



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21)(22) Заявка: 2014135341, 24.01.2013

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
24.01.2013Дата регистрации:
11.09.2017

Приоритет(ы):

(30) Конвенционный приоритет:

31.01.2012 EP 12000624.2;

29.02.2012 EP 12001377.6

(43) Дата публикации заявки: 27.03.2016 Бюл. № 9

(45) Опубликовано: 11.09.2017 Бюл. № 26

(85) Дата начала рассмотрения заявки РСТ на
национальной фазе: 01.09.2014

(86) Заявка РСТ:

IB 2013/000962 (24.01.2013)

(87) Публикация заявки РСТ:

WO 2013/114223 (08.08.2013)

Адрес для переписки:

129090, Москва, ул. Б. Спасская, 25, строение 3,
ООО "Юридическая фирма Городисский и
Партнеры"

(72) Автор(ы):

ФУРЛАН Тициано (ИТ),

НАТАЛОНИ Луиджи (ИТ),

ТОЛОМЕЛЛИ Патриция (ИТ)

(73) Патентообладатель(и):

КАРДЖИЛЛ, ИНКОРПОРЕЙТЕД (US)

(56) Список документов, цитированных в отчете
о поиске: US 4487198, 11.12.1984. DE 1935330
A1, 01.10.1970. JP 2002101896, 09.04.2002. US
6346400 B1, 12.02.2002. RU 2425892 C2,
10.08.2011.

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ СОДЕРЖАЩЕГО МАЛЬТИТ СИРОПА

(57) Реферат:

Группа изобретений относится к области получения сиропа. Предложен способ получения содержащего мальтит сиропа и применение вышеуказанного сиропа для снижения количества катализатора на стадии гидрогенизации содержащего мальтозу сиропа. Способ включает проведение разжижения крахмального молока, проведение осахаривания разжиженного крахмального молока, добавление мальтогенной альфа-амилазы или изоамилазы в разжиженное

крахмальное молоко во время осахаривания, молекулярное просеивание содержащего мальтозу сиропа для получения фракции, содержащей, по меньшей мере, 95% мальтозы и каталитическую гидрогенизацию данной фракции. Изобретения обеспечивают получение сиропа с высоким содержанием мальтита и низким содержанием сорбита и мальтотриитола. 2 н. и 9 з.п. ф-лы, 2 табл., 5 пр.



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(51) Int. Cl.

C12P 19/12 (2006.01)*C12P 19/22* (2006.01)*C07H 15/04* (2006.01)*C13K 7/00* (2006.01)*C13K 13/00* (2006.01)(12) **ABSTRACT OF INVENTION**(21)(22) Application: **2014135341, 24.01.2013**(24) Effective date for property rights:
24.01.2013Registration date:
11.09.2017

Priority:

(30) Convention priority:
31.01.2012 EP 12000624.2;
29.02.2012 EP 12001377.6(43) Application published: **27.03.2016** Bull. № 9(45) Date of publication: **11.09.2017** Bull. № 26(85) Commencement of national phase: **01.09.2014**(86) PCT application:
IB 2013/000962 (24.01.2013)(87) PCT publication:
WO 2013/114223 (08.08.2013)Mail address:
129090, Moskva, ul. B. Spasskaya, 25, stroenie 3,
OOO "Yuridicheskaya firma Gorodisskij i Partnery"

(72) Inventor(s):

FURLAN Titsiano (IT),
NATALONI Luidzhi (IT),
TOLOMELLI Patritsia (IT)

(73) Proprietor(s):

KARDZHILL, INKORPOREJTED (US)(54) **METHOD FOR PRODUCING MALTITOL-CONTAINING SYRUP**

(57) Abstract:

FIELD: food industry.

SUBSTANCE: method for producing maltitol-containing syrup and applying the above syrup to reduce the catalyst amount at the hydrogenation stage of maltose-containing syrup. The method includes liquefying starch milk, saccharifying the liquefied starch milk, adding maltogenic alpha-amylase or isoamylase to the liquefied starch milk during saccharification,

molecular sifting of the maltose-containing syrup to obtain a fraction containing at least 95% of maltose, and the catalytic hydrogenation of said fraction.

EFFECT: obtaining a syrup with the high content of maltitol and the low content of sorbitol and maltotriitol.

11 cl, 2 tbl, 5 ex

Область применения изобретения

Настоящее изобретение относится к способу получения продуктов жидкого мальтита высокой степени чистоты.

Предпосылки создания изобретения

5 Способы, позволяющие получать сиропы с высоким содержанием мальтита, уже широко известны.

