

República Federativa do Brasil
Ministério do Desenvolvimento, Indústria
e do Comércio Exterior
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(21) **PI0706959-6 A2**

(22) Data de Depósito: 24/01/2007
(43) Data da Publicação: 12/04/2011
(RPI 2101)



(51) *Int.Cl.:*

A23L 1/09
A23L 1/236
A23L 1/308
C07H 3/06
C12P 19/04
C12P 19/12
C12P 19/14
C12P 19/16

(54) Título: **PROCESSO PARA PREPARAR OLIGÔMEROS DE SACARÍDEO, PROCESSO PARA PREPARAR UMA COMPOSIÇÃO DE OLIGOSSACARÍDEO, COMPOSIÇÃO DE CARBOIDRATO, PRODUTO ALIMENTÍCIO E MÉTODO PARA CONTROLAR GLICOSE SANGUÍNEA**

(30) Prioridade Unionista: 25/01/2006 US 11/339,306, 15/09/2006 US 11/532,219, 14/12/2006 US 11/610,639, 25/01/2006 US 11/339,306, 14/12/2006 US 11/610,639, 15/09/2006 US 11/532,219, 25/01/2006 US 11/339,306, 14/12/2006 US 11/610,639, 14/12/2006 US 11/610,639

(73) Titular(es): Tate & Lyle Ingredients Americas, Inc.

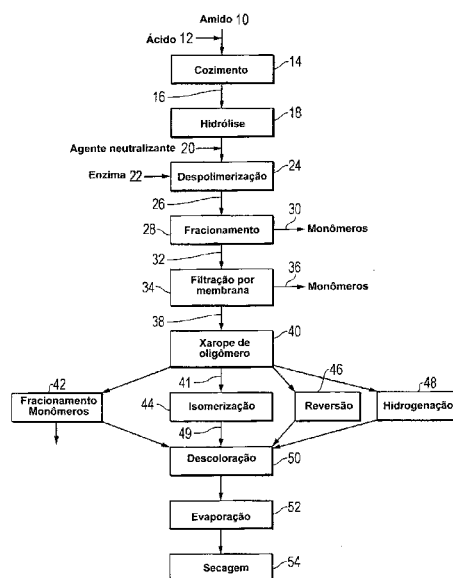
(72) Inventor(es): ANDREW J. HOFFMAN, CHI-LI LIU, DORIS A. DOUGHERTY, ERIC M. REAMER, JAMES C. PURDUE, JAMES M. GADDY, JUDY L. TURNER, LORI NAPIER, MARIANNE CLAESSENS, MICHAEL BUNCH, MICHAEL D. HARRISON, MICHAEL LOPEZ, MICHELLE P. SCHWENK, PENELOPE A. PATTON, PETER M. GAUTCHIER, RACHEL WICKLUND, RAM SANTHANAGOPALAN, RICHARD C. ARMENTROUT, ROBERT L. OLSEN, ROBERT V. SCHANEFELT, SANJIV H. AVASHIA, SHAWN E. SPRANKLE, TIMOTHY C. MERTZ

(74) Procurador(es): Antonio Mauricio Pedras Arnaud

(86) Pedido Internacional: PCT US2007060961 de 24/01/2007

(87) Publicação Internacional: WO 2008/085529 de 17/07/2008

(57) Resumo: PROCESSO PARA PREPARAR OLIGOMEROS DE SACARÍDEO, PROCESSO PARA PREPARAR UMA COMPOSIÇÃO DE OLIGOSSACARÍDEO, COMPOSIÇÃO DE CARBOIDRATO, PRODUTO ALIMENTÍCIO E MÉTODO PARA CONTROLAR GLICOSE SANGUÍNEA. Produto alimentício que compreende uma composição de oligossacarídeo que é resistente à digestão ou lentamente digerível. A composição de oligossacarídeo pode ser produzida através de um processo que compreende produzir uma composição aquosa que compreende pelo menos um oligossacarídeo e pelo menos um monossacarídeo através da sacarificação de amido, filtração por membrana da composição aquosa para formar uma corrente rica em monossacarídeo e uma corrente rica em oligossacarídeo, e recuperação da corrente rica em oligossacarídeo. Alternativamente, a composição de oligossacarídeo pode ser produzida através de um processo que compreende aquecer uma composição de alimentação aquosa que compreende pelo menos um monossacarídeo ou oligômero de sacarídeo linear, e que possui uma concentração de sólidos de cerca de pelo menos 70% em peso, até uma temperatura de cerca de pelo menos 40,°C, e contatar a composição de alimentação com pelo menos um catalisador que acelera a taxa de clivagem ou a formação de ligações glicosila por um tempo suficiente para causar a formação de oligômeros de sacarídeo não lineares, sendo produzida uma composição de produto que contém uma concentração de oligômeros de sacarídeos não lineares maior que a concentração de oligômeros de sacarídeo lineares.





"PROCESSO PARA PREPARAR OLIGÔMEROS DE SACARÍDEO, PROCESSO PARA PREPARAR UMA COMPOSIÇÃO DE OLIGOSSACARÍDEO, COMPOSIÇÃO DE CARBOIDRATO, PRODUTO ALIMENTÍCIO E MÉTODO PARA CONTROLAR GLICOSE SANGÜÍNEA".

5 HISTÓRICO DA INVENÇÃO

Uma variedade de carboidratos são utilizados em produtos alimentícios, tais como diversos açúcares e amidos. Muitos desses carboidratos são digeridos no estômago e no intestino delgado humano. A fibra alimentar contida nos
10 produtos alimentícios, pelo contrário, geralmente não é digerida no estômago ou intestino delgado, mas potencialmente fermentável por microorganismos no intestino grosso.

Existe um interesse no desenvolvimento de ingredientes
15 que sejam adequados para uso em produtos alimentícios e que não sejam digeríveis ou digeríveis somente até um nível limitado, para aumentar o teor de fibra alimentar ou para reduzir o teor calórico dos alimentos. Essas modificações proporcionam certos benefícios para a saúde.

20 Existe a necessidade de materiais comestíveis que tenham um teor reduzido de carboidratos facilmente digeríveis e que possam ser usados em alimentos, em substituição a ou como complemento de produtos de carboidratos convencionais em alimentos.

25 SUMÁRIO DA INVENÇÃO

Um dos aspectos da presente invenção consiste num processo para preparar uma composição de oligossacarídeo. O processo compreende produzir uma composição aquosa que compreenda pelo menos um oligossacarídeo e pelo menos um
30 monossacarídeo através da sacarificação de amido; filtração por membrana da composição aquosa para formar uma corrente rica em monossacarídeos e uma corrente rica em oligossacarídeo; e recuperar a corrente rica em oligossacarídeo. Em uma concretização da invenção, a
35 corrente rica em oligossacarídeo é lentamente digerível pelo sistema digestivo humano.. "Lentamente digerível" conforme o termo é aqui utilizado, significa que uma

quantidade substancial (ex: cerca de pelo menos 50% numa base de sólidos secos, e em alguns casos, cerca de pelo menos 75%, ou cerca de pelo menos 90%) dos carboidratos presentes na corrente ou não são digeridos de forma alguma no estômago e intestino delgado humano, ou são digeridos apenas num nível limitado. Em outra concretização da invenção, a corrente rica em oligossacarídeo é resistente à digestão pelo sistema digestivo humano.

10 Tanto os testes in vitro como in vivo podem ser realizados para avaliar a taxa e o nível de digestão de carboidratos em seres humanos. O ensaio "Englyst" é um teste enzimático in vitro que pode ser utilizado para avaliar as quantidades de um ingrediente de carboidrato que são rapidamente digeríveis, lentamente digeríveis ou resistentes à digestão (European Journal of Clinical Nutrition (1992) Volume 46 (Supl.2), páginas S33-S50). Assim, qualquer referência na presente invenção à "cerca de pelo menos 50% em peso numa base de sólidos secos" de um material lentamente digerível, ou de um material que é "principalmente lentamente digerível" significa que a soma das porcentagens classificadas como lentamente digeríveis ou resistentes à digestão pelo ensaio "Englyst" totaliza cerca de pelo menos 50%. Da mesma forma, qualquer referência nesta patente a "cerca de pelo menos 50% em peso numa base de sólidos secos" de um material resistente à digestão, ou a um material "principalmente resistente à digestão" significa que a porcentagem que é classificada como resistente pelo ensaio "Englyst" é de cerca de pelo menos 50%.

Em uma concretização do processo, a composição aquosa que é produzida pela sacarificação de amido, seguida de isomerização, compreende dextrose, frutose, e uma mistura de oligossacarídeos. Essa composição aquosa pode ser nanofiltrada para separá-la na corrente de permeado rica em oligossacarídeo e na corrente de retentado rica em oligossacarídeo. A corrente rica em oligossacarídeo pode

compreender cerca de pelo menos 50% em peso de oligossacarídeos numa base de sólidos secos, ou, em alguns casos, cerca de pelo menos 90%. Em certas concretizações do processo, a corrente rica em oligossacarídeo compreenderá ainda uma quantidade menor de dextrose e frutose. "Quantidade menor" é aqui utilizada para significar menos de 50% em peso numa base de sólidos secos.

O processo pode, em algumas concretizações, também incluir um ou mais das seguintes etapas: (1) contatar a corrente rica em oligossacarídeos com uma enzima de isomerização, de forma que pelo menos parte da dextrose seja convertida em frutose, produzindo assim uma corrente rica em oligossacarídeo isomerizado; (2) filtração por membrana da corrente rica em oligossacarídeo para produzir uma segunda corrente rica em monossacarídeo e uma segunda corrente rica em oligossacarídeo que compreende mais que cerca de 90% em peso de oligossacarídeos numa base de sólidos secos, bem como uma menor quantidade de monossacarídeos; (3) hidrogenar a corrente rica em oligossacarídeo para converter pelo menos alguns dos monossacarídeos contidos na mesma em álcoóis, produzindo assim uma corrente rica em oligossacarídeo hidrogenado; (4) contatar a corrente rica em oligossacarídeo com uma enzima glucosidase para criar um produto de reversão, de forma que pelo menos alguns de quaisquer monossacarídeos residuais presentes na corrente sejam covalentemente ligados a oligossacarídeos ou a outros monossacarídeos; e (5) reduzir a cor da corrente rica em oligossacarídeo, contatando-a com carvão ativado. Outro aspecto da invenção consiste num processo para preparar oligômeros de sacarídeo. A composição de oligômero de sacarídeo produzida através de algumas concretizações deste processo é principalmente resistente à digestão. Em outra concretização, a composição é principalmente lentamente digerível. O processo utiliza uma composição de alimentação aquosa que compreende pelo

menos um monossacarídeo ou oligômeros de sacarídeo lineares, e que possui uma concentração de sólidos de cerca de pelo menos 70% em peso. A composição de alimentação é aquecida até uma temperatura de cerca de
5 pelo menos 40°C e é contatada com pelo menos um catalisador que acelera a taxa de clivagem ou a formação de ligações glicosila por um tempo suficiente para levar à formação de oligômeros de sacarídeo não lineares. É produzida uma composição de produto que contém uma
10 concentração maior de oligômero de sacarídeo não linear do que de oligômero de sacarídeo linear.

Em uma concretização do processo, o pelo menos um catalisador é uma enzima que acelera a taxa de clivagem ou a formação de ligações glicosila. Em outra
15 concretização do processo, o pelo menos um catalisador é um ácido. Em algumas concretizações do processo, ácido e enzima podem ser usados seqüencialmente, com a composição de alimentação sendo primeiramente tratada com enzima e posteriormente com ácido, ou vice-versa.

20 Outro aspecto da invenção consiste numa composição de carboidrato comestível (às vezes aqui designada como composição oligossacarídica) que compreende uma quantidade maior de oligossacarídeos numa base de sólidos secos, e que é lentamente digerível ou resistente à
25 digestão pelo sistema digestivo humano. Essa composição pode ser produzida através de qualquer um dos processos acima descritos. "Quantidade maior" é aqui utilizada para significar pelo menos 50% em peso numa base de sólidos secos.

30 Em uma concretização, a composição de carboidrato comestível é produzida através de um processo no qual a corrente rica em oligossacarídeo possui um teor de sólidos não inferior a 70,0 por cento em massa (m/m) e um teor de redução de açúcar (dextrose equivalente),
35 expresso como D-glicose, que não é inferior a 20,0 por cento em massa calculada numa base de sólidos secos. A presente concretização da composição pode ser

classificada como xarope de milho segundo os regulamentos de rotulagem de alimentos. Em outra concretização, a corrente rica em oligossacarídeos possui um teor de sólidos não inferior a 70,0 por cento em massa (m/m) e um
5 teor de redução de açúcar (dextrose equivalente), expresso como D-glicose, inferior a 20,0 por cento em massa (m/m) calculado numa base de sólidos secos. A presente concretização pode ser classificada como maltodextrina segundo os regulamentos de rotulagem de
10 alimentos.

Outro aspecto da invenção é uma composição de carboidrato comestível que compreende uma quantidade maior numa base de sólidos secos (ou seja, maior que 50% em peso numa base de sólidos secos) de oligômeros de sacarídeo
15 lineares e não lineares, onde a concentração de oligômeros de sacarídeo não lineares é maior que a concentração de oligômeros de sacarídeo lineares. Em algumas concretizações da invenção, a concentração de oligômeros de sacarídeo não lineares na composição é pelo
20 menos duas vezes tão alta quanto a concentração de oligômeros de sacarídeo lineares.

Outro aspecto da invenção consiste num método para preparar um produto alimentício. O método compreende prover uma composição alimentícia adequada para
25 combinação com um material de carboidrato, e combinar a composição alimentícia com uma composição de carboidrato comestível que seja lentamente digerível ou resistente à digestão, conforme acima descrito.

Outro aspecto da invenção consiste num produto alimentício que compreende uma composição de carboidrato comestível, conforme acima descrito. O produto alimentício pode ser, por exemplo, pães, bolos, "cookies", biscoitos "cream cracker", salgadinhos extrusados, sopas, sobremesas congeladas, alimentos
30 fritos, massas, produtos de tomate, produtos de arroz, produtos de milho, produtos de trigo, produtos lácteos (laticínios), iogurtes, confeitaria, balas duras, barras

nutricionais, cereais matinais, ou bebidas.

Em uma concretização da invenção, o produto alimentício é selecionado de produtos de panificação, cereais matinais, coberturas anidras (ex: coberturas para sorvetes, chocolate), produtos lácteos, doces, geléias e gelatinas, bebidas, recheios, salgadinhos extrudados e laminados, sobremesas à base de gelatina, barras nutricionais ("snack bars") queijos e molhos de queijo, películas comestíveis e solúveis em água, sopas, xaropes, molhos, molhos para salada, substitutos de creme ("creamers"), glacês, merengues, brilhos, rações para animais domésticos, tortilhas, carne e peixe, frutas secas, alimentos para bebês e crianças, bem como massas (de bolo, panqueca, etc) e empanamentos. A composição de carboidrato comestível, que é às vezes aqui designada composição de oligossacarídeo, pode estar presente no produto alimentício para uma ou mais finalidades, tal como uma substituição parcial ou completa de sólidos adoçantes, ou como fonte de fibra alimentar.

Outro aspecto da invenção consiste num método para controlar a glicose sangüínea num mamífero que sofre de diabete. O método compreende alimentar um mamífero com um produto alimentício conforme acima descrito em diversas concretizações.

25 BREVE DESCRIÇÃO DOS DESENHOS

A Figura 1 é um diagrama de fluxo de processo de uma concretização da presente invenção.

A Figura 2 é um gráfico da distribuição de certos sacarídeos em três composições de dextrose utilizadas no Exemplo 3.

A Figura 3 é um gráfico da distribuição de certos sacarídeos nos materiais de partida utilizados no Exemplo 4.

A Figura 4 é um gráfico da distribuição de certos sacarídeos nos produtos preparados através do tratamento enzimático no Exemplo 4.

A Figura 5 é um gráfico da mudança nas concentrações de

maltose e isomaltose ao longo do tempo, quando uma composição é tratada com enzima no Exemplo 4.

A Figura 6 é um gráfico da mudança na concentração de maltose e a Figura 7 é um gráfico da mudança na
5 concentração de isomaltose quando o xarope de dextrose foi tratado com diferentes concentrações de enzima no Exemplo 4.

A Figura 8 é um gráfico da mudança nas concentrações de certos sacarídeos ao longo do tempo quando uma composição
10 foi tratada com enzima no Exemplo 4.

A Figura 9 é um gráfico da mudança nas concentrações de certos sacarídeos ao longo do tempo quando uma composição diluída foi tratada com enzima no Exemplo 4.

A Figura 10 é um gráfico do efeito da temperatura sobre a
15 formação de certos sacarídeos como resultado do tratamento com enzima no Exemplo 5.

A Figura 11 é um gráfico do efeito da temperatura sobre a formação de certos sacarídeos como resultado de outro tratamento com enzima no Exemplo 5.

20 A Figura 12 é um gráfico comparando as mudanças na distribuição de sacarídeo quando uma composição foi tratada com ácido ou com enzima no Exemplo 6.

A Figura 13 mostra a análise de um xarope tratado com ácido no Exemplo 6.

25 A Figura 14 mostra uma análise cromatográfica de um xarope tratado com ácido no Exemplo 6.

A Figura 15 mostra a alteração na concentração de glicose sangüínea em cães após serem alimentados com uma composição da presente invenção ou com maltodextrina.

30 DESCRIÇÃO DAS CONCRETIZAÇÕES ESPECÍFICAS

Um aspecto da presente invenção consiste num processo para preparar uma composição de carboidrato lentamente digerível ou resistente à digestão (ex: composição de oligômero de sacarídeo) que é adequada para uso em
35 alimentos.

Tanto os testes in vitro como in vivo podem ser conduzidos para avaliar a taxa e o grau de digestão de

carboidratos em seres humanos. O Ensaio "Englyst" é um teste enzimático in vitro que pode ser usado para determinar as quantidades de um ingrediente de carboidrato que são rapidamente digeríveis, lentamente
5 digeríveis ou resistentes à digestão (European Journal of Clinical Nutrition (1992) Volume 46 (Supl.2), págs. S33-S50).

Deve ficar entendido que o termo "alimento" é utilizado no sentido amplo da palavra na presente invenção o que
10 inclui uma variedade de substâncias que podem ser ingeridas por humanos, tais como bebidas e cápsulas ou comprimidos medicinais.

Os termos "oligossacarídeos" e "oligômeros de sacarídeo" são aqui utilizados para se referir a sacarídeos
15 compreendendo pelo menos duas unidades de sacarídeo, como por exemplo sacarídeos tendo um grau de polimerização ("DP") de cerca de 2-30. Por exemplo, um dissacarídeo possui um DP de 2.

Em algumas concretizações da invenção, a composição de
20 alimentação aquosa inclui pelo menos um monossacarídeo e pelo menos um oligômero de sacarídeo linear, podendo conter diversos de cada. Em muitos casos, os monossacarídeos e os oligossacarídeos constituem cerca de pelo menos 70% em peso numa base de sólidos secos da
25 composição de alimentação. É geralmente proveitoso que o material de partida tenha uma concentração de monossacarídeos tão alta quanto possível, para maximizar o rendimento dos oligômeros desejados. Uma alta concentração de sólidos tende a direcionar o equilíbrio
30 da hidrólise para a condensação (reversão), produzindo assim produtos com peso molecular mais alto. Portanto, o teor de água do material de partida é preferivelmente relativamente baixo. Por exemplo, em certas concretizações, a composição de alimentação compreende
35 cerca de pelo menos 75% de sólidos secos em peso. ("Sólidos secos" é às vezes aqui abreviado como "ds"). Em alguns casos, a composição de alimentação compreende

cerca de 75-90% de sólidos em peso, o que geralmente dará o aspecto de um xarope viscoso ou de pó úmido à temperatura ambiente.

Exemplos de materiais de partida apropriados incluem, porém não se restringem a xaropes preparados através da hidrólise de amido, tais como licor mãe residual ("greens") de xarope de dextrose (ou seja, corrente de reciclagem de licor-mãe procedente da cristalização de monohidrato de dextrose), outros xaropes de dextrose, xarope de milho, e soluções de maltodextrina.

Se a composição de alimentação compreender maltodextrina, o processo opcionalmente pode também incluir as etapas de hidrolisar a maltodextrina para formar uma solução de sacarídeo hidrolisado e concentrar a solução de sacarídeo hidrolisado a cerca de pelo menos 70% em sólidos secos para formar a composição de alimentação. A etapa de concentrar e contatar a alimentação com o catalisador pode ocorrer simultaneamente, ou a etapa de concentrar pode ocorrer antes da etapa de contatar a composição de alimentação com o catalisador.

A composição de alimentação é contatada com o pelo menos um catalisador por um período de tempo que pode variar. Em alguns casos, o período de contato será de cerca de pelo menos cinco horas. Em algumas concretizações da invenção, a composição de alimentação é contatada com o pelo menos um catalisador por cerca de 15-100 horas. Em outras concretizações, tempos de contato mais curtos podem ser usados com temperaturas mais altas, em alguns casos até mesmo inferiores a uma hora.

Em uma concretização da invenção, a reversão enzimática é usada para produzir oligossacarídeos não lineares. A enzima pode ser, por exemplo, uma enzima que acelera a taxa de clivagem de ligações alfa 1-2, 1-3, 1-4 ou 1-6 glicosila para formar resíduos dextrose. Um exemplo apropriado é uma composição de enzima glucoamilase, tal como uma composição enzimática comercial denominada glucoamilase. Deve ficar entendido que tal composição

pode conter alguma quantidade de enzimas outras que não a glucoamilase pura, não se devendo supor que é de fato a própria glucoamilase que catalisa a produção desejada de oligossacarídeos não lineares.

- 5 Portanto, a composição de alimentação pode ser contatada com glucoamilase ou qualquer outra enzima que atue sobre os polímeros de dextrose. A quantidade de enzima pode adequadamente ser de cerca de 0,5 - 2,5% em volume da composição de alimentação. Em algumas concretizações do
- 10 processo, a composição de alimentação é mantida em cerca de 55 - 75°C durante o contato com a enzima ou, em alguns casos, de cerca de 60 - 65°C. A essa temperatura, dependendo do teor de água, o material tornar-se-á líquido ou uma mistura de líquido e sólido.
- 15 Opcionalmente, a mistura de reação pode ser misturada ou agitada para distribuir a enzima. A mistura de reação é mantida à temperatura desejada pelo tempo necessário para obter o grau desejado de reversão em oligômeros não lineares. Em algumas concretizações do processo, a
- 20 composição de alimentação é contatada com a enzima por cerca de 20-100 horas antes da inativação da enzima, ou em alguns casos, por cerca de 50-100 horas antes da inativação. Técnicas para inativar a glucoamilase são bastante conhecidas no estado da técnica.
- 25 Alternativamente, em vez de inativar a enzima, ela pode ser separada através de filtração por membrana e reciclada.

A composição resultante possui uma alta concentração de oligossacarídeos não lineares, tal como isomaltose. Essa

30 composição de produto contém uma concentração mais elevada de oligômeros de sacarídeo não lineares. Em alguns casos, a concentração de oligômeros de sacarídeo não lineares na composição final é pelo menos duas vezes tão alta quanto a concentração de oligômeros de sacarídeo

35 lineares.

As enzimas gastrointestinais imediatamente reconhecem e digerem os carboidratos nos quais as unidades de dextrose

são alfa-ligadas (1>4) (ligações "lineares"). Substituir essas ligações por ligações alternativas (alfa(1>3), alfa(1>6) (ligações "não lineares") ou ligações beta, por exemplo) reduz muito a capacidade de as enzimas gastrointestinais digerirem o carboidrato.

Em alguns casos, a composição de produto compreende uma quantidade menor (ou seja, inferior a 50% em peso numa base de sólidos secos, e geralmente uma concentração muito mais baixa) de monossacarídeos residuais. O processo pode incluir a etapa adicional de remover pelo menos alguns dos monossacarídeos residuais (e opcionalmente outras espécies também) da composição de produto através de filtração por membrana, fracionamento cromatográfico, ou digestão através de fermentação. Os monossacarídeos separados podem ser combinados com outras correntes de processo, por exemplo para a produção de dextrose ou de xarope de milho. Alternativamente, os monossacarídeos separados podem ser reciclados na composição de alimentação.

Outra concretização da invenção consiste num processo que envolve a reversão ácida de monossacarídeos. O material de partida é o mesmo conforme acima descrito com respeito à versão do processo tratado com enzima. Uma variedade de ácidos pode ser usada, tais como ácido clorídrico, ácido sulfúrico, ácido fosfórico, ou uma combinação dos mesmos. Em algumas concretizações do processo, o ácido é adicionado à composição de alimentação numa quantidade suficiente para tornar o pH da composição de alimentação não superior a cerca de 4, ou, em alguns casos, numa quantidade suficiente para tornar o pH da composição de alimentação em cerca de 1,0 - 2,5 ou de cerca de 1,5-2,0. Em algumas concretizações, a concentração de sólidos da composição de alimentação é de cerca de 70-90%, a quantidade de ácido adicionada à alimentação é de cerca de 0,05% - 0,25% (em peso) de sólidos ácidos em sólidos secos de xarope, e a composição de alimentação é mantida a uma temperatura de cerca de 70-90% durante o contato

com o ácido. Como na versão do processo tratado com
enzima, as condições de reação são mantidas por um tempo
suficiente para produzir os oligômeros desejados, que em
algumas concretizações do processo será de cerca de 4-24
5 horas.

Em uma concretização específica, a concentração de
sólidos da composição de alimentação é de cerca de pelo
menos 80% em peso, o ácido é adicionado à composição de
alimentação numa quantidade suficiente para levar o pH da
10 composição a atingir cerca de 1,8, e a composição de
alimentação é mantida a uma temperatura de cerca de pelo
menos 80°C por cerca de 4-24 horas após ser contatada com
o ácido.

Em outra concretização específica, a concentração de
15 sólidos da composição de alimentação é de cerca de 90-
100% em peso, e a composição de alimentação é mantida a
uma temperatura de cerca de pelo menos 149°C (300°F) por
cerca de 0,1 - 15 minutos após ser contatada com o ácido.
O ácido utilizado para tratar a alimentação pode ser uma
20 combinação de ácido fosfórico e ácido clorídrico (nas
mesmas concentrações discutidas acima). Em uma
concretização específica, a etapa de contatar a
composição de alimentação com o ácido ocorre num reator
de tubo/fluxo contínuo.

25 Decididamente, a ligação glicosídica mais abundante é a
ligação alfa-1,4, sendo esta a ligação mais comumente
rompida durante a hidrólise ácida do amido. Porém, a
reversão catalisada com ácido (condensação) pode ocorrer
entre quaisquer dois grupos hidroxila e, considerando a
30 grande variedade de combinações e geometrias disponíveis,
a probabilidade de formação de uma ligação alfa-1,4 é
relativamente pequena. O sistema digestivo humano contém
alfa-amilases que digerem imediatamente as ligações alfa-
1,4 de amido e xaropes de milho. A substituição dessas
35 ligações por ligações não reconhecidas pelas enzimas no
sistema digestivo permitirão que o produto passe em
grande parte inalterado pelo intestino delgado.

Acredita-se que as distribuições de saçarídeos resultantes do tratamento com ácido são um tanto diferentes daquelas que resultam do tratamento com enzima. Acredita-se que esses produtos de condensação catalisados com ácido serão menos reconhecíveis pelas enzimas no intestino humano do que os produtos produzidos com enzima e, portanto, menos digeríveis.

O tratamento com ácido progride de forma diferente do tratamento com enzima. As enzimas rapidamente hidrolisam oligômeros lineares e formam lentamente oligômeros não lineares, ao passo que com o ácido a redução de oligômeros lineares e o aumento de oligômeros não lineares ocorrem a taxas comparáveis. A dextrose é formada rapidamente através de hidrólise enzimática de oligômeros e consumida lentamente à medida que produtos de condensação não lineares são formados, ao passo que com ácido as concentrações de dextrose aumentam lentamente.

Opcionalmente, a reversão enzimática ou ácida pode ser seguida por hidrogenação. O produto hidrogenado deve ter teor calórico mais baixo do que os hidrolisados de amido hidrogenado. Em uma concretização, a hidrogenação pode ser usada para descolorir a composição de produto sem alterar substancialmente sua dextrose equivalência (DE).

Em uma versão do processo, a enzima e o ácido podem ser usados seqüencialmente, em qualquer ordem. Por exemplo, o pelo menos um catalisador utilizado no primeiro tratamento pode ser enzima, e a composição de produto pode ser posteriormente contatada com um ácido que acelere a taxa de clivagem ou a formação de ligações glicosila. Alternativamente, o pelo menos um catalisador usado no primeiro tratamento pode ser ácido e a composição de produto pode ser posteriormente contatada com uma enzima que acelere a taxa de clivagem ou a formação de ligações glicosila.

Em uma concretização do processo no qual o tratamento com ácido é usado em primeiro lugar, seguido de tratamento

com enzima, o ácido pode ser ácido fosfórico, ácido clorídrico, ou uma combinação dos mesmos. Nesta concretização, após ser contatada com a enzima, a composição pode ser contatada com uma resina de troca iônica. Após ser contatada com a resina de troca iônica, a concentração na composição de oligômeros de sacarídeo com um grau de polimerização de pelo menos três pode ser de cerca de pelo menos 50% em peso numa base de sólidos secos.

10 A composição de produto produzida através do tratamento com ácido, enzima ou ambos, possui uma concentração aumentada numa base de sólidos secos de oligômeros de sacarídeo não lineares. Em alguns casos, a concentração dos oligômeros de sacarídeo não lineares com um grau de

15 polimerização de pelo menos três (DP3+) na composição de produto é de cerca de pelo menos 20%, de cerca de pelo menos 25%, de cerca de pelo menos 30%, ou de cerca de pelo menos 50% em peso numa base de sólidos secos. Em algumas concretizações, a concentração de oligômeros de

20 sacarídeo não lineares na composição de produto é pelo menos duas vezes tão alta quanto a concentração de oligômeros de sacarídeo lineares.

Em uma concretização específica, a concentração de oligômeros de sacarídeo não lineares na composição de

25 produto é de cerca de pelo menos 90% em peso numa base de sólidos secos, e a concentração de isomaltose é de cerca de pelo menos 70% em peso numa base de sólidos secos.

