



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 104136621 B

(45) 授权公告日 2021.01.26

(21) 申请号 201380007104.9

(22) 申请日 2013.01.24

(65) 同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 104136621 A

(43) 申请公布日 2014.11.05

(30) 优先权数据
12000623.4 2012.01.31 EP
12001376.8 2012.02.29 EP

(85) PCT国际申请进入国家阶段日
2014.07.29

(86) PCT国际申请的申请数据
PCT/IB2013/000630 2013.01.24

(87) PCT国际申请的公布数据
W02013/114219 EN 2013.08.08

(73) 专利权人 卡吉尔公司
地址 美国明尼苏达州

(72) 发明人 T.富尔兰 L.纳塔罗尼
P.托罗梅利

(74) 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司 72001
代理人 关立新 权陆军

(51) Int.Cl.
C12P 19/12 (2006.01)
C12P 19/14 (2006.01)
C12P 19/16 (2006.01)
C12P 19/22 (2006.01)

(56) 对比文件
DE 1935330 A1,1970.10.01
US 4487198 A,1984.12.11
WO 200204473 A1,2002.01.17
JP 2002101896 A,2002.04.09

审查员 杨光

权利要求书1页 说明书9页

(54) 发明名称

从淀粉生产固体麦芽糖醇的方法

(57) 摘要

本发明涉及一种用于制备固化或结晶麦芽糖醇的方法。所述方法包括如下连续步骤：将淀粉液化；将所述液化的淀粉乳在存在 α -淀粉酶、 β -淀粉酶以及选自支链淀粉酶、异淀粉酶及其混合物的脱支酶的情况下进行糖化，所述脱支酶优选地为支链淀粉酶；并进一步添加麦芽糖 α -淀粉酶和/或异淀粉酶，以获得含有麦芽糖的糖浆，所述糖浆包含基于干物质计至少85%的麦芽糖和基于干物质计少于1.5%的葡萄糖，优选地基于干物质计少于1%的葡萄糖；然后对所述含有麦芽糖的糖浆进行分子筛分，以获得级分(A)，所述级分包含基于级分(A)的干物质计至少95%的麦芽糖；以及将级分(A)催化氢化，以获得富含麦芽糖醇的液体产物(B)。最后，使所述液体富集产物固化或结晶，以制备固化或结晶麦芽糖醇。

1. 一种用于制备固化或结晶麦芽糖醇的方法,包括以下连续步骤:

a) 进行淀粉乳的液化直至D.E.不大于6;

b) 在存在 α -淀粉酶、 β -淀粉酶以及选自支链淀粉酶、异淀粉酶及其混合物的脱支酶的情况下,进行所述液化淀粉乳的糖化;

c) 在总糖化时间已耗去20%至50%时,进一步添加麦芽糖 α -淀粉酶和/或异淀粉酶,并且在所述总糖化时间已耗去70%至85%时,进一步添加 α -淀粉酶,以获得含有麦芽糖的糖浆,所述糖浆含有基于干物质计至少85%的麦芽糖和基于干物质计少于1.5%的葡萄糖,任选地然后对含有麦芽糖的糖浆进行去矿化处理;

d) 对所述含有麦芽糖的糖浆进行分子筛分,以获得级分(A),所述级分包含基于级分(A)的干物质计至少95%的麦芽糖;

e) 将级分(A)催化氢化,以获得富含麦芽糖醇的液体产物(B);

f) 增加富含麦芽糖醇的液体产物(B)的干物质;

g) 使所述富含麦芽糖醇的液体产物固化或结晶,以产生水分含量低于0.5%、麦芽糖醇含量在95%至98%之间以及具有0.5%-2%w/w的山梨醇、0.5%-3%w/w的DP3和0.2%-0.5%w/w的DP4的固化或结晶麦芽糖醇;

