

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 379 352**

51 Int. Cl.:
C07H 15/04 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 96 Número de solicitud europea: **04740697 .0**
96 Fecha de presentación: **06.07.2004**
97 Número de publicación de la solicitud: **1656388**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **17.05.2006**

54 Título: **Proceso para preparación de productos enriquecidos con malitol**

30 Prioridad:
18.07.2003 EP 03254528

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
25.04.2012

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
25.04.2012

73 Titular/es:
**CARGILL, INCORPORATED
15407 MCGINTY ROAD WEST
WAYZATA, MINNESOTA 55391, US**

72 Inventor/es:
**STOUFFS, Robert, Henri-Marcel;
BRUSSANI, Gianfranco;
SACRATO, Ricardo;
CONARD, Chad y
SASMAN, Thomas**

74 Agente/Representante:
Tomas Gil, Tesifonte Enrique

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).

ES 2 379 352 T3

DESCRIPCIÓN

5 Proceso para preparación de productos enriquecidos con maltitol

Campo técnico

10 [0001] La presente invención se refiere a un proceso para la preparación de productos sólidos y/o líquidos enriquecidos con maltitol.

Antecedentes

15 [0002] Maltitol o α -D-glucopiranosil-4-D-sorbitol es el resultado de la hidrogenación de la maltosa.

[0003] Numerosos procesos se conocen para la producción de jarabes ricos en maltitol y/o ricos en maltosa.

20 [0004] Se conoce para preparar maltitol cristalino anhidro induciendo la cristalización de dicho maltitol en un jarabe suficientemente rico en este producto y suficientemente purificado.

25 [0005] La US 4,849,023 se refiere a un proceso para la preparación de un producto con un alto contenido de maltitol, caracterizado por el hecho de hidrogenación catalítica de un jarabe de maltosa, seguida de fraccionamiento cromatográfico del jarabe de maltitol formado durante el paso de hidrogenación y ajuste a la sustancia seca deseada de al menos la fracción enriquecida con maltitol.

30 [0006] La US 4,846,139 se refiere a un proceso para la preparación de maltitol, comprendiendo los pasos sucesivos de licuefacción de leche de almidón, sacarificación del almidón licuado, seguido de hidrogenación catalítica con rutenio o catalizadores de níquel Raney para proporcionar un jarabe de maltitol, y sometimiento de dicho jarabe de maltitol a un fraccionamiento cromatográfico, cristalización del maltitol y reciclaje de las soluciones madre al paso de fraccionamiento cromatográfico.

[0007] La US 6,284,498 cubre un método de fabricación de un jarabe rico en maltosa con un contenido de maltosa mayor de 87%.

35 El primer paso es licuefacción de leche de almidón usando alfa-amilasa.

Después de inhibición de la alfa-amilasa hay un primer paso de sacarificación en presencia de una alfa-amilasa maltogénica hasta que el contenido de maltosa alcanza o excede 75%.

40 Esto va seguido de un segundo paso de sacarificación en presencia de una beta-amilasa y al menos una enzima desramificante seleccionada del grupo que consiste en pululanases e isoamilasas, a un contenido de maltosa mayor de 87%.

Las reivindicaciones específicamente requieren que estos pasos se efectúen en esta secuencia.

[0008] La US 6,346,400 cubre un proceso para la preparación de un jarabe rico en maltosa.

Sigue los pasos de proceso de licuefacción de una leche de almidón, seguido de un paso de sacarificación.

45 La sacarificación se realiza en presencia de una beta-amilasa y al menos una enzima desramificante seleccionada del grupo comprendiendo pululanases e isoamilasas.

Este paso va seguido de tamizado molecular para recoger una fracción enriquecida con maltosa y una fracción enriquecida con glucosa.

50 [0009] La US 6,436,678 reivindica un método para la preparación de un producto de maltosa.

Implica tratamiento de un almidón con una enzima que consiste esencialmente en beta-amilasa.

El almidón tratado contiene amilosa en una cantidad de 10 por ciento o superior, al menos una parte de este se vuelve retrogradada.

Al menos una parte de la amilosa retrogradada se deja cristalizar.

55 La amilosa cristalizada retrogradada se separa de la mezcla.

[0010] La US 6,274,355 cubre un método de fabricación de un jarabe rico en maltosa.

Comprende los pasos de proceso de licuefacción de una leche de almidón y sacarificación del almidón licuado.