A composição de produto conterá freqüentemente alguma quantidade (tipicamente inferior a 50% em peso numa base

30 de sólidos secos, e com freqüência muito menor) de monossacarídeos residuais. Opcionalmente, pelo menos alguns dos monossacarídeos residuais (e outras espécies) podem ser separados dos oligômeros (por exemplo através de filtração por membrana, separação cromatográfica, ou

35 digestão via fermentação) e a corrente de monossacarídeo pode ser reciclada para a alimentação do processo. Desta forma, xaropes de açúcar simples podem ser convertidos em

aditivos com alto valor alimentício.

O xarope rico em oligômeros produzido pelos processos aqui descritos pode ser usado em alimentos para aumentar a fibra alimentar. O xarope contém oligossacarídeos de ocorrência natural que possui baixa viscosidade e baixo índice glicêmico. Muitos desses oligômeros compreenderão pelo menos uma ligação não-alfa-1,4. Devem ser altamente fermentáveis no intestino grosso, o que lhes confere benefícios adicionais para a saúde como prebióticos. Em algumas concretizações da invenção, cerca de pelo menos 50% em peso numa base de sólidos secos da composição de produto é lentamente digerível.

Os efeitos benéficos dos oligossacarídeos como fibra alimentar vêm sendo bem documentados. Os oligômeros de açúcar que resistem à digestão no intestino delgado, mas que são fermentáveis no intestino grosso demonstraram exercer efeitos benéficos, tal como redução do colesterol, atenuação da dextrose sangüínea, e manutenção da saúde gastrointestinal.

A Figura 1 mostra uma concretização de um processo que pode utilizar a técnica de reversão acima descrita. O processo pode começar com um amido, por exemplo um amido vegetal. O amido de milho convencional é um exemplo adequado. O processo geralmente irá operar com mais eficiência se o amido de partida tiver uma pureza relativamente alta. Em uma concretização, o amido de alta pureza contém menos de 0,5% de proteína numa base de sólidos secos. Embora parte da discussão a seguir esteja focada no milho, fica entendido que a presente invenção é também aplicável a amidos derivados de outras fontes, tais como batata e trigo, entre outros.

Conforme mostra a Figura 1, o amido pode ser adicionado de ácido, e então gelatinizado num cozedor de amido, como por exemplo, num cozedor contínuo no qual os grânulos de amido são contatados com vapor. Em uma versão do processo, a pasta de amido, ajustada a um pH alvo de 3,5 mediante adição de ácido sulfúrico, é

rapidamente misturada com vapor num cozedor contínuo e mantida a 149 - 152°C (300 a 350°F) durante 4 minutos numa linha extrema. O amido gelatinizado 16 é hidrolisado 18 mediante exposição a ácido a alta temperatura durante o cozimento contínuo. A hidrólise reduz o peso molecular do amido e gera uma porcentagem aumentada de monossacarídeos e oligossacarídeos na composição. (Conforme mencionado acima, o termo "oligossacarídeos" é aqui utilizado para se referir a sacarídeos compreendendo pelo menos duas unidades sacarídicas, como por exemplo tendo um grau de polimerização (DP) de cerca de 2-30). Um agente neutralizante 20, tal como carbonato de sódio, pode ser adicionado para interromper a hidrólise ácida e então a composição pode também ser despolimerizada 24 contatando-a com uma enzima hidrolítica 22. Enzimas apropriadas incluem alfa amilases tal como a Termamyl, da Novozymes. Essa hidrólise enzimática aumenta também a porcentagem de monossacarídeos e de oligossacarídeos presentes na composição. O resultado global da hidrólise através de tratamento com ácido e enzima é a sacarificação do amido. A composição sacarificada pode ser isomerizada para alterar o perfil do monossacarídeo, por exemplo, para aumentar a concentração de frutose. A composição sacarificada 26 pode então ser purificada, por exemplo, através de fracionamento cromatográfico 28. Em uma concretização que emprega um procedimento cromatográfico em leito móvel simulado seqüencial (SSMB), uma solução de sacarídeos mistos é bombeada pela coluna carregada com grânulos de resina. Dependendo da natureza química da resina, alguns sacarídeos interagem com a resina mais fortemente, levando a um fluxo retardado pela resina em comparação com sacarídeos que interagem com a resina mais fracamente. Esse fracionamento pode produzir uma corrente 30 com alto teor de monossacarídeos, tal como dextrose e frutose. O xarope de milho com alta frutose é um exemplo de tal corrente. O fracionamento também produz uma corrente de refinado 32 (ou seja,

componentes movendo-se mais rapidamente pelo leito de resina) que possui uma concentração relativamente alta de oligossacarídeos (ex: de cerca de 5 - 15% de oligossacarídeos numa base de sólidos secos (d.s.b.)) e
5 que também contém uma concentração menor de monossacarídeos tal como dextrose e frutose. Embora o termo "corrente" seja aqui utilizado para descrever certas partes do processo, deve ficar entendido que o processo da presente invenção não se restringe à operação
10 contínua. O processo pode também ser executado no modo de batelada ou de semi-batelada.

O refinado 32 pode ainda ser fracionado através de filtração por membrana 34, por exemplo, através de nanofiltração, opcionalmente com diafiltração. Por
15 exemplo, essas etapas de filtração podem ser conduzidas utilizando um cartucho de nanofiltração Desal DK enrolado em forma de espiral a cerca de 500 psi de pressão e a uma temperatura de 40-60 graus centígrados. O fracionamento descrito na etapa 34 poderia também ser
20 executado através de cromatografia em leito móvel simulado seqüencial (SSMB). A filtração por membrana produz um permeado 36 (ou seja, componentes que passam pela membrana) que compreende principalmente monossacarídeos, e um retentado 38 (ou seja, componentes
25 rejeitados pela membrana) que compreende principalmente oligossacarídeos. ("principalmente" conforme aqui utilizado, significa que a composição contém mais do componente listado do que qualquer outro componente numa base de sólidos secos). O permeado 36 pode ser combinado
30 com a corrente de monômero 30 (ex: xarope de milho com alta frutose). O permeado é uma corrente rica em monossacarídeo e o retentado é uma corrente rica em oligossacarídeo. Em outras palavras, a nanofiltração concentra os oligossacarídeos no retentado e os
35 monossacarídeos no permeado, em relação à alimentação de nanofiltração.

O retentado 38, que pode ser descrito como um xarope de

oligossacarídeo 40, pode ter um teor suficientemente alto de oligossacarídeos que são lentamente digeríveis (ex: cerca de pelo menos 50% em peso d.s.b., ou em alguns casos cerca de pelo menos 90%) de forma que pode ser
5 secado ou simplesmente evaporado até obtenção de um xarope concentrado e utilizado como ingrediente nos alimentos. Porém, em muitos casos, será proveitoso processar e purificar adicionalmente essa composição. Tal purificação pode incluir uma ou mais das etapas
10 seguintes. (Embora a Figura 1 mostre quatro etapas de purificação 42, 44, 46 e 48 como alternativas, fica entendido que duas ou mais dessas etapas podem ser usadas no processo).

O xarope de oligômeros 40 pode ser submetido a outro
15 fracionamento 42, tal como uma filtração por membrana, por exemplo uma segunda nanofiltração, para remover pelo menos alguns dos monossacarídeos residuais, tais como frutose e dextrose. As condições e equipamentos de nanofiltração apropriados são conforme acima descritos.
20 Essa nanofiltração produz um permeado, que é uma segunda corrente rica em monossacarídeos, que pode ser combinado com a corrente de monômero 30. Alternativamente, o fracionamento adicional 42 pode ser realizado através de separação cromatográfica, por exemplo, através de
25 cromatografia em leito misto simulado.

O xarope 41 pode ser isomerizado 44 contatando-o com uma enzima, tal como dextrose isomerase. Isso converterá pelo menos parte da dextrose residual presente em frutose, o que pode ser mais proveitoso em certas situações.
30 Conforme acima mencionado, o xarope pode ser tratado com uma enzima ou ácido para causar a reversão ou a repolimerização 46, na qual pelo menos alguns dos monossacarídeos que ainda estão presentes sejam covalentemente ligados a outros monossacarídeos ou
35 oligossacarídeos, reduzindo assim ainda mais o teor de monômero residual do xarope. Enzimas apropriadas para uso nesta etapa incluem glucosidases, tais como amilase,

glucoamilase, transglucosidase, e pululanase. As enzimas celulase podem produzir produtos de reversão valiosos para algumas aplicações.

5 O xarope pode ser hidrogenado 48 para converter pelo menos parte de quaisquer monossacarídeos residuais nos álcoóis correspondentes (ex: para converter dextrose em sorbitol). Quando a hidrogenação é incluída no processo, ela será tipicamente (porém, não necessariamente) a etapa de purificação final.

10 O xarope de oligômero purificado 49 produzido através de uma ou mais das etapas de purificação acima citadas pode ser então descolorido 50. A descoloração pode ser realizada através de tratamento com carbono ativado seguido de microfiltração, por exemplo. Em sistemas de
15 fluxo contínuo, as correntes de xarope podem ser bombeadas através de colunas carregadas com carbono ativado granular para se obter a descoloração. O xarope de oligômero descolorido pode então ser evaporado 52, por exemplo até cerca de mais de 70% de sólidos secos (d.s.)
20 dando um produto que compreende um alto teor de oligossacarídeos (ex: mais de 90% em peso d.s.b. e em alguns casos, mais de 95%) e um teor de monossacarídeo correspondentemente baixo. O produto compreende uma pluralidade de sacarídeos que são lentamente ou
25 incompletamente digeridos por humanos, se não totalmente indigeríveis. Esses açúcares podem incluir isomaltose, panose e oligômeros ramificados tendo um grau de polimerização de quatro ou mais.

As condições do processo podem ser modificadas para
30 recuperar a maior parte da maltose na alimentação seja nas correntes ricas em monômero (30, 36) ou na corrente de produto oligomérico. Por exemplo, uma membrana de nanofiltração com um tamanho de poro levemente mais aberto, tal como Desal DL, operando a uma pressão
35 inferior a 500 psi, pode ser usada para aumentar a quantidade de maltose nas correntes ricas em monômero.

O produto é adequado como ingrediente para alimentos, e é

lentamente digerível ou resistente à digestão pelo sistema digestivo humano. Conforme acima mencionado, alguns componentes do produto podem ser substancialmente totalmente indigeríveis no estômago humano e intestino delgado. Dependendo da fonte de amido utilizada, o produto pode ser classificado em algumas concretizações como xarope de milho ou xarope de trigo, conforme esses termos são utilizados na rotulagem de alimentos. Nos casos em que são utilizados tamanhos de poro mais abertos na nanofiltração, pode-se obter um produto de xarope de oligômero com peso molecular mais alto, classificado como maltodextrina.

O xarope contendo oligossacarídeo produzido através do processo pode ser adicionado a alimentos em substituição a ou como suplemento para carboidratos convencionais. Assim, outro aspecto da invenção é um produto alimentício que compreende uma composição de carboidrato que compreende uma quantidade maior, numa base de sólidos secos, de oligômeros de sacarídeo lineares ou não lineares, onde a concentração de oligômeros de sacarídeo não lineares é maior que a concentração de oligômeros de sacarídeo lineares. Exemplos específicos de alimentos nos quais o xarope pode ser utilizado incluem alimentos processados tais como pães, bolos, "cookies", biscoitos "cream cracker", petiscos extrusados, sopas, sobremesas congeladas, alimentos fritos, massas, produtos de tomate, produtos de arroz, produtos de milho, produtos de trigo, produtos lácteos, iogurte, confeitaria, balas duras, barras nutricionais, cereais matinais e bebidas. Um produto alimentício contendo o xarope de oligossacarídeo terá uma resposta glicêmica mais baixa, um índice glicêmico mais baixo, e uma carga glicêmica mais baixa do que um produto alimentício similar no qual seja utilizado um carboidrato convencional, tal como amido de milho. Além disso, devido ao fato de pelo menos alguns dos oligossacarídeos serem digeridos somente a um nível muito limitado ou não serem de forma alguma digeridos no

estômago ou intestino delgado humano, o teor calórico do produto alimentício fica reduzido. O xarope é também uma fonte de fibra alimentar solúvel.

O xarope de oligômero resistente à digestão acima descrito pode ser usado como ingrediente em produtos alimentícios na forma de um xarope, ou pode ser primeiramente concentrado para formar sólidos de xarope. Em qualquer uma das formas, ele pode ser usado de diversas formas. Conforme acima mencionado, esse xarope pode ser derivado de diversas fontes de amido, tal como milho. Em alguns casos nesta patente, a expressão "xarope de milho resistente à digestão" ou "xarope de milho resistente" (às vezes abreviado como "RCS") será utilizada, mas deve ficar entendido que a invenção não se restringe a xaropes ou a sólidos de xarope derivados do milho.

O xarope de oligômero resistente à digestão pode ser adicionado a produtos alimentícios como fonte de fibra solúvel. Ele pode aumentar o teor de fibra dos produtos alimentícios sem exercer um impacto negativo sobre o sabor, sensação na boca ou textura.

A funcionalidade do xarope de oligômero resistente à digestão é similar ao xarope de milho e açúcar, o que o torna apropriado como substituto total ou parcial de diversos adoçantes nutritivos em produtos alimentícios. Por exemplo, o xarope resistente pode ser utilizado para substituição total ou parcial de sacarose, xarope de milho com alta frutose (HFCS), frutose, dextrose, xarope de milho comum, ou sólidos de xarope de milho em produtos alimentícios. Como exemplo específico, o xarope resistente à digestão ou os sólidos de xarope resistentes à digestão podem ser usados para substituir outros sólidos adoçantes numa base de 1:1, até uma substituição completa dos sólidos de açúcar. Em níveis altos de substituição de sólidos adoçantes, o dulçor do produto alimentício poderia ser reduzido, porém a sensação na boca e a liberação de sabor permaneceriam

substancialmente iguais, ao passo que o teor de açúcar e calórico seriam reduzidos. Da mesma forma, o xarope resistente à digestão poderia ser usado como agente de volume, em substituição à gordura, farinha ou outros ingredientes numa fórmula alimentícia. Alternativamente, o xarope resistente à digestão pode ser usado em produtos alimentícios em combinação com adoçantes tais como sacarose, HFCS, ou frutose, não resultando em alteração no dulçor total do produto alimentício. Como outro exemplo, o xarope resistente à digestão pode ser usado em produtos alimentícios em combinação com sucralose ou outros adoçantes de alta intensidade, o que permite a substituição do adoçante sem alterar o dulçor ou a sensação na boca do produto alimentício.

O xarope de oligômero resistente à digestão pode ser usado em produtos alimentícios em combinação com amido resistente, polidextrose, ou outras fontes de fibra, para aumentar o teor de fibra do produto alimentício, incrementar o benefício fisiológico do consumo do produto, reduzir o teor calórico, e/ou aumentar o perfil nutricional do produto.

O xarope de oligômero resistente à digestão pode ser usado em produtos alimentícios em combinação com agentes de volume, tais como álcoois de açúcar ou maltodextrinas, para reduzir o teor calórico e/ou aumentar o perfil nutricional do produto. O xarope pode também ser usado como substituto parcial de gordura em produtos alimentícios.

O xarope de oligômero resistente à digestão pode ser usado em produtos alimentícios como amaciantes ou texturizadores para aumentar a crocância, melhorar o apelo visual, e/ou melhorar a reologia de massas em geral ou de outras composições alimentícias. O xarope pode também ser usado em produtos alimentícios como umectante, para aumentar o prazo de validade do produto e/ou produzir uma textura mais leve e mais úmida. Pode também ser usado em produtos alimentícios para reduzir a

atividade aquosa ou para imobilizar e controlar a água. Usos adicionais do xarope incluem: substituir a mistura de ovos e/ou aumentar o brilho superficial de um produto alimentício, alterar a temperatura de gelatinização de amido de farinha, modificar a textura do produto, e
5 aumentar o douramento do produto.

Pelo menos em algumas concretizações da invenção, o xarope de oligômero resistente à digestão possui uma ou mais das seguintes vantagens: alta solubilidade, o que
10 relativamente facilita sua incorporação a composições alimentícias, tais como massas em geral; estabilidade sob temperaturas elevadas e/ou pH ácido (algumas outras fibras solúveis, tal como a inulina, não são tão estáveis), dulçor mais baixo, sabor intacto e cor clara.
15 As propriedades do xarope permitem que os produtos alimentícios nos quais é utilizado tenham uma rotulagem clara. Em algumas concretizações da invenção, o xarope de oligômero resistente à digestão contém cerca de 2 calorias por grama (d.s.b.) o que pode reduzir o teor
20 calórico total de um produto alimentício.

O xarope de oligômero resistente à digestão da presente invenção pode ser usado numa variedade de tipos de produtos alimentícios. Um tipo de produto alimentício no qual o xarope pode ser muito útil são os produtos de
25 panificação, tais como bolos, "brownies", biscoitos tipo "cookies", biscoitos crocantes ("cookie crisps"), brioches, pães e massas doces. Produtos de panificação convencionais podem ter teor de açúcar e de carboidratos totais relativamente altos. O uso de xarope resistente à
30 digestão como ingrediente em produtos de panificação pode ajudar a reduzir os níveis de açúcar e carboidratos, bem como as calorias totais, enquanto aumenta o teor de fibra do produto de panificação.

Existem duas categorias principais de produtos de
35 panificação: fermentados com fermento biológico ou levedados quimicamente. Nos produtos preparados com fermento biológico, tais como "donuts", massas doces e

pães em geral, o xarope de oligômero resistente à digestão pode ser usado para substituir açúcares, porém uma pequena quantidade de açúcar pode ainda ser desejada devido à necessidade para obter um substrato de fermentação para o fermento biológico ou para douramento de crosta. Os sólidos de xarope de oligômero resistente à digestão (ex: sólidos de xarope de milho resistentes à digestão) podem ser adicionados de forma similar aos adoçantes nutritivos em pó, com outros ingredientes em pó, não exigindo nenhum manuseio especial. O xarope de milho resistente pode ser adicionado a outros líquidos em substituição direta de xaropes ou de adoçantes líquidos. A massa poderia então ser processada sob condições comumente utilizadas na indústria de panificação incluindo, ser misturada, fermentada, dividida, formada ou extrusada em filões ou outros formatos, impermeabilizada, bem como assada ou frita. O produto pode assado ou frito utilizando condições similares às dos produtos tradicionais. Os pães são comumente assados a temperaturas que variam de 420°C a 520°F durante 20 a 23 minutos e os bolinhos (roschas, sonhos, etc) podem ser fritos a temperaturas que variam de 400 - 415°F, embora outras temperaturas e tempos também possam ser usados. Os adoçantes de alta intensidade podem ser adicionados às massas de bolinhos, conforme necessário para se obter dulçor ou perfil de sabor ótimos.

Produtos levedados quimicamente possuem tipicamente mais açúcar e podem conter um nível mais elevado de xarope/sólidos de milho resistentes. Um biscoito acabado pode conter 30% de açúcar, podendo ser substituído, total ou parcialmente, por xarope/sólidos de milho resistente. Esses produtos podem ter um pH de 4-9,5, por exemplo. O teor de umidade pode estar entre 2-40%, por exemplo.

O xarope/sólidos de milho resistente é prontamente incorporado, podendo ser adicionado à gordura no início da mistura durante uma etapa de preparação de creme ou em qualquer método similar ao xarope ou adoçante em pó que

estiver sendo usado na substituição. O produto seria misturado e então formado, por exemplo, passado em rolo laminador, submetido à corte rotativo, cortado com fio, ou utilizado outro processo de formação. Os produtos
5 seriam então assados sob condições típicas de panificação, por exemplo 200-450°F.

O xarope/sólidos de milho resistentes podem também ser usados para formar glaçados de açúcar no estado amorfo, para aderir partículas a produtos de panificação, e/ou
10 para formar uma película ou cobertura que melhore o aspecto de um produto de panificação. Sólidos de xarope de milho resistentes, como outros açúcares amorfos, formam glaçados com aquecimento e posterior resfriamento a uma temperatura abaixo de sua temperatura de transição
15 vítrea.

Outro tipo de produto alimentício no qual o xarope pode ser usado é o cereal matinal. Por exemplo, o xarope de milho resistente de acordo com a presente invenção pode ser usado para substituir total ou parcialmente o açúcar
20 contido nos pedaços de cereais extrudados e/ou na cobertura externa de tais pedaços. O revestimento é tipicamente de 30-60% do peso total do pedaço de cereal acabado. O xarope pode ser aplicado através de pulverização ou chuveiro, por exemplo. A fórmula para a
25 cobertura pode ser tão simples quanto uma solução a 75% de xarope de milho resistente. O xarope de milho resistente pode também ser misturado com açúcar em várias porcentagens, ou com outros adoçantes ou polióis. A umidade extra pode então ser evaporada num forno de baixo
30 aquecimento. Num pedaço extrusado, os sólidos de xarope de milho resistente podem ser adicionados diretamente com os ingredientes secos, ou a forma de xarope poderia ser medida na extrusora com água ou separadamente. Uma pequena quantidade de água poderia ser adicionada na
35 extrusora, que então poderia passar por diversas zonas com temperaturas variando de 100°F a 300°F. Opcionalmente, outras fontes de fibra, tal como amido

resistente podem ser usadas no pedaço extrusado. O uso do xarope de milho resistente poderia criar uma textura diferente da de outras fontes de fibra. Seu uso isolado ou em combinação com outras fibras pode alterar a textura criando uma diversidade de produtos.

Outro tipo de produto alimentício no qual o xarope pode ser usado são os produtos lácteos. Exemplos de produtos lácteos nos quais pode ser utilizado incluem iogurte, bebidas à base de iogurte, bebidas lácteas, leite aromatizado, bebidas de frutas ("smoothies"), sorvetes, "shakes", queijo cottage, molhos para salada à base de queijo cottage, e sobremesas lácteas, tais como queijo "quarg" e produtos do tipo musse batida. Isso inclui produtos lácteos destinados ao consumo direto (ex: bebidas embaladas à base de frutas) bem como os destinados à mistura com outros ingredientes (ex: bebidas de frutas mistas). Pode ser usado em produtos lácteos pasteurizados, como os que são pasteurizados a uma temperatura variando de 160°F a 285°F. A substituição total de açúcares num produto lácteo é possível (até 24% da fórmula total). O xarope de milho resistente é geralmente estável em pHs ácidos (a faixa de pH de bebidas lácteas seria tipicamente de 2-8).

Outro tipo de produto alimentício no qual o xarope pode ser usado são os doces. Exemplos de doces nos quais o xarope pode ser utilizado incluem balas duras, "fondants", "nougats" e marshmallows, balas gelatinosas ou gomas, gelatinas, chocolate, alcaçuz, goma de mascar, caramelos e tofes (balas de leite), balas de hortelã, confeitos drageados, e petiscos de frutas. Nos petiscos de frutas, o xarope de milho resistente pode ser usado em combinação com suco de frutas. O suco de fruta pode prover a maior parte do dulçor, e o xarope de milho resistente poderia reduzir o teor total de açúcar e adicionar fibra. O xarope pode ser adicionado à pasta doce inicial e aquecido até se obter o teor final de sólidos. A pasta poderia ser aquecida de 200-305°F para

se obter o teor final de sólidos. Poder-se-ia adicionar ácido antes ou após o aquecimento para dar um pH final de 2-7. O xarope de milho resistente poderia ser usado como substituto para 0-100% do açúcar e 1-100% do xarope de milho ou outros adoçantes presentes.

Outro tipo de produto alimentício no qual o xarope pode ser usado são as geléias e gelatinas. As geléias contêm pedaços de frutas, ao passo que as gelatinas são preparadas com o suco da fruta. O xarope de milho resistente pode ser usado em lugar de açúcar ou de outros adoçantes como segue: pesar a fruta e o suco num tanque. Misturar previamente o açúcar, o xarope de milho resistente e a pectina. Adicionar a composição em pó ao líquido e cozinhar até uma temperatura de 214-220°F. Despejar ainda quente em potes e esterilizar por 5-30 minutos.

Outro tipo de produto alimentício no qual o xarope pode ser usado são as bebidas. Exemplos de bebidas nas quais pode ser utilizado incluem as bebidas carbonatadas, sucos de frutas, misturas concentradas de suco (ex: margarita mix), água filtrada, e misturas em pó para o preparo de bebidas. O uso do xarope de milho resistente da presente invenção poderia resolver, em muitos casos, os problemas de limpidez que ocorrem quando outros tipos de fibra são adicionados às bebidas. Uma substituição total de açúcares é possível (que poderia ser, por exemplo, de até 12% da fórmula total). Devido à estabilidade do xarope em pHs ácidos, ele deve ser usado em bebidas com um pH variando de 2-7, por exemplo. O xarope de milho resistente pode ser usado em bebidas processadas a frio e em bebidas pasteurizadas.

Outro tipo de produto alimentício no qual o xarope poderia ser usado são os recheios com alto teor de sólidos. Exemplos de recheio com alto teor de sólidos nos quais o xarope pode ser usado incluem recheios de barras nutricionais, torradas, "donuts" e biscoitos tipo "cookies". O recheio com alto teor de sólidos pode ser um

recheio de fruta/ácido ou um recheio condimentado, por exemplo. Pode ser adicionado a produtos de consumo direto, ou a produtos que serão submetidos a processamento adicional por um processador de alimentos (adicionalmente assado) ou pelo consumidor (recheio estável ao cozimento). Em algumas concretizações da invenção, os recheios com alto teor de sólidos teriam uma concentração de sólidos entre 67-90%. Os sólidos poderiam ser totalmente substituídos por xarope de milho resistente, ou poderiam ser usados como substituto parcial de outros sólidos adoçantes presentes (ex: substituição dos atuais sólidos em 5-100%). Tipicamente, os recheios de frutas teriam um pH de 2-6, ao passo que os recheios condimentados teriam um pH entre 4-8. Os recheios poderiam ser preparados a frio ou aquecidos até uma temperatura de 250°F, para evaporar e obter o teor final de sólidos desejado.

Outro tipo de produto alimentício no qual o xarope pode ser usado são os salgadinhos extrusados e laminados. Exemplos de salgadinhos extrusados e laminados nos quais o xarope pode ser usado incluem salgadinhos folhados, "crackers", salgadinhos tipo tortilha e salgadinhos de milho. Ao preparar uma porção extrusada, o xarope/sólidos resistentes de milho seriam adicionados diretamente aos produtos secos. Uma pequena quantidade de água poderia ser adicionada à extrusora, e então passaria por diversas zonas com temperaturas variando de 100°F a 300°F. Esse xarope/sólidos de milho resistentes em pó podem ser adicionados a níveis de 0-50% da mistura de produtos em pó. O xarope de milho resistente líquido poderia também ser adicionado numa das saídas de líquido ao longo da extrusora. O produto sairia ou com baixo teor de umidade (5%) e então seria assado para remover a umidade residual, ou com um teor de umidade ligeiramente mais elevado (10%) e então seria frito para remover a umidade e cozinhar o produto. O cozimento em forno seria conduzido a temperaturas de até 500°F por 20 minutos. O

cozimento em forno seria mais tipicamente conduzido a 350°F por 10 minutos. A fritura seria conduzida tipicamente a 350°F por 2-5 minutos. Num salgadinho laminado, os sólidos de xarope de milho resistente

5 poderiam ser usados como substituto parcial de outros ingredientes secos (ex: farinha), o que poderia ser de 0-50% do peso seco. O produto poderia ser misturado a seco e então acrescido de água para formar uma massa bem ligada. A mistura de produto poderia ter um pH de 5 a 8.

10 A massa seria então passada em rolo laminador e cortada e então assada ou frita. O cozimento em forno poderia ocorrer a temperaturas de até 500°F durante 20 minutos. A fritura poderia tipicamente ocorrer a 350°F durante 2-5 minutos. Outro benefício potencial do uso de xarope de

15 milho resistente é a redução do teor de gordura de salgadinhos fritos em até 15%, quando o xarope é adicionado como ingrediente interno ou como cobertura na parte externa de um alimento frito.

Outro tipo de produto alimentício no qual o xarope pode

20 ser usado são as sobremesas de gelatina. Os ingredientes para sobremesas de gelatina são freqüentemente vendidos na forma de uma mistura em pó contendo gelatina como agente gelificante. Os sólidos de açúcar poderiam ser substituídos parcial ou totalmente por sólidos de xarope

25 de milho resistente na mistura em pó. A mistura em pó pode então ser misturada com água e aquecida até 212°F para dissolver a gelatina, podendo então ser adicionada mais água e/ou fruta para completar a preparação da sobremesa de gelatina. A gelatina é então deixada esfriar

30 e endurecer. A gelatina pode também ser vendida em embalagens que não necessitam de refrigeração ("shelf-stable"). Nesse caso, o estabilizante é geralmente à base de carragena. Conforme afirmado acima, o xarope de milho resistente pode substituir em até 100% os outros sólidos

35 adoçantes. Os ingredientes secos são misturados nos líquidos, pasteurizados e colocados em taças e deixados esfriar e endurecer. As taças geralmente possuem uma

tampa laminada.

Outro tipo de produto alimentício no qual o xarope pode ser usado são as barras nutricionais. Exemplos de barras nutricionais nas quais o xarope pode ser utilizado
5 incluem barras matinais e barras que substituem refeições, barras nutricionais, barras de granola, barras de proteínas e barras de cereais. Pode ser usado em qualquer parte das barras nutricionais, tal como no recheio com alto teor de sólidos, no xarope ligante ou na
10 porção particulada. Uma substituição total ou parcial do açúcar no xarope ligante é possível com o uso de xarope de milho resistente. O xarope ligante possui tipicamente de 50-90% de sólidos, e é aplicado a uma relação que varia de 10% de xarope ligante para 90% de particulados,
15 a 70% de xarope ligante para 30% de particulados. O xarope ligante é preparado aquecendo-se uma solução de adoçantes, agentes de volume e outros ligantes (como amido) até 160-230°F dependendo dos sólidos finais necessários para o xarope). O xarope é então misturado
20 com os particulados para cobri-los, provendo uma cobertura por toda a matriz. O xarope de milho resistente pode também ser usado no próprio particulado que poderia ser uma porção extrusada, diretamente expandida ou intumescido. Poderia ser usado em combinação com outros
25 ingredientes em grãos, farinha de milho, farinha de arroz, ou outro ingrediente similar.

