15 minutos, preferiblemente más de 20 minutos.