60 La leche de almidón licuada y sacarificada se pone luego en contacto con una alfa-amilasa maltogénica inmovilizada, que se inmoviliza en partículas de un sustrato poroso.

[0011] La US 5,391,299 divulga un proceso para la producción de azúcares de almidón y una fracción de maltosa con una pureza de maltosa de al menos 80% se obtiene.

65 [0012] La US 6,284,498 se refiere a un método de fabricación de un jarabe rico en maltosa y dicho método comprende una licuefacción de leche de almidón seguida de una sacarificación de la leche de almidón licuada.

[0013] La US 5,932,015 se refiere a un proceso para hacer maltitol cristalino y mezcla sólida cristalina.

El proceso requiere dos pasos de separación cromatográficos después del paso de hidrogenación.

En el primer paso de cromatografía, una fracción se obtiene con un contenido de maltitol de 80,5 a 86,5 por ciento; el segundo paso de cromatografía produce una fracción con un contenido de maltitol de 97,5 por ciento en peso o más.

[0014] La US 5,873,943 cubre un proceso para fabricación de ambos maltitol cristalino y una mezcla sólida cristalina con maltitol cristalino de la misma materia prima.

Seguido de los pasos de proceso de hidrogenización de un jarabe con una alta concentración de maltosa y aislamiento cromatográfico de una fracción con un alto contenido de maltitol.

Parte de esta fracción se cristaliza y otra parte se seca por atomización para crear una mezcla sólida cristalina.

[0015] La US 6,120,612 cubre un método de fabricación continuo para maltitol cristalino anhidro.

El proceso comienza con un jarabe rico en maltitol, que se calienta en un paso de concentración, seguido de una adición de cristal simiente y paso de mezcla acompañado por más calefacción, para dar una masa cocida; y un paso de envejecimiento de cristal donde la masa cocida se somete a desintegración, mezcla, agitación y transferencia en una atmósfera en la que temperatura y humedad se ajustan para proceder a la cristalización.

[0016] Hay otra necesidad de tener un único proceso que provee maltitol líquido, sólido y cristalino en diferentes purezas.

[0017] La presente invención proporciona tal proceso.

Resumen de invención

[0018] La presente invención se refiere a un proceso para la preparación de productos enriquecidos con maltitol, y dicho proceso comprende los pasos sucesivos:

a) obtención de jarabe (A) con al menos 75%, preferiblemente más de 80% de maltosa basada en sustancia seca,

b) fraccionamiento cromatográfico, las condiciones del proceso de dicho fraccionamiento se seleccionan para obtener una fracción (B) rica en maltosa, comprendiendo al menos 92% de maltosa basada en sustancia seca de la fracción (B),

c) hidrogenación catalítica de la fracción (B) para obtener un producto de maltitol líquido (C),

d) aumento de sustancia seca del producto de maltitol líquido (C),

e) opcionalmente solidificación o cristalización.

[0019] La presente invención se refiere a un proceso donde el jarabe (A) se obtiene por licuefacción de leche de almidón a un equivalente de dextrosa de 2 a 25 para obtener leche de almidón licuada y por sometimiento de dicha leche de almidón licuada a un paso de sacarificación en presencia de β -amilasa y al menos una enzima desramificante seleccionada del grupo que consiste en pululanazas, isoamilasas y sus mezclas derivadas, y opcionalmente seguido de adición de α -amilasa para obtener un jarabe (A) con al menos 81% de maltosa basada en sustancia seca.

[0020] La presente invención se refiere a un proceso donde la fracción (B) comprende al menos 93% de maltosa basada en sustancia seca.

[0021] La presente invención se refiere a un proceso donde el producto (C) comprende al menos 90% de maltitol (basado en sustancia seca).

[0022] Además, la presente invención se refiere a un proceso en el paso d) de dicho proceso seguido de otros pasos sucesivos:

e) Cristalización del producto (C) por uno o múltiples pasos de cristalización para obtención de maltitol cristalino intermedio (D) y co-producto de maltitol líquido (E), donde intermedio (D) tiene una sustancia seca de al menos 93%, y comprende al menos 97% de maltitol basado en sustancia seca, y

f) Secado de maltitol cristalino intermedio (D) para obtención de producto de maltitol cristalino (F) de al menos 98,5% de sustancia seca, y comprende al menos 97% de maltitol basado en sustancia seca.