В US 5873943 представлен способ производства кристаллического мальтита, имеющий экономическое преимущество. В рамках способа в качестве исходного материала используют продукт, имеющий чистоту мальтозы от 81 до 90%. Сироп гидрогенизируют,
10 а затем подвергают хроматографическому разделению, получая водный раствор мальтита, имеющий чистоту мальтита от 94 до 99,9%. Водный раствор дополнительно кристаллизуют в присутствии зародышевых кристаллов.

EP 1656388 относится к способу получения продуктов, обогащенных мальтитом, а способ представляет собой хроматографическое фракционирование мальтозного сиропа с его последующей гидрогенизацией с получением жидкого продукта, обогащенного мальтитом, и необязательным отверждением или кристаллизацией мальтита. Жидкий,
15 твердый и кристаллический мальтит различных степеней чистоты можно получать в рамках одного процесса.

WO 2008/029033 относится к способу получения сиропа с высоким содержанием
20 мальтита.

Настоящее изобретение в особенности применимо в сфере агропродовольственной отрасли.

Все еще актуальна потребность в наличии способа, обеспечивающего сироп с высоким содержанием мальтита, но с низким содержанием сорбита и низким содержанием
25 мальтотриитола.

Изложение сущности изобретения

Настоящее изобретение относится к способу получения содержащего мальтит сиропа, включающему последовательные стадии:

проведения разжижения крахмального молока;
30 проведения осахаривания разжиженного крахмального молока в присутствии альфа-амилазы, бета-амилазы и деветвящего фермента, выбранного из группы, состоящей из пуллулаказы, изоамилазы и их смесей;

дополнительного добавления мальтогенной альфа-амилазы и/или изоамилазы для получения содержащего мальтозу сиропа, содержащего по меньшей мере 85% мальтозы
35 в расчете на сухое вещество и менее 1,5% глюкозы в расчете на сухое вещество, необязательно с последующей деминерализацией содержащего мальтозу сиропа;

молекулярного просеивания содержащего мальтозу сиропа для получения фракции (А), содержащей по меньшей мере 95% мальтозы в расчете на сухое вещество фракции (А);

40 каталитической гидрогенизации фракции (А) для получения жидкого продукта (В), обогащенного мальтитом,

причем на стадии b) осахаривание происходит в присутствии остаточного количества альфа-амилазы, применяемой при разжижении на стадии а), предпочтительно в присутствии остаточной активности от 1% до 4% общего количества альфа-амилазы,
45 применяемой при разжижении.

Настоящее изобретение дополнительно относится к использованию содержащего мальтозу сиропа, содержащего по меньшей мере 85% мальтозы в расчете на сухое вещество, менее 1,5% глюкозы в расчете на сухое вещество и менее 10% DP3 в расчете

на сухое вещество, для снижения количества катализатора на стадии гидрогенизации содержащего мальтозу сиропа по меньшей мере на 5%.

Подробное описание

Настоящее изобретение относится к способу получения содержащего мальтит сиропа, включающему последовательные стадии:

проведения разжижения крахмального молока;

проведения осахаривания разжиженного крахмального молока в присутствии альфа-амилазы, бета-амилазы и деветвящего фермента, выбранного из группы, состоящей из пуллуланы, изоамилазы и их смесей, предпочтительно пуллуланы;

дополнительного добавления мальтогенной альфа-амилазы и/или изоамилазы для получения содержащего мальтозу сиропа, содержащего по меньшей мере 85% мальтозы в расчете на сухое вещество и менее 1,5% глюкозы в расчете на сухое вещество, необязательно с последующей деминерализацией содержащего мальтозу сиропа;

молекулярного просеивания содержащего мальтозу сиропа для получения фракции (А), содержащей по меньшей мере 95% мальтозы в расчете на сухое вещество фракции (А);

каталитической гидрогенизации фракции (А) для получения жидкого продукта (В), обогащенного мальтитом,

причем на стадии b) осахаривание происходит в присутствии остаточного количества альфа-амилазы, применяемой при разжижении на стадии а), предпочтительно в присутствии остаточной активности от 1% до 4% общего количества альфа-амилазы, применяемой при разжижении.

Разжижение проводят в присутствии альфа-амилазы.

Разжижение и осахаривание крахмала можно проводить различными способами, но в настоящем изобретении продемонстрировано, что комбинирование разжижения со стадией специфичного осахаривания позволяет получать мальтозный сироп, содержащий по меньшей мере 85% мальтозы (DP₂), по меньшей мере 87%, по меньшей мере 90% мальтозы в расчете на сухое вещество и менее 1,5% глюкозы (DP₁) в расчете на сухое вещество, предпочтительно менее 1% глюкозы в расчете на сухое вещество, и предпочтительно содержащий менее 10% DP₃, более предпочтительно содержащий менее 10% олигосахаридов, имеющих степень полимеризации 3 или выше (DP₃+).

