

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 952 425**

51 Int. Cl.:

C07D 493/04 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **16.03.2017 PCT/FR2017/050608**

87 Fecha y número de publicación internacional: **21.09.2017 WO17158303**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **16.03.2017 E 17716565 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **24.05.2023 EP 3430014**

54 Título: **Método de fabricación de dianhidrohexitol con una etapa de destilación en un evaporador de capa delgada**

30 Prioridad:

16.03.2016 FR 1652236

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

31.10.2023

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**WYART, HERVÉ y
IBERT, MATHIAS**

74 Agente/Representante:

DEL VALLE VALIENTE, Sonia

ES 2 952 425 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

Método de fabricación de dianhidrohexitol con una etapa de destilación en un evaporador de capa delgada

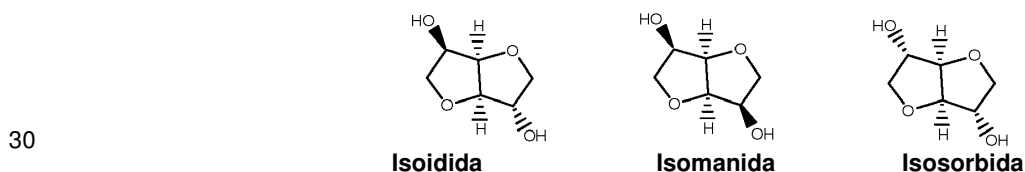
5 La presente invención se refiere a un método de fabricación de 1,4:3,6-dianhidrohexitoles, proporcionando una solución acuosa de al menos un azúcar hidrogenado, deshidratación interna del mismo, y destilación del producto obtenido mediante un evaporador de capa delgada. En toda la presente solicitud, se utilizarán de forma equivalente las expresiones evaporador “de capa delgada”, o “de película delgada” o “de película raspada”.

10 Este método se distingue de los métodos de la técnica anterior que recurren a la destilación como etapa unitaria de purificación por lotes, lo que lleva a peores rendimientos y a productos más coloreados. Se obtienen según la invención, por tanto, productos estéticamente más aceptables y químicamente más estables. Además, las técnicas de destilación por lotes recomiendan con frecuencia utilizar productos que faciliten dicha destilación; estos últimos productos auxiliares demuestran ser peligrosos para el ser humano o muy perjudiciales para el medio ambiente.

15 El método según la invención difiere también de la técnica anterior en que utiliza como producto inicial una solución acuosa, más que un polvo: los productos pulverulentos dan lugar a problemas de manipulación, y son también una fuente de peligro y, por otra parte, deben ser fundidos, lo que tiene un impacto económico mayor sobre el método en cuestión.

20 Dar valor a nuestros recursos biológicos renovables es actualmente un imperativo ecológico y económico importante, frente al agotamiento y a la subida del precio de los materiales fósiles como el petróleo. Es en este contexto en el que se inscribe el desarrollo de los 1,4:3,6-dianhidrohexitoles.

25 Estos productos, también denominados isohexidas, se obtienen por la deshidratación interna de azúcares hidrogenados de C₆ (hexitoles), tales como sorbitol, manitol e iditol. En la presente solicitud, el término “dianhidrohexitoles” engloba la isosorbida (1,4-3,6-dianhidro-sorbitol), la isomanida (1,4-3,6 dianhidro-manitol), la isoidida (1,4-3,6-dianhidro-iditol) de las siguientes fórmulas, así como las mezclas de dichos productos:



35 La empresa solicitante indica que estos productos pueden obtenerse también por desaminación, según el método descrito en el documento “Interconversion of DianhydroHexitols and of Saccharic Acids” (Nature, 1 de octubre de 1949, vol. 464, pp. 573-574), siendo en el mundo industrial tal método, como mínimo, marginal.

Existe actualmente un elevado potencial de desarrollo industrial para las isohexidas, especialmente en el sector farmacéutico, en la fabricación de productos intermedios de síntesis química y en el sector de los plásticos.

