



República Federativa do Brasil
Ministério da Economia
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(11) BR 112014018626-0 B1



(22) Data do Depósito: 24/01/2013

(45) Data de Concessão: 13/10/2021

(54) Título: PROCESSO PARA PRODUÇÃO DE MALTITOL SÓLIDO A PARTIR DE AMIDO

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

(30) Prioridade Unionista: 29/02/2012 EP 12001376.8; 31/01/2012 EP 12000623.4.

(73) Titular(es): CARGILL, INCORPORATED.

(72) Inventor(es): TIZIANO FURLAN; LUIGI NATALONI; PATRIZIA TOLOMELLI.

(86) Pedido PCT: PCT IB2013000630 de 24/01/2013

(87) Publicação PCT: WO 2013/114219 de 08/08/2013

(85) Data do Início da Fase Nacional: 29/07/2014

(57) Resumo: PROCESSO PARA PRODUÇÃO DE MALTITOL SÓLIDO A PARTIR DE AMIDO. A presente invenção refere-se a um processo para preparação de maltitol solidificado ou cristalino. O processo compreende as etapas sucessivas de liquefazer um leite de amido e sacarificar o leite de amido liquefeito na presença de alfa-amilase, beta-amilase e uma enzima desramificadora selecionada do grupo da pululanase, iso-amilase e misturas das mesmas, de preferência pululanase e, adicionalmente, acrescentar iso-amilase e/ou alfa-amilase maltogênica, para obter um xarope contendo maltose que compreende pelo menos 85% de maltose, com base na matéria seca, e menos de 1,5% de glicose, com base na matéria seca, de preferência menos de 1% de glicose, com base na matéria seca, seguida pela peneiragem molecular do xarope contendo maltose para obter uma fração (A) que compreende pelo menos 95% de maltose, com base na substância seca da fração (A) e, adicionalmente, hidrogenar cataliticamente a fração (A), para obter um produto enriquecido com maltitol líquido (B). Finalmente, o produto enriquecido líquido é solidificado ou cristalizado para preparar um maltitol solidificado ou cristalino.

Relatório Descritivo da Patente de Invenção para "PROCESSO PARA PRODUÇÃO DE MALTITOL SÓLIDO A PARTIR DE AMIDO".

CAMPO DA INVENÇÃO

[001] A presente invenção refere-se a um processo para preparação de maltitol solidificado ou cristalino.

ANTECEDENTES DA INVENÇÃO

[002] Os métodos que permitem a produção de maltitol cristalino já são bem conhecidos.

[003] O documento US 5.873.943 apresenta um processo economicamente vantajoso para a fabricação de maltitol cristalino. O processo usa como material de partida um produto que tem uma pureza de maltose de 81 a 90%. O xarope é hidrogenado e, então, submetido a uma separação cromatográfica, resultando em uma solução aquosa de maltitol que tem uma pureza de maltitol de 94 a 99,9%. A solução aquosa é adicionalmente cristalizada na presença de um cristal semente.

[004] EP 1 656 388 refere-se a um processo para preparação de produtos enriquecidos com maltitol, e o processo consiste no fracionamento cromatográfico de um xarope de maltose, seguido pela hidrogenação do mesmo em um produto enriquecido com maltitol líquido e, opcionalmente, pela solidificação ou cristalização do maltitol. Pode-se obter maltitol líquido, sólido e cristalino com diferentes graus de pureza por meio de um único processo.

[005] WO 2008/029033 refere-se a um método para obtenção de um xarope com alto teor de maltitol, e a invenção é mais particularmente aplicável no campo do setor de agroalimentos.

[006] Há, ainda, uma necessidade adicional de obter um processo que resulte em um xarope rico em maltitol e com baixos teores de DP1 hidrogenado e de DP3 hidrogenado.