Разжижение проводят с крахмалом любого растительного происхождения. Например, он может быть получен из пшеницы, кукурузы или картофеля.

Разжижение следует рассматривать как контролируемый гидролиз крахмального молока, предпочтительно в присутствии ферментов, таких как альфа-амилаза, с получением разжиженного крахмального молока с низкой степенью превращения. Таким образом, такие условия, как температура, pH, фермент (тип и концентрация), выбраны таким образом, чтобы было возможно получить DE (декстрозный эквивалент) не более 6, предпочтительно от 4 до 5.

Предпочтительно разжижение проводится в три стадии. Первая стадия состоит в нагревании крахмального молока при температуре в диапазоне от 105 до 108°C и в присутствии термоустойчивой альфа-амилазы в течение нескольких минут, как правило, от 8 до 15 минут, не более 20 минут. Вторая стадия состоит из нагревания обработанного таким образом крахмального молока при температуре в диапазоне от 140 до 160°C, предпочтительно в диапазоне 145-155°C в течение нескольких минут, в течение периода от 5 до 8 минут, но не более 20 минут. После охлаждения до приблизительно от 95 до 100°C добавляют вторую небольшую дозировку альфа-амилазы и продолжают разжижение в течение еще от 30 до 50 минут, таким образом регулируя процесс так,

чтобы получить крахмальную суспензию с D.E. от 4 до 6, предпочтительно от 4 до 5.

Разжижение в соответствии с настоящим изобретением позволяет получить D.E. от 4 до 6, предпочтительно от 4 до 5, причем композиция олигосахаридов (DPn) предварительно регулируется для последующего осахаривания.

- 5 После завершения стадии разжижения проводят контролируемое ингибирование так, чтобы произошло лишь частичное ингибирование альфа-амилазы, а остаточная альфа-амилаза сохранилась для последующей стадии осахаривания. Предпочтительно частичное ингибирование проводят при pH от 3,5 до 4 при температуре не выше 100°C. Предпочтительно частичное ингибирование проводят в течение периода времени от 1
10 до 10 минут. Остаточная (остающаяся активной) альфа-амилаза дополнительно используется в последующей стадии осахаривания. Предпочтительно остаточная альфа-амилаза соответствует от 5 до 15% общего количества, добавленного во втором дозировании при разжижении. Наконец, остаточная альфа-амилаза соответствует от 7% до 12% общего количества, добавленного во втором дозировании при разжижении.
15 По сравнению с фактическим общим количеством альфа-амилазы, добавленным во время разжижения (доза 1 + второе дозирование), она соответствует от 1% до 4%, предпочтительно от 1,4% до 3% остаточной активности общего количества альфа-амилазы.

- Предпочтительно осахаривание разжиженного крахмального молока проводят в
20 присутствии альфа-амилазы, бета-амилазы и пуллулазы в качестве деветвящего фермента, причем осахаривание происходит в присутствии остаточного количества альфа-амилазы, применяемой при разжижении на стадии а), в присутствии от 1% до 4% или в присутствии от 1,4% до 3% остаточной активности общего количества альфа-амилазы, применяемой при разжижении.

- 25 Затем осахаривание продолжают, добавляя бета-амилазу и деветвящий фермент, выбранный из группы, состоящей из пуллулазы, изоамилазы и их смесей. Предпочтительно добавляют пуллулазу. Добавление деветвящего фермента позволяет гидролизовать 1,6-связи и таким образом снизить количество сильно разветвленных олигосахаридов. Предпочтительно соотношение бета-амилазы к деветвящему ферменту
30 составляет от 1:1 до 1:4. Предпочтительно соотношение бета-амилазы к пуллулазе составляет от 1:1 до 1:4. Соотношения от 1:1 до 1:5 или даже до 1:10 являются частью настоящего изобретения. Предпочтительно при применении пуллулазы в качестве деветвящего фермента соотношение бета-амилазы к пуллулазе составляет от 1:2 до 1:4, а предпочтительно применяют более высокие соотношения на верхней границе от
35 1:3 до 1:4.

- Мальтогенную альфа-амилазу и/или изоамилазу добавляют к обработанному крахмальному молоку через затраченное время, составляющее приблизительно от 20 до 50% от общего времени осахаривания, предпочтительно через приблизительно от 25 до 35%, предпочтительно через затраченное время, составляющее приблизительно
40 от 25% до 30% от общего времени осахаривания. Мальтогенная альфа-амилаза представляет собой альфа-амилазу экзотипа, отвечающую за экзогидролиз альфа-1,4-гликозидных связей. Изоамилаза является деветвящим ферментом, который гидролизует 1,6-связи и уменьшает количество продуктов обратного восстановления.