Outro tipo de produto alimentício no qual o xarope pode ser usado é o queijo, molhos de queijo, e outros produtos de queijo. Exemplos de queijo, molhos de queijo e outros
30 produtos de queijo nos quais o xarope pode ser usado incluem queijo com teor mais baixo de sólidos lácteos, queijo de baixa gordura, e queijo de baixa caloria. No queijo em barra, o xarope pode ajudar a melhorar as características de derretimento, ou a diminuir o efeito
35 de limitação ao derretimento causado por outros ingredientes tal como o amido. Pode também ser usado em molhos de queijo, por exemplo como agente de volume, para

substituir a gordura, os sólidos lácteos, ou outros tipos de agentes de volume.

Outro tipo de produto alimentício no qual o xarope/sólidos podem ser usados são as películas
5 comestíveis e/ou solúveis em água. Exemplos de películas nas quais o xarope pode ser usado incluem películas usadas para envolver misturas em pó para uma variedade de alimentos e bebidas destinadas à dissolução em água, ou películas usadas para conferir cor ou sabor, tal como uma
10 película de tempero adicionada a um alimento após o cozimento enquanto ainda está quente. Outras aplicações de película incluem, porém não se restringem a coberturas para frutas e vegetais e outras películas flexíveis.

Outro tipo de produto alimentício no qual o xarope pode
15 ser usado são as sopas, xaropes, molhos e molhos para salada. Um tempero típico pode ter de 0-50% de óleo, com uma faixa de pH de 2-7. Pode ser processado a frio ou a quente. Pode ser misturado, e então ser adicionado de estabilizante. O xarope de milho resistente pode ser
20 facilmente adicionado na forma líquida ou seca com os outros ingredientes, conforme necessário. A composição do molho para salada pode necessitar de aquecimento para ativar o estabilizante. Condições de aquecimento típicas podem ser de 170-200°F durante 1-30 minutos. Após
25 resfriamento, é adicionado óleo para preparar uma pré-emulsão. O produto é então emulsificado utilizando um homogeneizador, moinho colóide, ou outro processo de alto cisalhamento.

Os molhos podem ter de 0-10% de óleo e de 10-50% de
30 sólidos totais, e um pH de 2-8. Os molhos podem ser processados a frio ou a quente. Os ingredientes são misturados e então processados termicamente. O xarope de milho resistente pode ser facilmente adicionado na forma líquida ou seca aos outros ingredientes, conforme
35 necessário. O aquecimento típico seria de 170-200°F durante 1-30 minutos.

As sopas são mais tipicamente de 20-50% de sólidos, numa

faixa de pH mais neutro (4-8). Podem ser uma mistura em pó, à qual os sólidos de xarope de milho resistente podem ser adicionados, ou uma sopa líquida que é enlatada e então esterilizada. Em sopas, o xarope de milho

5 resistente pode ser usado em até 50% de sólidos, embora um uso mais típico seria liberar 5g de fibra/porção. Os xaropes podem incorporar o xarope de milho resistente até uma substituição de 100% dos sólidos de açúcar. Tipicamente, seria de 12-20% do xarope no estado em que

10 se encontra. O xarope de milho resistente seria adicionado à água e então pasteurizado e envasado a quente para tornar o produto seguro e não necessitar de refrigeração (tipicamente 185°F durante um minuto de pasteurização).

15 Outro tipo de produto alimentício no qual o xarope pode ser usado são os substitutos de creme para café ("creamers"). Exemplos de substitutos de creme para café nos quais o xarope pode ser utilizado incluem tanto os substitutos de creme líquidos como os secos. Um

20 substituto de creme para café em pó pode ser misturado com substitutos de creme em pó comerciais dos seguintes tipos de gordura: óleo de soja, coco, palma, girassol, ou canola, ou óleo de manteiga. Essas gorduras podem ser hidrogenadas e não-hidrogenadas. Os sólidos de xarope de

25 milho resistente podem ser adicionados como uma fonte de fibra, opcionalmente junto com os frutooligossacarídeos, polidextrose, inulina, maltodextrina, amido resistente, sacarose, e/ou sólidos de xarope de milho convencionais. A composição pode também conter adoçantes de alta

30 intensidade, tal como a sucralose, acesulfame potássico, aspartame ou suas combinações. Esses ingredientes podem ser misturados a seco para produzir a composição desejada.

Um substituto de creme em pó secado por pulverização é

35 uma combinação de gordura, proteína e carboidratos, emulsificantes, sais emulsificantes, adoçantes, e agentes anti-aglutinantes. A fonte de gordura pode ser um ou mais

de óleo de soja, coco, palma, girassol ou canola ou óleo de manteiga. A proteína pode ser caseinatos de sódio ou cálcio, proteínas lácteas, proteínas do soro do leite, ou proteínas de soja. O carboidrato pode ser o xarope de milho resistente isoladamente ou em combinação com frutooligossacarídeos, polidextrose, inulina, amido resistente, maltodextrina, sacarose, ou xarope de milho. Os emulsificantes podem ser mono e diglicerídeos, mono e diglicerídeos acetilados, ou monoésteres de propileno glicol. Os sais podem ser citrato trissódico, fosfato monossódico, fosfato dissódico, fosfato trissódico, pirofosfato tetrassódico, fosfato monopotássico, e/ou fosfato dipotássico. A composição pode também conter adoçantes de alta intensidade, tais como sucralose, acesulfame potássico (acesulfame-K), aspartame ou suas combinações. Agentes anti-aglutinantes apropriados incluem silicoaluminatos de sódio ou dióxidos de sílica. Os produtos são combinados em pasta, opcionalmente homogeneizados, e secados por pulverização numa forma granular ou aglomerada.

Os substitutos de creme para café líquidos são simplesmente uma emulsão homogeneizada e pasteurizada de gordura (gordura láctea ou óleo vegetal hidrogenado), alguns sólidos lácteos ou caseinatos, xarope de milho, e baunilha ou outros aromatizantes, bem como uma mistura estabilizante. O produto é geralmente pasteurizado através de HTST (curto período de tempo sob alta temperatura) a 185°F por 30 segundos, ou UHT (ultra-alta temperatura), a 285°F durante 4 segundos, e homogeneizado num homogeneizador de dois estágios a 500-3000 psi no primeiro estágio e 200-1000 psi no segundo estágio. O substituto de creme para café é geralmente estabilizado para que não se decomponha ao ser adicionado ao café.

Outro tipo de produto alimentício no qual o xarope pode ser utilizado são as coberturas para alimentos, tais como merengues, glacês e brilhos. Em merengues e glacês, o xarope de milho resistente pode ser usado como substituto

do adoçante (total ou parcial) para reduzir o teor calórico e aumentar o teor de fibras. Os brilhos são constituídos de cerca de 70-90% de açúcar, com a maior parte do restante sendo água, e o xarope de milho resistente pode ser usado para substituir total ou parcialmente o açúcar. O glacê tipicamente contém cerca de 2-40% de uma combinação líquida/sólida de gordura, cerca de 20-75% de sólidos adoçantes, corante, aromatizante e água. O xarope de milho resistente pode ser usado para substituir total ou parcialmente os sólidos adoçantes, ou como agente de volume em sistemas com teor de gordura mais baixo.

Outro tipo de produto alimentício no qual o xarope pode ser usado são as rações para animais domésticos, tais como rações secas ou úmidas para cães. As rações para animais domésticos são preparadas numa variedade de formas, tais como extrusão, formação e formulação como molho de carne. O xarope de milho resistente pode ser usado a níveis de 0-50% em cada um desses tipos.

Outro tipo de produto alimentício no qual o xarope pode ser usado são as tortilhas, que geralmente contém farinha de trigo e/ou farinha de milho, gordura, água, sal e ácido fumárico. O xarope de milho resistente pode ser usado para substituir a farinha ou a gordura. Os ingredientes são misturados e então passados em rolo laminador ou triturados e então cozidos. Essa adição pode ser usada para acrescentar fibra ou aumentar o prazo de validade.

Outro tipo de produto alimentício no qual o xarope pode ser usado é o peixe e a carne. O xarope de milho convencional já é utilizado em algumas carnes, de forma que o xarope de milho resistente pode ser usado como substituto parcial ou total. Por exemplo, o xarope de milho resistente pode ser adicionado à salmoura antes de ser agitado a vácuo ou injetado na carne. Pode ser adicionado a sal e fosfatos, e opcionalmente a ingredientes ligantes a água tal como amido, carragena ou

proteínas de soja. É utilizado para adicionar fibra, com um nível típico de 5g/porção o que se poderia afirmar que é uma excelente fonte de fibra.

5 Outro tipo de produto alimentício no qual o xarope poderia ser usado são as frutas secas (infusas). Muitos tipos de frutas secas só são estáveis e palatáveis se forem infundidas com açúcar. O xarope de milho resistente pode ser substituído pelo açúcar total ou parcialmente. Por exemplo, o xarope de milho resistente pode ser
10 adicionado à salmoura utilizada para infundir a fruta antes da secagem. Agentes estabilizantes tais como sulfatos podem também ser usados nessa salmoura.

Outro tipo de produto no qual o xarope pode ser utilizado é o alimento para bebês e crianças. O xarope de milho
15 resistente pode ser usado como substituto ou complemento de um ou mais ingredientes convencionais para tal alimento. Devido a seu sabor suave e cor clara, pode ser adicionado a uma variedade de alimentos infantis para reduzir o teor de açúcar e aumentar o teor de fibras.

20 Outro tipo de produto alimentício no qual o xarope pode ser usado são as massas (de panqueca, bolo, etc.) e empanamentos para carne. Isso pode ser feito substituindo-se total ou parcialmente os componentes secos da massa e/ou do empanamento (ex: ingredientes tipo
25 farinha) pelo xarope de milho resistente, ou utilizar em combinação com adição ao músculo da carne ou ao próprio alimento frito. Poderia ser usado como agente de volume, para adição de fibras, ou para reduzir a gordura no alimento frito.

30 O processo aqui descrito tira vantagem de uma fração do xarope de sacarídeo (ex: corrente 26, Fig. 1) que é resistente à sacarificação. Ao separar esse material como produto purificado, ele pode ser empregado por suas próprias propriedades úteis, em vez de ser um sub-produto
35 indesejável em xaropes que são principalmente monossacarídeos, tal como o xarope de milho com alto teor de frutose. A remoção de uma porcentagem maior de

oligossacarídeos do xarope de milho com alto teor de frutose permite que o produto se torne mais puro (ou seja, com uma concentração maior de dextrose e frutose) e assim mais valioso.

5 Os produtos alimentícios da presente invenção podem também ser usados para ajudar a controlar a concentração de glicose sangüínea em mamíferos, tais como humanos, que sofrem de diabete. Quando o produto alimentício é consumido pelo mamífero, os componentes lentamente
10 digeríveis e/ou resistentes à digestão no produto alimentício podem causar uma resposta glicêmica relativa mais moderada na corrente sangüínea, o que pode ser benéfico para pacientes diabéticos. "Controle" no presente contexto deve ser entendido como um termo
15 relativo, ou seja, a resposta glicêmica pode ser melhorada em relação à que ocorre quando o mesmo mamífero consome um produto alimentício similar que não contenha tais componentes resistentes à digestão e/ou lentamente digeríveis, embora a resposta glicêmica possa não ser
20 necessariamente equivalente ao que seria observado num mamífero que não sofresse de diabete.

Certas concretizações da invenção podem ser entendidas com base nos seguintes exemplos.

Exemplo 1

25 O xarope de refinado foi obtido de uma unidade onde o amido de milho estava sendo processado em xarope de milho com alto teor de frutose. O refinado foi produzido através de separação cromatográfica e compreendia principalmente frutose e dextrose. O refinado foi
30 submetido à nanofiltração utilizando um cartucho de nanofiltração Desal DK1812C-31D a uma pressão de cerca de 500 psi e a uma temperatura de 40-60°C. O retentado da nanofiltração foi descolorido com carvão ativado e então evaporado até aproximadamente 80% de sólidos secos. Uma
35 análise de sacarídeos do produto seco foi conduzida através de cromatografia HPAE-PAD e os resultados são mostrados na Tabela 1.

Tabela 1

Componente	% em peso d.s.b.
dextrose	38,9%
frutose	6,1%
isomaltose	14,3%
maltose	10,5%
maltotriose	0,3%
panose	9,5%
sacarídeos lineares superiores	0,0%
sacarídeos não lineares superiores	20,4%

Este material, denominado Refinado Leve, foi testado quanto à digestibilidade utilizando um ensaio "Englyst". Cerca de 600 mg de carboidrato d.s.b. foram adicionados a 20 ml de tampão de acetato de sódio 0,1M num tubo de ensaio. Os conteúdos foram misturados e então aquecidos até cerca de 92°C por 30 minutos, e então resfriados até 37°C. Então, 5 ml de solução enzimática foram adicionados ao tubo de ensaio e sacudidos em banho maria a 37°C. Pequenas amostras foram removidas aos 20 minutos e aos 120 minutos. A enzima foi inativada, as amostras filtradas e medidas quanto à digestibilidade utilizando um teste de glicose da YSI Inc. Um Refinado Pesado, processado numa operação de nanofiltração separada, porém similar, foi também testado utilizando o mesmo ensaio. O Refinado pesado continha 25-35% de sólidos secos, ao contrário dos 15-25% de sólidos secos do Refinado Leve, porém ambos apresentavam aproximadamente a mesma porcentagem de sacarídeos de baixo peso molecular. Um amido de batata cozido, que não havia sido nanofiltrado, também foi analisado para fins de comparação. Os resultados do ensaio de digestibilidade e de uma análise de sacarídeo são mostrados na Tabela 2. O amido de batata cozido foi incluído na Tabela 2 para fins de comparação. Todas as porcentagens da Tabela 2 são em d.s.b. (à base de sólidos secos).

Tabela 2

Material	% rapidamente digerível	% lentamente digerível	% resistente	% monossacarídeos (por HPAE)	% oligosacarídeos (por HPAE)
Rafinado leve	45	3	52	45	55
Rafinado pesado	41	3	56	44	56
Amido de batata (cozido)	78	11	11	44	56

Houve uma excelente correlação entre a porcentagem de oligossacarídeos no material e a porcentagem do material resistente à digestão.

5 Exemplo 2

Cerca de 1,025L de xarope de refinado com 21,4% sólidos secos foi obtido de uma estação na qual o amido de milho estava sendo processado em xarope de milho com alto teor de frutose. O refinado foi produzido através de separação cromatográfica, e compreendia principalmente frutose e dextrose. O refinado foi submetido à nanofiltração utilizando dois cartuchos de nanofiltração Desal NF3840C-50D a uma pressão de cerca de 500 psi e a uma temperatura de 40-60°C. Após o material de partida ter sido reduzido em um fator de cerca de 20, o retentado foi submetido a cerca de 2 volumes de diafiltração de volume constante utilizando água DI. Após a diafiltração, 27,6kg de produto retentado (a 33,8% ds) foram coletados. Esse material foi descolorido com carvão ativado (0,5% em peso de sólidos de xarope) agitando-se num refrigerados da noite para o dia. Essa pasta foi esterilizada através de filtração num cartucho de filtração de fibra oca de 0,45 micron e evaporada em partes até uma concentração média de cerca de 73% ds.

25 Uma análise de sacarídeos do produto seco foi conduzida através de cromatografia HPAE-PAD e os resultados são mostrados na Tabela 3.

Tabela 3

Componente	% em peso d.s.b.
dextrose	4,5%
frutose	0,9%
isomaltose	20,6%
maltose	23,5%
maltotriose	0,4%
panose	20,9%
sacarídeos lineares superiores	0,0%
sacarídeos não lineares superiores	29,1%

Exemplo 3 - Preparação de oligômeros não lineares a partir de dextrose através de enzima

Os xaropes de dextrose concentrados com concentrações de sólidos de 74%, 79,5% e 80% foram preparados (1) evaporando-se o xarope diluído ou (2) adicionando-se água ao pó de dextrose. Cada mistura de dextrose/água foi colocada num recipiente apropriado e aquecida até 60°C em banho maria.

Enzima glucoamilase (Dextrozyme ou Spirizyme da Novozymes A/S) foi adicionada ao xarope - aproximadamente 400 µl de enzima para 30 ml de xarope. O recipiente contendo xarope foi coberto, e então sacudido vigorosamente para distribuir a enzima. O xarope retornou ao banho maria mantido a 60°C.

A alteração na distribuição de açúcar foi monitorada ao longo do tempo transferindo-se 2-4 ml de xarope para um pequeno frasco de vidro, e aquecendo-o num bloco de aquecimento até aproximadamente 85-90°C para desativar a enzima.

A concentração de diversas espécies de açúcar foi determinada através de Troca Aniônica de Alto Desempenho com Detecção Amperométrica Pulsada (HPAE-PAD). Um cromatógrafo iônico Dionex, DX500, equipado com detector eletroquímico e bomba gradiente, foi utilizado nas análises. Os açúcares foram separados em colunas analíticas e protetoras Dionex Carbopac PA1 com liberação de gradiente de um eluente de hidróxido de sódio e acetato de sódio. Os açúcares foram detectados utilizando-se um eletrodo de ouro com uma forma de onda

de quatro potenciais. As amostras foram diluídas com água e passadas por dispositivos de filtro centrífugo Amicon Ultra-4 antes da análise.

A Figura 2 ilustra as quantidades relativas de dextrose, isomaltose e "superiores não lineares" (que neste caso refere-se a oligômeros não lineares com um grau de polimerização de quatro ou mais) em xaropes de três composições iniciais diferentes de dextrose com 1,3% vol/vol de Dextrazyme, uma enzima glucoamilase comercial da Novozymes, durante 48 horas a 60°C. À medida que aumentava a concentração do xarope, a quantidade de dextrose monomérica, em relação a outros açúcares, diminuía, e aumentava a quantidade de oligômeros superiores não lineares.

Exemplo 4 - Preparação de xarope de oligômero a partir de xaropes de milho

Os substratos de partida foram obtidos com uma faixa de graus de conversão, de licor-mãe de dextrose ("greens") (95% dextrose) em xarope Staley 200 ligeiramente convertido (26 DE, 5% dextrose) e incluindo xarope com alto teor de maltose (34%), Neto 7300. Os produtos específicos utilizados como materiais de partida neste exemplo foram o xarope de milho Staley®200, Staley®300, Staley®1300, Neto®7300 e Sweetose®4300, bem como dextrose Staleydex®3370. Algumas características desses materiais constam da Tabela 4.

Tabela 4

	Staley 200	Staley 300	Staley 1300	Neto 7300	Sweetose 4300	Staleydex 3370
Grau de conversão	muito baixo	baixo	regular	regular	alto	alto
Tipo de conversão	ácido- enzima	ácido	ácido	ácido- enzima	ácido- enzima	ácido- enzima
% Dextrose equiv. (D.E.)	26	35	43	42	63	95
% dextrose	5	13	19	9	37	90
% maltose	8	10	14	34	29	4
% maltotriose	11	11	13	24	9	2
% sacarídeos superiores	76	66	54	33	25	-

Embora muitos xaropes menos convertidos tenham quantidades substanciais de oligômeros superiores não lineares com um grau de polimerização de quatro ou mais (NL DP 4+), eles também possuem quantidades substanciais
5 de oligômeros lineares. Diversos desses xaropes contêm oligômeros lineares mensuráveis até DP 17. A Figura 3 mostra as distribuições iniciais de sacarídeos.

As enzimas utilizadas foram as glucoamilases Spirizyme Plus FG e Dextrozyme DX 1,5X e a pululanase Promozyme D2
10 (fornecidas pela Novozymes), Celulase CG 220 e Transglucosidase L-500 (fornecidas pela Genencor), Glucoamilase GA150 (fornecida pela Sunson Industry Group) e Transglucosidase L (fornecida pela Bio-Cat Inc.).

Os diversos xaropes de milho foram ajustados em
15 aproximadamente 70% ds (sólidos secos). Aproximadamente 3,3% (em volume) da Enzima Spirizyme Plus FG foram adicionados a cada um em tubos de 50 ml. Os xaropes foram aquecidos em banho maria a 60°C por aproximadamente 4 dias. A enzima foi desativada aquecendo-se os xaropes até
20 aproximadamente 85°C durante 10 min. A Figura 4 mostra as distribuições finais de sacarídeo. Todos os xaropes atingiram uma distribuição de açúcar comparável ao final do tratamento de quatro dias. Após a reversão, restaram muito poucos oligômeros lineares, observando-se um
25 aumento no teor de oligômeros não lineares.

Diversos pontos devem ser observados. Primeiro, o xarope Staleydex revertido tinha um teor de dextrose um pouco mais elevado e um teor mais baixo de oligômeros não lineares do que os outros xaropes. Embora todos os
30 xaropes tivessem sido ajustados em aproximadamente 70% ds antes da reversão, os xaropes menos convertidos, com baixo teor inicial de dextrose, consumiram água assim que a nova distribuição foi estabelecida, e as concentrações finais foram de 4-9 pontos percentuais mais altos do que
35 o xarope 3370 revertido. (A hidrólise de um oligômero DP6 simples de dextrose a seis moléculas de dextrose, por exemplo, consome cinco moléculas de água). Conforme

mostra a Tabela 5, os teores de água dos xaropes revertidos tendem a diminuir em relação ao teor de dextrose, e a tendência é inversa com os teores de oligômero superior.

5 Tabela 5

Xarope de partida	Concentrações após Reversão, %		
	Água	Dextrose	NL DP4+
Staydex 3370	28	54	23
Sweetose 4300	25	49	27
Neto 7300	21	48	27
Staley 1300	24	48	27
Staley 300	19	47	27
Staley 200	20	46	28

O teor mais baixo de água direciona o equilíbrio para uma concentração mais alta de produtos de reversão. Se o teor de água tivesse sido ajustado para que os teores finais de água fossem idênticos, acreditamos que as distribuições de açúcar também seriam idênticas.

Em segundo lugar, todos os xaropes após reversão apresentavam porcentagens muito mais altas de oligômeros ramificados em cada grau de polimerização (DP) do que os oligômeros lineares. Compare a quantidade relativa de maltose vs. isomaltose, panose vs. maltotriose e NL DP4+ vs. oligômeros lineares de DP4 e superior (dos quais virtualmente nada resta após reversão).

A Figura 5 mostra a alteração nas concentrações de maltose e isomaltose ao longo do tempo quando um xarope de dextrose concentrado foi tratado com Spirizyme. Parece que os oligômeros lineares são os produtos cinéticos, ao passo que os oligômeros não lineares são os produtos termodinâmicos. Ou seja, a formação do dímero linear, maltose, a partir de dextrose é uma reação rápida e reversível, com baixa energia de ativação. A formação do dímero não linear, isomaltose, é uma reação mais lenta, e sua reação reversa tem alta energia de ativação.

As Figuras 6 e 7 mostram a mudança nas concentrações de maltose e isomaltose ao longo do tempo quando 70% de xarope de dextrose é tratado com diferentes concentrações de enzima Spirizyme a 60°C.

No tratamento de xarope Staley 1300 com glucoamilase, os oligômeros lineares de DP3 e superior, foram rapidamente consumidos e convertidos em dextrose. A concentração desses oligômeros lineares atingiu seu equilíbrio em
5 cerca de 1% de açúcares totais (a uma concentração de xarope de 70%, 0,13% Spirizyme e 60°C) nas primeiras poucas horas de tratamento. (Vide Figura 8). Durante um período mais longo, a concentração de dextrose diminuiu lentamente, e a concentração de oligômeros não lineares
10 aumentou lentamente. A alteração na concentração de maltose e isomaltose ao longo do tempo reflete a mudança observada na reversão de dextrose (Figura 7).

As amostras dos experimentos acima foram aquecidas em mais de 85°C durante 10-20 minutos para desativar as
15 enzimas antes da diluição para efetuar a análise através de cromatografia iônica. Caso as amostras fossem diluídas na presença de enzima ativa, poderiam ter sido hidrolisadas de volta à dextrose.

As amostras de xaropes revertidos foram diluídas até 20%
20 sólidos. Uma porção de cada foi mantida na presença da enzima Spirizyme a 60°C e outra porção de cada foi mantida na presença de Spirizyme a 40°C. Os xaropes foram amostrados ao longo do tempo, e as enzimas contidas em cada amostra foram desativadas conforme acima descrito.

25 A Figura 9 mostra os resultados. A 60°C, a concentração de oligômeros superiores não lineares (DP3 e superior) caiu pela metade no prazo de 3 horas e pareceram atingir um platô em cerca de 11,6% de açúcares totais em 7 horas. A temperatura mais baixa tornou a hidrólise lenta.
30 Conforme mostra a Figura 9, o teor de dextrose aumentou como resultado da hidrólise. A taxa de hidrólise ao se utilizar duas glucoamilases diferentes (Spirizyme e Dextrozyme) foi idêntica.

Com base nesses experimentos, parece que os oligômeros
35 não lineares formados através de reversão não são imunes à hidrólise com enzimas glucoamilase (ou impurezas nela contidas). Porém, parece que uma porção deles é

resistente à hidrólise. A 20% d.s. o equilíbrio entre monômero e oligômero tende bastante para o monômero. Contudo, 11,3% DP4+ e 11,6% DP3+ permanecem após 7 horas à temperatura ótima para atividade da glucoamilase.

5 Compare isso com a conversão virtualmente completa de oligômeros lineares em dextrose no mesmo período de tempo com um teor de sólidos muito mais alto (70% ds) e metade do teor de glucoamilase, conforme ilustra a Figura 8. Parece que, embora as enzimas glucoamilase possam
10 hidrolisar oligômeros lineares, a hidrólise não é rápida e pode não atingir a conversão completa. Propomos que as enzimas digestivas do intestino humano terão atividade similarmente reduzida em relação a esses compostos.

A Tabela 6 mostra a mudança na concentração de todas as
15 espécies de açúcar quando o xarope revertido foi diluído a 20% ds a 60°C na presença da enzima ativa Spirizyme.

Tabela 6

Tempo em horas	% açúcares totais							
	Glicose	Isomaltose	Maltose	Panose	Malto-triose	L DP3+	NL DP3+	NL DP4+
0	46,7	16,8	4,5	2,4	0,3	1,0	30,5	28,1
1	58,6	18,1	2,0	0,6	0,1	0,6	20,1	19,5
2	64,0	17,0	2,3	0,5	0,1	0,5	15,3	14,9
3	68,6	15,3	2,1	0,4	0,1	0,4	12,8	12,4
4,75	69,6	14,7	2,1	0,3	0,1	0,5	12,2	11,9
7	72,3	13,0	1,9	0,3	0,1	0,5	11,6	11,3

("L DP3+" refere-se a oligômeros lineares com um grau de polimerização de três ou mais. "NL DP3" refere-se a
20 oligômeros não lineares com um grau de polimerização de três ou mais. "NL DP4+" refere-se a oligômeros não lineares com um grau de polimerização de quatro ou mais). Independentemente da distribuição ou grau de conversão do açúcar de partida, todos os xaropes de milho testados
25 foram convertidos para uma distribuição de açúcar comparável pela glucoamilase, quando tratados a níveis de concentração de xarope comparáveis.

Com base nesses experimentos, parece que durante a

reversão enzimática de xarope de milho, os oligômeros lineares são rapidamente hidrolisados à dextrose. Durante períodos mais longos, e sob altas concentrações de xarope, a dextrose é consumida à medida que os oligômeros não lineares são formados. A produção de oligômeros não lineares é pelo menos parcialmente reversível, conforme comprova sua hidrólise através de glucoamilase a um teor de sólidos de xarope mais baixos. Assim, quando os xaropes revertidos são diluídos antes da desativação da glucoamilase, uma porção de, porém aparentemente nem todos os oligômeros, é hidrolisada de volta ao monômero de dextrose. Isso demonstra que a formação de ligações não lineares pela glucoamilase (ou talvez impurezas nela contidas) não é um "erro" inteiramente irreversível da enzima.

Exemplo 5 - A qualidade das Glucoamilases influi sobre a Reversão

A quantidade de enzima necessária para efetuar a reversão é alta em relação aos processos enzimáticos típicos. Aproximadamente 1,5% em volume (v/v) de glucoamilases comumente utilizadas (por exemplo, Spirizyme Plus FG e Dextrozyme DX 1,5 X, fornecidas pela Novozymes) são necessários para atingir 80% de reversão de equilíbrio em 24 horas a 60-75°C. Deve-se observar que os fabricantes de enzimas deram grandes passos no sentido de reduzir a tendência de a glucoamilase formar produtos de reversão - melhorias induzidas pelos consumidores dessas enzimas - ou seja, fabricantes de xarope de milho - para quem os produtos de reversão são um verdadeiro "veneno". Acreditamos que as enzimas dos anos 50 eram muito mais eficientes para formar esses xaropes de oligômero não linear que as atuais glucoamilases.

Dando suporte ao conceito de que as "impurezas" contidas nessas glucoamilases comerciais podem ser as responsáveis pelos produtos de reversão nos experimentos aqui relatados, o fato é que, embora a Novozymes afirme que a temperatura ótima para a atividade das enzimas Spirizyme

e Dextrozyme varie de 59-61°C, a taxa de geração de produtos de reversão aumenta quando a temperatura é aumentada de 60 para 65°C. As Figuras 10 e 11 mostram a taxa de formação de isomaltose e de oligômeros não lineares de DP 3 e maior (NL DP3+), como função de temperatura, para Spirizyme e Dextrozyme. O xarope de substrato era o Staley 1300 e a quantidade de enzima utilizada foi de 2,7% em volume.

Exemplo 6 - Reestruturação de xarope de milho catalisada com ácido para formar oligômeros não lineares

O xarope Staley 1300 foi diluído 1:4 com água deionizada para facilitar as determinações de pH. A quantidade de ácido (HCl ou H₂SO₄) para baixar o pH do xarope até um pH alvo foi determinada. Em um experimento, frutose cristalina Krystar a 10% foi adicionada ao xarope antes do tratamento com ácido.

O xarope Staley 1300 foi aquecido até aproximadamente 60°C em 50 ml de tubos centrífugos providos de tampa roscada num banho maria agitado. A quantidade predeterminada de ácido necessário para se atingir o pH alvo foi adicionada ao xarope. Os tubos com xarope foram sacudidos vigorosamente para distribuir uniformemente o ácido. Os tubos retornaram para o banho maria, e a temperatura do banho foi ajustada, conforme necessário. Os tratamentos foram conduzidos a 60, 70, e 80°C a pHs de 1,2, 1,8 e 2,3. Para monitorar o progresso das reações, porções do xarope foram removidas dos tubos e neutralizadas mediante adição de uma solução cáustica.

As soluções cáusticas foram preparadas de forma tal que um volume de solução cáustica foi suficiente para neutralizar um volume igual de xarope acidificado. Aproximadamente 80% deste volume foi adicionado todo de uma vez, o que diluiu o xarope suficientemente para medição de pH. Adicionou-se mais solução cáustica em gotas até que o pH atingisse > 5,0 (e preferivelmente não mais que 6,5).