[0023] La presente invención además se refiere a un proceso donde el co-producto (E) se fracciona cromatográficamente, las condiciones del proceso de dicho fraccionamiento se seleccionan para obtener una fracción (G) rica en maltitol, comprendiendo al menos 90% de maltitol basado en sustancia seca

[0024] La presente invención además se refiere a un proceso donde maltitol cristalino intermedio (D), co-producto (E), y/o fracción (G) y opcionalmente agua se mezclan para obtención de producto de maltitol líquido (H) con al menos 94% de maltitol basado en sustancia seca y teniendo al menos 50% de sustancia seca.

[0025] La presente invención se refiere a un proceso donde maltitol cristalino (F) tiene una pureza de al menos 98%, preferiblemente más de 99% de pureza, más preferiblemente más de 99,5%.

Invención detallada

[0026] La presente invención se refiere a un proceso para preparación de productos enriquecidos con maltitol, y dicho proceso comprende los pasos sucesivos:

a) obtención de jarabe (A) con al menos 75%, preferiblemente más de 80% de maltosa basada en sustancia seca,

b) fraccionamiento cromatográfico, las condiciones del proceso de dicho fraccionamiento se seleccionan para obtener una fracción (B) rica en maltosa, comprendiendo al menos 92% de maltosa basada en sustancia seca de la fracción (B),

c) hidrogenación catalítica de la fracción (B) para obtención de un producto enriquecido con maltitol líquido (C),

d) aumento de sustancia seca de producto de maltitol líquido (C),

e) opcionalmente solidificación o cristalización.

[0027] El almidón usado como material de base para el jarabe (A) se obtiene de una fuente seleccionada del grupo que consiste en almidón leguminoso, almidón de cereal, almidón de raíz, almidón de tubérculo, almidón de fruta, almidones de tipo cerosos, almidones ricos en amilosa, almidones híbridos y sus mezclas derivadas.

Fuentes adecuadas incluyen maíz, guisante, patata, batata, sorgo, plátano, cebada, trigo, arroz, sagú, amaranto, tapioca, arrurruz, cañacoro y ceroso (conteniendo al menos aproximadamente 95% de amilopectina en peso) o rico en amilosa (con más de 40% de amilosa en peso) variedades de estos.

[0028] Las condiciones del proceso del fraccionamiento cromatográfico incluyen el índice de elución, el índice de suministro con jarabe de maltosa, temperatura, el índice de extracción de la fracción enriquecida con jarabe de maltosa, el índice de extracción de la fracción enriquecida con maltosa y la composición de la desorción, adsorción y zonas de enriquecimiento.

[0029] Cualquier resina de intercambio de catión disponible comercialmente es conveniente para usarse en el fraccionamiento cromatográfico.

En particular, una resina de intercambio de catión comercial disponible fuerte que se hace de polímero de puente de estireno-divinilbenceno combinado con grupo sulfónico se puede usar.

En una forma de realización preferida, la resina de intercambio catiónico se aplica en forma de sodio para obtención de una fracción enriquecida con maltosa.

[0030] Las condiciones del proceso del fraccionamiento cromatográfico se seleccionan de manera que la fracción (B) rica en maltosa comprende al menos 92% de maltosa basada en sustancia seca de la fracción (B).

Sorprendentemente, las condiciones y la resina de intercambio catiónico se pueden seleccionar para obtención de fracción (B) que contiene más de 96% de maltosa basada en sustancia seca de la fracción (B).

Preferiblemente la fracción (B) contiene más de 98% de maltosa basada en sustancia seca de la fracción (B).

La fracción de maltosa (B) contiene al menos 90%, preferiblemente más de 95% en una sustancia seca de al menos 30%, preferiblemente al menos 35%.

Recuperación de maltosa en la fracción (B) es al menos 80%, preferiblemente al menos 85%.

El co-producto todavía puede contener hasta 40% o más de maltosa.

[0031] En un ejemplo típico un lecho móvil simulado se aplica para el fraccionamiento cromatográfico.

La sustancia seca del jarabe de alimentación (A) es al menos 50%, preferiblemente 60%.

La temperatura del fraccionamiento cromatográfico es superior a la temperatura ambiente, preferiblemente superior a 50°C, más preferiblemente superior a 70°C.

[0032] La hidrogenación se puede realizar en presencia de catalizadores que se usan normalmente para hidrogenación de carbohidratos.