- В типичном процессе общее время осахаривания составляет приблизительно от 16
45 до 30 часов, предпочтительно от 20 до 24 часов, а мальтогенную альфа-амилазу и/или изоамилазу добавляют через от 7 до 8 часов общего времени осахаривания.

Таким образом, осахаривание продолжают до тех пор, пока не будет получен сироп с высоким содержанием мальтозы, который содержит по меньшей мере 85% мальтозы

в расчете на сухое вещество и менее 1,5% глюкозы в расчете на сухое вещество, предпочтительно менее 1% глюкозы в расчете на сухое вещество.

Более предпочтительно осахаривание проводят так, чтобы получить сироп с высоким содержанием мальтозы, который содержит по меньшей мере 85% мальтозы в расчете на сухое вещество, по меньшей мере 87% мальтозы, по меньшей мере 90% мальтозы в расчете на сухое вещество и менее 1,5% глюкозы в расчете на сухое вещество, предпочтительно менее 1% глюкозы в расчете на сухое вещество и менее 10% DP3 или менее 10% полимеров, имеющих степень полимеризации 3 или выше (DP3+) в расчете на сухое вещество, предпочтительно менее 5% DP3+. Еще более предпочтительно чтобы содержание полимеров, имеющих степень полимеризации более 3, было пренебрежимо мало, а содержание полимеров, имеющих степень полимеризации 3, было менее 5%, более предпочтительно менее 3%, наиболее предпочтительно менее 1% в расчете на сухое вещество сиропа.

Наконец, ближе к концу стадии осахаривания добавляют дополнительную альфа-амилазу. Такое конкретное небольшое количество может дополнительно улучшить последующее течение процесса. Альфа-амилазу добавляют через затраченное время, составляющее приблизительно от 70 до 85% от общего времени осахаривания, предпочтительно через затраченное время, составляющее приблизительно от 80 до 83% от общего времени осахаривания. Это может соответствовать приблизительно 4 часам до окончания процесса осахаривания.

Способ настоящего изобретения позволяет получить продукт с очень высоким содержанием (по меньшей мере 85%, 87%, 90%) мальтозы, в то время как содержание глюкозы составляет менее 1,5%, с низким количеством DP3, а также в котором снижено присутствие олигосахаридов с длинной цепью. Композиция DPn отличается от композиции, которую обычно получают после разжижения и осахаривания. В частности использование остаточной альфа-амилазы на последующей стадии осахаривания и дополнительное добавление альфа-амилазы в конце осахаривания вносит вклад в изменение композиции фракции DPn (олигосахаридов). Количество более крупных олигосахаридов (более длинные цепи) снижено.

Полученный таким образом осахаренный сироп можно очистить в соответствии с широко известными способами деминерализации, такими как путем применения ионообменных смол. Альтернативно осахаренный сироп можно отфильтровать на фильтре с намывным слоем или с помощью микрофльтрации на мембранах и последующей деминерализации.

До настоящего времени сиропы с высоким содержанием мальтозы (до 80%) и низким количеством глюкозы, а также с очень высоким содержанием мальтозы (до 90%) получали со значительными остаточными количествами глюкозы (от 5 до 7%). Настоящее изобретение продемонстрировало, что при применении разжижения по настоящему способу и его комбинирования со стадией осахаривания, как заявлено в настоящем изобретении, неожиданно было обнаружено, что возможно получать мальтозные сиропы с очень высоким содержанием мальтозы (по меньшей мере 85%, по меньшей мере 87%, по меньшей мере 90%) и низкими количествами глюкозы (менее 1,5%, менее 1%). И, наконец, содержание DP3 также низкое, менее 10%, предпочтительно менее 5%. Более того, фракция DPn начиная с DP4 обладает в значительной степени другой композицией, так что количество олигосахаридов с длинной цепью снижено. Такая измененная композиция делает конечный продукт настоящего изобретения более стабильным, а также он является лучшим прекурсором для получения мальтита с помощью гидрогенизации. Можно либо значительно сократить продолжительность

стадии гидрогенизации, либо использовать меньше катализатора при тех же условиях гидрогенизации.

Содержащий мальтозу сироп, полученный после осахаривания, подвергают стадии молекулярного просеивания. Данное молекулярное просеивание может представлять собой стадию разделения на мембранах или хроматографического фракционирования. В способе в соответствии с настоящим изобретением в рамках стадии разделения на мембранах возможно использовать стадию нанофильтрации на мембранах. Мембраны с порами различных диаметров доступны в продаже и описаны во множестве заявок на патенты.