其中在步骤b)中,所述糖化在存在占所述液化中所施用的 α -淀粉酶总量1%至4%的残余活性的情况下发生。

2. 根据权利要求1中所述的方法,其中所述方法的步骤f)之后为进一步的连续步骤:

i. 通过一个或多个结晶步骤使产物(B)结晶,以获得结晶麦芽糖醇中间物(C)以及液体麦芽糖醇副产物(D),其中中间物(C)具有至少93%的干物质,并且包含基于干物质计至少97%的麦芽糖醇以及基于干物质计少于1%的山梨醇,以及

ii. 干燥结晶麦芽糖醇中间物(C),以获得至少98.5%干物质且包含基于干物质计至少97%麦芽糖醇的结晶麦芽糖醇产物(E)。

3. 根据权利要求1或2所述的方法,其中步骤d)的所述分子筛分是色谱分离。

4. 根据权利要求1或2所述的方法,其中在步骤b)中 β -淀粉酶与脱支酶的所述比率为1:1至1:4。

5. 根据权利要求1或2所述的方法,其中在步骤b)中所述脱支酶为支链淀粉酶。

从淀粉生产固体麦芽糖醇的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种用于制备固化或结晶麦芽糖醇的方法。

背景技术

[0002] 使得制备结晶麦芽糖醇成为可能的方法已经众所周知。

[0003] US 5,873,943提供了一种用于制造结晶麦芽糖醇的经济有利的方法。该方法使用麦芽糖纯度为81至90%的产物作为原料。将该糖浆氢化,然后进行色谱分离,得到麦芽糖醇纯度为94至99.9%的麦芽糖醇水溶液。在存在晶种的情况下,使该水溶液进一步结晶。

[0004] EP 1656388涉及一种用于制备富含麦芽糖醇的产物的方法,该方法对麦芽糖浆进行色谱分离,然后将其氢化为富含麦芽糖醇的液体产物,并任选地使该麦芽糖醇固化或结晶。通过单一方法可获得不同纯度的液体、固体和结晶麦芽糖醇。

[0005] WO 2008/029033涉及一种用于获得具有高麦芽糖醇含量的糖浆的方法,并且该发明尤其适用于农产食品业领域。

[0006] 还是需要一种提供富含麦芽糖醇而氢化DP1含量低且氢化DP3含量低的糖浆的方法。

发明内容

[0007] 本发明涉及一种用于制备固化或结晶麦芽糖醇的方法,包括以下连续步骤:

[0008] a) 进行淀粉乳的液化;

[0009] b) 在存在 α -淀粉酶、 β -淀粉酶以及选自支链淀粉酶、异淀粉酶及其混合物的脱支酶的情况下,进行液化淀粉乳的糖化;

[0010] c) 进一步添加麦芽糖 α -淀粉酶和/或异淀粉酶,以获得含有麦芽糖的糖浆,该糖浆含有基于干物质计至少85%的麦芽糖和基于干物质计少于1.5%的葡萄糖,任选地然后对含有麦芽糖的糖浆进行去矿化处理;

[0011] d) 对含有麦芽糖的糖浆进行分子筛分,以获得级分(A),该级分包含基于级分(A)的干物质计至少95%的麦芽糖;

[0012] e) 将级分(A)催化氢化,以获得富含麦芽糖醇的液体产物(B);

[0013] f) 增加富含麦芽糖醇的液体产物(B)的干物质;

[0014] g) 使富含麦芽糖醇的液体产物固化或结晶,以制备固化或结晶麦芽糖醇;

[0015] 其中在步骤b)中,糖化在存在步骤a)的液化中所施用的 α -淀粉酶的残余量的情况下,优选地在存在占液化中所施用的 α -淀粉酶总量的1%至4%的残余活性的情况下发生。

具体实施方式

[0016] 本发明涉及一种用于制备固化或结晶麦芽糖醇的方法,包括以下连续步骤:

[0017] a) 进行淀粉乳的液化;

[0018] b) 在存在 α -淀粉酶、 β -淀粉酶以及选自支链淀粉酶、异淀粉酶及其混合物的脱支

酶的情况下,进行液化淀粉乳的糖化;

[0019] c) 进一步添加麦芽糖 α -淀粉酶和/或异淀粉酶,以获得含有麦芽糖的糖浆,该糖浆含有基于干物质计至少85%的麦芽糖和基于干物质计少于1.5%的葡萄糖,任选地,然后对含有麦芽糖的糖浆进行去矿化处理;

[0020] d) 对含有麦芽糖的糖浆进行分子筛分,以获得级分(A),该级分包含基于级分(A)的干物质计至少95%的麦芽糖;

[0021] e) 将级分(A)催化氢化,以获得富含麦芽糖醇的液体产物(B);

[0022] f) 增加富含麦芽糖醇的液体产物(B)的干物质;