SUMÁRIO DA INVENÇÃO

- [007] A presente invenção refere-se a um processo para preparação de um maltitol solidificado ou cristalino, sendo que o dito processo compreende as sucessivas etapas de:
- [008] a) realizar a liquefação de um leite de amido,
- [009] b) realizar a sacarificação do leite de amido liquefeito na presença de alfa-amilase, beta-amilase e de uma enzima desramificadora selecionada do grupo da pululanase, iso-amilase e misturas das mesmas,
- [0010] c) adicionalmente, acrescentar iso-amilase e/ou alfa-amilase maltogênica, para obter um xarope contendo maltose, que compreende pelo menos 85% de maltose, com base na matéria seca, e menos de 1,5% de glicose, com base na matéria seca, opcionalmente seguida pela desmineralização do xarope contendo maltose,
- [0011] d) passar o xarope contendo maltose por uma peneira molecular, para obter uma fração (A) que compreende pelo menos 95% de maltose, com base na substância seca da fração (A),
- [0012] e) hidrogenar cataliticamente a fração (A), para obter um produto enriquecido com maltitol líquido (B),
- [0013] f) aumentar o teor de substância seca do produto enriquecido com maltitol líquido (B),
- [0014] g) solidificar ou cristalizar o produto enriquecido com maltitol líquido para preparar um maltitol solidificado ou cristalino,
- [0015] em que, na etapa b), a sacarificação ocorre na presença de uma quantidade residual da alfa-amilase aplicada na liquefação da etapa a), de preferência na presença de 1% a 4% de atividade residual da quantidade total de alfa-amilase aplicada na liquefação.

DESCRIÇÃO DETALHADA

- [0016] A presente invenção refere-se a um processo para preparação de um maltitol solidificado ou cristalino, sendo que o dito proces-

so compreende as sucessivas etapas de:

- [0017] a) realizar a liquefação de um leite de amido,
- [0018] b) realizar a sacarificação do leite de amido liquefeito na presença de alfa-amilase, beta-amilase e de uma enzima desramificadora selecionada do grupo da pululanase, iso-amilase e misturas das mesmas,
- [0019] c) adicionalmente, acrescentar iso-amilase e/ou alfa-amilase maltogênica, para obter um xarope contendo maltose, que compreende pelo menos 85% de maltose, com base na matéria seca, e menos de 1,5% de glicose, com base na matéria seca, opcionalmente seguida pela desmineralização do xarope contendo maltose,
- [0020] d) passar o xarope contendo maltose por uma peneira molecular, para obter uma fração (A) que compreende pelo menos 95% de maltose, com base na substância seca da fração (A),
- [0021] e) hidrogenar cataliticamente a fração (A), para obter um produto enriquecido com maltitol líquido (B),
- [0022] f) aumentar o teor de substância seca do produto enriquecido com maltitol líquido (B),
- [0023] g) solidificar ou cristalizar o produto enriquecido líquido para preparar um maltitol solidificado ou cristalino,
- [0024] em que, na etapa b), a sacarificação ocorre na presença de uma quantidade residual da alfa-amilase aplicada na liquefação da etapa a), de preferência na presença de 1% a 4% de atividade residual da quantidade total de alfa-amilase aplicada na liquefação.
- [0025] A liquefação é realizada na presença de alfa-amilase.
- [0026] A liquefação e a sacarificação do amido pode ser conduzida de várias maneiras, mas a presente invenção demonstra que a combinação da liquefação com uma etapa de sacarificação específica permite obter um xarope de maltose que compreende pelo menos 85% de maltose (= DP2), com base na matéria seca, e menos de 1,5% de gli-

cose (= DP1), com base na matéria seca, de preferência menos de 1% de glicose, com base na matéria seca, e que de preferência compreende menos de 10% de DP3, e que com mais preferência compreende menos de 10% de oligossacarídeos que tenham um grau de polimerização de 3 ou mais (= DP3+).

[0027] A liquefação é conduzida em amido de qualquer origem botânica. Por exemplo, o mesmo pode ser oriundo de trigo, milho ou batata.

[0028] A liquefação precisa ser considerada como uma hidrólise controlada de leite de amido, de preferência na presença de enzimas como alfa-amilase, e de modo a obter um leite de amido liquefeito com um baixo grau de conversão. Portanto, as condições de temperatura, pH, enzima (tanto o tipo como a concentração) são selecionadas de tal modo que possibilitam obter uma DE (= dextrose equivalente) de não mais que 6, de preferência de 4 a 5.