Хроматографическое фракционирование проводят либо прерывистым, либо непрерывным (псевдоподвижный слой) способом на адсорбентах, таких как ионообменные смолы или цеолиты, предпочтительно применяют катионообменные смолы. Предпочтительно катионообменные смолы заряжены щелочными или щелочноземельными ионами, более предпочтительно с помощью ионов натрия.

Применяя такие же или аналогичные условия хроматографического фракционирования в отношении конструкции колонки, типа смолы, температуры подаваемого материала, скорости потока, содержания сухого вещества в подаваемом материале и т.п., которые использовали для хроматографического фракционирования продукта в EP 1656388, выход фракции, обогащенной мальтозой, возрастает по меньшей мере на 5%, предпочтительно по меньшей мере на 10%. Выход рассчитывают как количество фракции, обогащенной мальтозой, умноженное на сухое вещество во фракции и поделенное на количество подаваемого материала, умноженное на сухое вещество подаваемого материала, и затем все умножают на 100, чтобы представить в процентах.

Это означает, что при получении содержащего мальтозу сиропа с очень высоким содержанием мальтозы (по меньшей мере 85%, 87%, 90%) и низким количеством глюкозы (менее 1,5%, менее 1%) и в итоге также с содержанием DP3 менее 10%, предпочтительно менее 5%, выход последующего хроматографического фракционирования возрастает по меньшей мере на 5%, предпочтительно по меньшей мере на 10%.

Настоящее изобретение дополнительно относится к использованию содержащего мальтозу сиропа, содержащего по меньшей мере 85% мальтозы, по меньшей мере 87% мальтозы, по меньшей мере 90% мальтозы в расчете на сухое вещество, менее 1,5% глюкозы в расчете на сухое вещество и менее 10% DP3 в расчете на сухое вещество, предпочтительно менее 1% глюкозы в расчете на сухое вещество, для увеличения выхода хроматографического фракционирования по меньшей мере на 5%, предпочтительно по меньшей мере на 10%.

Оно также относится к способу повышения выхода хроматографического фракционирования содержащих мальтозу сиропов путем применения содержащего мальтозу сиропа, содержащего по меньшей мере 85% мальтозы, по меньшей мере 87%, по меньшей мере 90% мальтозы в расчете на сухое вещество, менее 1,5% глюкозы в расчете на сухое вещество и менее 10% DP3 в расчете на сухое вещество, предпочтительно менее 1% глюкозы в расчете на сухое вещество.

Полученную таким образом фракцию (А) (фракцию, обогащенная мальтозой), содержащую по меньшей мере 95%, предпочтительно по меньшей мере 96%, предпочтительно по меньшей мере 97%, более предпочтительно по меньшей мере 98% мальтозы в расчете на сухое вещество фракции (А), гидрогенизируют в присутствии катализаторов гидрогенизации. Предпочтительно в качестве катализатора гидрогенизации используют катализатор на основе никеля Ренея.

Любые условия гидрогенизации могут быть подходящими, если при этом не происходит разложения мальтозы. Как правило, стадию гидрогенизации проводят при давлении газообразного водорода по меньшей мере 1 МПа (10 бар), предпочтительно от 3 до 20 МПа (от 30 до 200 бар) и при температуре от 90 до 150°C так, что

5 гидрогенизацию продолжают до прекращения поглощения газообразного водорода.

Подаваемый сироп - фракцию (А) - можно использовать при содержании сухого вещества по меньшей мере 50%. К ней добавляют активированный никелевый катализатор, и гидрогенизация происходит при температуре до 135°C и давлении водорода по меньшей мере 4 МПа (40 бар). Применяя фракцию (А), содержащую по

10 меньшей мере 95% мальтозы, которую можно получить способом настоящего изобретения, количество активированного никелевого катализатора на стадии гидрогенизации можно снизить по меньшей мере на 5%, предпочтительно по меньшей мере на 10%. Как правило (см. EP 1656388), активированный никелевый катализатор добавляют в количестве 4% в расчете на сухое вещество подаваемого сиропа. В

15 настоящем изобретении активированный никелевый катализатор добавляют в количестве 3,6% в расчете на сухое вещество подаваемого сиропа (А). Предпочтительно изменение композиции фракции DPn (олигосахариды) оказывает положительное воздействие на гидрогенизацию.

Настоящее изобретение относится к использованию содержащего мальтозу сиропа, содержащего по меньшей мере 85% мальтозы или по меньшей мере 87%, по меньшей мере 90% мальтозы в расчете на сухое вещество, менее 1,5% глюкозы в расчете на сухое вещество и менее 10% DP3 в расчете на сухое вещество, предпочтительно менее 1% глюкозы в расчете на сухое вещество, для снижения количества катализатора, предпочтительно активированного никеля, на стадии гидрогенизации по меньшей мере

20 на 5%, предпочтительно по меньшей мере на 10%.