En particular, catalizador de níquel de tipo Raney disponible comercialmente, catalizador de níquel soportado y catalizadores de metal re-activables preciosos, como catalizador de rutenio soportado por carbón activado, se usan preferiblemente.

[0033] Cualquier condición de hidrogenación se puede adecuar en la medida de que no hay descomposición de maltosa teniendo lugar.

Normalmente el paso de hidrogenación se lleva a cabo a presión de gas hidrógeno de al menos 10 bar, preferiblemente entre 30 a 200 bar y a una temperatura de 90 a 150°C, de modo que la hidrogenación continúa hasta que la absorción de gas hidrógeno se para.

- 5 [0034] En otra forma de realización, el jarabe de alimentación (B) se puede usar en sustancia seca de al menos 50%, catalizador de níquel activado se añade y la hidrogenación tiene lugar a una temperatura de hasta 135°C y presión de hidrógeno de al menos 40 bar.
El catalizador de níquel activado se añade en una cantidad de 4% en la sustancia seca de jarabe de alimentación (B).
- 10 [0035] Después de la finalización de absorción de gas hidrógeno, por ejemplo, después de aproximadamente 3 horas de hidrogenación, el catalizador de hidrogenación (= catalizador de níquel activado) se quita del producto de maltitol líquido resultante (C).
Este jarabe puede además decolorarse y/o desionizarse por carbón activado o resina de intercambio de iones y/o resinas de pulido.
- 15 El producto de maltitol líquido (C) contiene al menos 92% de maltitol, preferiblemente al menos 94%, más preferiblemente al menos 95% basado en sustancia seca.
Después de aumento de la sustancia seca del producto líquido (C), el producto puede almacenarse y/o usarse como tal.
- 20 [0036] Opcionalmente el producto líquido (C) se solidifica para obtención de un producto de maltitol sólido.
Alternativamente, el producto líquido se cristaliza por uno o múltiples pasos de cristalización para obtención de maltitol cristalino.
- 25 [0037] La presente invención se refiere a un proceso donde el jarabe (A) se obtiene por licuefacción de leche de almidón a un equivalente de dextrosa de 2 a 25 para obtención de leche de almidón licuada y sometimiento de dicha leche de almidón licuada a un paso de sacarificación en presencia de β -amilasa y al menos una enzima desramificante seleccionada del grupo que consiste en pululanasa, isoamilasa y sus mezclas derivadas, y opcionalmente seguido de adición de α -amilasa para obtención de un jarabe (A) con al menos 81% de maltosa basada en sustancia seca.
- 30 [0038] ED o valor de "equivalente de dextrosa" es la potencia de reducción del hidrolizado de almidón expresado como D-glucosa en la base seca.
La medición de ED se basa en un método de valoración con soluciones de Fehling.
- [0039] La licuefacción puede realizarse por tratamiento ácido o enzimático, preferiblemente licuefacción enzimática.
- 35 [0040] Los parámetros de la sacarificación enzimática, como tipo de enzima, origen de la enzima (origen vegetal o bacteriano), combinación apropiada con enzimas desramificantes, cantidad de enzima, temperatura de sacarificación y duración de dicho paso, se seleccionan de manera que el contenido de maltosa es al menos 81%, basado en sustancia seca de jarabe.
- 40 [0041] En una forma de realización específica, el compuesto acuoso de almidón se lleva a una sustancia seca sobre 25% y un pH sobre 5,0, preferiblemente sobre 5,5.
El compuesto acuoso de almidón se trata luego con alfa amilasa en una cámara *flash* a una temperatura de sobre 100°C.
El tiempo de retención es inferior a 10 minutos a una temperatura de al menos 140°C.
- 45 Alfa-amilasa adicional se puede añadir y después de un periodo de permanencia de al menos media hora hasta una hora, el compuesto acuoso de almidón se convierte en un producto con ED de 4 a 5.
- [0042] Este producto con ED de 4 a 5 puede además sacarificarse en presencia de un 'cóctel de enzimas' comprendiendo β -amilasas, pululanasa, y preferiblemente una α -amilasa termoestable.
- 50 La conversión de producto con ED de 4 a 5 en un producto rico en maltosa se mejora añadiendo alfa-amilasa, preferiblemente alfa-amilasa termoestable.
A una temperatura de aproximadamente 50°C, el periodo de incubación total es un poco más de 30 horas y el jarabe resultante (A) contiene al menos 81% de maltosa (basada en sustancia seca).
- 55 [0043] Jarabe (A) se somete a fraccionamiento cromatográfico y la presente invención además se refiere a un proceso donde la fracción (B) comprende al menos 93% de maltosa basada en sustancia seca, preferiblemente más de 96%, más preferiblemente más de 98% de maltosa, basado en sustancia seca.
- [0044] Esta fracción enriquecida con maltosa (B) se somete a hidrogenación y la presente invención se refiere a un proceso donde el producto de hidrogenación (C) comprende al menos 90% de maltitol basado en sustancia seca.
- 60 [0045] Además, la presente invención se refiere a un proceso donde el paso d) de dicho proceso va seguido de otros pasos sucesivos:
- 65 e) Cristalización del producto (C) por uno o múltiples pasos de cristalización para obtención de maltitol cristalino