As soluções de xarope foram analisadas utilizando

cromatografia iônica. Além de uma coluna de oligossacarídeo RSO da Phenomenex, algumas amostras foram também analisadas utilizando uma coluna Dionex CarboPac PA200.

- 5 A primeira reação de condensação ácida no xarope Staley 1300 apresentava um pH de 2,3 com ácido sulfúrico, a 60°C. A proporção de oligômeros lineares diminuiu, e a de oligômeros não lineares aumentou.

A Figura 12 compara as mudanças nas distribuições de
10 açúcar no xarope Staley 1300 causadas pelo tratamento com ácido e pelo tratamento com glucoamilase (ambos a 60°C). Pode-se observar que os processos são conduzidos de forma diferente. A glucoamilase Spirizyme consome oligômeros lineares muito rapidamente, gerando dextrose. Com o
15 xarope Staley 1300, a concentração de oligômeros lineares de DP3 e maior cai de aproximadamente 42% de açúcares totais para seu valor de equilíbrio de aproximadamente 1% em horas de contato com a enzima. Numa período mais longo, uma porção da dextrose é convertida em oligômeros
20 não lineares. A concentração de DP3 não linear e superior (DP3+) aumenta em cerca de 30 horas (sob as condições desse tratamento com enzima).

Ao contrário, quando em contato com o ácido, oligômeros lineares são consumidos e oligômeros não lineares
25 formados a taxas comparáveis. A concentração de dextrose aumenta muito lentamente durante o tratamento.

Num experimento paralelo, 10% de frutose seca foi adicionada ao xarope Staley 1300, de forma que a concentração final de sólidos de xarope foi de
30 aproximadamente 90%. Foi tratada ao mesmo pH, temperatura e tempo do próprio xarope Staley 1300. Embora o xarope Staley 1300 tenha desenvolvido cor durante o tempo de tratamento, o xarope contendo frutose tornou-se cor de café quase que imediatamente. A análise IC de amostras
35 coletadas do xarope mostrou redução na taxa de oligômeros lineares e a geração de oligômeros não lineares, em comparação com o próprio xarope tratado com ácido. O teor

de frutose não teve uma alteração significativa.

Um segundo ciclo de tratamentos com ácido foi conduzido, no qual o xarope Staley 1300 teve seu pH ajustado em 1,2 e 1,8 com HCl. Cada tratamento de pH foi executado a
5 temperaturas de 70°C e 80°C. Todos os xaropes geraram cor significativa durante o curso dos tratamentos. O grau de cor aumentou ao se reduzir o pH, aumentar a temperatura e aumentar o tempo. No máximo, houve a formação de componentes insolúveis de cor escura.

10 Conforme mostra a Figura 13, o produto de xarope tratado com ácido é uma distribuição muito ampla de oligômeros de açúcar. Também é mostrada uma concentração muito mais alta de oligômeros de DP3 do que o xarope revertido com enzima. Da mesma forma, o xarope tratado com ácido contém
15 açúcares que não aparecem no xarope tratado com enzima. Isso é esperado já que condensações catalisadas com ácido podem ocorrer entre dois grupos hidroxila, ao passo que as condensações enzimáticas são tipicamente muito específicas quanto à forma como duas unidades de açúcar
20 se unem.

Uma coluna Dionex CarboPac PA200 foi utilizada para a separação cromatográfica iônica dos açúcares. A Figura 14 mostra um traço cromatográfico de um xarope tratado com ácido resolvido através desta coluna. Mostra claramente
25 quatro componentes na faixa DP2-3 que eluem separadamente de maltose, isomaltose, maltotriose e panose. (Todos esses quatro componentes eluem antes da maltose). A figura também mostra diversos picos para oligômeros superiores não identificados.

30 A Tabela 7 abaixo mostra mudanças na distribuição de açúcar ao longo do tempo para esses quatro tratamentos com pH mais baixo e temperatura mais alta, utilizando coluna PA200. (A última coluna na tabela mostra a quantidade dos picos "1-4 desconhecidos" e não está
35 incluída no NL DP3+).

TABELA 7

pH	Temp.C	Tempo (h)	Cor	Glicose	% açúcares totais		
					NL DP3+	L DP3+	NL DP2-3?
1,8	70	0	branco	22	23	42	0
1,8	70	4	branco	27	27	28	1,7
1,8	70	8	branco	28	29	25	2,8
1,8	70	24	branco	34	30	13	7,3
1,8	70	48	marrom-claro	37	30	4,7	14
1,2	70	0	branco	22	23	42	0
1,2	70	4	branco	33	30	15	5,9
1,2	70	8	marrom-claro	36	30	6,6	12
1,2	70	24	chá	36	30	0,5	20
1,2	70	48	café	35	29	0,3	21
1,8	80	0	branco	22	23	42	0
1,8	80	4	branco	39	28	1,6	18
1,8	80	8	marrom-claro	36	29	0,7	21
1,8	80	24	chá	35	30	0,5	20
1,8	80	48	café	35	29	0,4	20
1,2	80	0	branco	22	23	42	0
1,2	80	4	marrom-claro	29	33	18	4,5
1,2	80	8	chá	32	32	11	8,6
1,2	80	24	café+insol	37	31	0,5	18
1,2	80	48	café+insol	33	32	0,2	21

Exemplo 7 - Reversão Enzimática - Alto Teor de Açúcar

Aproximadamente 35 gal de xarope de milho 43 DE com 80% sólidos secos (Staley 1300) com mais 5 gal de água deionizada foram lentamente agitados num tanque e aquecidos até uma temperatura de 60°C. Cerca de 1,6 gal de enzima Spirizyme Plus FG foram adicionados ao xarope lentamente e com boa agitação. Após 24 horas a 60°C, o xarope foi aquecido a 85°C e mantido durante 20 minutos.

O xarope foi então diluído de uma concentração de 70% a 20% de sólidos secos, mediante adição de 100 gal de água. A solução de açúcar foi submetida à nanofiltração utilizando um cartucho de nanofiltração Desal NF3840C 30D a cerca de 500 psi de pressão e a uma temperatura de 55-60°C. Água fresca de diafiltração foi adicionada para manter o fluxo de permeado na faixa de 2 a 10 LMH. A

filtração prosseguiu até que o retentado tivesse menos de 5% dextrose (d.s.b.) através da combinação de análise Karl Fisher e YSI dextrose. O retentado de nanofiltração foi tratado com 1% carvão ativado numa base de sólidos secos. Em seguida, o carbono foi removido através de filtração e o filtrado evaporado até 80,2% ds. Uma análise de sacarídeos do produto final foi conduzida através de cromatografia HPAE-PAD e os resultados são mostrados na Tabela 8.

10 Tabela 8

Componente	% peso d.s.b.
dextrose	1,1%
frutose	0,1%
isomaltose	27,7%
maltose	5,2%
maltotriose	0,3%
panose	3,2%
sacarídeos lineares superiores	3,3%
sacarídeos não lineares superiores	59,1%

("Sacarídeos superiores" na tabela acima significam oligômeros com um DP de três ou mais).

Exemplo 8 - Reversão Enzimática - Baixo Teor de Açúcar

Aproximadamente 35 gal de xarope de milho 43 DE a 80% sólidos secos (Staley 1300) com mais 5 gal de água deionizada foram lentamente agitados num tanque e aquecidos até uma temperatura de 60°C. Cerca de 1,6 gal de enzima Spirizyme Plus FG foram adicionados ao xarope lentamente e com boa agitação. Após 24 horas a 60°C, o xarope foi aquecido a 85°C e mantido durante 20 minutos. O xarope foi então diluído de uma concentração de 70% para 20% de sólidos secos, mediante adição de 100 gal de água. A solução de açúcar foi submetida à ultrafiltração utilizando um cartucho de ultrafiltração Desal UF-1 3840C 50D a cerca de 400 psi de pressão e a uma temperatura de 55-60°C. Água fresca de diafiltração foi adicionada para manter o fluxo de permeado na faixa de 10 a 20 LMH. A filtração prosseguiu até que o retentado tivesse menos de 1% dextrose (d.s.b.) através da combinação de análise Karl Fisher e YSI dextrose. O retentado de ultrafiltração

foi tratado com 1% carvão ativado numa base de sólidos secos. Em seguida, o carbono foi removido através de filtração e o filtrado evaporado até 73,4% ds.

Uma análise de sacarídeos do produto final foi conduzida
5 através de cromatografia HPAE-PAD e os resultados são mostrados na Tabela 9.

Tabela 9

Componente	% peso d.s.b.
dextrose	1,0%
frutose	0,1%
isomaltose	6,0%
maltose	7,5%
maltotriose	0,4%
panose	4,4%
sacarídeos lineares superiores	7,2%
sacarídeos não lineares superiores	73,3%

Exemplo 9 - Reversão Enzimática - Alto Teor de Isomaltose
O xarope do Exemplo 7 foi submetido à ultrafiltração
10 utilizando um cartucho de ultrafiltração Desal UF-1 3840C 50D a cerca de 400 psi de pressão e a uma temperatura de 55-60°C. O permeado desta operação foi então submetido à nanofiltração utilizando um cartucho de nanofiltração Desal NF3840C 30D a cerca de 500 psi de pressão e a uma
15 temperatura de 55-60°C. Água fresca de diafiltração foi adicionada para manter o fluxo de permeado na faixa de 2 a 10 LMH. A filtração prosseguiu até que o retentado tivesse menos de 5% de dextrose (d.s.b.) através da combinação de análise de Karl Fischer e YSI dextrose. O
20 retentado de nanofiltração foi tratado com 1% carvão ativado numa base de sólidos secos. Em seguida, o carbono foi removido através de filtração, e o filtrado evaporado até 90,2% ds.

Uma análise de sacarídeo do produto final foi conduzida
25 através de cromatografia HPAE-PAD e os resultados são mostrados na Tabela 10.

Tabela 10

Componente	% peso d.s.b.
dextrose	2,8%
frutose	0,0%
isomaltose	70,8%
maltose	6,5%
maltotriose	0,1%
panose	0,6%
sacarídeos lineares superiores	0,0%
sacarídeos não lineares superiores	19,2%

Exemplo 10 - Reversão Ácida - Moderadamente Resistente

Aproximadamente 35 gal de xarope de milho 43 DE a 80% sólidos secos (Staley 1300) foram lentamente agitados num tanque e aquecidos até uma temperatura de 80°C. Cerca de 4,1 lbs ácido clorídrico a 37% foram adicionados lentamente ao xarope lentamente e com boa agitação. A reação foi mantida a uma concentração de aproximadamente 80% sólidos secos, conforme medidos através de análise Karl Fischer mediante adições periódicas de água. Após 24 horas, o aquecimento foi interrompido e aproximadamente 35 gal de solução de hidróxido de sódio a 0,35% foram lentamente adicionados e com boa agitação. Em seguida, o pH foi ajustado em 5,0 e água adicionada para atingir uma concentração final de açúcar de 30% d.s. A solução de açúcar foi submetida à ultrafiltração utilizando um cartucho de ultrafiltração a cerca de 400 psi de pressão e a uma temperatura de 55-60°C. Água fresca de diafiltração foi adicionada para manter o fluxo de permeado na faixa de 10 a 20 LMH. A filtração prosseguiu até que o retentado contivesse menos de 5% dextrose (d.s.b.) através da combinação de análise de Karl Fischer e YSI dextrose. O retentado de ultrafiltração foi tratado com carbono ativado a 2% numa base de sólidos secos. Em seguida, o carbono foi removido através de filtração e o filtrado evaporado até 71,5% ds.

Uma análise de sacarídeo do produto final foi conduzida através de cromatografia HPAE-PAD, e os resultados são mostrados na Tabela 11.

Tabela 11

Componente	% peso d.s.b.
dextrose	6,4%
frutose	0,1%
isomaltose	1,6%
maltose	3,8%
maltotriose	4,3%
panose	3,8%
sacarídeos lineares superiores	25,6%
sacarídeos não lineares superiores	54,9%

Exemplo 11 - Reversão Ácida seguida de Hidrogenação

Aproximadamente 35 gal de xarope de milho 63 DE a 80% de sólidos secos (SWEETOSE® 4300) foram lentamente agitados num tanque. Então, ácido clorídrico a 37% foi adicionado lentamente com boa agitação para dar 0,25% (em peso) HCl com respeito aos sólidos secos de xarope. A mistura foi então aquecida até uma temperatura de 80°C. A reação foi mantida a aproximadamente 80% de concentração de sólidos secos, conforme medida através de análise de Karl Fischer, mediante adições periódicas de água. Após 16 horas, o aquecimento foi interrompido e o pH ajustado em 4,5 utilizando solução de hidróxido de sódio a 0,35%. Mais água foi adicionada para atingir uma concentração final de açúcar de 30% d.s. A solução de açúcar foi submetida à ultrafiltração utilizando um cartucho de ultrafiltração Desal UF-1 a cerca de 400 psi de pressão e a uma temperatura de 55-60°C. A água fresca de diafiltração foi adicionada para manter o fluxo de permeado na faixa de 10 a 20 LMH. A ultrafiltração prosseguiu até que o retentado tivesse menos de 10% dextrose (d.s.b.) através da combinação de análise de Karl Fischer e YSI dextrose. O retentado de ultrafiltração foi submetido à nanofiltração utilizando um cartucho de nanofiltração Desal NF3840C 30D a cerca de 500 psi de pressão e a uma temperatura de 55-60°C. Água fresca de diafiltração foi adicionada para manter o fluxo de permeado na faixa de 2 a 10 LMH. A filtração prosseguiu até que o retentado contivesse menos de 1% dextrose (d.s.b.) através da combinação de análise de

Karl Fischer e YSI dextrose. O retentado de nanofiltração foi tratado com carbono ativado a 1% numa base de sólidos secos. Em seguida, o carbono foi removido através de filtração e o filtrado evaporado até 73,5% ds.

- 5 A Dextrose Equivalência (DE) para este produto foi medida através do método AOAC 920.51 (Lane Eynon) e foi de 21 DE. Uma análise de sacarídeo deste produto foi conduzida através de cromatografia HPAE-PAD e os resultados constam da Tabela 12.

10 Tabela 12

Componente	% peso d.s.b.
dextrose	1,4%
frutose	0,1%
isomaltose	0,0%
maltose	4,3%
sorbitol	0,0%
panose	6,3%
sacarídeos lineares superiores	12,6%
sacarídeos não lineares superiores	75,2%

- Este produto foi também submetido às condições de reação de hidrogenação. Cerca de 1,5 kg de uma solução 43% d.s. do material descrito na Tabela 9 foram introduzidos num reator de pressão e 6,45 gramas de rutênio a 5% sobre catalisador de carbono foram adicionados com agitação para dar rutênio a 0,05% (em peso) em sólidos secos de xarope. O reator foi fechado, purgado com gás nitrogênio e então pressurizado com gás nitrogênio a uma pressão de 600 psi. O reator foi então aquecido até 120° C. Essa temperatura e uma pressão de hidrogênio de 600-650 psi foram mantidas por quatro horas. O recipiente de reação foi resfriado, cuidadosamente ventilado e purgado com nitrogênio. O produto de reação foi então filtrado através de terra diatomácea para dar uma solução límpida incolor.

- 25 A Dextrose Equivalência (DE) para esse produto foi medida através do método AOAC 920.512 (Lane Eynon) e foi de 5 DE. Uma análise de sacarídeos deste produto foi conduzida através de cromatografia HPAE-PAD e os resultados são mostrados na Tabela 13.

Tabela 13

Componente	% peso d.s.b.
dextrose	3,1%
frutose	0,2%
isomaltose	0,0%
maltose	5,9%
sorbitol	3,0%
panose	5,6%
sacarídeos lineares superiores	9,5%
sacarídeos não lineares superiores	72,7%

Exemplo 12 - Ensaio "Englyst" de Digestão

Os materiais de produto dos Exemplos 7, 8 e 10 foram
5 testados quanto à digestibilidade utilizando um ensaio
Englyst. Cerca de 600 mg de carboidrato d.s.b. foram
adicionados a 20 ml de tampão de acetato de sódio 0,1M
num tubo de ensaio. Os conteúdos foram misturados e então
aquecidos até cerca de 92°C durante 30 minutos, e então
10 resfriados até 37°C. Então, 5 ml de solução enzimática
foram adicionados ao tubo de ensaio que foi agitado por
sacudimento num banho maria a 37°C. Pequenas amostras
foram removidas tanto aos 20 minutos como aos 120
minutos. A enzima foi inativada; as amostras foram
15 filtradas e medidas quanto à digestibilidade utilizando
um teste de dextrose da YSI Inc. Uma maltodextrina 10 DE
(STAR-DRI 10) conhecida por ser muito digerível, também
foi testada para fins de comparação. Os resultados do
ensaio de digestibilidade e da análise de sacarídeo
20 constam da Tabela 14. Uma maltodextrina 10 DE é incluída
na Tabela 5 para comparação. Todas as porcentagens na
Tabela 14 são numa base de sólidos secos (d.s.b.).

Tabela 14

Material	% rapidamente digerível	% lentamente digerível	% resistente	% superiores não lineares (por HPAE)
Exemplo 7	4,2	10,2	85,6	59,1
Exemplo 8	5,2	10,0	84,8	73,3
Exemplo 10	24,8	5,5	69,8	54,9
Maltodextrina 10 DE	89,7	3,4	7,0	13,7

("Superiores" na Tabela 14 refere-se a oligômeros que possuem um grau de polimerização de três ou mais).

Houve uma excelente correlação ($R^2 = 0,95$) entre a
 5 porcentagem de superiores não lineares no material e a porcentagem do material que se mostrou resistente à digestão.

Exemplo 13 - Bala Dura, Sabor Limão

980 gramas (d.s.b.) do Exemplo 7 (Reversão Enzimática -
 10 Alto teor de açúcar) foram adicionados a um recipiente e cozidos em forno a uma temperatura interna de 300°F. Em seguida, 15 gramas de ácido cítrico e 1,2 gramas de sucralose foram adicionados com agitação. Em seguida
 15 adicionou-se corante amarelo e aromatizante de limão e a mistura foi despejada em moldes de bala. A bala dura foi formada mediante resfriamento até temperatura ambiente.

Exemplo 14 - Bala de Goma, Sabor Uva

840 gramas do Exemplo 8 (Reversão Enzimática - Baixo teor de açúcar) foram adicionados a um recipiente de mistura.
 20 Corante púrpura e flavorizante de uva foram adicionados a gosto. Em seguida, 160 gramas de amido instantâneo MiraThik 468 foram adicionados em porções com mistura moderadamente vigorosa. A bala de goma foi formada após resfriamento até temperatura ambiente durante 20 minutos.

25 Exemplo 15 - Iogurte

900 gramas de leite (2% gordura) foram adicionados a um recipiente num forno. Em seguida, 80 gramas (d.s.b.) do Exemplo 10 (Reversão Ácida - Moderadamente resistente) foram adicionados com agitação. Então, a mistura foi

aquecida até uma temperatura alvo de 150°F. À medida que a mistura ia aquecendo, 20 gramas de Rezista 682 foram adicionados em porções com mistura. Após a mistura atingir uma temperatura interna de 150°F, ela foi mantida durante 5 minutos e então passada por um homogeneizador de dois estágios (1500/500 psi). Em seguida, o produto foi pasteurizado a 190°F durante 5 minutos. Então a mistura foi resfriada até 90°C e inoculada com culturas ativas de iogurte. A incubação foi deixada prosseguir até que o iogurte atingisse um pH de 4,5, que foi então refrigerado antes do consumo.

Exemplo 16

Os procedimentos gerais a seguir foram usados para preparar amostras de xaropes de milho resistentes à digestão de acordo com a presente invenção. Na preparação de algumas amostras com baixo teor de açúcar, a nanofiltração foi conduzida até menos de 1% de dextrose, em vez de 5%, conforme descrito nos procedimentos gerais abaixo.

20 Amostra 1 - Xarope de Oligômero de Refinado HFCS

1. Transferir o refinado misto do processo de xarope de milho com alto teor de frutose (HFCS) para uma unidade de filtração e concentrar o volume em 10x a 30x com membrana Desal UF-1. Nota: esta etapa é opcional, dependendo da meta final de DP2.

2. Trocar a membrana de filtração por nanofiltração (Desal NF3840C 30D "DL"). Adicionar água de diafiltração fresca a uma taxa que mantenha o fluxo de permeado na faixa de 2 a 10 LMH. Prosseguir até que o retentado contenha menos de 5% dextrose (d.s.b.) através da combinação de análises Karl Fischer e YSI dextrose.

3. Coletar o produto de retentado e adicionar carbono ativado a 1% numa base de sólidos secos. Refrigerar.

4. Remover o carbono através de filtração e evaporar o filtrado até > 70% ds.

Amostra 2 - Xarope de Oligômero de Licor-Mãe de Cristalização de Dextrose ("Greens")

1. Transferir o licor mãe residual ("greens") de dextrose (a 20-30% ds) para a unidade de filtração e concentrar o volume em 10x a 30x com membrana Desal UF-1. Nota: esta etapa é opcional, dependendo da meta final de DP2.
- 5 2. Trocar a membrana de filtração por nanofiltração (Desal NF3840C 30D "DL"). Adicionar água de diafiltração fresca a uma taxa que mantenha o fluxo de permeado na faixa de 2 a 10 LMH. Prosseguir até que o retentado contenha menos de 5% dextrose (d.s.b.) através da
10 combinação de análise de Karl Fischer e YSI dextrose.
3. Coletar o produto de retentado e adicionar carbono ativado a 1% numa base de sólidos secos. Refrigerar.
4. Remover o carbono através de filtração e evaporar o filtrado até > 70% ds.
- 15 Amostra 3 - Reversão Enzimática de xarope de amido STALEY®1300 para formar > 25% oligômeros não lineares de dextrose.
1. Bombear 35 gal de xarope Staley 1300 e 5 gal água para o tanque. Ligar o agitador e iniciar o aquecimento.
- 20 2. Aquecer o xarope até 60°C e confirme que a temperatura tenha se estabilizado a 60°C +/-5C.
3. Adicionar 1,6 gal (6,1 litros) de enzima Spirizyme Plus FG ao xarope.
4. Manter a 60°C +/- 5C durante 24 horas.
- 25 5. No final das condições mantidas a 60°C/24h , aquecer o xarope até 85-90°C. Uma vez estabilizada a temperatura do xarope acima de 85°C, manter por 20 minutos.
6. Desligar o aquecimento no tanque.
7. Diluir o xarope de 70% para 20% sólidos mediante
30 adição de 100 gal de água (140 gal total).
8. Transferir para a unidade de filtração e concentrar volume em 10x a 30x com membrana Desal UF-1.
9. Trocar a membrana de filtração por nanofiltração (Desal NF3840C 30D "DL"). Adicionar água de diafiltração
35 fresca a uma taxa que mantenha o fluxo de permeado na faixa de 2 a 10 LMH. Prosseguir até que o retentado contenha menos de 1% dextrose (d.s.b.) através da

combinação de análises Karl Fisher e YSI dextrose.

10. Coletar o produto de retentado e adicionar carbono ativado a 1% numa base de sólidos secos. Refrigerar.

11. Remover o carbono através de filtração e evaporar o
5 filtrado até > 70% ds.

Amostra 4 - Reestruturação catalisada com ácido do xarope de milho SWEETOSE®4300 da Tate & Lyle.

1. Bombear 35 gal de xarope SWEETOSE® 4300 para o tanque. Ligar o agitador e iniciar o aquecimento até 80° C.

10 2. Adicionar ~2,8 lbs ácido clorídrico a 37% ao xarope lentamente e com boa agitação (calculado para dar sólidos secos HCl a 0,25% em sólidos secos de xarope na reação, com base na suposição de que a densidade do xarope 4300 seja de 11,9 lb/gal).

15 3. Manter a 80% +/- 5% ds. Remover uma amostra da reação a cada duas horas e diluir com um peso igual de água DI. Proceder à análise Karl Fischer na amostra diluída. Caso constate menos de 40% de sólidos secos, não realize nenhum procedimento. Caso constate mais de 40% de sólidos
20 secos, adicione 4 lb água DI para cada 100 lbs de conteúdos iniciais de reação para cada 1% ds acima de 40% ds.

4. Além das amostras acima para Karl Fischer, coletar as amostras a serem usadas para monitorar o andamento da
25 reação. Removê-las nos intervalos seguintes após adição de ácido: 2h, 4h, 8h e 16 h. Após cada amostragem, movimentar rapidamente para ajustar o pH da amostra mediante adição de um peso igual de solução NaOH a 0,35%, misturar bem, e medir o pH. Ajustar o pH da amostra
30 conforme necessário para trazê-lo para 5,0-6,5.

5. No final das condições mantidas a 80°C/16h, interromper o aquecimento. Adicionar solução cáustica a 0,35%, lentamente e com boa agitação até que o pH fique estável na faixa de 4,5-5,5.

35 6. Adicionar água de diluição, se necessário, para atingir uma concentração final de sólidos de 30% ds.

7. Transferir para a unidade de filtração e concentrar o

volume em 10x a 30x com membrana Desal UF-1. Nota: esta etapa é opcional, dependendo da meta final de DP2.

8. Trocar a membrana de filtração por nanofiltração (Desal NF3840C 30D "DL"). Adicionar água de diafiltração fresca a uma taxa que mantenha o fluxo de permeado na faixa de 2 a 10 LMH. Prosseguir até que o retentado contenha menos de 5% dextrose (d.s.b.) através da combinação de análise de Karl Fischer e YSI dextrose.
9. Coletar o produto de retentado e adicionar carbono ativado a 1% numa base de sólidos secos. Refrigerar.
10. Remover carbono através de filtração e evaporar o filtrado até > 70% ds.

Amostra 5 - Reestruturação de Xarope de Milho SWEETOSE®4300 catalisada com Ácido Fosfórico e Clorídrico

- 15 1. Bombear 35 gal de xarope SWEETOSE® 4300 para o tanque. Ligar o agitador e iniciar o aquecimento até 80°C.
2. Adicionar ~0,35 lb de ácido fosfórico a 75% ao xarope lentamente e com boa agitação. Adicionar então 0,10 lb de ácido clorídrico a 37% ao xarope lentamente e com boa
- 20 agitação (calculado para dar H₃PO₄ a 0,08% e 100 ppm sólidos secos de HCl na reação com base na suposição de que a densidade do xarope 4300 seja de 11,9 lb/gal).
3. Manter a 80%ds +/- 5% ds. Remover uma amostra da reação a cada duas horas e diluir com um peso igual de
- 25 água DI. Proceder à análise Karl Fischer na amostra diluída. Caso constate menos de 40% de sólidos secos, não realize nenhum procedimento. Caso constate mais de 40% de sólidos secos, adicione 4 lb água DI para cada 100 lbs de conteúdos iniciais de reação para cada 1% ds acima de 40%
- 30 ds.
4. Além das amostras acima para Karl Fischer, coletar as amostras a serem usadas para monitorar o andamento da reação. Removê-las nos intervalos seguintes após adição de ácido: 2h, 4h, 8h e 16 h. Após cada amostragem,
- 35 movimentar rapidamente para ajustar o pH da amostra mediante adição de um peso igual de solução NaOH a 0,35%, misturar bem, e medir o pH. Ajustar o pH da amostra

conforme necessário para trazê-lo até 5,0-6,5.

5. No final das condições mantidas a 80°C/16h, descontinuar o aquecimento. Adicionar solução cáustica a 0,35%, lentamente e com boa agitação até que o pH fique
5 estável na faixa de 4,5-5,5.

6. Adicionar água de diluição, se necessário, para atingir uma concentração final de sólidos de 30% ds.

7. Transferir para a unidade de filtração e concentrar o volume em 10x a 30x com membrana Desal UF-1. Nota: esta
10 etapa é opcional, dependendo da meta final de DP2.

8. Trocar a membrana de filtração por nanofiltração (Desal NF3840C 30D "DL"). Adicionar água de diafiltração fresca a uma taxa que mantenha o fluxo de permeado na faixa de 2 a 10 LMH. Prosseguir até que o retentado
15 contenha menos de 5% dextrose (d.s.b.) através da combinação de análise de Karl Fischer e YSI dextrose.

9. Coletar o produto de retentado e adicionar carbono ativado a 1% numa base de sólidos secos. Refrigerar.

10. Remover carbono através de filtração e evaporar o
20 filtrado até > 70% ds.

Amostra 6 - Reestruturação de Xarope de Milho STALEY®1300 da Tate and Lyle catalisada com ácido

1. Bombear 35 gal de xarope SWEETOSE® 1300 para o tanque. Ligar o agitador e iniciar o aquecimento até 80°C.

25 2. Adicionar ~2,8 lb de ácido clorídrico a 37% ao xarope lentamente e com boa agitação (calculado para dar sólidos secos de HCl a 0,25% em sólidos secos de xarope na reação, com base na suposição de que a densidade do xarope 4300 seja de 11,9 lb/gal).

30 3. Manter a 80%ds +/- 5% ds. Remover uma amostra da reação a cada duas horas e diluir com um peso igual de água DI. Proceder à análise Karl Fischer na amostra diluída. Caso constate menos de 40% de sólidos secos, não faça nada. Caso constate mais de 40% de sólidos secos,
35 adicione 4 lb água DI para cada 100 lbs de conteúdos iniciais de reação para cada 1% ds acima de 40% ds.

4. Além das amostras acima para Karl Fischer, coletar as

amostras a serem usadas para monitorar o andamento da reação. Removê-las nos intervalos seguintes após adição de ácido: 2h, 4h, 8h e 16 h. Após cada amostragem, movimentar rapidamente para ajustar o pH da amostra mediante adição de um peso igual de solução NaOH a 0,35%, misturar bem, e medir o pH. Ajustar o pH da amostra conforme necessário para trazê-lo até 5,0-6,5.

5. No final das condições mantidas a 80°C/16h, descontinuar o aquecimento. Adicionar solução cáustica a 0,35%, lentamente e com boa agitação até que o pH fique estável na faixa de 4,5-5,5.

6. Adicionar água de diluição, se necessário, para atingir uma concentração final de sólidos de 30% ds.

7. Transferir para a unidade de filtração e concentrar o volume em 10x a 30x com membrana Desal UF-1. Nota: esta etapa é opcional, dependendo da meta final de DP2.