Оно относится к способу снижения количества катализатора, предпочтительно активированного никелевого катализатора, при гидрогенизации содержащих мальтозу сиропов путем применения содержащего мальтозу сиропа, содержащего по меньшей мере 85% мальтозы или по меньшей мере 87%, по меньшей мере 90% мальтозы в расчете на сухое вещество, менее 1,5% глюкозы в расчете на сухое вещество и менее 10% DP3 в расчете на сухое вещество, предпочтительно менее 1% глюкозы в расчете на сухое вещество.

30

После завершения поглощения газообразного водорода, например после приблизительно 3 часов гидрогенизации, катализатор гидрогенизации (активированный никелевый катализатор) извлекают из полученного жидкого продукта с мальтитом (В). Данный сироп можно дополнительно обесцветить и/или деионизировать с помощью активированного угля, или ионообменной смолы, и/или ионитных фильтров.

35

Настоящее изобретение дополнительно относится к содержащему мальтит сиропу, содержащему по меньшей мере 95% мальтита, предпочтительно по меньшей мере 96% мальтита, более предпочтительно по меньшей мере 97% мальтита в расчете на сухое вещество и менее 1,2% сорбита в расчете на сухое вещество, а также имеющему содержание сухого вещества 50-75%, предпочтительно содержание сухого вещества 55-70%, и указанный содержащий мальтит сироп получают способом настоящего изобретения. Предпочтительно указанный содержащий мальтит сироп содержит менее

40 1,1%, менее 1,0% сорбита. Оно дополнительно относится к содержащему мальтит сиропу, который дополнительно содержит менее 10% гидрогенизированного DP3 в расчете на сухое вещество.

Данный сироп можно использовать в пищевой отрасли или в промышленных сферах

применения, или его можно использовать в качестве прекурсора для отвержденного или кристаллического мальтита, а также в качестве подаваемого материала в хроматографической очистке.

Настоящее изобретение будет проиллюстрировано ниже в форме следующих примеров.

ПРИМЕРЫ

Пример 1

Разжижение

Крахмальную суспензию с содержанием сухого вещества в диапазоне 27-35% с.в. (сухого вещества) разжижали после корректировки pH до 5,8 (± 1) и после дозирования 0,08-0,1% альфа-амилазы (Spezyme (Genencor)) с использованием струйного пропаривателя при 108°C. Через 8-15 минут температуру пастирования снижали до 100°C кратковременным приведением в контакт с атмосферным воздухом, а затем суспензию направляли во второй пропариватель при 152°C. Через 5-8 минут пастирования суспензию охлаждали до 100°C и добавляли вторую дозировку (0,025%) такой же альфа-амилазы. Это количество регулировали, чтобы получить 4-6 DE (цель - 4,5).

Через 30-50 минут реакции на колонке с перемешиванием при 100°C pH разжиженного продукта регулировали до 3-4 (цель - 3,5-4) при 100°C максимум на 10 минут, чтобы ингибировать часть альфа-амилазы. После этой обработки сохранялось от 7 до 10% альфа-амилазы, добавленной в качестве второй дозировки.

Пример 2

Осахаривание: РЕЦЕПТ 1

Использовали продукт из примера 1. Осахаривание начинали при pH 4,8-5,0 в присутствии остаточной альфа-амилазы и 0,1% бета-амилазы (Optimalt BBA (Genencor)) и 0,4% пуллулазы (Promozyme D2 (Novozyme)). После 7-8 ч реакции добавляли 0,02% мальтогенной альфа-амилазы (Maltogenase (Novozyme)).

По меньшей мере за 4 часа до разгрузки осахаривателя добавляли 0,1-0,2% альфа-амилазы (Liquozyme X (Novozyme)). Через 24-30 ч общего времени осахаривания получали следующую композицию: глюкоза <1%, мальтоза (DP2) 85-87%, DP3 (олигосахарид со степенью полимеризации 3) 7-10%, DP4+ (олигосахариды со степенью полимеризации 4 или более) <5%.

Очистку проводят так же, как для обычных глюкозных сиропов.

Пример 3

Осахаривание: РЕЦЕПТ 2

Использовали продукт из примера 1. Осахаривание начинали при pH 4,8-5,0 в присутствии остаточной альфа-амилазы и 0,1% бета-амилазы (Optimalt BBA (Genencor)) и 0,4% пуллулазы (Promozyme D2 (Novozyme)), а также 0,1% изоамилазы. Через 7-8 ч реакции добавляли 0,1% мальтогенной альфа-амилазы (Maltogenase (Novozyme)).