[0029] De preferência, a liquefação é realizada em três etapas, sendo que a primeira etapa consiste em aquecer o leite de amido a uma temperatura na faixa de 105 a 108°C, e na presença de uma alfa-amilase termoestável, durante alguns minutos, tipicamente de 8 a 15 minutos, e não mais que 20 minutos. A segunda etapa consiste em aquecer o leite de amido assim tratado a uma temperatura na faixa de 140 a 160°C, de preferência na faixa de 145 a 155°C, durante alguns minutos, por um período de tempo de 5 a 8 minutos, porém não mais que 20 minutos. Após o resfriamento até cerca de 95 a 100°C, é adicionada uma segunda pequena dosagem de alfa-amilase, e a liquefação prossegue durante outros 30 a 50 minutos, sendo assim ajustada de modo a se obter uma pasta fluida de amido com uma D.E. de 4 a 6, de preferência de 4 a 5.

[0030] A liquefação de acordo com a presente invenção permite preparar uma D.E. de 4 a 6, de preferência de 4 a 5, em que a compo-

sição dos oligossacarídeos (DPn) é previamente submetida a um ajuste fino para a sacarificação subsequente.

[0031] Uma vez concluída a etapa de liquefação, uma inibição controlada é conduzida de modo que seja realizada somente uma inibição parcial da alfa-amilase, e a alfa-amilase residual seja mantida durante a etapa de sacarificação subsequente. De preferência, a inibição parcial é conduzida a um pH de 3,5 a 4, a uma temperatura não mais alta que 100°C. De preferência, a inibição parcial ocorre durante um período de tempo de 1 a 10 minutos. A alfa-amilase residual (alfa-amilase ativa remanescente) é adicionalmente usada na etapa de sacarificação subsequente. De preferência, a alfa-amilase residual corresponde a de 5 a 15% da quantidade total adicionada na segunda dosagem da liquefação. Finalmente, a alfa-amilase residual corresponde a de 7% a 12% da quantidade total adicionada na segunda dosagem da liquefação.

[0032] Comparada à real quantidade total de alfa-amilase adicionada durante a liquefação (= dose 1 + segunda dosagem) a mesma corresponde a de 1% a 4%, de preferência de 1,4% a 3% da atividade residual da quantidade total de alfa-amilase.

[0033] De preferência, a sacarificação do leite de amido liquefeito é realizada na presença de alfa-amilase e de beta-amilase e, como enzima desramificadora, pululanase, sendo que a sacarificação ocorre na presença da quantidade residual de alfa-amilase aplicada na liquefação da etapa a), na presença de 1% a 4%, ou na presença de 1,4% a 3% de atividade residual da quantidade total de alfa-amilase aplicada na liquefação.

[0034] A sacarificação é, então, continuada pela adição de uma beta-amilase e uma enzima desramificadora selecionada do grupo da pululanase, iso-amilase e misturas das mesmas. De preferência, é adicionada pululanase. A adição da enzima desramificadora possibilita

hidrolisar as ligações 1,6 e, dessa forma, reduzir a quantidade de oligossacarídeos altamente ramificados. De preferência, a razão entre beta-amilase e enzima desramificadora é de 1:1 a 1:4. De preferência, a razão entre beta-amilase e pululanase é de 1:1 a 1:4. As razões de 1:1 a 1:5, ou mesmo até 1:10 fazem parte da presente invenção. De preferência, na aplicação de pululanase como enzima desramificadora, a razão entre beta-amilase e pululanase é de 1:2 a 1:4 e, de preferência, é aplicado o limite superior mais alto de 1:3 a 1:4.

[0035] É adicionada iso-amilase e/ou alfa-amilase maltogênica ao leite de amido tratado até o momento, quando transcorridos de cerca de 20 a 50% do tempo de sacarificação total, de preferência quando transcorridos de cerca de 25 a 35%, de preferência quando transcorridos de cerca de 25% a 30% do tempo de sacarificação total. A alfa-amilase maltogênica é uma alfa-amilase exo-atuante, a qual é responsável pela exo-hidrólise de ligações 1,4-alfa-glicosídicas. A iso-amilase é uma enzima desramificadora que hidrolisa as ligações 1,6 e reduz a quantidade dos produtos de reversão.