8. Trocar a membrana de filtração por nanofiltração (Desal NF3840C 30D "DL"). Adicionar água de diafiltração fresca a uma taxa que mantenha o fluxo de permeado na faixa de 2 a 10 LMH. Prosseguir até que o retentado contenha menos de 5% dextrose (d.s.b.) através da combinação de análise de Karl Fischer e YSI dextrose.

9. Coletar o produto de retentado e adicionar carbono ativado a 1% numa base de sólidos secos. Refrigerar.

10. Remover carbono através de filtração e evaporar o filtrado até > 70% ds.

Alguns dos xaropes preparados através desses métodos foram utilizados nos exemplos a seguir, onde são identificados pelo número da amostra.

Exemplo 17

Um cereal matinal compreendendo uma composição de oligossacarídeo de acordo com a presente invenção pode ser preparado conforme abaixo descrito. O cereal compreende uma porção extrusada e uma cobertura depositada sobre a porção extrusada. A composição da porção extrusada pode ser conforme a seguir descrito (porcentagem em peso):

	Farinha de milho.....	54,80
	Farinha de trigo integral...	25,19
	Sólidos de xarope de milho resistente (Amostra 5).....	13,51
5	Farinha de aveia integral...	5,00
	Mistura de vitaminas.....	0,50
	Sal.....	<u>1,00</u>
	Total.....	100,0

- A porção extrusada é preparada utilizando as seguinte
- 10 etapas: misturar uniformemente os ingredientes num misturador/batedeira. Alimentar a mistura seca e água para obter a umidade alvo para extrusão. Utilizar condições típicas de extrusão e secagem. Resfriar e embalar.
- 15 A composição de revestimento é uma solução de 75% sólidos de 50% de açúcar, 50% de xarope de milho resistente. É preparada empregando as seguintes etapas: colocar uma pistola de pulverização em forno de convecção a 250°F para pré-aquecimento. Pesar aproximadamente 100 g de
- 20 cereal e colocá-lo num tambor rotativo que tenha sido primeiramente revestido com um agente de liberação à base de óleo. Misture os ingredientes secos (75% sólidos secos totais) em caldeira. Adicione água e misture. Aqueça o xarope até aproximadamente 230°F (fervura rápida). Pese a
- 25 quantidade desejada de xarope necessário para dar a relação correta de cereal:cobertura para atingir a relação apropriada (aproximadamente 45-50% cobertura em peso final do cereal). Despeje o xarope na pistola de pulverização pré-aquecida e conecte a mangueira de ar à
- 30 pistola de pulverização. À medida que o cereal é misturado sob rotação, pulverizar o xarope sobre o cereal até que todo o xarope tenha sido aplicado. Após aplicada a quantidade desejada de cobertura, deixar o cereal revestido rolar em tambor revestido por três minutos para
- 35 garantir uma cobertura uniforme. Despejar o cereal revestido sobre uma assadeira que tenha sido pulverizada com agente de liberação. Secar o cereal em forno de

convecção a 250°F por seis minutos ou até que o cereal tenha aspecto seco. Movimentar parcialmente durante a secagem para evitar que o cereal grude no utensílio ou se aglomere. Após secagem, deixe o cereal esfriar por cinco minutos. Após o resfriamento, pesar o cereal para determinar a cobertura percentual. Embale o cereal em sacos plásticos próprios para embalagem.

Exemplo 18

Foi preparado iogurte compreendendo uma composição de oligossacarídeo de acordo com a presente invenção.

Foram utilizados os seguintes ingredientes:

Leite a 2%.....	3614
Leite em pó desnatado (NFDM).....	133
Xarope de milho resistente (amostra 5).....	200
Amido Rezista 682.....	<u>53</u>
Peso total.....	4000 g

O iogurte foi preparado utilizando as seguintes etapas: Dispersar os ingredientes secos nos ingredientes líquidos utilizando uma bomba e funil ou liquidificador. Pré-aquecer até 150°F. Homogeneizar a 1500/500 psi utilizando um homogeneizador de duplo estágios. Pasteurizar a 190°F durante 5 minutos. Resfriar até 90°F e adicionar cultura. Fazer a cultura até obter pH final de 4,4. Agitar o produto e iniciar o resfriamento para interromper o crescimento ativo da cultura. Embalar e resfriar.

Exemplo 19

Foi preparada uma bebida à base de iogurte compreendendo uma composição de oligossacarídeo de acordo com a presente invenção.

Foram utilizados os seguintes ingredientes:

Leite desnatado.....	94,21
Concentrado de proteína de soro de leite.....	1,2
Xarope de milho resistente (Amostra 5).....	4,25
Mistura estabilizante.....	0,442
Solução de sucralose.....	<u>0,008</u>
Total.....	100,0

A bebida à base de iogurte foi preparada utilizando as

seguintes etapas: adicionar os ingredientes secos ao líquido utilizando bomba e funil ou liquidificador. Pré-aquecer até 150°F. Homogeneizar a 1500/500 psi utilizando um homogeneizador de dois estágios. Pasteurizar a 190°F durante 5 minutos. Resfriar até 90°F e adicionar cultura. Fazer a cultura até obter pH final de 4,4. Dividir, embalar e resfriar.

Exemplo 20

Uma novidade congelada ("frozen novelty") compreendendo uma composição de oligossacarídeo de acordo com a presente invenção pode ser preparada conforme abaixo descrito:

Os ingredientes são os seguintes:

Ingredientes	%
Óleo de manteiga	1,20%
Sólidos de leite, sem gordura (MSNF)	11,75%
Sacarose	10,70%
Xarope de milho resistente (Amostra 5)	6,70%
Proteína de soro de leite (Amostra 5)	2,00%
Polidextrose	4,10%
Mistura estabilizante	0,67%
Sólidos totais	37,12%
Peso por galão	9,63 lbs

A novidade congelada pode ser preparada utilizando as seguintes etapas: padronizar o creme, o leite e o leite em pó desnatado até o nível desejado de óleo de manteiga e sólidos de leite, sem gordura (MSNF). Adicionar o estabilizante ao líquido de açúcar utilizando agitação moderada para garantir a adequada dispersão. Misturar o leite e as porções líquidas de açúcar completamente num tanque de batelada. Incorporar a porção de sólidos graxos de leite com a mistura e utilizar baixa agitação para minimizar a incorporação de ar. Pasteurizar até 185°F durante 30 segundos ou tempo e temperatura equivalentes. Homogeneizar utilizando um homogeneizador de dois estágios em duplo estágio de 2500 psi (2000 e 500 psi, primeiro e segundo estágio respectivamente). Resfriar a mistura até 34-38°F e manter por quatro horas no mínimo para maturação. (a maturação da noite para o dia é

preferida).

Exemplo 21

Foi preparado um sorvete sem açúcar compreendendo uma composição de oligossacarídeo de acordo com a invenção.

5 Os ingredientes são os seguintes:

	Óleo de manteiga.....	7- 12%
	Sólidos de leite, sem gordura.....	10-12%
	Xarope de milho resistente (Amostra 5).....	12-15%
	Maltodextrina.....	3-5%
10	Sucralose.....	0,0085%-0,012%
	Vitamina A, palmitato.....	0,009%
	Mistura estabilizante.....	0,40-0,50%

O sorvete sem açúcar foi preparado utilizando as seguintes etapas: A mistura estabilizante, sucralose, vitamina A e a maltodextrina foram misturadas em leite desnatado sob cisalhamento. Xarope de milho resistente foi adicionado à mistura sob cisalhamento. O creme (óleo de manteiga) é então adicionado lentamente para evitar desnatação e aeração. O sorvete é então pasteurizado e

15

homogeneizado a 175°F durante 30 segundos, 2500 psi 2 estágios, respectivamente. A mistura é refrigerada da noite para o dia (35-40°F) e então processada até o estado congelado utilizando um sistema de congelamento contínuo.

25 Exemplo 22

Foram preparados marshmallows compreendendo uma composição de oligossacarídeo de acordo com a presente invenção.

Os ingredientes foram preparados em três partes separadas:

30

Parte A

Gelatina 250 Bloom.....	22,5
Água Fria.....	44,5

Parte B

35 Xarope de milho resistente
(amostra 5, 71%).....337,5

Parte C

Xarope de Maltitol Hystar.....585,5

Total.....990g

Os marshmallows foram preparados utilizando as seguintes etapas: Misturar os ingredientes da Parte A (gelatina em
 5 água). Pré-aquecer o xarope de milho resistente até 135°F. Aquecer o xarope de maltitol até 200°F. Combinar as Partes B e C e resfriar até 145° F. Derreter a Parte A em microondas por 30 segundos para dissolver a gelatina. Adicionar a Parte A às outras partes e bater a mistura
 10 com um batedor de arame num misturador Hobart até obter uma densidade de 0,5. Envasar o marshmallow em sacos próprios para massas e depositar em moldes de amido.

Exemplo 23

Foi preparada uma bala dura compreendendo uma composição
 15 de oligossacarídeo de acordo com a presente invenção.

Os ingredientes são os seguintes:

Açúcar.....	42,0
Xarope de milho resistente(Amostra 4)...	43,7
Água.....	<u>14,3</u>
20 Total.....	100,0

A bala dura foi preparada utilizando as seguintes etapas: misturar açúcar e xarope de amido resistente com água. Aquecer até 138°C em fogão Bosch e vácuo por dois minutos até 129°C. Adicionar ácido cítrico (18g para cada 3 kg de
 25 produto) e aromatizar. Depositar ou formar as balas.

Exemplo 24

Foi preparada uma bala de goma gelatinosa compreendendo uma composição de oligossacarídeo de acordo com a invenção.

30 Os ingredientes são os seguintes:

Açúcar.....	35,2
Xarope de milho resistente (Amostra 5, 71%)...	36,6
Água.....	12,3
Gelatina.....	6,6
35 Água.....	<u>9,3</u>
Total.....	100,0

A bala de goma foi preparada utilizando as seguintes

etapas: Misturar a gelatina e a água e manter a 70°C. Misturar o açúcar, o xarope de milho resistente e a água. Aquecer até que os sólidos atinjam 89% (aproximadamente 120° C) e então baixar para 90°C. Adicionar a solução de
 5 gelatina. Adicionar a solução de ácido cítrico a 50% (18g/1000 g) aromatizar e colorir a gosto. Depositar em moldes de amido e secar às condições ambientais até uma porcentagem em peso de sólidos secos (ds) de 81 - 82%.

Exemplo 25

10 Foi preparada uma geléia compreendendo uma composição de oligossacarídeo de acordo com a presente invenção.

Os ingredientes são os seguintes:

	Água.....	36,5
	Damascos.....	32,8
15	Xarope de milho resistente (Amostra 5, 71%)..	15,5
	Maltodextrina.....	10,2
	Pectina (baixo metoxi).....	4,58
	Goma xantana.....	0,10
	Ácido cítrico.....	0,15
20	Sucralose.....	0,06
	Sorbato de potássio.....	0,10
	Cloreto de cálcio.....	<u>0,01</u>
	Total.....	100,0

A geléia foi preparada utilizando as seguintes etapas:
 25 misturar os ingredientes secos. Adicionar os ingredientes secos aos ingredientes líquidos e à fruta. Aquecer até 220°F. Colocar em recipientes e resfriar.

Exemplo 26

Foi preparada uma bebida adoçada para crianças
 30 compreendendo uma composição de oligossacarídeos de acordo com a presente invenção.

Os ingredientes foram os seguintes:

	Água.....	86,35
	Ácido cítrico.....	0,15
35	Aromatizante de morango.....	0,10
	Xarope de milho resistente (Amostra 5, 73,4%).....	13,3
	Corante (#40, 10%).....	0,10

Sucralose..... 0,004

A bebida foi preparada utilizando as seguintes etapas:
Adicionar os ingredientes lentamente à água utilizando um
misturador. Aquecer a bebida até 180°F. Envasar
5 imediatamente ainda quente em frascos. Colocar os frascos
em banho maria para esfriar.

Exemplo 27

Foi preparada uma bebida carbonatada com suco sabor
laranja compreendendo uma composição de oligossacarídeo
10 de acordo com a invenção.

Os ingredientes são os seguintes:

<u>Ingrediente</u>		<u>%</u>
Citrato de potássio.....		0,0200
Ácido (cítrico, málico).....		0,2000
15 RCS (Amostra 5, 71% ds).....		1,8750
Adoçantes de alta intensidade		
(sucralose, Ace-K).....		0,015
Suco de laranja conc. Val		
clarificado 5%, 60,56 Brix....		1,0177
20 Vermelho #40.....		0,0009
Amarelo #5.....		0,0044
Aromatizante de laranja.....		0,1218
Água filtrada.....		<u>96.7452</u>
		100

25 A bebida carbonatada sabor laranja foi preparada
utilizando as seguintes etapas: misturar a seco o citrato
de potássio, ácidos, xarope de milho resistente, e os
adoçantes de alta intensidade. Misturar o suco de laranja
concentrado, o Vermelho #40, Amarelo #5, o aromatizante
30 de laranja, e a mistura da etapa anterior na água.
Carbonatar até o volume desejado de CO₂(2-4).

Exemplo 28

Foi preparado um recheio condimentado com alto teor de
sólidos compreendendo uma composição de oligossacarídeos
35 de acordo com a presente invenção.

Os ingredientes foram os seguintes:

Ingredientes	Quantidade (g)
Mistura texturizante Tate and Lyle	18,6
Óleo de canola	34
Aromatizante de queijo	28
Sólidos de xarope de milho resistente (Amostra 5)	17
Sal	1,3
Aromatizante de pimenta "Jalapeño"	0,75
Ácido láctico	0,2
Ácido cítrico	0,15
TOTAL	100

¹Mistura de amido modificado de grau alimentício, proteína de trigo e maltodextrina.

Os ingredientes foram incorporados à mistura de produto na seguinte ordem: (1) óleo de canola, (2) aromatizantes, 5 ácido cítrico, ácido láctico e sal, (3) xarope de milho resistente, e (4) Mistura Texturizante Tate and Lyle.

Exemplo 29

Foi preparado um recheio de frutas com alto teor de sólidos compreendendo a composição de oligossacarídeo de 10 acordo com a presente invenção.

Os ingredientes são os seguintes:

Parte A	%
Isosweet 5500 H FCS.....	21
Mirathik 603 (amido modificado de grau alimentício...	6
15 Parte B	
Xarope de milho resistente	
(Amostra 6)	70,88
Água.....	1,55
Aromat.artif.e natural de framboesa 256639Tastemaker)	0,3
20 Parte C	
ácido málico.....	0,1
ácido cítrico.....	0,1
Corante vermelho 09310 (WJ).....	0,06
Corante azul 09918 (WJ).....	0,01
25	100

A geléia foi preparada utilizando as seguintes etapas:
Colocar o ISOSWEET®500 da Parte A num misturador Hobart.

Adicionar lentamente o Mirathik 503 enquanto mistura por 1,5 minuto. Adicionar o xarope de milho resistente, o aromatizante e a água da Parte B. Misturar até obter uniformidade (1 minuto). Deixar descansar por cerca de
 5 três minutos, até que a mistura fique espessa. Pré-misturar os ingredientes da Parte C e adicionar à mistura. Misturar até que se torne uniforme. Deixar o recheio solidificar durante 24 horas para obter viscosidade total.

10 Exemplo 30

Foi preparado um biscoito "cream cracker" laminado compreendendo uma composição de oligossacarídeo de acordo com a invenção.

Os ingredientes são os seguintes:

15	Farinha de trigo.....	70,949
	Sólidos de xarope de milho resistente (Amostra 5).....	17,00
	Gordura	10,0
	Sucralose.....	0,001
20	Bicarbonato de sódio.....	0,70
	Sal.....	0,50
	Fosfato monocálcico.....	<u>0,85</u>
	Total.....	100,00
	Quantidade de água.....	30

25 O biscoito "cream cracker" laminado foi preparado utilizando as seguintes etapas: Misturar a massa de farinha até que todos os ingredientes fiquem umedecidos e a massa apresente uma consistência maleável. Abrir a massa com cilindro até uma espessura de 1,1mm. Cortar em
 30 pedaços. Assar em forno de convecção (baixa ventilação) a 350°F por cinco minutos.

Exemplo 31

Foi preparado um salgadinho tipo "snack" extrusado expandido compreendendo uma composição de oligossacarídeo
 35 de acordo com a presente invenção.

Os ingredientes são os seguintes:

	Farinha de trigo.....	75,00
	Sólidos de xarope de milho	
	resistente (Amostra 5).....	23,50
	Sal.....	1,50
5	Total.....	100,0

O salgadinho extrusado e expandido foi preparado utilizando as seguintes etapas: Misturar os ingredientes secos. Colocar os ingredientes secos na extrusora. Extrusar nos formatos apropriados. Secar durante 10 minutos até atingir um teor de umidade final de 1%.

Exemplo 32

Foram preparadas salgadinhos de milho tipo tortilha compreendendo uma composição de oligossacarídeos de acordo com a presente invenção.

Os ingredientes são os seguintes:

	Farinha para salgadinho de milho # 8.....	23,5
	Farinha para Salgadinho Tortilha # 1.....	24,0
	Xarope de milho resistente	
	(Amostra 5).....	2,50
20	Água.....	40,0
	Total.....	100,0

Os salgadinhos tipo tortilha foram preparados utilizando as seguintes etapas: Preparar uma mistura de 1:1 de farinha para salgadinho tortilha # 1 e farinha para salgadinho de milho #8. Misturar à baixa velocidade durante um minuto em misturador Hobart. Adicionar xarope de milho resistente e mistura à baixa velocidade por um minuto. Com o misturador ainda em operação à baixa velocidade, adicionar lentamente água à temperatura ambiente em fluxo na mistura seca. Após adicionar toda a água, aumentar a velocidade do misturador e misturar por três minutos. Cobrir a massa e deixar descansar por 30 minutos num béquer de plástico. Passar a massa em cilindro laminador Rondo e cilindrar gradualmente até atingir 1,3 mm de espessura (verificar a espessura utilizando um micrômetro). Utilizar o cilindro laminador Rondo, cortar a massa utilizando o cortador, estendendo a massa no

sentido horizontal. Fritar por aproximadamente 1:45 a 2 minutos (até que os salgadinhos adquiram uma cor marrom-dourada e o borbulhamento tenha quase cessado) numa frigideira pré-aquecida até 375°F. Enquanto os
 5 salgadinhos estão fritando utilizar uma espátula de metal para mexer os salgadinhos, de forma que os mesmos fiquem sempre submersos no óleo em ambos os lados (para ajudar na absorção uniforme de gordura). Retirar da frigideira e
 10 deixar a gordura dos salgadinhos escorrer por quatro minutos, suspendendo a cesta. Colocar os salgadinhos sobre uma toalha de papel e deixar descansar por seis minutos. Ensacar, vedar e etiquetar os salgadinhos tipo tortilha num saco plástico.

Exemplo 33

15 Foi preparada uma mistura em pó para sobremesa de gelatina compreendendo uma composição de oligossacarídeo de acordo com a presente invenção.

Os ingredientes são os seguintes:

Sólidos de xarope de milho resistente

20	(Amostra 5).....	88,66
	Gelatina 250 Bloom.....	9,00
	Ácido adípico.....	0,90
	Ácido fumárico.....	0,60
	Aromatizante de morango.....	0,50
25	Fosfato dissódico.....	0,20
	Corante (vermelho # 40).....	0,14
	Sucralose.....	0,03

A mistura em pó para preparo de sobremesa de gelatina foi preparada utilizando as seguintes etapas: misturar os
 30 ingredientes secos. Pesar 85,1 g de mistura em pó e adicionar a 226,8 g de água a 212°F. Dissolver completamente. Adicionar 226,8 g de água fria e misturar completamente. Refrigerar por pelo menos quatro horas.

Exemplo 34

35 Uma barra nutricional ("snack bar") compreendendo uma composição de oligossacarídeo de acordo com a presente invenção foi preparada, compreendendo um recheio com alto

teor de sólidos, um xarope ligante, e uma porção extrusada.

Os ingredientes do recheio com alto teor de sólidos são os seguintes:

5	Parte A	
	Xarope de milho resistente (Amostra 6).....	21,00
	Amido MiraThik 603.....	6,00
	Parte B	
	Xarope de milho resistente (Amostra 6).....	80,88
10	Água.....	1,55
	Aromatizante de framboesa.....	0,30
	Parte C	
	Ácido Málico.....	0,10
	Ácido cítrico.....	0,10
15	Corante vermelho.....	0,06
	Corante azul.....	<u>0,01</u>
	Total.....	100,00

O recheio com alto teor de sólidos foi preparado utilizando as seguintes etapas: Colocar a parte A, compreendendo xarope de milho resistente, num misturador. Adicionar lentamente o amido Mirathik 603 enquanto mistura à baixa velocidade por 1,5 minuto. Adicionar a parte B (xarope de milho resistente, aromatizante, água) e misturar até que tornar uniforme (um minuto à baixa velocidade). Deixar descansar por cerca de 3 minutos até que a mistura se torne espessa. Pré-misturar os ingredientes da parte C e adicionar à mistura. Misturar até que se torne uniforme (deixar o recheio solidificar por 24 horas para obter viscosidade total).

Os ingredientes para o xarope ligante são os seguintes:

	Xarope de milho resistente	
	(Amostra 2).....	67,7
	Glicerina.....	10,7
	Amido StaSlim 150.....	13,3
35	Gordura.....	7,5
	Sal.....	<u>0,8</u>
	Total.....	100,0

O xarope ligante foi preparado utilizando as seguintes etapas: combinar e aquecer até 172°F. Adicionar às porções de cereal/granola e combinar para cobrir as porções uniformemente. Misturar a uma relação de 54% xarope, 46% cereal.

Os ingredientes para a porção extrusada foram os seguintes:

	Farinha de milho.....	55,30
	Farinha de trigo integral...	25,19
10	Xarope de milho resistente (Amostra 2).....	13,51
	Farinha de aveia integral...	5,00
	Sal.....	<u>1,00</u>
	Total.....	100,0

15 A porção extrusada foi preparada utilizando as seguintes etapas: misturar uniformemente os ingredientes numa batedeira/misturador. Adicionar água à mistura seca até obter a umidade de extrusão ideal. Utilizar condições típicas de extrusão e secagem. Deixar esfriar e embalar.

20 O xarope ligante é misturado para recobrir a porção extrusada ou outro particulado, e a mistura é passada em laminador ou formada e cortada no tamanho apropriado. O recheio com alto teor de sólidos deve ser adicionado tipicamente entre as duas camadas da mistura de
25 ligante/particulado.

Exemplo 35

Foi preparado um bolo de especiarias compreendendo uma composição de oligossacarídeos de acordo com a presente invenção.

30 Os ingredientes são os seguintes:

Ingrediente	%
Água	40,67
Farinha para bolos Purasnow	21,56
sorbitol	17,70
Sólidos RCS (Amostra 5)	8,85
Amido de grau alimentício modificado MiraThik 603	1,00
Core M90 (maltodextrina, sucralose)	0,25
emulsificante EC-25	2,65
Isolado de proteína de soro de leite Provon 190	1,25

Amido de grau alimentício modificado HiJel S	0,99
Claras de ovo desidratadas	0,99
Sal	0,79
Emulsificante GMS 90	0,59
Bicarbonato de sódio	0,56
Pan O Lite	0,45
Baunilha em pó 1011320	0,40
Diidrato fosfato dicálcico	0,34
Canela	0,29
Propionato de sódio	0,21
Noz moscada	0,17
Goma xantana	0,12
Emulsificante Durafax 60	0,10
cravo moído	0,07
Total	100

O bolo de especiarias foi preparado utilizando as seguintes etapas:

Procedimento Mistura em Pó

Colocar RCS, Mira-Thik 603, Core M90, e o sorbitol numa
5 tigela de batedeira. Derreter o EC-25 no microondas tomando cuidado para não aquecer demais. (Não derreter GMS 90 ou o Durfax 60). Adicionar EC-25, misturar por 5 minutos na velocidade 1, raspando as bordas da tigela, quando necessário. Adicionar Durfax 60 enquanto mistura
10 por 1 minuto na velocidade 1, raspando as bordas da tigela, quando necessário. Adicionar o GMS 90 enquanto mistura por 1 minuto na velocidade 1, raspando as bordas da tigela, quando necessário. Passar a mistura em pó por um processador de alimentos por 2 minutos, raspando após
15 cada minuto. Transferir a mistura em pó novamente para a tigela da batedeira. Peneirar os ingredientes secos restantes e adicionar lentamente (1 colher grande cheia de cada vez) à mistura de sorbitol enquanto a batedeira está operando. Bater por 5 minutos na velocidade 1.

20 Procedimento de Mistura com Água

Colocar a mistura em pó numa tigela. Adicionar água lentamente, batendo por 30 segundos na velocidade 1. Raspe as bordas da tigela. Bater por 3 1/2 minutos na velocidade 2, raspando as bordas da tigela quando
25 necessário. Untar as bordas de uma forma de bolo de 8"

pulverizando com óleo próprio para untar e utilize um papel vegetal circular para forrar as formas. Assar a uma temperatura de 350°F por 37 minutos ou até que fique pronto.

5 Exemplo 36

Foi preparado um molho de queijo compreendendo uma composição de oligossacarídeo de acordo com a presente invenção.

Os ingredientes são os seguintes:

10	Queijo Cheddar.....	23,41
	Manteiga.....	5,88
	Água.....	50,50
	Soro de leite doce.....	5,44
	Fosfato dissódico (DSP).....	0,73
15	Fosfato trissódico (TSP).....	0,16
	Citrato de sódio.....	0,36
	Sal.....	0,78
	Amido MaxiGel 420.....	2,73
	RCS (Amostra 5).....	<u>9,09</u>
20	Total.....	100,0

O molho de queijo foi preparado utilizando as seguintes etapas: Misturar todos os ingredientes. Aquecer até 200°F sob constante agitação. Despejar o molho de queijo ainda quente em potes ou recipientes e vedar com tampa ou outro

25 dispositivo de vedação. Resfriar até 40°F.

Exemplo 37

Uma barra de queijo imitação de mozzarella compreendendo uma composição de oligossacarídeo de acordo com a presente invenção foi preparado.

30 Os ingredientes são os seguintes:

	Porcentagem	Peso em G
Caseína Rennet	19,494	974,70
Ácido sórbico	0,2964	14,82
Soro de leite em pó	1,4288	71,44
Óleo de soja	20,121	1006,05
Sal	2,0007	100,04
Citrato de sódio	2,09	104,50
Ácido láctico (líquido)	1,2692	63,46
Amido StaSlim 151	3,42	171,00

Xarope de milho resistente (Amostra 5, 71% ds)	4,75	237,50
Fosfato trissódico (TSP)	0,76	38,00
Água	44,3699	2218,50
Total	55,6301	2781,51

O queijo foi preparado utilizando as seguintes etapas: adicionar água, citrato de sódio, caseína, e óleo de soja (120 g). Misturar por cinco minutos. Adicionar o óleo de soja restante. Adicionar ácido sórbico, sal, amido, xarope de milho resistente. Adicionar então o soro de leite e o ácido láctico. Bater por cinco minutos. Adicionar os ingredientes restantes. Cozinhar a 185°F.

Exemplo 38

Uma película comestível compreendendo uma composição de oligossacarídeo de acordo com a presente invenção foi preparada. Sem se vincular a nenhuma teoria, acredita-se que a composição de oligossacarídeo serviu como plastificante na película comestível.

Os ingredientes são os seguintes:

15	SÓLIDOS	
		<u>Gramas</u>
	Pullulan (PI-20).....	21,252
	Maltodextrina Star-Dri 1005A.....	1,65
	RCS (amostra 5, 71% sólidos).....	3,3
20	Polisorbato 80.....	0,165
	Benzoato de sódio.....	0,033
	TOTAL.....	26,4

PELÍCULA

		<u>Gramas</u>
25	Sólidos.....	26,4
	Água.....	83,6
	TOTAL.....	110

Mistura corante/aromatizante 22

A película comestível foi preparada utilizando as seguintes etapas:

Dispersão de ingredientes:

Misturar pullulan e maltodextrina num béquer com ajuda de

um batedor. Misturar a água, polisorbato 80, benzoato de sódio, e o xarope de milho resistente (RCS) num béquer separado. Utilizar uma batedeira Servodyne modelo 50003-30 para misturar os ingredientes úmidos. Iniciar com 700 rpm. Adicionar lentamente à mistura seca de aromatizante. Após dissolver todos os grumos, adicionar lentamente à mistura de pullulan. Ajustar as rotações por minuto (RPM) se necessário quando a mistura engrossar (até 1.000 rpm). Quando todos os ingredientes secos tiverem sido incorporados, desligar a batedeira e raspar as bordas do béquer. Ligue a batedeira a uma velocidade de 1.000 rpm e bata por mais 2 minutos. Despejar 50g em tubos centrífugos. Centrifugar por 10 minutos para retirar o ar.

15 Procedimento para Formação de Película

As películas foram estiradas utilizando um dispositivo de estiramento ajustável da Gardco ajustado em 0,045". Esses dispositivos foram ajustados na espessura apropriada utilizando lâminas de calibrador de folga. As películas foram estiradas sobre o Mylar com o uso de uma placa a vácuo. As películas foram secadas numa câmara ambiental a 65°C e 25% RH por duas horas. Foram curadas na câmara ambiental a 25°C e 28% RH da noite para o dia. Os filmes secados foram embalados em sacos plásticos.

25 Exemplo 39

Foi preparado um bolo inglês com baixo teor de gordura compreendendo uma composição de oligossacarídeo de acordo com a presente invenção.

Os ingredientes são os seguintes:

30 Ingrediente %

Parte A

35	Farinha de trigo para bolos.....	28,81
	Sólidos RCS (Amostra 5).....	26
	Água.....	16,27
35	Emulsificador GMS-90.....	5,92
	Dextrose.....	4,17
	Leite em pó desnatado, aquecido	

	a alta temperatura.....	1,6
	Amido STA-SLIM 150.....	1,29
	Amido STA-SLIM 142.....	0,64
	Sal.....	0,63
5	Lêvedo ácido PAN-O-LITE.....	0,5
	Bicarbonato de sódio	0,5
	Aromatizante baunilha #464174.....	0,45
	Corante Annatto.....	0,1
	Xantana.....	0,09
10	Parte B	
	Líquido de Claras de ovos.....	8,4
	Água.....	4,63
		100

O bolo inglês foi preparado utilizando as seguintes etapas: misturar os ingredientes secos da Parte A numa batedeira Hobart à velocidade 1. Adicionar o emulsificante GMS-90 e bater por 2 minutos (velocidade 1). Adicionar água e corante Annatto e bater por 4 minutos (velocidade 2). Raspar a tigela e a espátula após 2 minutos e no final da mistura. Misturar os ingredientes da Parte B. Adicionar 1/3 da mistura de claras de ovos/água da Parte B à Parte A e bater por 1 minuto (velocidade 2). Raspar a tigela e a espátula após bater. Repetir a primeira etapa para a Parte B duas vezes para incorporar os 2/3 restantes da mistura de claras de ovos/água. Despejar 200 gramas da massa numa forma para pão untada. Assar a 350°F por 30 minutos.