По меньшей мере за 4 часа до разгрузки осахаривателя добавляли 0,1-0,2% альфа-амилазы (Liquozyme X (Novozyme)). Через 24-30 ч общего времени осахаривания получали следующую композицию: глюкоза <1%, мальтоза (DP2) 87-90% и DP3 от 4 до 6%.

Пример 4

Хроматографическое фракционирование

Продукт (полученный по рецепту 1) с композицией (DP1: <1,0% (0,9%); DP2: 87% (86,9%); DP3: 7,5% и DP4+<5 (4,7%) концентрировали до содержания сухого вещества 60%.

Концентрированный продукт наносили при 75°C на хроматографическое оборудование (ISMB) с ионообменной смолой Dianion UBK 550 в натриевой форме для получения фракции, обогащенной мальтозой. Указанный продукт имел следующую композицию (DP1: <1,0%; DP2: 96–98%; DP3: <2%; DP4<1).

ВЭЖХ-анализ (Bio-Rad Aminex HPLX-87, катионообменная колонка в кальциевой форме, температура колонки: 80°C, скорость потока элюента: 0,6 мл/минута, предел давления колонки: 8,27 МПа (1200 фунтов/кв. дюйм), объем вводимой пробы: 20 мкл, предел контроля давления приблизительно 1,38 МПа (200 фунтов/кв. дюйм) выше нормального рабочего давления колонки, элюент: дегазированная очищенная вода Milli-Q, детектор: дифференциальный рефрактометр)

Таблица 1

		Подаваемый материал	Обогащенный мальтозой продукт	Побочный продукт	Вода
Композиция (%)	DP1	0,9	0,8	1,4	
	DP2	86,9	96,6	44	
	DP3	7,5	1,7	32	
	DP4+	4,7	0,9	21,6	
Общая масса (кг/ч)		37,6	47	65	74,4
Скорость потока (л/ч)		29,00	40,17	63,11	74,2
% с.в.		60,0	39	6,5	

Выход продукта, обогащенного мальтозой, составляет (общая масса × % с.в. продукта × 100 / общая масса × % с.в. подаваемого материала) = 81,2%.

Сравнительный пример 4. Хроматографическое фракционирование (см. EP 1656388)

Продукт с композицией (DP1: 1,5%; DP2: 80,0%; DP3: 12,5% и DP4+: 6%)

концентрировали до содержания сухого вещества 60%, которое получено в EP 1656388.

Концентрированный продукт наносили при 75°C на хроматографическое оборудование (ISMB) с ионообменной смолой Dianion UBK 550 в натриевой форме для получения фракции, обогащенной мальтозой. Указанный продукт имел следующую композицию (DP1: 1,1%; DP2: 96%; DP3: 1,7%; DP4+: 1,2%).

Дополнительная информация представлена в таблице 2.

Таблица 2

Результаты выражены в единицах измерения в час и на м³ смолы

		Подаваемый материал	Обогащенный мальтозой продукт	Побочный продукт	Вода
Композиция (%)	DP1	1,5	1,1	2,4	
	DP2	80,0	96,0	41,1	
	DP3	12,5	1,7	38,7	
	DP4+	6,0	1,2	17,8	
Общая масса (кг/ч)		37,6	41,48	71,65	75,36
Скорость потока (л/ч)		29,00	35,30	69,1	75,36
% с.в.		60,0	38,5	9,2	

Выход продукта, обогащенного мальтозой, составляет (общая масса × % с.в. продукта × 100 / общая масса × % с.в. подаваемого материала) = 70,8%.

Пример 5

Гидрогенизация

21,6 кг (52% сухого вещества) фракции, обогащенной мальтозой, имеющей композицию (DP1: <1,0%; DP2: 96–98%; DP3: <2%; DP4<1), загрузили в реактор из нержавеющей стали для гидрогенизации. Добавили активированный никелевый катализатор в количестве 3,6% в расчете на сухое вещество фракции, обогащенной мальтозой, а затем тщательно перемешали суспензию и нагрели до 135°C при давлении

водорода 4,3 МПа (43 бар). Через 180 минут гидрогенизации суспензию охладили до 90°C и извлекли катализатор путем осаждения и фильтрования. Водный раствор при температуре 40°C подвергали ионному обмену и фильтровали с использованием катионных и анионных смол и гранулированного угля.