intermedio (D) y co-producto de maltitol líquido (E), donde intermedio (D) tiene una sustancia seca de al menos 93% y comprende al menos 97% de maltitol basado en sustancia seca,

f) Secado de maltitol cristalino intermedio (D) para obtención de producto de maltitol cristalino (F) de al menos 98,5% de sustancia seca, y comprendiendo al menos 97% de maltitol basado en sustancia seca.

[0046] El co-producto de maltitol líquido (E) contiene al menos 70%, preferiblemente 72% de maltitol basado en sustancia seca.

[0047] Producto (F) se puede recrystalizar para aumentar la pureza.

[0048] Después de haber aumentado la sustancia seca del producto de maltitol líquido (C) sobre 50%, preferiblemente sobre 60%, más preferiblemente sobre 80%, el jarabe se cristaliza para obtención de un intermedio cristalino (D) y un co-producto líquido (E).

[0049] En una forma de realización específica, el jarabe se concentra a una concentración mayor de 85% de sólidos secos.

Una velocidad de enfriamiento específica se aplica y la cristalización se induce por agitación.

Los cristales obtenidos son preferiblemente re-cristalizados para aumentar la pureza de los cristales sobre 99%, preferiblemente 99,5%.

El intermedio cristalino (D) se convierte posteriormente en el producto de maltitol cristalino final (F) por otro secado, finalmente seguido de tamizado y embalaje.

[0050] La recuperación de productos enriquecidos con maltitol puede aumentarse bien por cristalización de la solución madre (co-producto (E)) o por fraccionamiento cromatográfico de la solución madre (co-producto (E)).

Preferiblemente la calidad de co-producto líquido (E) se mejora además por un paso cromatográfico por el cual las condiciones del proceso se seleccionan para convertir el co-producto líquido (E) en la fracción (G) enriquecida con maltitol.

[0051] La sustancia seca de la fracción (G) se puede aumentar para obtener un jarabe enriquecido con maltitol que se puede usar como tal.

Además dicha fracción (G) se puede solidificar y/o cristalizar.

[0052] Opcionalmente otro grado de maltitol con producto (H) se puede obtener por la presente invención.

Adición de agua a maltitol conteniendo productos de la presente invención, y la mezcla de todos o alguno de estos dará producto (H) en sustancia seca de al menos 50% y que contiene al menos 94% de maltitol basado en sustancia seca.

En realidad, maltitol cristalino intermedio (D), co-producto (E), y/o fracción (G) y opcionalmente agua se mezclan para obtención de producto de maltitol líquido (H) con al menos 94% de maltitol basado en sustancia seca y teniendo al menos 50% de sustancia seca.

[0053] En una forma de realización específica, la presente invención se refiere a un proceso donde

a) leche de almidón se licúa en una leche de almidón licuada teniendo un equivalente de dextrosa desde 2 a 25,

b) leche de almidón licuada se sacarifica en presencia de β -amilasa, pululanasa y α -amilasa para obtención de un jarabe de maltosa (A) conteniendo al menos 81% de maltosa (basada en sustancia seca),

c) fraccionamiento cromatográfico para obtención de una fracción enriquecida con maltosa (B) conteniendo al menos 96% de maltosa, preferiblemente 98% de maltosa (basada en sustancia seca),

d) hidrogenación de fracción enriquecida con maltosa (B) en un jarabe de maltitol (C) conteniendo al menos 95% de maltitol (basado en sustancia seca).

[0054] El jarabe de maltitol (C) se puede usar en su totalidad para preparación bien de un maltitol líquido, maltitol cristalino o maltitol solidificado.