Exemplo 40

Foram preparados biscoitos tipo "cookies" com farelo de aveia, raspas de chocolate e uvas passas, contendo níveis de poliol, e compreendendo uma composição de oligossacarídeo de acordo com a presente invenção.

Os ingredientes são os seguintes:

Ingredientes	% fórmula	% fornada
Gordura Vream Rite	12,50	50,40
BAKERY REBALANCE 706 (Tate & Lyle) (aditivo fonte de fibras)	9,00	36,29

Polidextrose STA-LITE III (Tate & Lyle)	5,00	20,16
Sorbitol "Sorbogem Fines"	3,00	12,10
NutraFlora®scFOS®(frutooligossacarídeo)	4,50	18,15
Xarope de milho resistente (Amostra 4)	3,00	12,10
Sal	0,50	2,02
Canela	0,30	1,21
Aromatizante de canela	0,25	1,01
Aromatizante para biscoitos de farelo de aveia	0,25	1,01
Aromatizante de baunilha	0,25	1,01
Ovo desidratado	0,90	3,63
Água	9,00	36,29
Glicerina	1,25	5,04
Farinha para massas em geral	24,80	100,00
Aveia em flocos finos	12,40	50,00
Bicarbonato de sódio	0,40	1,61
Pan-O-Lite	0,20	0,81
Nozes picadas	6,00	24,19
Passas	6,50	26,21
Total	100,00	403,23

Os biscoitos "cookies" com farinha de aveia e passas foram preparados utilizando as seguintes etapas: misturar a gordura e os aromatizantes numa batedeira Hobart N-50 na velocidade 1 por 30 segundos. Adicionar os

5 ingredientes restantes do estágio 1. Misturar na velocidade 1 por 1 minuto. Raspar as laterais da tigela. Misturar na velocidade 2 por 1 minuto. Adicionar os ingredientes do estágio 2. Misturar na velocidade 1 por 1 minuto. Raspar as laterais da tigela. Bater na velocidade

10 2 por 1 minuto. Adicionar os ingredientes do estágio 3. Bater na velocidade 1 por 1 min e 30 segundos. Raspar as laterais da tigela. Repetir a mistura na velocidade 1 por 1 min e 30 segundos. Adicionar os ingredientes do estágio

15 4. Bater na velocidade 1 por 15 segundos. Pesar 30 g de massa sobre papel vegetal em assadeiras com duplo revestimento. Assar 12 biscoitos em forno de convecção a 375°F por 11 min.

Exemplo 41

Foram preparados biscoitos macios de chocolate

20 compreendendo uma composição de oligossacarídeo de acordo

com a presente invenção.

Os ingredientes são os seguintes:

	Ingrediente	%
	Farinha para massas em geral.....	28,70
5	Sólidos de xarope de milho resistente (Amostra 5).....	22,20
	Manteiga.....	20,40
	RCS (Amostra 5, 71% ds).....	10,90
	Ovos, inteiros.....	9,10
10	Cacau natural N-11-N.....	3,60
	Cacau levemente alcalinizado D-11-A..	2,00
	Amido de milho modificado instantâneo TENDER-JEL C.....	1,90
	Aromatizante de baunilha.....	0,46
15	Sal.....	0,44
	Bicarbonato de sódio.....	0,30
		100,00

Os biscoitos foram preparados utilizando as seguintes etapas: Misturar açúcar/sólidos RCS, manteiga, e RCS (71%) em tigela de batedeira Hobart na velocidade 1. Adicionar os ovos. Adicionar a essa mistura os ingredientes secos restantes. Assar a 350°F por 15 minutos.

Exemplo 42

25 Um xarope de ácer ("maple syrup") foi preparado compreendendo uma composição de oligossacarídeo de acordo com a presente invenção.

Os ingredientes são os seguintes:

	Água.....	80,132
30	Sólidos de xarope de milho resistente (Amostra 5).....	17,00
	Goma de celulose.....	1,00
	Aromatizante de ácer ("maple").....	0,45
	Sal.....	0,45
35	Sucralose SPLENDA.....	0,35
	Goma Guar.....	0,28
	Ácido fosfórico (85%).....	0,15

Corante caramelo.....	0,13
Hexametáfosfato de sódio.....	0,05
Aromatizante de manteiga.....	<u>0,008</u>
Total.....	100,00

- 5 O xarope de ácer foi preparado utilizando as seguintes etapas: adicionar sucralose, preservativos, sal, aromatizante, e corante à água em baixa velocidade em bate-deira padrão. Adicionar lentamente as gomas à
- 10 nos sólidos de xarope de milho resistente enquanto aquece até 185°F. Remover o calor e adicionar ácido. Encher os recipientes a 180-185°F e inverter por um minuto. Resfriar até 75°F.

Exemplo 43

- 15 Foi preparado um molho para churrasco compreendendo uma composição de oligossacarídeo de acordo com a presente invenção.

Os ingredientes são os seguintes:

Parte A

- | | | |
|----|---|-------|
| 20 | Massa de tomate..... | 27,23 |
| | Água..... | 14,7 |
| | Vinagre de maçã..... | 15,13 |
| | Xarope de milho resistente | |
| | (Amostra 5, 71%)..... | 33,73 |
| 25 | Melado..... | 5,04 |
| | Aroma natural de fumaça ("Liquid Hickory Smoke")..... | 0,30 |
| | Corante caramelo..... | 0,21 |

Parte B

- | | | |
|----|-----------------------------|-------|
| 30 | Sal..... | 2,02 |
| | Mistura de condimentos..... | 1,65 |
| | Sucralose..... | 0,014 |

- O molho para churrasco foi preparado utilizando as seguintes etapas: Aquecer os ingredientes da Parte A até
- 35 190°F. Adicionar os ingredientes secos à parte A e aquecer por 15 minutos a 200°F. Encher os recipientes com o produto ainda quente, e resfriar.

Exemplo 44

Foi preparado um molho para salada tipo Francês compreendendo uma composição de oligossacarídeo de acordo com a presente invenção.

5 Os ingredientes são os seguintes:

	Óleo de soja.....	9,00
	Xarope de milho resistente (Amostra 5, 71%).....	47,57
	Vinagre.....	18,59
10	Massa de tomate.....	7,00
	Sal.....	2,00
	Amido de milho modificado MiraThik 603.....	2,00
	Polisorbato 60.....	0,20
15	Cebola em pó.....	0,18
	Alho em pó.....	0,15
	Goma xantana.....	0,10
	Ácido sórbico.....	0,10
	Oleoresina de páprica.....	0,10
20	EDTA.....	<u>0,01</u>
	Total.....	100,0

O molho para saladas tipo Francês foi preparado utilizando as seguintes etapas: colocar a água e o xarope de milho resistente no recipiente. Misturar a cebola em pó, sal, alho em pó, ácido sórbico e o EDTA e adicionar à
 25 mistura aquosa. Misture o amido e a goma xantana com pequena quantidade de óleo até formar uma pasta, adicionando-a à mistura aquosa, e misturar por cinco minutos, até hidratar o amido. Adicionar a massa de
 30 tomate e a páprica. Adicionar o vinagre. Derreter o polisorbato 60 e adicionar à mistura lentamente. Adicionar o restante do óleo e misturar por cinco minutos. Processar em moinho colóide a 0,26" (2 revoluções).

35 Exemplo 45

Foi preparado um concentrado para sopa creme sabor frango, compreendendo uma composição de oligossacarídeo

de acordo com a presente invenção.

Os ingredientes são os seguintes:

	Água.....	65,65
	Caldo de frango.....	11,30
5	Sólidos de xarope de milho resistente (Amostra 5).....	11,00
	"Half & Half" (creme leve).....	5,60
	Amido Rezista.....	3,10
	Dióxido de titânio.....	1,00
10	Sal.....	0,50
	Açúcar.....	0,16
	Condimentos.....	0,69
	Goma xantana.....	<u>0,10</u>
	Total.....	100,00
15	O concentrado para sopa creme sabor frango foi preparado, utilizando as seguintes etapas: misturar os ingredientes secos. Bater os ingredientes líquidos por 3-5 minutos. Adicionar os ingredientes secos lentamente utilizando um mixer na velocidade média. Bater por 3-5 minutos para	
20	garantir uma dispersão uniforme. Aquecer até 190°F sem agitação. Aguardar 5 minutos. Colocar a mistura ainda quente em latas e vedar imediatamente.	
	Esterilizar a uma temperatura de 250°F por 40 minutos. Resfriar as latas à temperatura ambiente. Para servir,	
25	adicionar uma lata de sopa em igual volume de leite a 2%. Misturar bem. Aquecer em fogo brando (aproximadamente 10 minutos. Servir quente.	

Exemplo 46

Foi preparado um catchup compreendendo uma composição de
30 oligossacarídeo de acordo com a presente invenção.

Os ingredientes são os seguintes:

	Massa de tomate.....	37,54
	Sólidos de xarope de milho resistente (Amostra 5).....	12,01
35	Água.....	41,37
	Vinagre.....	7,01
	Alho em pó.....	0,02

- | | | |
|--|-----------------------|-------|
| | Cebola em pó..... | 0,03 |
| | Aroma de fumaça..... | 0,001 |
| | Sal..... | 2,00 |
| | Sucralose (seca)..... | 0,02 |
- 5 O ketchup foi preparado através das seguintes etapas: misture os condimentos secos, RCS, sucralose e sal. Misturar a água, vinagre e a mistura em pó utilizando um mixer. Adicione o aroma de fumaça à mistura úmida. Misture a massa de tomate com 1/4 da mistura úmida (água,
- 10 vinagre e a mistura em pó) numa batedeira Hobart provida de pás na velocidade 1 por 2 minutos. Misturar no restante da mistura úmida na velocidade 1 por 1 minuto. Interromper o processo e raspar bem a tigela. Continuar a bater na velocidade 1 por 1 minuto. Aquecer o ketchup a
- 15 105°C e manter por 15 segundos. Esfriar até 80°C. Homogeneizar utilizando homogeneizador Panda a 150/50 bars. Embalar imediatamente em potes de vidro.

Exemplo 47

- Foi preparada uma mistura para molho sabor carne compreendendo uma composição de oligossacarídeo de acordo com a presente invenção.

Os ingredientes são os seguintes:

- | | | |
|----|--|-------------|
| | Água..... | 90,17 |
| | Amido Perma-Flo..... | 3,58 |
| 25 | Aroma de carne..... | 3,25 |
| | Sólidos de xarope de milho resistente (Amostra 5)..... | 10,00 |
| | Açúcar..... | 0,43 |
| | Soro de leite doce..... | 0,42 |
| 30 | Corante caramelo..... | 0,09 |
| | Condimentos..... | <u>0,03</u> |
| | Total..... | 100,0 |

- A mistura para molho sabor carne foi preparada utilizando as seguintes etapas: Misturar os ingredientes secos e o
- 35 aromatizante TALO TF-55 (todos os ingredientes, exceto a água) até obter uma mistura uniforme. Utilizando um batedor de arame, dispersar essa mistura em pó em água

fria. Cozinhar com agitação a 190°F. Manter a mistura a 190°F com agitação durante 10 minutos.

Exemplo 48

Foi preparada uma mistura em pó substituta de creme para
5 café("creamer") compreendendo uma composição de
oligossacarídeo de acordo com a presente invenção.

Os ingredientes são os seguintes:

Mistura em pó substituta do creme
para café

10 (Mistura Jerzee 220077)..... 21,8

Sólidos de xarope de milho resistente

(Amostra 5)..... 78,2

A mistura em pó substituta do creme para café foi
preparada utilizando as seguintes etapas: os ingredientes
15 são misturados, pesados e passados por peneira malha 10
num recipiente misturador giratório, misturador
helicoidal ("ribbon blender") ou misturador de pás. A
formulação é batida de 10 a 25 minutos e embalada. Pode-
se adicionar dióxido de sílica ou silicoaluminato de
20 sódio como agentes anti-aglutinantes, se necessário.

Exemplo 49

Foi preparada uma mistura em pó de creme substituto para
café à base de soja compreendendo uma composição de
oligossacarídeo de acordo com a presente invenção.

25 Os ingredientes são os seguintes:

Ingredientes	Libras	Sólidos	% comp. seco	% Fórmula	
Óleo soja hidrogenado 105°F	65	65	50,67%	23,50%	48,64
Caseinato de sódio	4,1	3,895	3,04%	1,48%	3,07
Sólidos de xarope de milho resist. (Amost5)	61,47	58,4	45,52%	22,23%	46,00
Mono e di-glicerídeos Alphadign 70K	0,5	0,5	0,39%	0,18%	0,37
Mono e di-glicerídeos BFP 75K	0,5	0,5	0,39%	0,18%	0,37
Água	145	0	0,00%	52,34%	108,50
	276,57	128,3	100,00%	100,00%	206,95
Sólidos totais	46,39%		Rendimento@4% umidade		100,00

A água é adicionada ao tanque de batelada e aquecida a 120 - 140°F. O caseinato de sódio é adicionado à água e deixado hidratar por 10 a 30 minutos. Os mono e diglicerídeos podem ser derretidos no óleo de soja 5 hidrogenado ou separadamente. Após o caseinato de sódio ter sido hidratado, são adicionados o óleo de soja e os diglicerídeos ao tanque de batelada. A mistura é bem batida. O xarope de milho restante é adicionado ao tanque de batelada e a mistura aquecida até 170°F, homogeneizada 10 através de homogeneização de duplo estágio (se necessário) e mantida por 30 minutos. O produto está assim pronto para ser secado por pulverização com uma temperatura de entrada de 350 a 500°F e uma temperatura de escape de 150 a 200°F. Pode-se utilizar opcionalmente 15 um secador de leite fluidificado. Silicoaluminato de sódio ou dióxido de sílica podem também ser incluídos para evitar aglutinação. Também pode-se incluir sais de fosfato e/ou agentes anti-aglutinantes.

Exemplo 50

20 Foi preparada uma mistura em pó de creme substituto para café à base de coco para secagem por pulverização, compreendendo uma composição de oligossacarídeo de acordo com a presente invenção.

Os ingredientes são os seguintes:

Ingredientes	Libras	sólidos	% comp.seco	% Fórmula	
Óleo de coco hidrogenado 92	32	32	48,51%	21,67%	46,57
Caseinato de sódio	3,2	3,04	4,61%	2,17%	4,66
Sólidos de xarope de milho resist. (Amot5)	31	29,45	44,65%	20,99%	45,12
Fosfato dipotássico	0,4	0,392	0,59%	0,27%	0,58
Mono e di-glicerídeos destilados	1,08	1,08	1,64%	0,73%	1,57
Água	80	0	0,00%	54,17%	116,43
	147,68	65,96	100,00%	100,00%	214,93
Sólidos totais	44,67%		Rendimento@4% umidade		100,00

25 A mistura em pó de creme substituto para café à base de coco foi preparada utilizando as seguintes etapas:

adicionou-se a água a um tanque de batelada que foi aquecida a 120 - 140°F. O caseinato de cálcio é adicionado à água e deixado hidratar por 10 a 30 minutos. Os mono e diglicerídeos podem ser derretidos no óleo de coco hidrogenado ou separadamente. Após o caseinato de sódio ter sido hidratado, o óleo de coco e os mono e diglicerídeos são adicionados ao tanque de batelada. A mistura é bem batida. Os ingredientes restantes, ou seja o xarope de milho resistente e o fosfato dipotássico são adicionados ao tanque de batelada e a mistura aquecida a 170°C, homogeneizada através de homogeneização de duplo estágio (se necessário) e mantida por 10 minutos. O produto está então pronto para ser secado por pulverização com uma temperatura de entrada de 350 a 500°F e uma temperatura de escape de 150 a 200° F. Pode-se utilizar um secador de leito fluidificado opcional. Silicoaluminato de sódio ou dióxido de sílica podem também ser incluídos para evitar aglutinação.

Exemplo 51

Uma cobertura e/ou composto de cobertura para sorvetes pode ser preparada utilizando os sólidos de xarope de milho resistente para reduzir ou eliminar o teor de açúcar, reduzindo assim as calorias totais. O teor de fibra pode ser aumentado significativamente se comparado com uma cobertura típica (ex: essa ilustração possui 33 gramas/100 gramas versus um controle comparável de 5 gramas/100 gramas de cobertura).

Ingredientes	Porcentagem
Sólidos de xarope de milho	
30 resistente (Amostra 5).....	40,5
Gordura vegetal (coco 92)...	45,0
Cacau em pó 10/12 (gordura)...	14,0
Lecitina.....	0,45
Sucralose.....	0,05
35 Total.....	100,00

A cobertura e/ou composto de cobertura para sorvetes pode ser preparada utilizando as seguintes etapas: moer os

sólidos de xarope de milho até um tamanho de partícula entre 5-125 microns, média próxima de 30-40 microns. Peneirar os sólidos para obter as partículas desejadas. Combinar o cacau em pó e a sucralose com os sólidos de xarope de milho. Derreter a gordura e combinar com a lecitina. Enquanto bate os ingredientes secos misturados, adicionar a combinação de gordura derretida/lecitina, raspando a tigela regularmente. Aplicar em novidades congeladas, assados, etc., conforme desejado.

Exemplo 52

Duas amostras de xarope de milho resistente (RCS) foram preparadas como na Amostra 5 do Exemplo 16 acima, sendo que uma delas apresentava um teor de monossacarídeo mais baixo. ("LS" na descrição a seguir refere-se à "baixo açúcar"). A % em peso d.s.b. de monossacarídeos, dissacarídeos, trissacarídeos e tetrassacarídeos e sacarídeos superiores foram as seguintes:

Formulação	DP1	DP2	DP3	DP4+
RCS	12,5	4,7	4,1	78,7
RCS LS	1,6	4,6	4,6	89,2

Amostras dos dois xaropes de milho resistentes e maltodextrina foram oferecidas como alimento a cães. Amostras de sangue foram coletadas dos cães em intervalos após a alimentação para determinar a resposta glicêmica. As alterações nas concentrações de glicose sanguínea ao longo do tempo são mostradas na Figura 15 e resumidas na tabela abaixo.

Item	Maltodextrina	RCS	RCS LS	SEM
N	5	5	5	
Tempo para pico de glicose, min	30	18	18	4,9
Área incremental sob a curva de glicose	155,1 ^d	37,7 ^b	73,9 ^c	12,9

Resposta glicêmica relativa 100,0^d 24,5^b 50,1^c 7,8

^{ab}As Médias na mesma linha com diferentes sobrescritos são diferentes ($P < 0,05$)

SEM = erro padrão da média

Exemplo 53

Seis amostras de xarope de milho resistente foram preparadas como na Amostra 5 do Exemplo 16 acima. Cada amostra tinha 72% de sólidos secos(ds) de xarope, com o equilíbrio sendo água. As amostras essencialmente não continham gordura, proteína ou cinzas. As seis amostras eram as seguintes:

- RCS GR1 (RCS, xarope 72% ds, 70% fibra, 15% açúcar) ("açúcar" nessas amostras refere-se aos mono e dissacarídeos totais).
- 10 RCS GR2 (RCS LS, xarope 72% ds 80% fibra, 5% açúcar)
- RCS GR3 (RCS com 50% frutose, xarope 72% ds)
- RCS GR4 (RCS com 50% sorbitol, xarope 72% ds)
- RCS GR5 (RCS LS com 25% frutose, xarope 72% ds)
- RCS GR6 (RCS LS, com 25% sorbitol, xarope 72% ds)

15 As amostras contendo 25 g (dsb) do xarope foram preparadas como segue. 2,838 kg de água filtrada foram adicionados a uma jarra contendo uma quantidade de RCS pesada previamente. A tampa foi colocada sobre a jarra, que foi então submetida à agitação ou rotação até que todo xarope se dissolvesse. 12 onças (350 g) desta solução continha 25 g do carboidrato de teste numa base de sólidos secos.

A solução de controle foi preparada misturando-se 25 g de glicose anidra com 300 ml de água.

25 As amostras foram administradas a 10 indivíduos sadios. As características dos indivíduos eram as seguintes: 5 homens, 5 mulheres; idade: 35 ± 10 anos; índice de massa corporal: $24,0 \pm 3,8$ kg/m². Cada indivíduo fez nove testes em dias separados o que incluía os seis alimentos de teste e em três ocasiões a bebida padrão de glicose contendo 25 g de carboidrato disponível. A glicose sangüínea foi medida em jejum e em 15, 30, 45, 60, 90 e 120 minutos após a refeição. As áreas incrementais sob as curvas de resposta de glicose sangüínea (iAUC) foram calculadas. A iAUC de cada indivíduo após consumo de cada alimento de teste foi expressa como a porcentagem da iAUC média dos três controles de glicose tomados pelo mesmo

indivíduo. As áreas incrementais sob a curva e a resposta glicêmica relativa (RGR) dos produtos foram as seguintes:

	iAUC	RGR
Glicose (25g)	124,4 ± 13,5 ^a	100 ^a
RCS GR1	38,5 ± 4,6 ^b	32,5 ± 3,8 ^b
RCS GR2	25,6 ± 3,7 ^b	23,2 ± 4,6 ^b
RCS GR3	30,1 ± 4,4 ^b	26,2 ± 4,2 ^b
RCS GR4	17,4 ± 4,1 ^b	15,3 ± 3,6 ^b
RCS GR5	27,6 ± 4,0 ^b	25,4 ± 4,3 ^b
RCS GR6	20,9 ± 4,0 ^b	18,2 ± 3,5 ^c

Os valores com sobrescritos diferentes diferem significativamente. ($p < 0,001$). Não houve diferenças estatisticamente significativas nos índices de palatabilidade entre os alimentos.

Exemplo 54

O xarope de milho Sweetose®4300 (81% ds) foi evaporado até um teor de umidade inferior a 6% que foi obtido passando-o por um misturador de pás encamisado com óleo quente a uma taxa de 77 kg/h. A velocidade do rotor do misturador de pás era tipicamente ajustada para 300 a 600 rpm e a temperatura da camisa de óleo variava de 150°C a 205°C. Em alguns dos testes, adicionou-se ácido fosfórico a uma taxa que pudesse prover de 0,1% a 0,4% de sólidos de ácido fosfórico com base em sólidos de xarope de milho. Em alguns testes, o ácido clorídrico foi adicionado a 25 ppm, em lugar de ou adicionalmente ao ácido fosfórico.

O produto coletado desses testes (25 mg) foi dissolvido em 4 ml de tampão com pH 4,0 e incubado com 100 microlitros de uma solução de enzima amiloglucosidase a 10 mg/mL (Amiloglucoxidase Sigma Catálogo #A-7255) por 2 horas a 45°C. Uma alíquota dessa incubação foi tratada com uma pequena quantidade de resina de troca iônica e filtrada (0,45 microns) antes da análise de distribuição de sacarídeo através de cromatografia líquida. Com base nessa análise, a porcentagem em peso de carboidrato encontrada como trissacarídeos e superior foi quantificada como carboidrato resistente à digestão,

sendo rotulada como % fibra na tabela abaixo.

Nome da amostra	Temp. °C	% H ₃ PO ₄	HCl ppm	% fibra
operação 1	194	0,2%		43
operação 2	195	0,2%	25	52
operação 3	193	0,4%	25	62
operação 4	203	0,4%	25	68
operação 5	180	0,2%		27
operação 6	181	0,4%		37
operação 7	181	0,4%	25	33
controle polidextrose				82

Uma amostra laboratorial de polidextrose foi utilizada como controle para este teste e mostrou um nível de aproximadamente 82% de fibra.

5 Exemplo 55

O xarope de milho Sweetose®4300 (81% ds) foi evaporado até um teor de umidade inferior a 3% que se obteve passando-o por um misturador de pás encamisado com óleo quente a uma taxa de 77 kg/h. A velocidade do rotor do
 10 misturador de pás foi tipicamente ajustada para 800 rpm e a temperatura da camisa de óleo para 210°C. Em alguns dos testes, adicionou-se ácido fosfórico a uma taxa que pudesse prover de 0,1% a 0,4% de sólidos de ácido fosfórico com base em sólidos de xarope de milho. Em
 15 alguns testes, ácido clorídrico foi adicionado a 25 ou 50 ppm, em lugar de ou adicionalmente ao ácido fosfórico. O produto coletado desses testes (25 mg) foi dissolvido em 4 ml de tampão com pH 4,0 e incubado com 100 microlitros de uma solução de enzima amiloglucosidase a
 20 10 mg/mL (Amiloglucosidase Sigma Catálogo #A-7255) por 2 horas a 45°C. Uma alíquota dessa incubação foi tratada com uma pequena quantidade de resina de troca iônica e filtrada (0,45 microns) antes da análise de distribuição de sacarídeo através de cromatografia líquida. Com base
 25 nessa análise, a porcentagem em peso de carboidrato encontrada como trissacarídeos e superior foi quantificada como carboidrato resistente à digestão, sendo rotulada como % fibra na tabela abaixo.

Nome da amostra	Temp. °C	% H ₃ PO ₄	HCl ppm	% fibra
operação 2-1	210	0,0%		11
operação 2-2	210	0,2%		79
operação 2-3	210	0,0%		12
operação 2-4	210	0,1%		43
operação 2-5	210	0,1%		51
operação 2-6	210	0,2%		61
operação 2-7	210	0,3%		84
operação 2-8	210	0,2%	25	79
operação 2-9	210	0,0%		11
operação 2-10	210	0,1%		43
operação 2-11	210	0,1%	25	57
operação 2-12	210	0,2%		53
operação 2-13	210	0,2%	25	62
operação 2-14	210	0,4%		56
operação 2-15	210	0,4%	25	55
operação 2-16	210	0,4%	50	62
operação 2-17	210	0,0%	50	65
operação 2-18	210	0,0%	50	59
Controle polidextrose				82

Uma amostra laboratorial de polidextrose foi utilizada como controle para este teste e mostrou um nível de aproximadamente 82% de fibra.

- 5 A descrição anterior das concretizações específicas da invenção não pretende ser uma lista de todas as concretizações possíveis da invenção. Os habilitados na técnica reconhecerão que outras concretizações poderão ser incluídas no escopo das reivindicações a seguir
- 10 descritas. Por exemplo, certas composições específicas lentamente digeríveis ou resistentes à digestão são usadas como ingredientes em produtos alimentícios em alguns dos exemplos acima. Deve-se reconhecer que outras composições lentamente digeríveis ou resistentes à
- 15 digestão da presente invenção podem ser usadas nos mesmos produtos alimentícios, embora as características exatas do produto alimentício possam variar até um certo grau, dependendo da natureza exata dos ingredientes utilizados. Muitas outras modificações podem também ser feitas nos
- 20 exemplos específicos da presente invenção.

REIVINDICAÇÕES

1. Processo para preparar oligômeros de sacarídeo, caracterizado pelo fato de compreender:
- aquecer uma composição de alimentação aquosa que
- 5 compreende pelo menos um monossacarídeo ou um oligômero de sacarídeo linear, e que possui uma concentração de sólidos de cerca de pelo menos 70% em peso, a uma temperatura de cerca de pelo menos 40°C; e
- contatar a composição de alimentação com pelo menos um
- 10 catalisador que acelere a taxa de clivagem ou a formação de ligações glicosila por um tempo suficiente para causar a formação de oligômeros de sacarídeo não lineares, sendo produzida uma composição de produto que contém uma concentração de oligômeros de sacarídeo não lineares mais
- 15 alta que os oligômeros de sacarídeo lineares.
2. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de a composição de alimentação aquosa compreender pelo menos um monossacarídeo e pelo menos um oligômero de sacarídeo linear.
- 20 3. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de o pelo menos um catalisador ser uma enzima que acelera a taxa de clivagem ou a formação de ligações glicosila.
4. Processo, de acordo com a reivindicação 3,
- 25 caracterizado pelo fato de a enzima acelerar a taxa de clivagem de das ligações alfa 1-2, 1-3, 1-4 ou 1-6 glicosila para formar resíduos dextrose.
5. Processo, de acordo com a reivindicação 3, caracterizado pelo fato de a enzima ser uma composição de
- 30 enzima glucoamilase.
6. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de o pelo menos um catalisador ser um ácido.
7. Processo, de acordo com a reivindicação 6,
- 35 caracterizado pelo fato de o ácido ser ácido clorídrico, ácido sulfúrico, ácido fosfórico ou uma combinação dos mesmos.

8. Processo, de acordo com a reivindicação 6, caracterizado pelo fato de o ácido ser adicionado à composição de alimentação numa quantidade suficiente para tornar o pH da composição de alimentação não superior a
5 cerca de 4.
9. Processo, de acordo com a reivindicação 6, caracterizado pelo fato de a composição de alimentação ser uma quantidade suficiente para tornar o pH da composição a cerca de 1,0 - 2,5.
- 10 10. Processo, de acordo com a reivindicação 6, caracterizado pelo fato de a composição de alimentação ter uma concentração de sólidos de cerca de 70 - 90% e ser mantida a uma temperatura de cerca de 70 - 90% durante o contato com o ácido.
- 15 11. Processo, de acordo com a reivindicação 6, caracterizado pelo fato de o ácido compreender uma combinação de ácido fosfórico e clorídrico.
12. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de a composição de alimentação
20 compreender cerca de pelo menos 75% de sólidos em peso.
13. Processo, de acordo com a reivindicação 13, caracterizado pelo fato de a composição de alimentação compreender cerca de 75 - 90% de sólidos em peso.
14. Processo, de acordo com a reivindicação 1,
25 caracterizado pelo fato de a composição de produto compreender oligômeros de sacarídeo não lineares tendo um grau de polimerização de pelo menos três numa concentração de cerca de pelo menos 50% em peso numa base em sólidos secos.
- 30 15. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de a concentração de oligômeros de sacarídeos não lineares na composição de produto ser pelo menos duas vezes tão alta quanto a concentração de oligômeros de sacarídeo lineares.
- 35 16. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de a composição de produto compreender uma quantidade menor de monossacarídeos

residuais, compreendendo ainda remover pelo menos alguns monossacarídeos residuais da composição de produto através de filtração por membrana, fracionamento cromatográfico ou digestão através de fermentação.