[0023] g) 使液体富集产物固化或结晶,以制备固化或结晶麦芽糖醇;

[0024] 其中在步骤b)中,糖化在存在步骤a)的液化中所施用的 α -淀粉酶的残余量的情况下,优选地在存在占液化中所施用的 α -淀粉酶总量1%至4%的残余活性的情况下发生。

[0025] 液化在存在 α -淀粉酶的情况下进行。

[0026] 淀粉的液化和糖化可以各种方式进行,但本发明证实将液化与特定的糖化步骤相结合使获得这样一种麦芽糖浆成为可能,该糖浆含有基于干物质计至少85%的麦芽糖(=DP2),以及基于干物质计少于1.5%的葡萄糖(=DP1),优选地基于干物质计少于1%的葡萄糖,并优选地包含少于10%的DP3,更优选地包含少于10%的聚合度为3或更高的寡糖(=DP3+)。

[0027] 对任何植物源的淀粉进行液化。例如,所述淀粉可源自小麦、玉米或马铃薯。

[0028] 液化被认为是淀粉乳的受控水解,其优选地在存在诸如 α -淀粉酶等酶的情况下进行,以获得转化度低的液化淀粉乳。因此,对温度、pH、酶(种类和浓度)这些条件进行选择,使得能够获得不超过6,优选地为4至5的DE(=葡萄糖当量)。

[0029] 优选地,以三个步骤执行液化:第一步包括在105°C至108°C范围内的温度下并在存在热稳定 α -淀粉酶的情况下将淀粉乳加热几分钟,通常为8至15分钟,不超过20分钟。第二步包括将淀粉乳加热,从而在140°C至160°C范围内、优选地在145°C至155°C范围内的温度下处理几分钟,5至8分钟,但不超过20分钟。在冷却至约95°C至100°C之后,添加第二小剂量的 α -淀粉酶并使液化继续再进行30至50分钟,因此使液化得到调整以便获得D.E为4至6、优选地为4至5的淀粉浆。

[0030] 根据本发明的液化允许获得4至6、优选地4至5的D.E,其中对寡糖(DPn)的组成进行了预先微调,以供后续的糖化使用。

[0031] 一旦液化步骤结束,就进行受控的抑制,使得仅实现 α -淀粉酶的部分抑制,并保留残余的 α -淀粉酶以用于后续的糖化步骤。优选地,所述部分抑制在pH为3.5至4且温度不高于100°C的条件下进行。优选地,所述部分抑制在1至10分钟的时间段内进行。残余的(保持活性的) α -淀粉酶进一步用于后续的糖化步骤。优选地,残余的 α -淀粉酶相当于在液化的第二次定量给料中所添加总量的5%至15%。最后,残余的 α -淀粉酶相当于在液化的第二次定量给料中所添加总量的7%至12%。

[0032] 与液化期间添加的 α -淀粉酶的实际总量(=给料量1+第二给料量)相比,相当于 α -淀粉酶总量的1%至4%、优选地1.4%至3%的残余活性。

[0033] 优选地,液化淀粉乳的糖化在存在 α -淀粉酶、 β -淀粉酶以及作为脱支酶的支链淀粉酶的情况下进行,其中所述糖化在存在步骤a)的液化中所施用的 α -淀粉酶的残余量的情

况下,在存在占液化中所施用的 α -淀粉酶总量1%至4%、或1.4%至3%的残余活性的情况下发生。

[0034] 然后,通过添加 β -淀粉酶以及选自支链淀粉酶、异淀粉酶及其混合物的脱支酶,使糖化继续进行。优选地添加支链淀粉酶。添加脱支酶使得能够将1,6-键水解,从而减少高度支化的寡糖的量。优选地, β -淀粉酶与脱支酶的比率为1:1至1:4。优选地, β -淀粉酶与支链淀粉酶的比率为1:1至1:4。从1:1至1:5或甚至最高至1:10的比率为本发明所包括。优选地,在施用支链淀粉酶作为脱支酶时, β -淀粉酶与支链淀粉酶的比率为1:2至1:4,并优选地施用从1:3至1:4的较高的上端。

[0035] 对处理至此时的淀粉乳中添加麦芽糖 α -淀粉酶和/或异淀粉酶,添加时刻在总糖化时间已过去约20至50%时,优选地在总糖化时间已过去约25至35%时,优选地在总糖化时间已过去约25至30%时。麦芽糖 α -淀粉酶是一种外切 α -淀粉酶,其负责1,4- α -糖苷键的外切水解。异淀粉酶为脱支酶,其将1,6-键水解并减少逆产物的量。