- 5 Полученный продукт имел следующую композицию (ВЭЖХ-анализ: Bio-Rad Aminex HPLC-87, катионообменная колонка в кальциевой форме, температура колонки: 80°C, скорость потока элюента: 0,6 мл/минута, предел давления колонки: 8,27 МПа (1200 фунтов/кв. дюйм), объем вводимой пробы: 20 мкл, предел контроля давления приблизительно 1,38 МПа (200 фунтов/кв. дюйм) выше нормального рабочего давления колонки, элюент: дегазированная очищенная вода Milli-Q, детектор: дифференциальный рефрактометр)

15	Гидрогенизированный DP1 (сорбит)	1,1%
	Гидрогенизированный DP2 (мальтит)	95,8%
	Гидрогенизированный DP3	1,5%
	Гидрогенизированный DP4+	1,2%
	Другие	0,4%

Сравнительный пример 5. Гидрогенизация (см. EP 1656388)

- 21,6 кг (52% сухого вещества) фракции, обогащенной мальтозой, имеющей композицию (DP1: 1,1%; DP: 96%; DP3: 1,7%; DP4+: 1,2%), загрузили в реактор из нержавеющей стали для гидрогенизации. Добавили активированный никелевый катализатор в количестве 4% в расчете на сухое вещество фракции, обогащенной мальтозой, а затем тщательно перемешали суспензию и нагрели до 135°C при давлении водорода 4,3 МПа (43 бар). Через 180 минут гидрогенизации суспензию охладили до 90°C и извлекли катализатор путем осаждения и фильтрования. Водный раствор при температуре 40°C подвергали ионному обмену и фильтровали с использованием катионных и анионных смол и гранулированного угля. Полученный продукт имел следующую композицию (ВЭЖХ-анализ: Bio-Rad Aminex HPLC-87, катионообменная колонка в кальциевой форме, температура колонки: 80°C, скорость потока элюента: 0,6 мл/минута, предел давления колонки: 8,27 МПа (1200 фунтов/кв.дюйм), объем вводимой пробы: 20 мкл, предел контроля давления приблизительно 1,38 МПа (200 фунтов/кв. дюйм) выше нормального рабочего давления колонки, элюент: дегазированная очищенная вода Milli-Q, детектор: дифференциальный рефрактометр)

35	Гидрогенизированный DP1	2,1%
	Гидрогенизированный DP2	94,8%
	Гидрогенизированный DP3	1,5%
	Гидрогенизированный DP4+	1,2%
	Другие	0,4%

(57) Формула изобретения

- 40 1. Способ получения содержащего мальтит сиропа, включающий стадии:
- а) проведения разжижения крахмального молока;
 - б) проведения осахаривания разжиженного крахмального молока в присутствии альфа-амилазы, бета-амилазы и деветвящего фермента, выбранного из группы, состоящей из пуллулазы, изоамилазы и их смесей;
 - 45 в) дополнительного добавления мальтогенной альфа-амилазы или изоамилазы в разжиженное крахмальное молоко во время осахаривания для получения содержащего мальтозу сиропа, содержащего по меньшей мере 85% мальтозы в расчете на сухое вещество и менее 1,5% глюкозы в расчете на сухое вещество;

d) молекулярного просеивания содержащего мальтозу сиропа для получения фракции (А), содержащей по меньшей мере 95% мальтозы в расчете на сухое вещество фракции (А);

е) каталитической гидрогенизации фракции (А) для получения сиропа (В), обогащенного мальтитом,

причем на стадии b) осахаривание происходит в присутствии остаточного количества альфа-амилазы, применяемой при разжижении на стадии а).

2. Способ по п. 1, в котором осахаривание на стадии b) происходит в присутствии остаточной активности от 1% до 4% общего количества альфа-амилазы, применяемой на стадии разжижения.

3. Способ по п. 1, в котором за стадией с) следует деминерализация содержащего мальтозу сиропа.

4. Способ по п. 1, в котором молекулярное просеивание на стадии d) представляет собой хроматографическое фракционирование.

5. Способ по п. 1, в котором на стадии b) соотношение бета-амилазы к деветвящему ферменту составляет от 1:1 до 1:4.

6. Способ по п. 1, в котором на стадии b) деветвящим ферментом является пуллуланаза.

7. Способ по п. 1, в котором на стадии а) разжижение происходит до достижения декстрозного эквивалента (D.E.) не более 6.

8. Способ по п. 1, в котором на стадии с) добавление мальтогенной альфа-амилазы или изоамилазы происходит через затраченное время, составляющее от 20 до 50% от общего времени осахаривания.

9. Способ по п. 1, в котором после стадии с) добавляют дополнительную альфа-амилазу.

10. Способ по п. 9, в котором после стадии с) дополнительную альфа-амилазу добавляют через затраченное время, составляющее от 70 до 85% от общего времени осахаривания.

11. Применение содержащего мальтозу сиропа, содержащего по меньшей мере 85% мальтозы в расчете на сухое вещество и менее 1,5% глюкозы в расчете на сухое вещество, полученного способом по п. 1, для снижения количества катализатора на стадии гидрогенизации содержащего мальтозу сиропа по меньшей мере на 5%.