5 17. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de o pelo menos um catalisador, que acelera a taxa de clivagem ou a formação de ligações glicosila, ser enzima e a composição de produto ser posteriormente contatada com um ácido que
10 acelera a taxa de clivagem ou a formação de ligações glicosila.

18. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de o pelo menos um catalisador, que acelera a taxa de clivagem ou a formação
15 de ligações glicosila, ser ácido, e a composição de produto ser posteriormente contatada com uma enzima que acelera a taxa de clivagem ou a formação de ligações glicosila.

19. Processo, de acordo com a reivindicação 18, caracterizado pelo fato de o ácido ser ácido fosfórico, ácido clorídrico ou uma combinação dos mesmos.

20. Processo, de acordo com a reivindicação 19, caracterizado pelo fato de após ser contatada com a enzima, a composição ser contatada com uma resina de
25 troca iônica.

21. Processo, de acordo com a reivindicação 20, caracterizado pelo fato de após contatada com a resina de troca iônica, a concentração na composição de oligômeros de sacarídeo, com um grau de polimerização de pelo menos
30 três, ser de cerca de pelo menos 50% em peso numa base de sólidos secos.

22. Processo para preparar uma composição de oligossacarídeo, resistente à digestão ou lentamente digerível, caracterizado pelo fato de compreender:

35 - produzir uma composição aquosa que compreende pelo menos um oligossacarídeo e pelo menos um monossacarídeo através da sacarificação do amido;

- fracionar a composição aquosa através de um método que compreende pelo menos uma filtração por membrana e cromatografia em leito móvel simulado seqüencial para formar uma corrente rica em monossacarídeos e uma
- 5 corrente rica em oligossacarídeo resistente à digestão; e
- recuperar a corrente rica em oligossacarídeo.

23. Processo, de acordo com a reivindicação 20, caracterizado pelo fato de a composição aquosa compreender dextrose, frutose ou uma mistura de

10 oligossacarídeos.

24. Processo, de acordo com a reivindicação 22, caracterizado pelo fato de a corrente rica em oligossacarídeos compreender cerca de pelo menos 50% em peso de oligossacarídeos numa base de sólidos secos, e

15 sendo que os oligossacarídeos são principalmente resistentes à digestão ou lentamente digeríveis.

25. Processo, de acordo com a reivindicação 22, caracterizado pelo fato de o fracionamento compreender nanofiltração ou cromatografia em leito móvel simulado

20 seqüencial (SSMB).

26. Processo, de acordo com a reivindicação 22, caracterizado pelo fato de o fracionamento compreender nanofiltração, a composição aquosa compreender dextrose, frutose, e uma mistura de oligossacarídeos, e a corrente

25 rica em oligossacarídeos compreender uma quantidade menor de dextrose e frutose, e sendo que o processo compreende ainda pelo menos um dos seguintes:

- contatar a corrente rica em oligossacarídeos com uma enzima de isomerização de forma que pelo menos parte da
- 30 dextrose seja convertida em frutose;
- filtrar em membrana a corrente rica em oligossacarídeo resistente à digestão;
- hidrogenar a corrente rica em oligossacarídeo para converter pelo menos alguns dos monossacarídeos ali
- 35 presentes em álcoóis;
- contatar a corrente rica em oligossacarídeos com uma enzima glucosidase para criar um produto de reversão, de

forma tal que pelo menos alguns de quaisquer monossacarídeos residuais presentes na corrente sejam covalentemente ligados a oligossacarídeos ou a outros monossacarídeos; e

- 5 - reduzir a cor da corrente rica em oligossacarídeo contatando-a com carbono ativado;

sendo que a corrente rica em oligossacarídeos é lentamente digerível pelo sistema digestivo humano.

27. Composição de carboidrato, caracterizada pelo fato de
10 compreender uma quantidade maior, numa base de sólidos secos, de oligômeros de sacarídeo lineares e não lineares, sendo que a concentração de oligômeros de sacarídeo não lineares é maior que a concentração de oligômeros de sacarídeo lineares.

- 15 28. Composição, de acordo com a reivindicação 27, caracterizado pelo fato de a concentração de oligômeros de sacarídeo não lineares na composição ser pelo menos duas vezes tão alta quanto a concentração de oligômeros de sacarídeo lineares.

- 20 29. Composição, de acordo com a reivindicação 27, caracterizado pelo fato de a concentração de oligômeros de sacarídeo não lineares tendo um grau de polimerização de pelo menos três, ser de cerca de pelo menos 25% em peso, numa base de sólidos secos.

- 25 30. Composição, de acordo com a reivindicação 29, caracterizado pelo fato de a concentração de oligômeros de sacarídeo não lineares, tendo um grau de polimerização de pelo menos três, ser de cerca de pelo menos 50% em peso, numa base de sólidos secos.

- 30 31. Composição, de acordo com a reivindicação 27, caracterizado pelo fato de a concentração de oligômeros de sacarídeo não lineares ser de cerca de pelo menos 90% em peso, numa base de sólidos secos, e a concentração de isomaltose ser de cerca de pelo menos 70% em peso, numa
35 base de sólidos secos.

32. Composição de carboidrato, caracterizada pelo fato de ser produzida, conforme definido em qualquer uma das

reivindicações 1-26.

33. Produto alimentício, caracterizado pelo fato de compreender uma composição de carboidrato, conforme definida em qualquer uma das reivindicações 27-31.

5 34. Produto alimentício, caracterizado pelo fato de compreender uma composição de carboidrato, conforme definida em qualquer uma das reivindicações 1-26.

35. Produto, de acordo com qualquer uma das reivindicações 33 ou 34, caracterizado pelo fato de a
10 composição de carboidrato ser principalmente lentamente digerível ou resistente à digestão.

36. Produto, de acordo com qualquer uma das reivindicações 33 ou 34, caracterizado pelo fato de ser selecionado de produtos de panificação, cereal matinal,
15 laticínios, doces, geléias e gelatinas, bebidas, recheios, salgadinhos extrusados e laminados, sobremesas à base de gelatina, barras nutricionais("snack bars") queijos e molhos à base de queijo, películas comestíveis e solúveis em água, sopas, xaropes, molhos, molhos para
20 salada, substitutos de creme ("creamers"), glacês, merengues, brilhos, rações para animais domésticos, tortilhas, carne e peixe, frutas secas, alimentos para bebês e crianças, bem como massas (de bolo, panqueca, etc) e empanamentos.

25 37. Produto, de acordo com a reivindicação 36, caracterizado pelo fato de a composição de carboidrato estar presente no produto alimentício como substituto total ou parcial de sólidos adoçantes.

38. Produto, de acordo com a reivindicação 36,
30 caracterizado pelo fato de a composição de carboidrato estar presente no produto alimentício como fonte de fibra alimentar.

39. Produto, de acordo com a reivindicação 36, caracterizado pelo fato de a composição de carboidrato
35 estar presente no produto alimentício para reduzir a densidade calórica.

40. Produto, de acordo com a reivindicação 36,

caracterizado pelo fato de a composição de carboidrato estar presente no produto alimentício como agente de volume, para reduzir a atividade aquosa, controlar a água, ou aumentar a umectância ou a umidade perceptível.

5 41. Produto, de acordo com a reivindicação 36, caracterizado pelo fato de a composição de carboidrato ser usada para reduzir o teor de gordura do produto alimentício.

10 42. Produto, de acordo com a reivindicação 36, caracterizado pelo fato de a composição de carboidrato estar presente no produto alimentício como adesivo ou para melhorar o aspecto superficial.

15 43. Produto, de acordo com a reivindicação 36, caracterizado pelo fato de a composição de carboidrato estar presente no produto alimentício para aumentar o prazo de validade do produto alimentício.

20 44. Método para controlar a glicose sangüínea, em mamífero que sofre de diabetes, caracterizado pelo fato de compreender alimentar um mamífero que sofre de diabetes com um produto alimentício, conforme definido em qualquer uma das reivindicações 33-43.