[0036] Em um processo típico, o tempo de sacarificação total é de cerca de 16 a 30 horas, de preferência de 20 a 24 horas, e a iso-amilase e/ou alfa-amilase maltogênica é adicionada depois de 7 a 8 horas de tempo de sacarificação.

[0037] A sacarificação é, assim, continuada até que seja obtido um xarope rico em maltose, o qual contém pelo menos 85% de maltose (pelo menos 87%, pelo menos 89%, pelo menos 90%), com base na matéria seca, e menos de 1,5% de glicose, com base na matéria seca, de preferência menos de 1% de glicose, com base na matéria seca.

[0038] Com mais preferência, a sacarificação é conduzida para que seja obtido um xarope rico em maltose, de modo que o mesmo contenha pelo menos 85% de maltose, com base na matéria seca, e menos de 1,5% de glicose, com base na matéria seca, de preferência

menos de 1% de glicose, com base na matéria seca, e menos de 10% de DP3, ou menos de 10% de polímeros que têm um grau de polimerização de 3 ou mais (= DP3+), com base na matéria seca, de preferência menos de 5% DP3+. Com mais preferência ainda, os polímeros que têm um grau de polimerização maior que 3 são desprezíveis, e a quantidade de polímeros que têm um grau de polimerização de 3 está abaixo de 5%, com mais preferência abaixo de 3% e, com a máxima preferência, abaixo de 1%, com base na matéria seca do xarope.

[0039] Finalmente, mais em direção ao final da etapa de sacarificação, é acrescentada uma quantidade adicional de alfa-amilase. Essa baixa quantidade específica pode, adicionalmente, otimizar o subsequente processo de refino. A alfa-amilase é adicionada quando transcorridos de cerca de 70 a 85% do tempo de sacarificação total, de preferência quando transcorridos de cerca de 80 a 83% do tempo de sacarificação total.

[0040] O processo da presente invenção permite obter um produto com teor muito alto (= pelo menos 85%, pelo menos 87%, pelo menos 89%, pelo menos 90%) de maltose, enquanto o teor de glicose fica abaixo de 1,5%, com baixa quantidade de DP3 e com presença reduzida de oligossacarídeos de cadeia longa. A composição de DPn é diferente da composição que é geralmente obtida após liquefação e sacarificação. Particularmente, o uso de alfa-amilase residual na etapa de sacarificação subsequente, e o acréscimo adicional de alfa-amilase em direção ao final da sacarificação, contribuem para a alteração da composição da fração DPn (oligossacarídeo).

[0041] O xarope sacarificado assim obtido pode ser purificado de acordo com os bem conhecidos processos de desmineralização, como mediante a aplicação de resinas de troca iônica. Alternativamente, o xarope sacarificado pode ser filtrado em um filtro de pré-revestimento ou por microfiltração em membranas seguida, então, de

desmineralização.

[0042] Até o momento, têm sido obtidos xaropes com alto teor de maltose (até 80%) e com baixa quantidade de glicose, bem como com teor muito alto de maltose (até 90%) com quantidade significativa de glicose residual (de 5 a 7%). A presente invenção demonstrou que, mediante a aplicação da liquefação de acordo com o presente processo, e a combinação do mesmo com a etapa de sacarificação tal como é reivindicado na presente invenção, é surpreendentemente exequível a obtenção de xaropes de maltose com teor muito alto de maltose (pelo menos 85%) e baixas quantidades de glicose (menos de 1,5%). E finalmente, também, o teor de DP3 é baixo, menor que 10%, de preferência menor que 5%. Além do mais, a fração DPn iniciando com DP4 tem uma composição significativamente diferente, de modo que a quantidade de oligossacarídeos de cadeia longa é reduzida. Essa composição alterada torna mais estável o produto final da presente invenção, e é um melhor precursor para a produção de maltitol por meio de hidrogenação. Ou o tempo da etapa de hidrogenação pode ser significativamente reduzido, ou uma quantidade menor de catalisador é necessária sob as mesmas condições de hidrogenação.