40 A título ilustrativo, la patente GB 613.444 describe la obtención, por deshidratación en un medio acuoso/disolvente, de una composición de isosorbida que se somete a continuación, a un tratamiento de destilación, y posteriormente, de recristalización, en una mezcla de alcohol/éter.

45 En la patente WO 00/14081 también se recomienda un tratamiento de purificación que asocia la destilación y la recristalización en un alcohol alifático inferior (etanol, metanol). Este documento indica que, en el caso en que la destilación sea la única etapa de purificación prevista, resulta ventajoso utilizar borohidruro de sodio.

50 Otros autores también han sostenido que la etapa de destilación se realice en presencia de un compuesto de boro, como el ácido bórico, o con una resina aniónica cargada de iones borato, como se describe en la patente US-3.160.641.

55 Las patentes US-4.408.061 y EP 0 323 994 prevén el uso de catalizadores de deshidratación especiales (halogenuro de hidrógeno gaseoso y fluoruro de hidrógeno líquido, respectivamente), asociados de forma ventajosa a los ácidos carboxílicos como cocatalizadores, seguido de la destilación de las composiciones brutas de isosorbida o de isomanida así obtenidas.

60 De lo anterior se desprende que la obtención de composiciones basadas en isohexidas requiere de forma general el uso, al menos en un momento dado, de medios que son, como mínimo, costosos, como los halogenuros de hidrógeno asociados a los catalizadores y cocatalizadores de anhidrización, o potencialmente peligrosos para el ser humano y el medio ambiente, en todo caso de uso muy reglamentado, como los disolventes orgánicos. Esto hace que las técnicas anteriormente mencionadas recurran a la destilación como etapa final de la purificación, siendo la destilación

ampliamente conocida por el experto en la técnica, disponible comercialmente, fácilmente utilizable, y perfectamente adecuada para un uso industrial.

5 Se han propuesto soluciones adicionales para proporcionar un método de obtención de composiciones que contengan isohexidas, que incluyen una etapa de destilación. Se conocen, en este sentido, las solicitudes de patente WO 2005/047228, WO 2013/169029, WO 2014/073843, WO 2014/129834 y KR 20140048436. Todos estos documentos describen métodos de fabricación de isosorbida, en donde la etapa final de purificación se lleva a cabo por destilación, mediante un evaporador de capa delgada.

10 Este tipo de dispositivo se compone de una parte cilíndrica calentada por doble envoltura, de una parte superior que sirve para la separación de los vapores, y de un rotor que gira a gran velocidad. El producto a tratar, introducido en la parte superior de la parte cilíndrica, se distribuye uniformemente en la superficie de calentamiento mediante un anillo distribuidor. Las aspas del rotor distribuyen el producto instantáneamente por toda la pared en forma de una película con gran turbulencia. El producto desciende hacia la parte inferior del aparato, continuando a lo largo de la pared
15 interna un movimiento helicoidal durante el cual se produce la evaporación de los productos volátiles. Los vapores que se forman suben a contracorriente hacia la parte superior del aparato, y atraviesan el separador. Las gotículas y las espumas formadas se retienen y vuelven a la zona de evaporación. Los vapores así liberados de las partículas líquidas, pasan a un condensador, a una columna o a cualquier otro paso del método que sigue.

20 Las 5 solicitudes anteriormente mencionadas, que utilizan la tecnología de evaporación en película delgada, presentan también otras dos características comunes: el producto inicial es un sorbitol en forma de polvo, y este polvo se calienta a continuación para obtener un producto fundido. La naturaleza pulverulenta del sorbitol inicial plantea numerosos problemas: es bien conocido que los polvos presentan riesgos de explosión, pero también son difíciles de almacenar y transportar, por motivos de apelmazamiento. Además, es necesario emplear una cantidad de energía importante
25 para transformar dicho polvo en un fundido, lo que es contrario a un método económico.