[0055] Además, la presente invención se refiere a un proceso donde maltitol cristalino (F) tiene una pureza de al menos 98%, preferiblemente más de 99% de pureza.

De hecho, purezas superiores a 99,5% y 99,7% son obtenibles.

[0056] La presente invención tiene las siguientes ventajas:

- Un proceso simple que proporciona productos enriquecidos con maltitol diferentes; por ejemplo, maltitol líquido, maltitol solidificado y/o maltitol cristalizado.

- Jarabes de maltitol líquidos de diferentes puridades pueden obtenerse, ver, por ejemplo, producto (C) y producto (H).
- El mismo proceso simple permite obtención de maltitol cristalino con rendimientos de recuperación altos (60% y más) y pureza alta.

- El proceso además permite obtención de productos de maltitol solidificados.

- Manitol líquido, sólido y cristalino de diferentes puridades son obtenibles por un único proceso.

- Maltitol cristalino es obtenible directamente después de hidrogenación, fraccionamiento cromatográfico ya no se requiere.

- El rendimiento de recuperación de producto enriquecido con maltitol se puede aumentar por fraccionamiento cromatográfico de los co-productos formados, por ejemplo, la solución madre de la cristalización es posteriormente procesada.

[0057] Sorprendentemente, se descubrió que rendimiento de recuperación alto de diferentes productos de maltitol son alcanzables teniendo la licuefacción, sacarificación inmediatamente seguida de fraccionamiento cromatográfico de maltosa, y además teniendo cristalización directa de producto hidrogenado.

[0058] Sorprendentemente, el presente proceso permite obtención de fracciones de maltitol diferentes en el rendimiento de recuperación alto y pureza alta.

[0059] La presente invención se ilustra a modo de los siguientes ejemplos.

Ejemplo

Licuefacción

[0060] Un compuesto acuoso de almidón en 27,5% de sustancia seca y a pH de entre 5,6-5,8 se trató con 0,042% de alfa amilasa (% en base seca) a 106°C.

El tiempo de retención fue 10-16 minutos y este tiempo de retención se siguió de enfriamiento a 100°C en una cámara *flash*.

En una segunda cocina de chorro, un material caliente a temperatura de 152°C fue dado seguido de tiempo de retención en el serpentín para aproximadamente de 5 a 8 minutos y luego enfriamiento a 100°C.

[0061] Nuevamente 0,028% (basado en base seca) de α -amilasa se añadió.

[0062] Después de un periodo de permanencia de 35 a 56 minutos, el almidón se convirtió en un producto con ED (medido por método de valoración en presencia de soluciones de Fehling) de 4 a 5.

La α -amilasa se desactivó a pH de 3,0 por adición de 2% de solución de HCl.

[0063] Después de 20 minutos de periodo de permanencia, el producto se enfrió además a 58-60°C y el pH se llevó a 5,5 añadiendo 2% de solución de NaOH.

Sacarificación

[0064] La licuefacción precedente se siguió de un paso de sacarificación.

[0065] A pH 5,5 y temperatura de 50°C las siguientes enzimas se añadieron a la leche de almidón licuada del paso de licuefacción:

0,10% (basado en sustancia seca) de β -amilasa (Optimalt BBA)

0,10% (basado en sustancia seca) de pululanasa (Promozyme 400L)

0,030% (basado en sustancia seca) de β -amilasa (Betalase 1500 EL)

0,05% (basado en sustancia seca) de α -amilasa termoestable (BAN 480 L)

[0066] Después de un periodo de incubación total de 32 horas, el producto obtenido sacarificado tuvo la siguiente composición (análisis HPLC: Bio-Rad Aminex HPX-87; columna intercambiadora de cationes es la forma de calcio, temperatura de columna: 80°C, velocidad de flujo de eluyente: 0,6 ml/minuto, límite de presión de columna: 1200 psi, volumen de inyección: 20 μ L, límite de control de presión aproximadamente 200 psi sobre la presión normal operativa de la columna, eluyente: desgasificada Milli-Q agua purificada, detector: refractómetro diferencial).

DP1: 1,8%
DP2: 81%
DP3: 15%
DP₄₊: 17%

5

Fraccionamiento cromatográfico

[0067] El producto con composición (DP1: 1.5%; DP2: 80.0%; DP3: 12.5% y DP4+: 6%) se concentró a 60% sustancia seca.