[0036] 在典型的过程中,总糖化时间为约16至30小时,优选20至24小时,并且在糖化时间7至8小时之后再添加麦芽糖 α -淀粉酶和/或异淀粉酶。

[0037] 糖化因此继续进行,直至获得富含麦芽糖的糖浆,该糖浆包含基于干物质计至少85%的麦芽糖(至少87%、至少89%、至少90%),以及基于干物质计少于1.5%的葡萄糖、优选地基于干物质计少于1%的葡萄糖。

[0038] 更优选地,进行糖化以获得富含麦芽糖的糖浆,使得该糖浆包含基于干物质计至少85%的麦芽糖和基于干物质计少于1.5%的葡萄糖,优选地基于干物质计少于1%的葡萄糖,以及基于干物质计少于10%的DP3或少于10%的聚合度为3或更高的聚合物(=DP3+),优选地少于5%的DP3+。还更优选地,聚合度高于3的聚合物可忽略不计,并且聚合度为3的聚合物的量基于糖浆的干物质计低于5%,更优选地低于3%,最优选地低于1%。

[0039] 最后,在更加临近糖化步骤结束时,添加额外的 α -淀粉酶。该特定的低量可进一步改善后续的下游处理。 α -淀粉酶在总糖化时间已过去约70至85%时添加,优选地在总糖化时间已过去约80至83%时添加。

[0040] 本发明的方法能够获得麦芽糖含量非常高(=至少85%、至少87%、至少89%、至少90%),而葡萄糖的含量低于1.5%、DP3的量较低并且其中存在的长链寡糖减少的产物。DPn的组成与通常在液化和糖化之后得到的组成不同。具体而言,在后续的糖化步骤中使用残余的 α -淀粉酶并在糖化临近结束时进一步添加 α -淀粉酶有助于改变DPn(寡糖)级分的组成。

[0041] 如此获得的糖化糖浆可根据众所周知的去矿化工艺(例如通过施用离子交换树脂)进行纯化。作为另一种选择,糖化糖浆可在预涂过滤器上滤过,或通过膜上微滤法过滤,然后再进行去矿化。

[0042] 至此已获得了低量葡萄糖的高麦芽糖(最高至80%)糖浆,以及具有显著量葡萄糖残余(5至7%)的甚高麦芽糖(最高至90%)的糖浆。本发明已证实,通过根据本方法施用液化并与糖化步骤结合(这在本发明中受权利要求保护),能够出人意料地获得甚高麦芽糖含量(至少85%)且低葡萄糖量(少于1.5%)的麦芽糖浆。最终,DP3的含量也低,少于10%,优选地少于5%。此外,从DP4开始的DPn级分具有显著不同的组成,使得长链寡糖的量减少。该改变的组成使本发明的最终产物更加稳定,该产物是通过氢化制备麦芽糖醇的更好前体。

或者氢化步骤的时间可显著缩短,或者在相同氢化条件下需要更少催化剂。

[0043] 对糖化后获得的含有麦芽糖的糖浆进行分子筛分步骤。该分子筛分可以是膜上分离阶段或色谱分离阶段。在根据本发明的方法中,可以在膜上分离阶段采用膜上纳滤阶段。具有不同孔径的膜可商购获得,并且在许多专利申请中有所描述。

[0044] 该色谱分离是在吸附剂上间断或连续进行的(模拟移动床),所述吸附剂例如为离子树脂或沸石,优选地应用阳离子树脂。优选地,阳离子树脂被注入碱金属或碱土金属离子,更优选地,借助于钠离子。

[0045] 通过在色谱柱设计、树脂类型、进料温度、流速、进料的干物质等方面,在色谱分离中应用与EP 1656388中产物的色谱分离所使用的相同或相似的条件,富含麦芽糖的级分的产率增加了至少5%,优选地至少10%。产率按照如下计算:富含麦芽糖的级分的量乘以级分的干物质,然后除以进料量与进料干物质的乘积,为了以百分数表示,各参数均乘以100。