Por último, se conoce la solicitud de patente WO 2009/126852. Describe un método que consiste en deshidratar sorbitol al vacío y en presencia de un catalizador ácido. Según una variante particular, dicho sorbitol está presente en forma de solución acuosa, con una materia seca comprendida entre el 40 % y el 95 % de su peso total. En su Ejemplo 7, describe una síntesis de isosorbida a partir de una solución acuosa de sorbitol que contiene el 93 % en peso seco de producto. La síntesis va seguida de una destilación clásica por lotes. No obstante, la empresa solicitante ha señalado que, en tal método, el producto final obtenido se caracteriza por un color amarillo tostado. Sin embargo, es bien conocido que estos fenómenos de coloración significan la presencia de impurezas de diversas naturalezas; impurezas que pueden perjudicar la estabilidad del producto, pero también su uso en la aplicación final.

35 Por lo tanto, actualmente no existe un método de fabricación de composiciones de isohexidas que hagan uso de forma ventajosa de una etapa simple de destilación continua para purificar el producto final, que esté exento de compuestos nocivos para el ser humano y el medio ambiente, que no presente el inconveniente de utilizar un producto en forma de polvo que deba fundirse, y que dé lugar a productos finales con una coloración satisfactoria.

40 Con la realización de numerosos trabajos de investigación, la sociedad solicitante ha conseguido poner a punto tal método. Este consiste en un método de fabricación de 1,4:3,6-dianhidrohexitoles, comprendiendo las etapas de:

- 45 a) provisión de al menos un hexitol,
b) deshidratación de dicho hexitol,
c) destilación del producto de deshidratación obtenido de la etapa b),

50 caracterizado porque:

- en la etapa a) el hexitol se proporciona en forma de una solución acuosa que presenta una concentración en peso seco de hexitol superior al 95 %,
- 55 – la etapa b) de deshidratación se lleva a cabo al vacío,
- en la etapa c) la destilación se lleva a cabo mediante un evaporador de capa delgada.

60 La primera etapa del método objeto de la presente invención consiste en proporcionar al menos un hexitol, proporcionándose dicho hexitol en forma de solución acuosa.

Esta etapa se lleva a cabo en modo continuo.

65 Esta solución acuosa presenta una concentración en peso seco de hexitol superior al 95 %, preferiblemente superior al 96 %, muy preferiblemente mayor o igual al 97 % de su peso total, e inferior al 99 % de su peso total.

Esta solución acuosa se obtiene preferiblemente por eliminación de agua de una solución acuosa inicial que contiene al menos un hexitol, y la concentración en peso seco en dicho hexitol está comprendida entre el 40 % y el 80 % de su peso total. La eliminación de agua se lleva a cabo mediante cualquier medio bien conocido por el experto en la técnica, especialmente por calefacción, en particular, por destilación al vacío. La solución acuosa inicial es, por ejemplo, un producto comercializado por la empresa solicitante bajo la denominación NEOSORB.

La solución acuosa que contiene al menos un hexitol, también se caracteriza por que el hexitol se seleccione de entre sorbitol, manitol e iditol y sus mezclas, y es preferiblemente sorbitol.

La segunda etapa del método según la invención consiste en llevar a cabo, en la solución que contiene al menos un hexitol y proporcionada durante la primera etapa, la deshidratación al vacío de dicho hexitol, de modo que se obtenga 1,4:3,6-dianhidrohexitol.

Esta etapa no es limitativa en modo alguno para el método objeto de la presente solicitud. Puede llevarse a cabo según uno cualquiera de los métodos bien conocidos por el experto en la técnica. En este sentido, puede mencionarse la patente CA 1 178 288, que recuerda en su página 14, líneas 3-8, que se recomienda llevar a cabo la reacción de deshidratación propiamente dicha, bajo una atmósfera de gas inerte, para evitar las reacciones de oxidación, sobre todo cuando se prevean temperaturas y duraciones de reacción relativamente grandes. Una variante según la presente invención consiste, por tanto, en llevar a cabo esta etapa de deshidratación bajo una atmósfera de gas inerte.