10

[0068] El producto concentrado se aplicó a 75°C sobre un equipamiento cromatográfico (ISMB) con dianión de resina de intercambio iónico UBK 550 en forma de sodio, para obtención de una fracción enriquecida con maltosa. Dicho producto tuvo la siguiente composición (DP1: 1,1%; DP2: 96%; DP3: 1,7%; DP₄₊: 1,2%).

15

[0069] El co-producto tuvo la siguiente composición: análisis HPLC (Bio-Rad Aminex HPX-87, columna intercambiadora de cationes es la forma de calcio, temperatura de columna: 80°C, velocidad de flujo de eluyente: 0,6 ml/minuto, límite de presión de columna: 1200 psi, volumen de inyección: 20 µL, límite de control de presión aproximadamente 200 psi sobre la presión normal operativa de la columna, eluyente: desgasificada Milli-Q agua purificada, detector: refractómetro diferencial) (DP1: 2,4%; DP2: 41,1%; DP3: 38,7%; DP₄₊: 17,8%)

20

[0070] Detalles adicionales se visualizan en la tabla 1

Tabla 1

Resultados expresados por hora y por m ³ de resina					
		Alimento	Producto enriquecido con maltosa	Co-producto	Agua
Composición (%)	DP1	1,5	1,1	2,4	
	DP2	80,0	96,0	41,1	
	DP3	12,5	1,7	38,7	
	DP4+	6,0	1,2	17,8	
Peso total (kg/h)		37,6	41,48	71,65	75,36
Velocidad de flujo (L/h)		29,00	35,30	69,1	75,36
% d.s.		60,0	38,5	9,2	

25

Hidrogenación

[0071] 21,6 Kg (52% de sustancia seca) de la fracción enriquecida en maltosa teniendo una composición (DP1: 1,1%; DP2: 96%; DP3: 1,7%; DP₄₊: 1,2%) se cargó en un reactor de hidrogenación de acero inoxidable.

30

Catalizador de níquel activado se añadió en una cantidad de 4% en la sustancia seca de la fracción enriquecida con maltosa y la suspensión se agitó enérgicamente y se calentó hasta 135°C bajo presión de hidrógeno de 43 bar. Después de 180 minutos de hidrogenación, la suspensión se enfrió a 90°C y el catalizador se quitó por sedimentación y filtración.

35

La solución acuosa a temperatura de 40°C se sometió a intercambio iónico y se pulió sobre resinas aniónicas y catiónicas y carbono granuloso.

El producto obtenido tuvo la siguiente composición (Análisis HPLC: Bio-Rad Aminex HPX-87, columna intercambiadora de cationes es la forma de calcio, temperatura de columna: 80°C, velocidad de flujo de eluyente: 0,6 ml/minuto, límite de presión de columna: 1200 psi, volumen de inyección: 20 µL, límite de control de presión sobre 200 psi sobre la presión normal operativa de la columna, eluyente: desgasificada Milli-Q agua purificada, detector: refractómetro diferencial)

40

DP1: 2,1%
DP2: 94,8%
DP3: 1,5%
DP₄₊: 1,2%
Otros: 0,4%

45

Cristalización

[0072] 16 Kg del producto de maltitol (composición: DP1: 2,1%, DP2: 94,8%, DP3: 1,5%, DP₄₊: 1,2%, otros: 0,4%) se evaporó a 80°C a una concentración mayor de 85% de sólidos secos.

50

ES 2 379 352 T3

Los cristalizadores se rellenaron a 80°C y se enfriaron a 35°C a una velocidad de 0,83°C por hora.
Los cristalizadores se agitaron al máximo.

5 [0073] Después de alcanzar el punto de temperatura establecido (35°C), 5% en peso de agua fría (aprox. 20°C) se añade al magma para reducir viscosidad para bombeo y lavado del centrifugado.
Cristales centrifugados se lavaron con un 15% en peso de agua.

10 [0074] Cristales lavados con una pureza de aproximadamente 98% en peso se fundieron en agua caliente (80°C) a una concentración mayor de 85% de sólidos secos.

[0075] Este líquido de maltitol concentrado se alimentó a los cristalizadores secundarios.
Los cristalizadores se rellenaron a 80°C y se enfriaron a 40°C a una velocidad de 1 °C por hora.

15 [0076] Agregados de cristal se lavaron a 20°C con un 25% en peso de agua.