[0046] 这意味着通过获得具有非常高麦芽糖含量(至少85%、至少87%、至少89%、至少90%)以及低葡萄糖含量(小于1.5%)的含有麦芽糖的糖浆,并且最终DP3含量也小于10%,优选地小于5%,后续色谱分离的产率增加了至少5%,优选地至少10%。

[0047] 本发明还涉及含有麦芽糖的糖浆的使用,该糖浆包含基于干物质计至少85%的麦芽糖和基于干物质计少于1.5%的葡萄糖以及基于干物质计少于10%的DP3,优选地基于干物质计少于1%的葡萄糖,以便使色谱分离的产率增加至少5%,优选地至少10%。

[0048] 本发明涉及通过施加含有麦芽糖的糖浆而增加含有麦芽糖的糖浆的色谱分离产率的方法,该糖浆包含基于干物质计至少85%的麦芽糖和基于干物质计少于1.5%的葡萄糖以及基于干物质计少于10%的DP3,优选地基于干物质计少于1%的葡萄糖。

[0049] 由此获得的级分(A)在存在氢化催化剂的情况下被氢化,该级分(A)包含基于级分(A)的干物质计至少95%的麦芽糖,优选地至少96%,优选地至少97%,更优选地至少98%。优选地,将雷尼镍基催化剂用作氢化催化剂。

[0050] 只要麦芽糖没有发生分解,任何氢化条件都可以是适合的。通常,氢化步骤在氢气压力为至少10巴,优选地介于30至200巴之间,并且温度为90至150℃下进行,使得氢化持续到氢气吸收停止为止。

[0051] 可在干物质为至少50%的情况下使用该供应糖浆=级分(A),添加活性镍催化剂,并且氢化在温度最高至135℃以及氢气压力为至少40巴下发生。通过施加包含至少95%麦芽糖且可通过本发明的方法获得的级分(A),氢化步骤中活性镍催化剂的量可减少至少5%,优选地至少10%。通常(参见EP 1656388),以相比于供应糖浆干物质为4%的量添加活性镍催化剂。在本发明中,以相比于供应糖浆(A)干物质为3.6%的量添加活性镍催化剂。优选地,DPn(寡糖)级分的组成的改变对于氢化具有有益效果。

[0052] 本发明涉及含有麦芽糖的糖浆的使用,该糖浆包含基于干物质计至少85%的麦芽糖和基于干物质计少于1.5%的葡萄糖以及基于干物质计少于10%的DP3,优选地基于干物质计少于1%的葡萄糖,以便使催化剂(优选地活性镍)的量在氢化步骤中减少至少5%,优选地至少10%。

[0053] 本发明涉及通过应用含有麦芽糖的糖浆而在含有麦芽糖的糖浆的氢化中减少催化剂(优选地活性镍催化剂)的量的方法,该糖浆包含基于干物质计至少85%的麦芽糖和基于干物质计少于1.5%的葡萄糖以及基于干物质计少于10%的DP3,优选地基于干物质计少

于1%的葡萄糖。

[0054] 氢气吸收完成后,例如氢化约3小时后,从得到的液体麦芽糖醇产物(B)中除去该氢化催化剂(=活性镍催化剂)。该糖浆可通过活性炭或离子交换树脂和/或净化树脂(polisher resin)进一步脱色和/或去离子。

[0055] 获得液体麦芽糖醇产物(B)后,通过常规方法增加干物质,然后可使该产物进一步固化或结晶。

[0056] 在结晶的典型例子中;执行以下步骤:

[0057] g) 通过一个或多个结晶步骤使产物(B)结晶,以获得结晶麦芽糖醇中间物(C)以及液体麦芽糖醇副产物(D),其中中间物(C)具有至少93%的干物质,并且包含基于干物质计至少97%的麦芽糖醇。

[0058] h) 干燥结晶麦芽糖醇中间物(C),以获得至少98.5%干物质且包含基于干物质计至少97%麦芽糖醇的结晶麦芽糖醇产物(E)。

[0059] 该液体麦芽糖醇副产物(D)包含基于干物质计至少70%、优选地72%的麦芽糖醇。可使产物(D)重结晶,以提高纯度。

[0060] 将液体麦芽糖醇产物(B)的干物质提高到50%以上、优选地60%以上、更优选地80%以上后,使该糖浆结晶,以获得结晶中间物(C)和液体副产物(D)。

[0061] 将该糖浆浓缩至大于85%干固体的浓度。应用特定冷却速率,并且通过搅拌诱导结晶。优选地使所获得的晶体重结晶,以将晶体的纯度提高到99%以上,优选地99.5%。通过进一步干燥,使该结晶中间物(C)进一步转化成最终结晶麦芽糖醇产物(E),最后是筛分和封装。