La patente US-4.861.513 describe una reacción de deshidratación del sorbitol llevada a cabo en presencia simultánea de gas inerte (nitrógeno) y de un agente reductor (hipofosfito de sodio), para la preparación de mezclas particulares de polioles, que presenten una escasa concentración (del 10 a al 26 %) de dianhidrosorbitol. Por su parte, la patente GB 613.444 ya mencionada, describe la obtención, mediante deshidratación en un medio acuoso/disolvente, de una composición de isosorbida que se somete posteriormente a un tratamiento de destilación y de recristalización en una mezcla alcohol/éter.

Preferiblemente, las condiciones de realización de esta etapa de deshidratación son las siguientes: la solución que contiene el hexitol obtenido en la primera etapa, se introduce en un reactor. Simultáneamente, antes o después de la introducción de la solución de hexitol, se introduce el catalizador de deshidratación en el reactor. Este catalizador puede ser de cualquier tipo, siempre que permita la deshidratación del hexitol en la etapa siguiente. Este catalizador puede ser un catalizador heterogéneo o un catalizador homogéneo. Puede ser un catalizador ácido, en particular, un ácido fuerte, o resinas de intercambio iónico, en particular, resinas de intercambio catiónico ácidas o de catalizadores de tipo zeolita ácida. El catalizador ácido puede ser específicamente ácido sulfúrico, ácido clorhídrico, ácido paratoluenosulfónico, ácido fosfórico o ácido metanosulfónico. El ácido sulfúrico es un catalizador especialmente preferido para la fabricación de la composición según la invención.

La resina de intercambio catiónico ácida puede ser una resina de poliestireno sulfonado, tal como la resina AG50W-X12 de BioRad. La zeolita ácida puede ser una zeolita beta.

El catalizador de deshidratación se introduce en cantidades que permitan la realización de la etapa de deshidratación. En particular, cuando se utiliza el ácido sulfúrico, se prefiere utilizar cantidades inferiores al 2 % en masa con respecto a la masa total de hexitol, preferiblemente inferior al 1,5 %, con máxima preferencia inferior al 1,2 %.

La etapa de deshidratación llevada a cabo al vacío permite facilitar la eliminación del agua, y desplazar, de este modo, el equilibrio de la reacción.

Para llevar a cabo la etapa de deshidratación, es necesario aportar calor al reactor. Esta cantidad de calor necesaria depende principalmente de la naturaleza y de la cantidad de catalizador utilizada y, en menor medida, de las condiciones de presión en el reactor en la etapa de deshidratación. Para aportar el calor necesario, la temperatura en el interior del reactor, y a la que se lleva a cabo la reacción de deshidratación, puede ser de 110 °C a 400 °C, según sea el catalizador utilizado. Por ejemplo, cuando se utilice con respecto a la masa de hexitol introducida, el 1 % en masa de ácido sulfúrico, se utiliza preferiblemente una temperatura superior o igual a 135 °C, de forma ventajosa superior o igual a 150 °C. De forma ventajosa, la temperatura sigue siendo inferior a 300 °C.

Después de la etapa de deshidratación, cuando se utilice un catalizador ácido homogéneo, se lleva a cabo preferiblemente una etapa de neutralización del catalizador.

Por último, la tercera etapa del método objeto de la presente invención consiste en destilar el producto obtenido de la etapa anterior de deshidratación, es decir, el 1,4:3,6-dianhidrohexitol, llevándose a cabo la destilación con un evaporador de película delgada. Esta etapa se lleva a cabo en unas condiciones de vacío y de temperatura que permitan aislar la isohexida del resto de constituyentes del producto.