[0077] Cristales lavados (5,33 Kg) tuvieron una pureza mayor de 99,5% de base seca y una humedad de aproximadamente 3%. (Rendimiento de recuperación: 65%)

20 [0078] Los cristales se secaron, se tamizaron y se empaquetaron.

[0079] 9,76 Kg de solución madre desde la primera cristalización tuvo una pureza de 91% de maltitol.

Solución madre se concentró a 85% de sólidos secos.

Los cristalizadores se rellenaron a 80°C y se enfriaron a 35°C a una velocidad de 0,6°C por hora.

Cristalizadores se agitaron al máximo.

25 Después de alcanzar el punto de temperatura establecido (35°C), 5% en peso de agua fría (aprox. 20°C) se añadieron al magma para reducir viscosidad para bombeo y lavado de centrifugado.

Agregados de cristal se lavaron a 20°C con un 15% en peso de agua.

30 [0080] Cristales lavados con una pureza de aproximadamente 97% de maltitol en peso se fundieron en agua caliente (80°C) a una concentración mayor de 85% de sólidos secos y se añadieron al cristizador de alimentación secundario.

REIVINDICACIONES

1. Proceso para preparación de productos enriquecidos con maltitol, y dicho proceso comprende los pasos sucesivos:

- 5 a) Obtención de jarabe (A) conteniendo al menos 75%, preferiblemente más de 80% de maltosa basada en sustancia seca,
b) Fraccionamiento cromatográfico, las condiciones del proceso de dicho fraccionamiento se seleccionan para obtener una fracción (B) rica en maltosa, comprendiendo al menos 92% de maltosa basada en sustancia seca de la fracción (B),
10 c) Hidrogenación catalítica de la fracción (B) para obtención de un producto líquido enriquecido con maltitol (C),
d) Aumento de sustancia seca de producto líquido enriquecido con maltitol (C),
e) Opcionalmente solidificación o cristalización.

15 2. Proceso según la reivindicación 1, **caracterizado por el hecho de que** jarabe (A) se obtiene por licuefacción de leche de almidón a un equivalente de dextrosa de 2 a 25 para obtención de leche de almidón licuada y sometimiento de dicha leche de almidón licuada a un paso de sacarificación en presencia de β -amilasa y al menos una enzima desramificante seleccionada del grupo que consiste en pululanases, isoamilasas y sus mezclas derivadas, y opcionalmente seguido de adición de α -amilasa para obtención de un jarabe (A) conteniendo al menos 81% de maltosa basada en sustancia seca.

20 3. Proceso según la reivindicación 1 o 2, **caracterizado por el hecho de que** fracción (B) comprende al menos 93% de maltosa basada en sustancia seca.

25 4. Proceso según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizado por el hecho de que** producto (C) comprende al menos 90% de maltitol.

5. Proceso según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizado por el hecho de que** el paso d) de dicho proceso va seguido de otros pasos sucesivos:

- 30 e) Cristalización del producto (C) por uno o múltiples pasos de cristalización para obtención de maltitol cristalino intermedio (D) y co-producto de maltitol líquido (E), donde intermedio (D) tiene una sustancia seca de al menos 93% y comprendiendo al menos 97% de maltitol basado en sustancia seca, y
f) Secado del maltitol cristalino intermedio (D) para obtención de producto de maltitol cristalino (F) de al menos 98,5% de sustancia seca y comprendiendo al menos 97% de maltitol basado en sustancia seca,
35

40 6. Proceso según la reivindicación 5, **caracterizado por el hecho de que** el paso f) de dicho proceso va seguido de fraccionamiento cromatográfico del co-producto de maltitol líquido (E), las condiciones del proceso de dicho fraccionamiento se seleccionan para obtener una fracción (G) rica en maltitol, comprendiendo al menos 90% de maltitol basado en sustancia seca.

45 7. Proceso según la reivindicación 5 o 6, **caracterizado por el hecho de que** maltitol cristalino intermedio (D), co-producto (E) y/o fracción (G) y opcionalmente agua se mezclan para obtención de producto de maltitol líquido (H) con al menos 94% de maltitol basado en sustancia seca y teniendo al menos 50% de sustancia seca.

8. Proceso según cualquiera de las reivindicaciones 5 a 7, **caracterizado por el hecho de que** maltitol cristalino (F) tiene una pureza de al menos 98%, preferiblemente más de 99% de pureza, más preferiblemente más de 99,5%.