[0062] 可通过母液(副产物(D))的结晶或通过母液(副产物(D))的色谱分离,来提高富含麦芽糖醇的产物的回收率。优选地,通过色谱步骤进一步改善液体副产物(D)的质量,借助该色谱步骤,选择适当的处理条件,以将该液体副产物(D)转化为富含麦芽糖醇的级分(F)。

[0063] 可提高级分(F)的干物质,以获得可按原样使用的富含麦芽糖醇的糖浆。此外,可使所述级分(F)固化和/或结晶。

[0064] 本发明还涉及麦芽糖醇的固化,其包括以下步骤:

[0065] a) 将麦芽糖醇粉末装入流化床的进料筐中,

[0066] b) 使气体入口温度高于80°C,

[0067] c) 将固体含量为70%的麦芽糖醇糖浆作为流体加入流化床的进料筐中,

[0068] d) 通过喷嘴将所述麦芽糖醇流体喷射在麦芽糖醇粉末上,以获得粒状产物。

[0069] e) 干燥所述粒状产物,以获得干燥的粒状产物,该干燥的粒状产物的水分含量低于1%,优选地低于0.5%,

[0070] f) 研磨所述干燥的粒状产物,以获得固体产物,

[0071] g) 任选地将所述固体产物回收利用于步骤a),直到在步骤f)中获得麦芽糖醇含量为95%至98%、优选地95%至97%、更优选地95.5%至96.5%的固体产物。

[0072] 优选地,通过多头喷嘴喷射流体。

[0073] 产物的干燥需要约15至40分钟,并且取决于流体的量。

[0074] 研磨可以在任何类型的研磨机中进行。

[0075] 本发明可以提供一种固化麦芽糖醇,其水分含量低于0.5%,麦芽糖醇含量在95%

至98%之间,其余为0.5-2%w/w的山梨醇、0.5-3%w/w的DP3以及0.2至0.5%w/w的DP4。

[0076] 下文将用以下实例的形式对本发明进行举例说明。

[0077] 实例

[0078] 实例1

[0079] 液化

[0080] 在将pH调节为5.8(±1)并在定量给料0.08-0.1%的 α -淀粉酶(Spezyme,杰能科公司(Genencor))之后,使用喷射式蒸煮锅在108℃下对干物质含量介于27-35%ds(干物质)之间的淀粉浆进行液化。在8-15分钟之后,通过常压闪蒸使糊化温度降至100℃,然后将浆液输送至152℃的第二个喷射式蒸煮锅。在糊化5-8分钟后,使浆液冷却至100℃,并添加第二给料量(0.025%)的相同 α -淀粉酶,对该量进行调节以便达到4-6的DE(目标值4.5)。

[0081] 在搅拌塔上于100℃下反应30-50分钟之后,在100℃下将液化产物的pH调节为3-4(目标值3.5-4),保持最多10分钟,以抑制部分 α -淀粉酶。在该处理后,作为第二给料量添加的7至10%的 α -淀粉酶被维持。

[0082] 实例2

[0083] 糖化-配方1

[0084] 使用实例1的产物。在存在残余 α -淀粉酶和0.1%的 β -淀粉酶(Optimalt BBA,杰能科公司(Genencor))以及0.4%的支链淀粉酶(Promozyne D2,诺维信公司(Novozyne))的情况下,于pH 4.8-5.0开始糖化。在反应7-8小时之后,添加0.02%的麦芽糖 α -淀粉酶(Maltogenase,诺维信公司(Novozyne))。

[0085] 在卸空糖化装置之前至少4小时,添加0.1-0.2%的 α -淀粉酶(Liquozyme X,诺维信公司(Novozyne))。在24-30小时的总糖化时间之后,获得了下列组成:葡萄糖<1%,麦芽糖(=DP2)85-87%,DP3(=聚合度为3的寡糖)7-10%,DP4+(聚合度为4或更高的寡糖)<5%。