Las condiciones preferidas de realización de esta etapa son las siguientes. El producto obtenido de la etapa anterior de deshidratación se introduce de forma continua mediante una bomba en la parte superior del cuerpo cilíndrico de un evaporador de película delgada. A continuación, es distribuido por las paredes calentadas del cuerpo cilíndrico

mediante las aspas del rotor. La temperatura de la doble envoltura se mantiene entre 160 °C y 230 °C, preferiblemente entre 170 °C y 220 °C. El vacío aplicado en la operación de destilación es inferior a 50 mbar, preferiblemente inferior a 20 mbar, muy preferiblemente inferior a 10 mbar.

- 5 La coloración Gardner del 1,4:3,6-dianhidrohexitol obtenido tras la destilación, medida en el producto fundido en una celda de 1 cm de recorrido óptico, con la ayuda de un colorímetro Lovibond PFXi-195/1, es inferior o igual a 4, en particular inferior o igual a 3, más especialmente inferior o igual a 2,5, más especialmente inferior o igual a 2,1.

Ejemplos

10

Ejemplo 1 según la invención

En un reactor de vidrio de marca Schott, de 1 litro de capacidad, provisto de una doble envoltura, alimentado por un baño termostatzado con circulación de aceite, un aspa de agitación, termómetro, cabezal de destilación asociado a un refrigerante y a una receta de destilación, se introduce 1 kg de una solución de sorbitol al 70 % de materia seca (es decir, 700 g seco), comercializado por la empresa solicitante bajo el nombre NEOSORB® 70/02. El conjunto del montaje se conecta a una bomba de vacío provista de un vacuómetro. Se pone en marcha la agitación a 650 rpm/min. La solución de sorbitol se calienta a continuación al vacío (120 °C-100 mbar), para destilar el agua presente en la solución. Tras la destilación de 279 g de agua, se obtienen 721 g de una solución de sorbitol al 97 % de materia seca. Se añaden 7 g de ácido sulfúrico concentrado, y la mezcla obtenida se calienta al vacío (presión de aproximadamente 100 mbars) a 150 °C durante 3 horas, de modo que se lleve a cabo la reacción de deshidratación del sorbitol.

El material bruto de reacción se enfría seguidamente a 100 °C, y se neutraliza con 11,4 g de una solución de soda al 50 %. Se obtienen 575 g de una composición neutralizada de isohexida que contiene un 71,5 %, es decir, 411 g, de isosorbida. La composición obtenida se introduce a continuación durante 2 horas, mediante una bomba de engranajes, en un evaporador de película raspada de vidrio de referencia VDL 70-4, de una superficie de evaporación de 0,05 m², cuya doble envoltura se calienta a 200 °C en un vacío de 5 mbar. Se obtienen 395 g de isosorbida destilada, lo que corresponde a un rendimiento de destilación del 96,1 %. La coloración Gardner de la isosorbida obtenida tras la destilación, se mide en el producto fundido en una celda de 1 cm de recorrido óptico, con la ayuda de un colorímetro Lovibond PFXi-195/1. Se obtiene un valor de coloración de 2,1 Gardner.

Ejemplo 2

En un reactor de vidrio de marca Schott, de 1 litro de capacidad, provisto de una doble envoltura, alimentado por un baño termostatzado con circulación de aceite, un aspa de agitación, termómetro, cabezal de destilación asociado a un refrigerante y a una receta de destilación, se introduce 1 kg de una solución de sorbitol al 70 % de materia seca (es decir, 700 g seco), comercializado por la empresa solicitante bajo el nombre NEOSORB® 70/02. El conjunto del montaje se conecta a una bomba de vacío provista de un vacuómetro. Se pone en marcha la agitación a 650 rpm/min. La solución de sorbitol se calienta a continuación al vacío (120 °C-100 mbar), para destilar el agua presente en la solución. Tras la destilación de 279 g de agua, se obtienen 721 g de una solución de sorbitol al 97 % de materia seca. Se añaden 7 g de ácido sulfúrico concentrado, y la mezcla obtenida se calienta al vacío (presión de aproximadamente 100 mbars) a 150 °C durante 3 horas, de modo que se lleve a cabo la reacción de deshidratación del sorbitol.