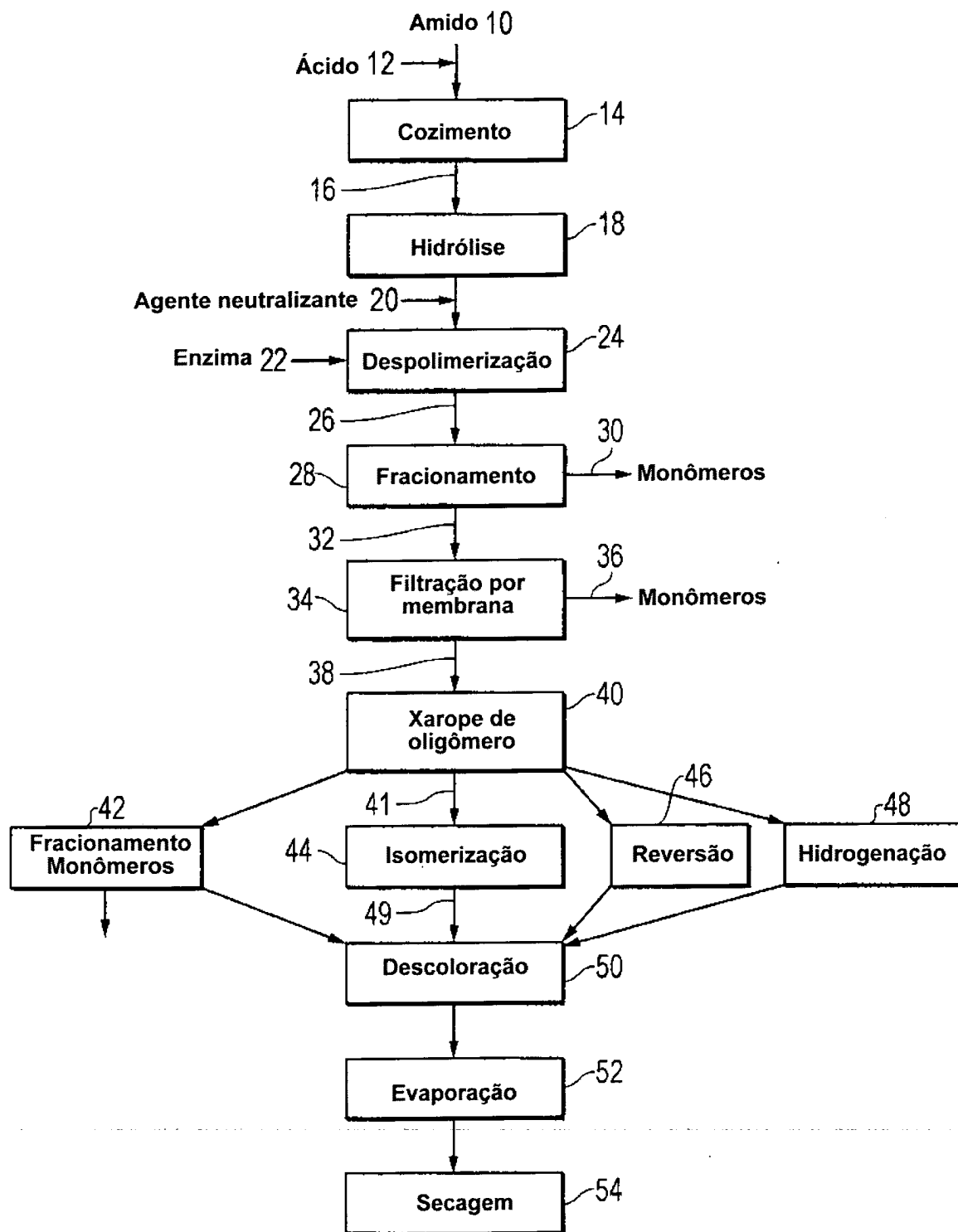


FIG.1

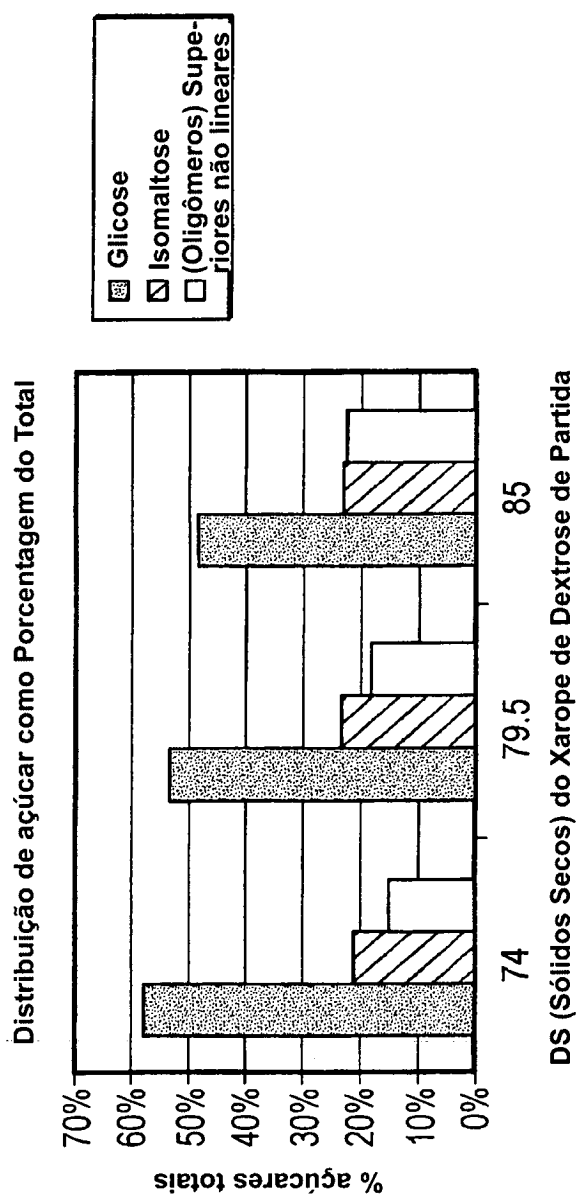


FIG.2

Distribuições Iniciais de Açúcar dos Xaropes de Milho

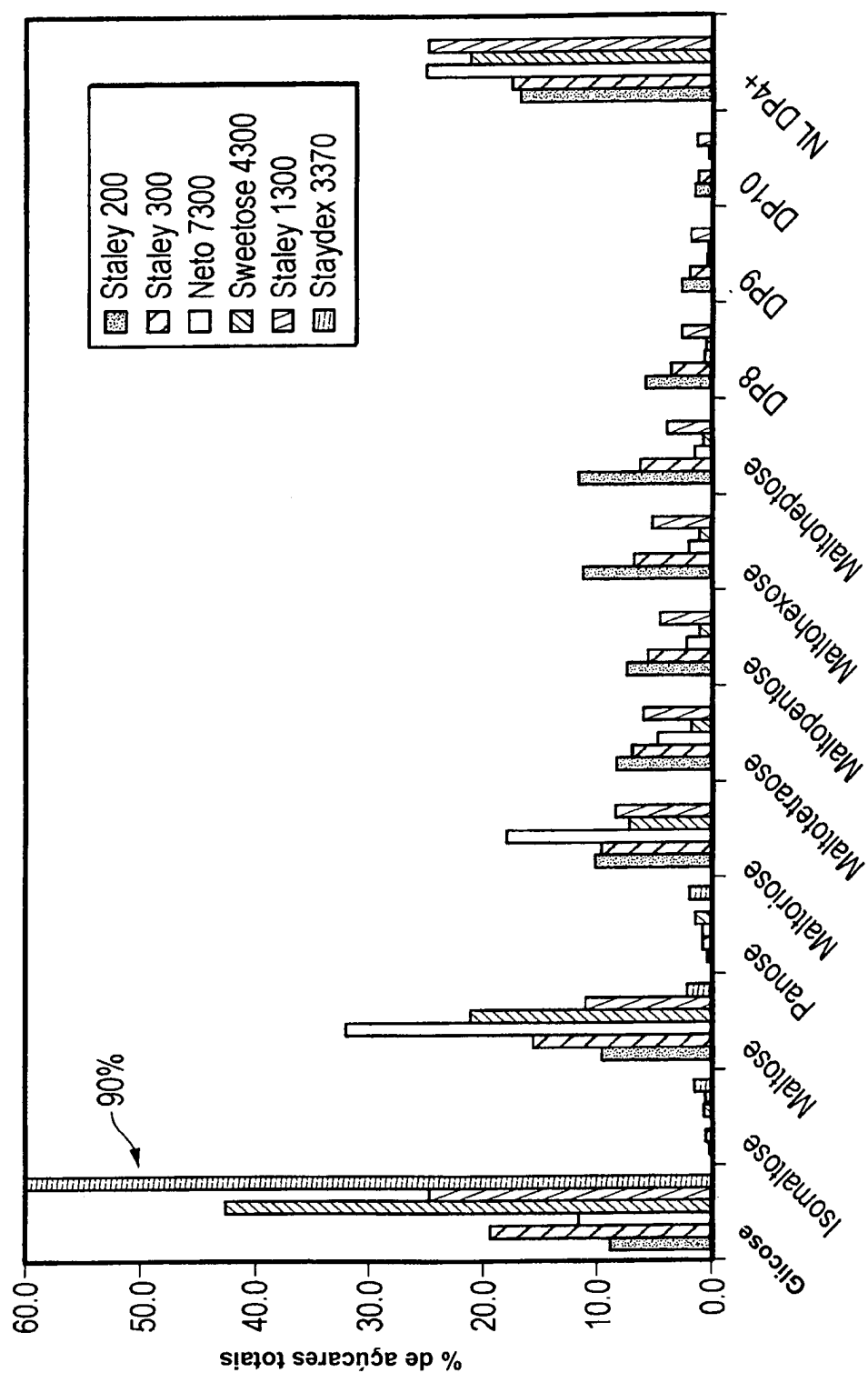


FIG.3

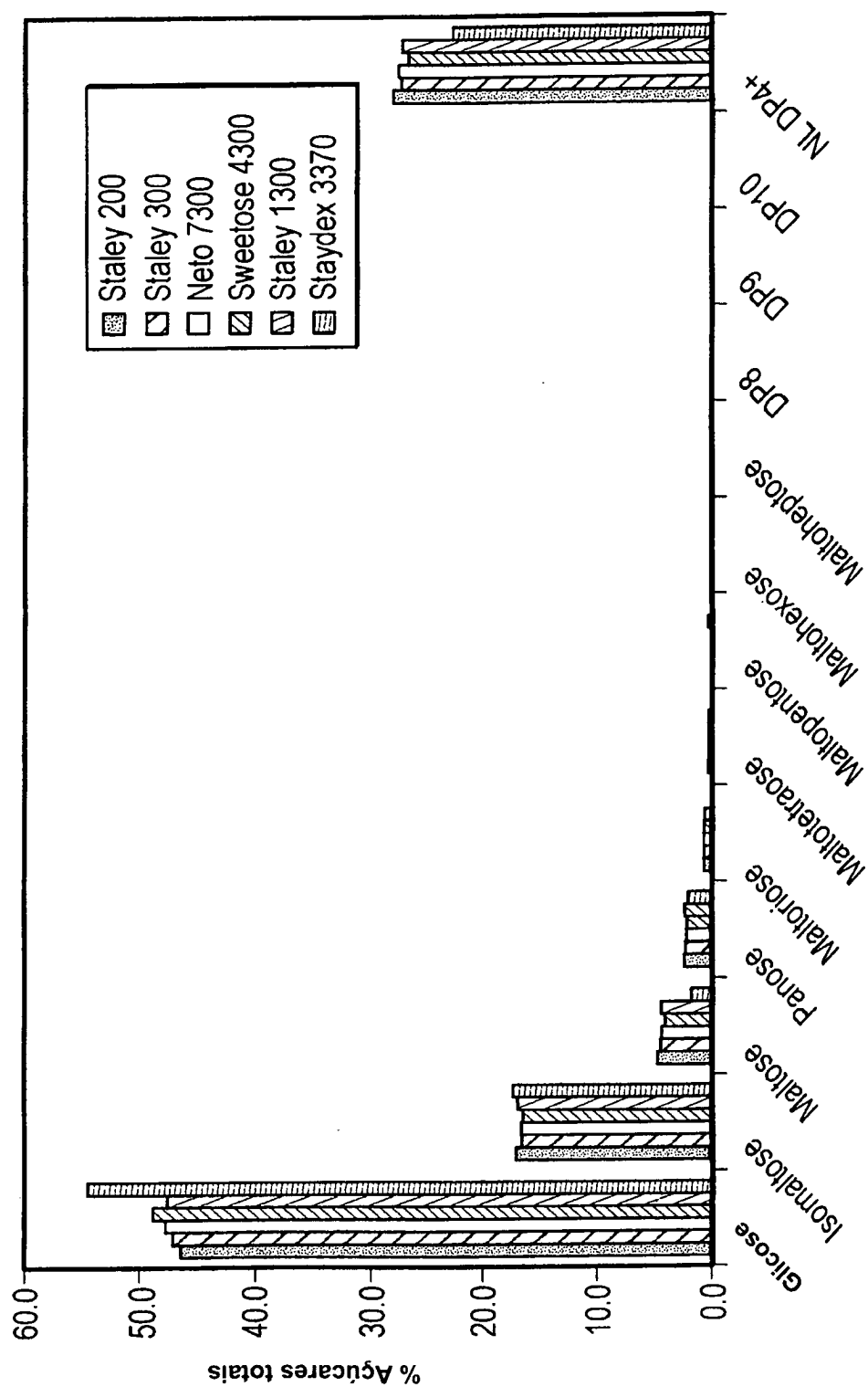


FIG.4

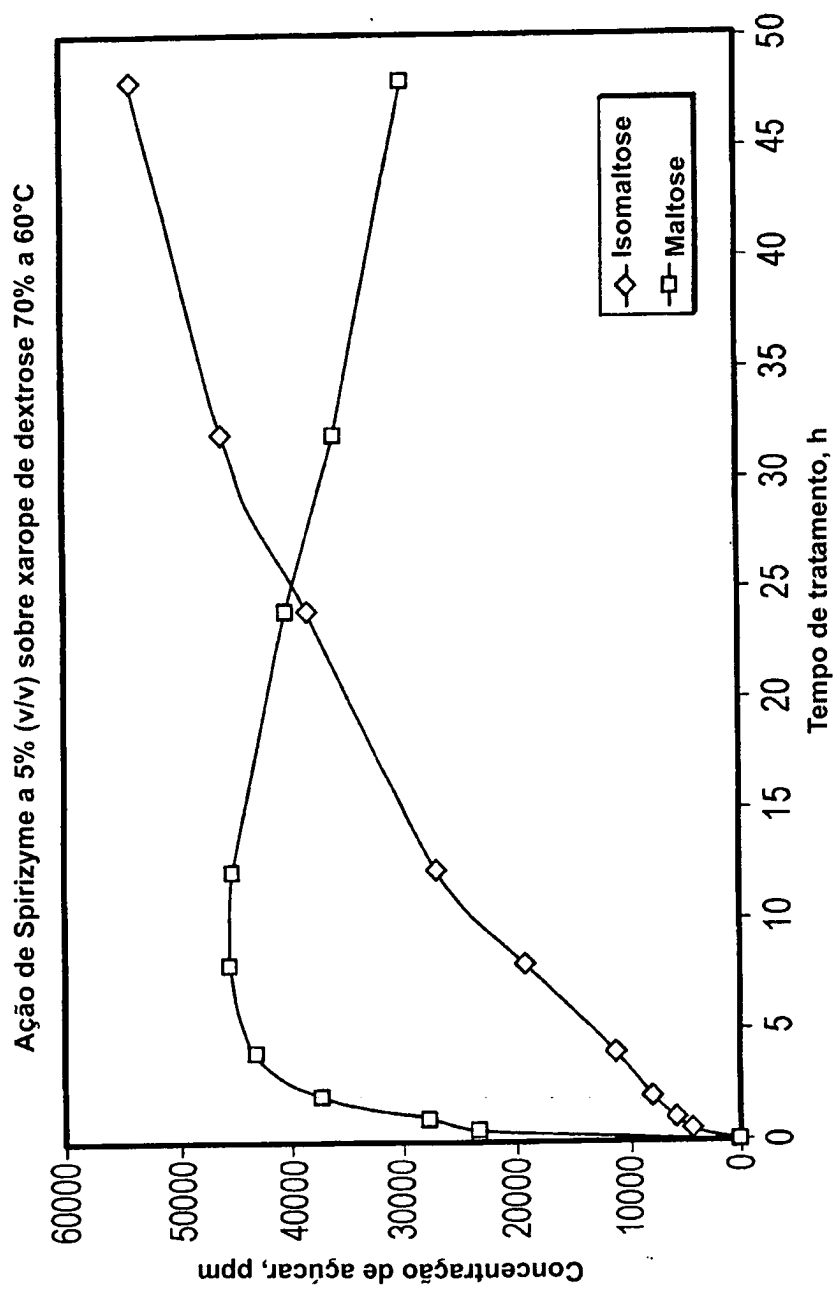


FIG.5

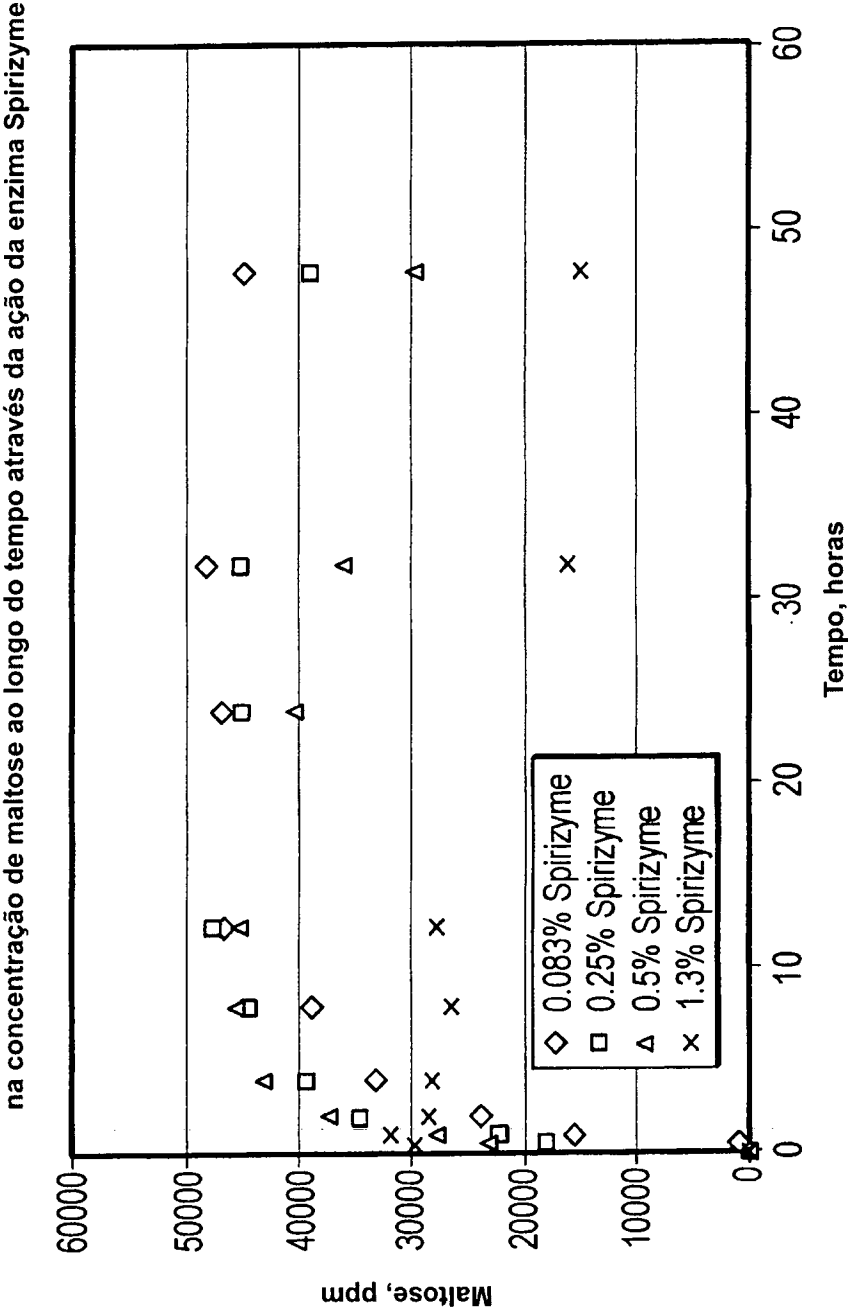


FIG.6

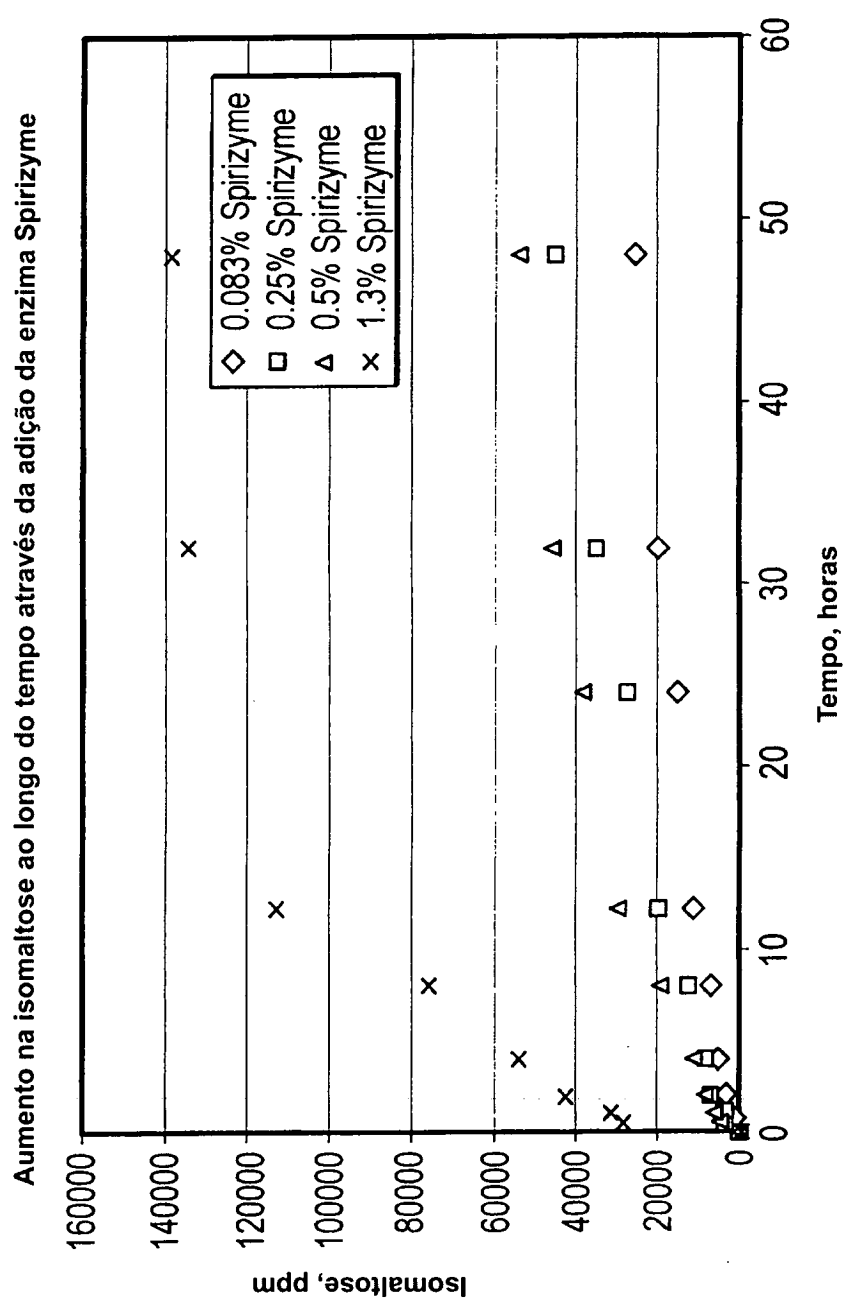


FIG.7

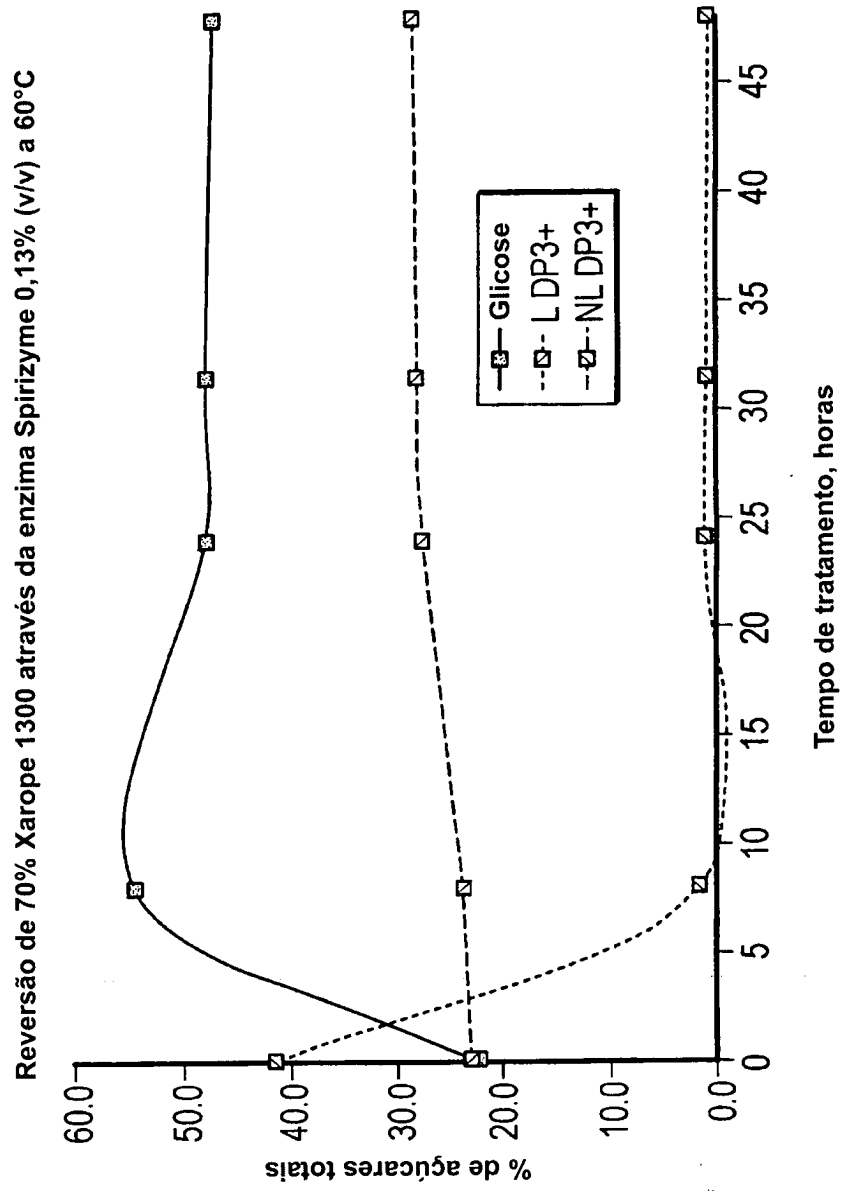


FIG.8

Aumento da dextrose e redução de oligômeros superiores não lineares através da Spirizyme e Dextrozime (2,7% v/v) em xarope 1300 revertido a 20% ds, 40oC e 60oC

As curvas de Dextrozime e Spirizyme seguem muito próximas uma da outra, não sendo, portanto, especificamente identificadas no gráfico

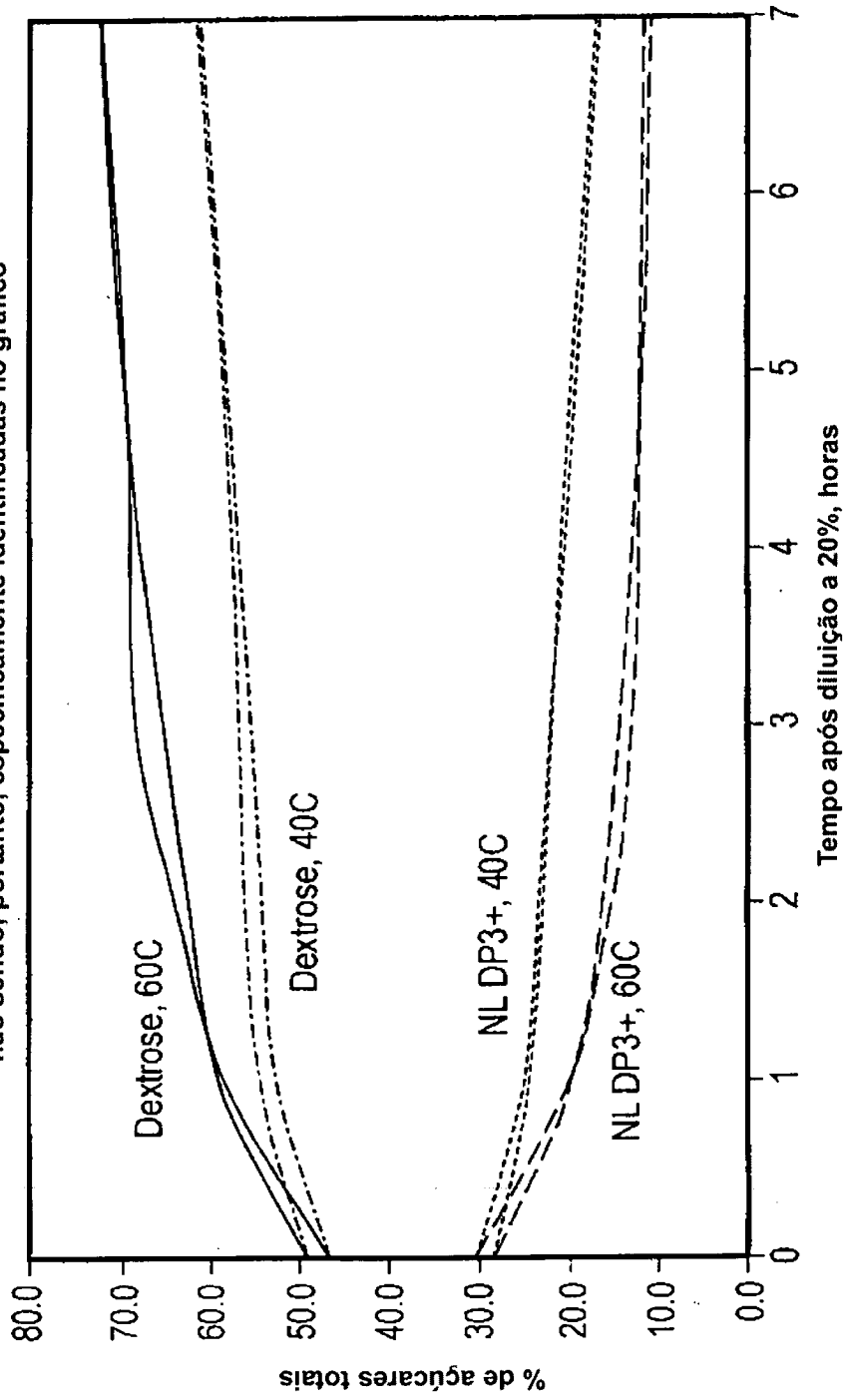


FIG.9

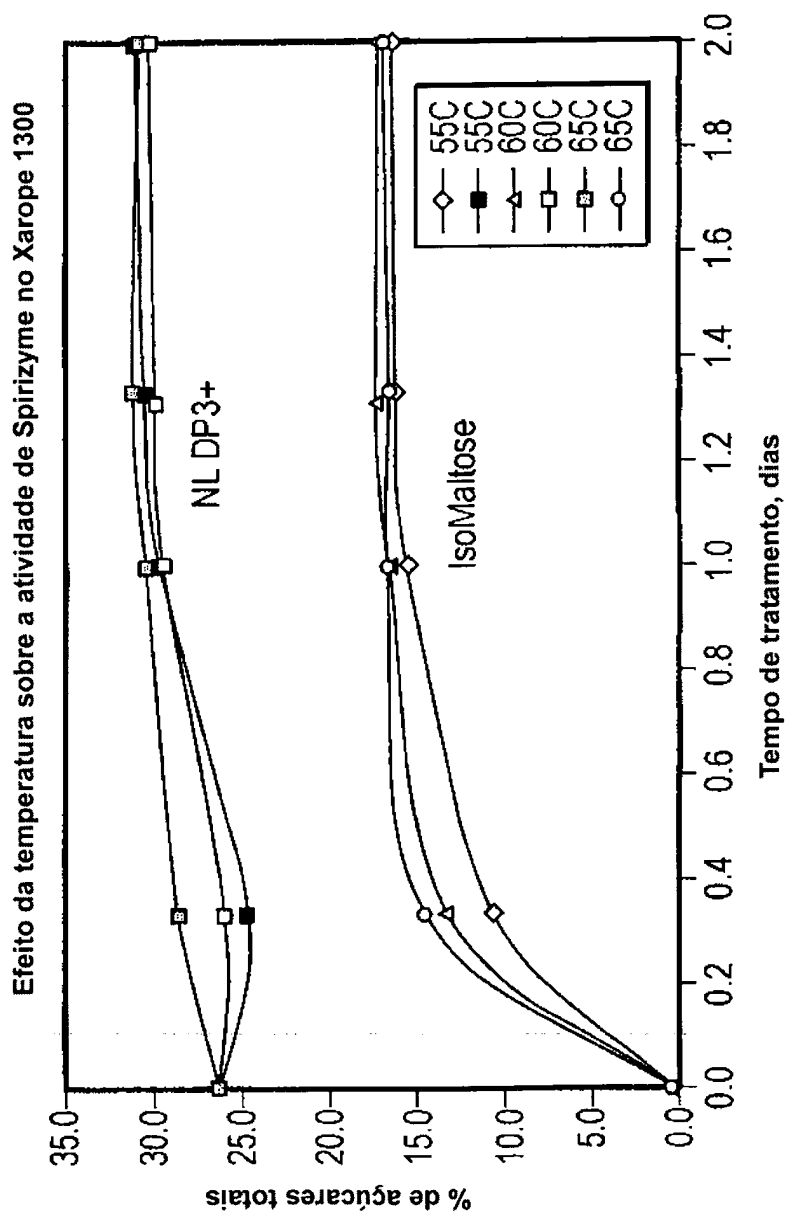


FIG.10

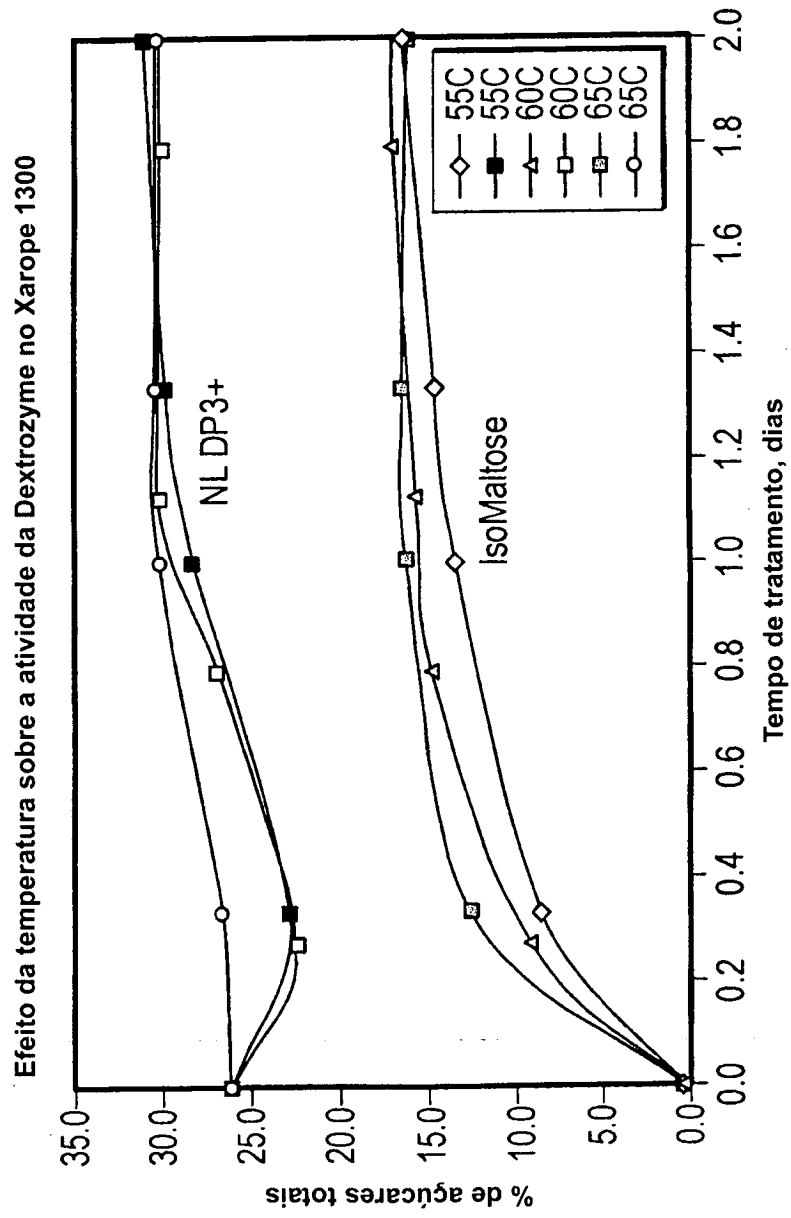


FIG.11

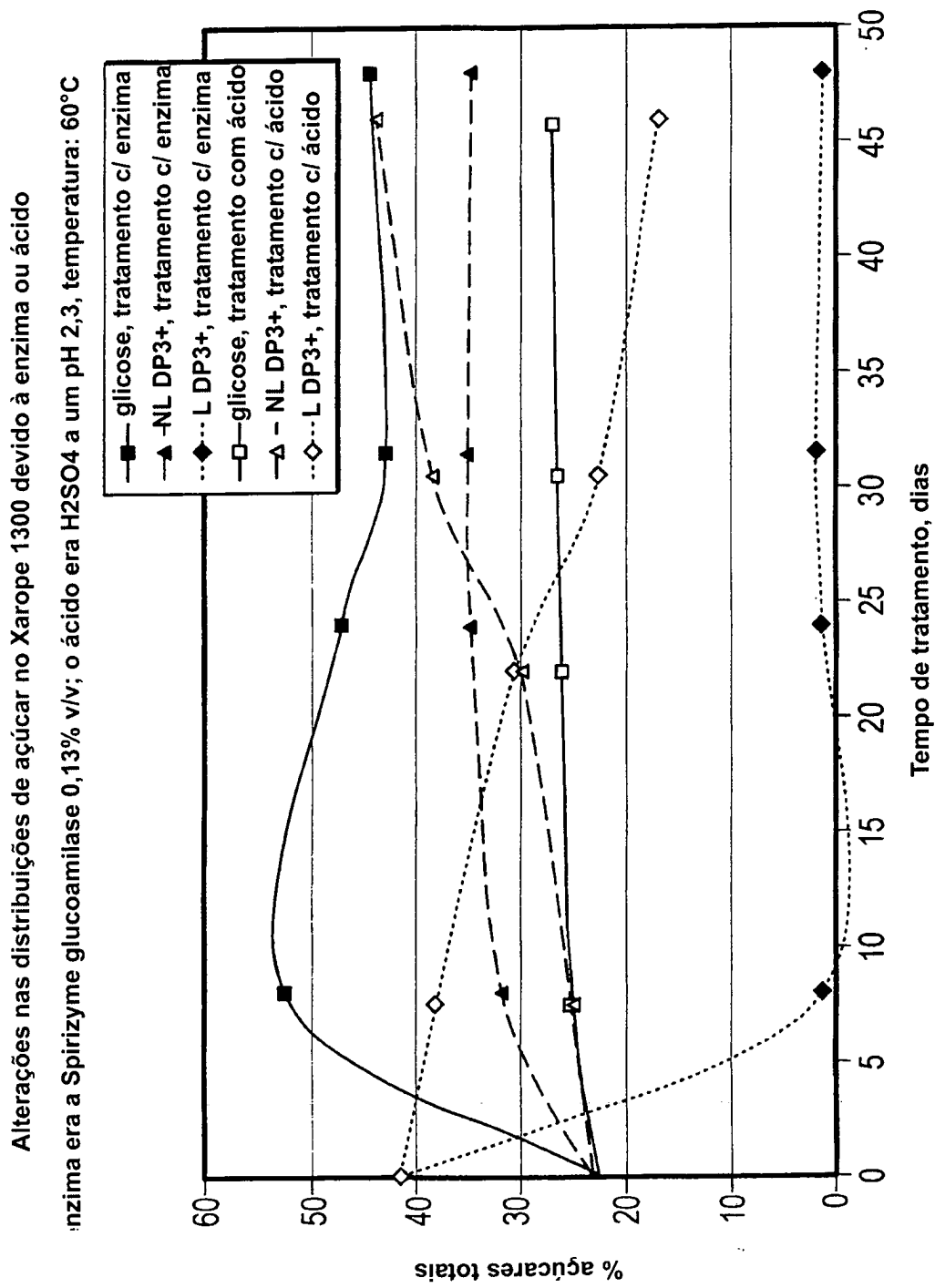


FIG.12

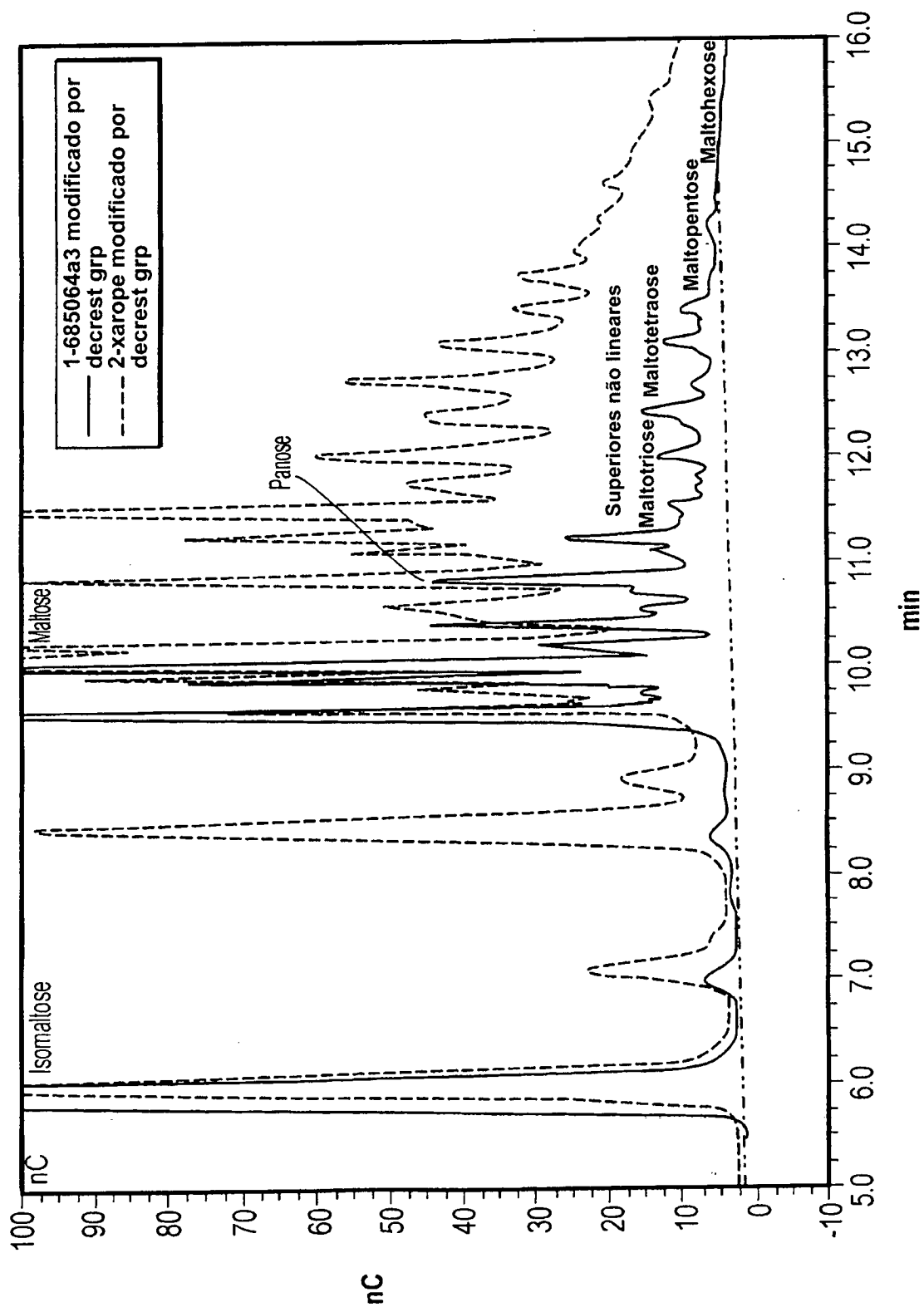


FIG.13

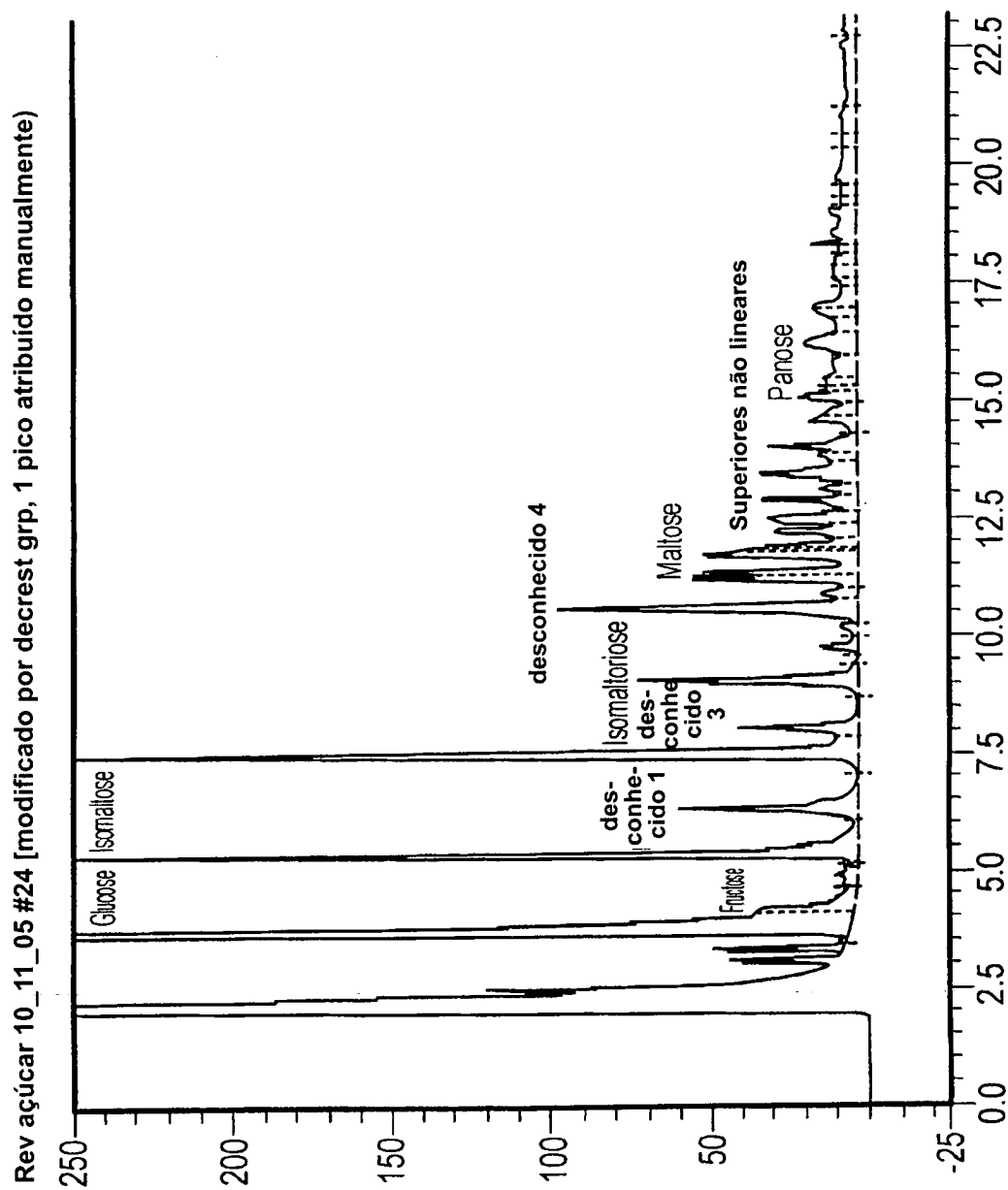


FIG.14

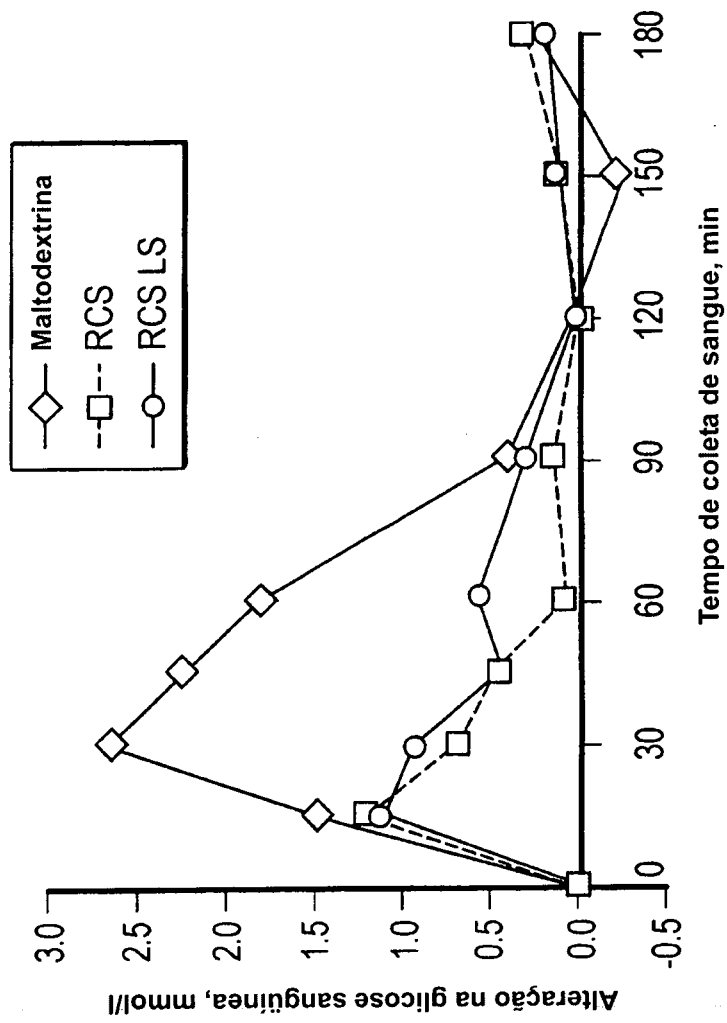


FIG.15

RESUMO

"PROCESSO PARA PREPARAR OLIGÔMEROS DE SACARÍDEO, PROCESSO PARA PREPARAR UMA COMPOSIÇÃO DE OLIGOSSACARÍDEO, COMPOSIÇÃO DE CARBOIDRATO, PRODUTO ALIMENTÍCIO E MÉTODO
5 PARA CONTROLAR GLICOSE SANGÜÍNEA".

Produto alimentício que compreende uma composição de oligossacarídeo que é resistente à digestão ou lentamente digerível. A composição de oligossacarídeo pode ser produzida através de um processo que compreende produzir
10 uma composição aquosa que compreende pelo menos um oligossacarídeo e pelo menos um monossacarídeo através da sacarificação de amido, filtração por membrana da composição aquosa para formar uma corrente rica em monossacarídeo e uma corrente rica em oligossacarídeo, e
15 recuperação da corrente rica em oligossacarídeo. Alternativamente, a composição de oligossacarídeo pode ser produzida através de um processo que compreende aquecer uma composição de alimentação aquosa que compreende pelo menos um monossacarídeo ou oligômero de
20 sacarídeo linear, e que possui uma concentração de sólidos de cerca de pelo menos 70% em peso, até uma temperatura de cerca de pelo menos 40°C, e contatar a composição de alimentação com pelo menos um catalisador que acelera a taxa de clivagem ou a formação de ligações
25 glicosila por um tempo suficiente para causar a formação de oligômeros de sacarídeo não lineares, sendo produzida uma composição de produto que contém uma concentração de oligômeros de sacarídeos não lineares maior que a concentração de oligômeros de sacarídeo lineares.