[0086] 如为获取常规葡萄糖浆的纯化那样进行纯化。

[0087] 实例3

[0088] 糖化-配方2

[0089] 使用实例1的产物。在存在残余 α -淀粉酶和0.1%的 β -淀粉酶(Optimalt BBA,杰能科公司(Genencor))以及0.4%的支链淀粉酶(Promozyne D2,诺维信公司(Novozyne))和0.1%异淀粉酶的情况下,于pH 4.8-5.0开始糖化。在反应7-8小时之后,添加0.1%的麦芽糖 α -淀粉酶(Maltogenase,诺维信公司(Novozyne))。

[0090] 在卸空糖化装置之前至少4小时,添加0.1-0.2%的 α -淀粉酶(Liquozyme X,诺维信公司(Novozyne))。在24-30小时的总糖化时间之后,获得了下列组成:葡萄糖<1%,麦芽糖(=DP2)87-90%,并且DP3为4至6%。

[0091] 实例4

[0092] 色谱分离

[0093] 将具有组成(DP1:<1.0%(=0.9%);DP2:87%(=86.9%);DP3:7.5%以及DP4+<5(=4.7%))的产物(来自配方1)浓缩至60%干物质。

[0094] 在75℃下将该浓缩产物施加于配备有钠盐型离子交换树脂Dianion UBK 550的色谱设备上,以获得富含麦芽糖的级分。所述产物具有下列组分(DP1:<1.0%;DP2:96-98%;

DP3:<2%;DP4<1)。

[0095] HPLC-分析(Bio-Rad Aminex HPX-87,阳离子交换柱为钙盐型,柱温:80℃,洗脱液流速:0.6毫升/分钟,柱压极限:1200psi,进样体积:20μL,压力控制极限在色谱柱标准操作压力之上约200psi,洗脱液:脱气Milli-Q纯化水,检测器:示差折光计)

[0096] 表1

		进料	富含麦芽糖的产物	副产物	水
[0097] 组成 (%)	DP1	0.9	0.8	1.4	
	DP2	86.9	96.6	44	
	DP3	7.5	1.7	32	
	DP4+	4.7	0.9	21.6	
总重量(kg/h)		37.6	47	65	74.4
流速(L/h)		29.00	40.17	63.11	74.2
% d.s.		60.0	39	6.5	

[0098] 该富含麦芽糖的产物的产率是(总重×%d.s产物×100/总重×%d.s进料)=81.2%。

[0099] 比较例4色谱分离-参见EP 1656388

[0100] 将具有组成(DP1:1.5%;DP2:80.0%;DP3:12.5%以及DP4+:6%)的产物浓缩至60%干物质,其在EP 1656388中获得。

[0101] 在75℃下将该浓缩产物应用于配备有钠盐型离子交换树脂Dianion UBK 550的色谱设备上,以获得富含麦芽糖的级分。所述产物具有下列组分(DP1:1.1%;DP2:96%;DP3:1.7%;DP4+:1.2%)。

[0102] 更多细节示于表2中

[0103] 表2

[0104] 以每小时和每m³树脂表示的结果

		进料	富含麦芽糖的产物	副产物	水
[0105] 组成 (%)	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	
总重量(kg/h)		37.6	41.48	71.65	75.36
流速(L/h)		29.00	35.30	69.1	75.36
% d.s.		60.0	38.5	9.2	

[0106] 该富含麦芽糖的产物的产率是(总重×%d.s产物×100/总重×%d.s进料)=70.8%。

[0107] 实例5

[0108] 氢化

[0109] 将具有组成(DP1:<1.0%;DP2:96-98%;DP3:<2%;DP4<1)的21.6Kg(52%干物质)富含麦芽糖的级分加入不锈钢氢化反应器中。以富含麦芽糖的级分的干物质的3.6%的量加入活性镍催化剂,然后用力搅拌悬浮液并在氢气压力为43巴的条件下加热至135℃。氢化180分钟后,将该悬浮液冷却至90℃,并且通过沉降和过滤来除去该催化剂。在40℃的温度下,通过阳离子和阴离子树脂以及碳粒对该水溶液进行离子交换以及净化。

[0110] 所获得的产物具有下列组成 (HPLC分析:Bio-Rad Aminex HPX-87,阳离子交换柱为钙盐型,柱温:80℃,洗脱液流速:0.6毫升/分钟,柱压极限:1200psi,进样体积:20μL,压力控制极限在色谱柱标准操作压力之上约200psi,洗脱液:脱气Milli-Q纯化水,检测器:示差折光计)