El material bruto de reacción se enfría seguidamente a 100 °C, y se neutraliza con 11,4 g de una solución de soda al 50 %. Se obtienen 575 g de una composición neutralizada de isohexida que contiene un 71,5 %, es decir, 411 g, de isosorbida. Se deja la composición obtenida en el reactor, poniendo la temperatura de la doble envoltura en 200 °C, y se aplica un vacío de 5 mbar para llevar a cabo la destilación. En estas condiciones se obtienen 380 g de isosorbida destilada, lo que corresponde a un rendimiento de destilación del 92,5 %. La coloración de la isosorbida obtenida tras la destilación es de 4,8 Gardner.

Ejemplo 3 según la invención

En un reactor de vidrio de marca Schott, de 1 litro de capacidad, provisto de una doble envoltura, alimentado por un baño termostatzado con circulación de aceite, un aspa de agitación, termómetro, cabezal de destilación asociado a un refrigerante y a una receta de destilación, se introduce 1 kg de una solución de sorbitol al 70 % de materia seca (es decir, 700 g seco), comercializado por la empresa solicitante bajo el nombre NEOSORB® 70/02. El conjunto del montaje se conecta a una bomba de vacío provista de un vacuómetro. Se pone en marcha la agitación a 650 rpm/min. La solución de sorbitol se calienta a continuación al vacío (125 °C-100 mbar), para destilar el agua presente en la solución. Tras la destilación de 285 g de agua, se obtienen 715 g de una solución de sorbitol al 97,9 % de materia seca. Se añaden 10,5 g de ácido metanosulfónico concentrado, y la mezcla obtenida se calienta al vacío (presión de aproximadamente 100 mbars) a 150 °C durante 3 horas, de modo que se lleve a cabo la reacción de deshidratación del sorbitol.

El material bruto de reacción se enfría seguidamente a 100 °C, y se neutraliza con 8,8 g de una solución de soda al 50 %. Se obtienen 580 g de una composición neutralizada de isohexida que contiene un 70,8 %, es decir, 410 g, de isosorbida. La composición obtenida se introduce a continuación durante 2 horas, mediante una bomba de engranajes,

5 en un evaporador de película raspada de vidrio de referencia VDL 70-4, de una superficie de evaporación de 0,05 m², cuya doble envoltura se calienta a 180 °C en un vacío de 15 mbar. Se obtienen 372 g de isosorbida destilada, lo que corresponde a un rendimiento de destilación del 90,7 %. La coloración Gardner de la isosorbida obtenida tras la destilación, se mide en el producto fundido en una celda de 1 cm de recorrido óptico, con la ayuda de un colorímetro Lovibond PFXi-195/1. Se obtiene un valor de coloración de 1,6 Gardner.

Ejemplo 4 según la invención

10 En un reactor de vidrio de marca Schott, de 1 litro de capacidad, provisto de una doble envoltura, alimentado por un baño termostático con circulación de aceite, un aspa de agitación, termómetro, cabezal de destilación asociado a un refrigerante y a una receta de destilación, se introduce 1 kg de una solución de sorbitol al 70 % de materia seca (es decir, 700 g seco), comercializado por la empresa solicitante bajo el nombre NEOSORB® 70/02. El conjunto del montaje se conecta a una bomba de vacío provista de un vacuómetro. Se pone en marcha la agitación a 650 rpm/min. 15 La solución de sorbitol se calienta a continuación al vacío (125 °C-100 mbar), para destilar el agua presente en la solución. Tras la destilación de 285 g de agua, se obtienen 715 g de una solución de sorbitol al 97,9 % de materia seca. Se añaden 70 g de resina macroporosa Amberlyst 36 dry, y la mezcla obtenida se calienta al vacío (presión de aproximadamente 100 mbars) a 150 °C durante 3 horas, de modo que se lleve a cabo la reacción de deshidratación del sorbitol.

20 Seguidamente el material bruto de reacción se enfría a 100 °C, y a continuación se filtra para separar el medio de reacción de la resina. Se obtienen 568 g de una composición de isohexida que contiene un 72,0 %, es decir, 409 g, de isosorbida. La composición obtenida se introduce a continuación durante 2 horas, mediante una bomba de engranajes, en un evaporador de película raspada de vidrio de referencia VDL 70-4, de una superficie de evaporación de 0,05 m², cuya doble envoltura se calienta a 190 °C en un vacío de 10 mbar. Se obtienen 384 g de isosorbida 25 destilada, lo que corresponde a un rendimiento de destilación del 93,8 %. La coloración Gardner de la isosorbida obtenida tras la destilación se mide en el producto fundido en una celda de 1 cm de recorrido óptico, con la ayuda de un colorímetro Lovibond PFXi-195/1. Se obtiene un valor de coloración de 1,9 Gardner.

30 Las pruebas 1, 3 y 4 ilustran bien, por tanto, la posibilidad de obtener de isosorbida con un método según la presente invención.

Se evita utilizar polvo como producto de partida, lo que libera al usuario de las limitaciones de manipulación de los productos pulverulentos, y elimina los riesgos de explosión asociados al empleo de este tipo de productos.

35 Por último, se mejora en gran medida la coloración del producto final con respecto a las técnicas por lotes.

REIVINDICACIONES

1. Método de fabricación de 1,4:3,6-dianhidrohexitoles, que comprende las etapas de:
- 5 a) provisión de al menos un hexitol,
b) deshidratación de dicho hexitol,
c) destilación del producto de deshidratación obtenido de la etapa b),
- caracterizado porque:**
- 10 - en la etapa a) el hexitol se proporciona en forma de una solución acuosa con una concentración en peso seco de hexitol superior al 95 %,
- la etapa b) de deshidratación se lleva a cabo al vacío,
- a nivel de la etapa c) la destilación se lleva a cabo mediante un evaporador de capa delgada.
- 15 2. Método según la reivindicación 1, caracterizado porque la solución acuosa se obtiene por eliminación del agua de una solución acuosa inicial que contiene al menos un hexitol, y cuya concentración en peso seco en dicho hexitol está comprendida entre el 40 % y el 80 % de su peso total.
- 20 3. Método según una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque para la solución acuosa que contiene al menos un hexitol, dicho hexitol se selecciona de entre sorbitol, manitol e iditol y sus mezclas, preferiblemente sorbitol.
- 25 4. Método según una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la etapa de deshidratación se lleva a cabo en presencia de un catalizador de deshidratación.
5. Método según la reivindicación 4, caracterizado porque el catalizador es un catalizador de tipo resina de intercambio iónico, en particular, de resina de intercambio catiónica ácida o un catalizador de tipo zeolita ácida.
- 30 6. Método según la reivindicación 4, caracterizado porque el catalizador es un catalizador ácido seleccionado de entre ácido sulfúrico, ácido clorhídrico, ácido paratoluenodulfónico, ácido fosfórico, ácido metanosulfónico, y es preferiblemente ácido sulfúrico.
- 35 7. Método según una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la etapa de deshidratación se lleva a cabo a una temperatura de 110 °C a 400 °C.
8. Método según una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la etapa de destilación se lleva a cabo a una temperatura comprendida entre 160 °C y 230 °C, preferiblemente entre 170 °C y 220 °C.
- 40 9. Método según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado porque** la etapa de destilación se lleva a cabo en un vacío inferior a 50 mbar, preferiblemente inferior a 20 mbar, muy preferiblemente inferior a 10 mbar.