[0111] 氢化的DP1:1.1%

[0112] 氢化的DP2:95.8%

[0113] 氢化的DP3:1.5%

[0114] 氢化的DP4+:1.2%

[0115] 其他:0.4%

[0116] 比较例5-氢化-参见EP 1656388

[0117] 将具有组成 (DP1:1.1%;DP:96%;DP3:1.7%;DP4+:1.2%) 的21.6Kg (52%干物质) 富含麦芽糖的级分加入不锈钢氢化反应器中。以富含麦芽糖的级分的干物质的4%的量加入活性镍催化剂,然后用力搅拌悬浮液并在氢气压力为43巴的条件下加热至135℃。氢化180分钟后,将该悬浮液冷却至90℃,并且通过沉降和过滤来除去该催化剂。在40℃的温度下,通过阳离子和阴离子树脂以及碳粒对该水溶液进行离子交换以及净化。所获得的产物具有下列组成 (HPLC分析:Bio-Rad Aminex HPX-87,阳离子交换柱为钙盐型,柱温:80℃,洗脱液流速:0.6毫升/分钟,柱压极限:1200psi,进样体积:20μL,压力控制极限在色谱柱标准操作压力之上约200psi,洗脱液:脱气Milli-Q纯化水,检测器:示差折光计)

[0118] 氢化的DP1:2.1%

[0119] 氢化的DP2:94.8%

[0120] 氢化的DP3:1.5%

[0121] 氢化的DP4+:1.2%

[0122] 其他:0.4%

[0123] 实例6-结晶

[0124] 将16Kg麦芽糖醇产物 (组成:DP1:1.1%,DP2:95.8%,DP3:1.5%,DP4+:1.2%,其他:0.4%) 在80℃下蒸发至大于85%干固体的浓度。在80℃下填充结晶器,然后以0.83℃/小时的速率冷却至35℃。结晶器处于最大搅拌速度。

[0125] 达到温度设定点 (35℃) 后,将5重量%冷水 (大约20℃) 加入稠液中以降低粘度,便于泵送以及离心洗涤。

[0126] 用15重量%的水洗涤离心的晶体。

[0127] 将纯度为大约98重量%的洗涤后的晶体在热水 (80℃) 中融化成大于85%干固体的浓度。

[0128] 将该浓缩的麦芽糖醇液体送入二级结晶器。在80℃下填充结晶器,然后以1℃/小时的速率冷却至40℃。

[0129] 在20℃下,用25重量%的水洗涤晶体聚集体。

[0130] 洗涤后的晶体 (5.33Kg) 的纯度为大于99.5%干基,且水分含量为约3%。(收率:65%)

[0131] 干燥、筛分并封装晶体。

[0132] 9.76Kg来自第一次结晶的母液具有91%麦芽糖醇的纯度。将母液浓缩至85%干固

体。在80℃下填充结晶器,然后以0.6℃/小时的速率冷却至35℃。结晶器处于最大搅拌速度。达到温度设定点(35℃)后,将5重量%冷水(大约20℃)加入稠液中以降低粘度,便于泵送以及离心洗涤。在20℃下,用15重量%的水洗涤晶体聚集体。

[0133] 将纯度为大约97重量%麦芽糖醇的洗涤后的晶体在热水(80℃)中融化成大于85%干固体的浓度,并加入二级结晶器进料。

[0134] 实例7-固化

[0135] 将3kg结晶麦芽糖醇(嘉吉公司(Cargill)产品)装入流化床可拆卸进料筐(5kg容量)。

[0136] 将入口空气温度设定为88℃。

[0137] 将0.9kg d.s.液体麦芽糖醇(组成:DP1:1.1%,DP2:95.8%,DP3:1.5%,DP4+:1.2%,其他:在70%d.s下的0.4%)引入进料筐。通过液压多头喷嘴将该液体糖浆喷射于粉末上。

[0138] 干燥该粒状产物30分钟,以达到水分含量<0.5%。

[0139] 用Retsch SK 100研磨机研磨产物。

[0140] 然后,在流化床中回收3kg粉末形式的所述产物,以使用液体麦芽糖醇将其进一步颗粒化。

[0141] 重复颗粒化/干燥/研磨,直到粒状粉末中的麦芽糖醇含量具有96.3%的麦芽糖醇含量。