[0043] O xarope contendo maltose obtido após a sacarificação é submetido a uma etapa de peneiragem molecular. Essa peneiragem molecular pode ser um estágio de separação em membranas ou um fracionamento cromatográfico. No processo de acordo com a presente invenção é possível usar, no estágio de separação por membranas, um estágio de nanofiltração por membranas. Membranas com diferentes diâmetros de poro estão disponíveis comercialmente e são descritas em numerosos pedidos de patente.

[0044] O fracionamento cromatográfico é realizado de maneira descontínua ou contínua (leito móvel simulado), sobre adsorventes como resinas iônicas ou zeólitos sendo que, de preferência, são apli-

cadas resinas catiônicas. De preferência, as resinas catiônicas são carregadas com íons alcalinos ou alcalinoterrosos, com mais preferência com o auxílio de íons de sódio.

[0045] Mediante a aplicação de condições iguais ou similares no fracionamento cromatográfico, em relação ao design da coluna, o tipo de resina, a temperatura da matéria-prima, a vazão, o teor de matéria seca da matéria-prima e similares, conforme usado para o fracionamento cromatográfico do produto na EP 1 656 388, o rendimento da fração enriquecida em maltose é aumentado em pelo menos 5%, de preferência ao menos 10%. O rendimento é calculado como a quantidade de fração enriquecida em maltose multiplicada pela matéria seca da fração, e dividida pela quantidade de matéria-prima multiplicada pelo teor de matéria seca da matéria-prima, tudo isso multiplicado por 100 de modo a ser expresso em porcentagem.

[0046] Isto significa que, mediante a obtenção de um xarope contendo maltose com teor muito alto de maltose (pelo menos 85%, pelo menos 87%, pelo menos 89%, pelo menos 90%) e baixas quantidades de glicose (menos de 1,5%) e, finalmente, também com o teor de DP3 menor que 10%, de preferência menor que 5%, o rendimento do fracionamento cromatográfico subsequente é aumentado em pelo menos 5%, de preferência pelo menos 10%.

[0047] A presente invenção refere-se, adicionalmente, ao uso de um xarope contendo maltose, que compreende pelo menos 85% de maltose, com base na matéria seca, menos de 1,5% de glicose, com base na matéria seca, e menos de 10% de DP3, com base na matéria seca, de preferência menos de 1% de glicose, com base na matéria seca, para aumentar o rendimento de um fracionamento cromatográfico em pelo menos 5%, de preferência pelo menos 10%.

[0048] A mesma refere-se a um método para aumentar o rendimento de um fracionamento cromatográfico de xaropes contendo mal-

tose, mediante a aplicação de um xarope contendo maltose que compreende pelo menos 85% de maltose, com base na matéria seca, e menos de 1,5% de glicose, com base na matéria seca, e menos de 10% de DP3, com base na matéria seca, de preferência menos de 1% de glicose, com base na matéria seca.

[0049] A fração (A) assim obtida, que compreende pelo menos 95% de maltose, de preferência ao menos 96%, de preferência ao menos 97%, com mais preferência pelo menos 98%, com base na substância seca da fração (A), é hidrogenada na presença de catalisadores de hidrogenação. De preferência, um catalisador à base de níquel de Raney é usado como catalisador de hidrogenação.

[0050] Qualquer condição de hidrogenação pode ser adequada contanto que não esteja ocorrendo decomposição da maltose. Geralmente, a etapa de hidrogenação é conduzida sob pressão de gás hidrogênio de pelo menos 1 MPa (10 bar), de preferência entre 3 e 20 MPa (de 30 a 200 bar) e a uma temperatura de 90 a 150°C, para que a hidrogenação continue até que cesse a absorção do gás hidrogênio.

[0051] O xarope fornecido = fração (A) pode ser usado com um teor de substância seca de pelo menos 50%, o catalisador de níquel ativado é adicionado e a hidrogenação ocorre a uma temperatura de até 135°C, com pressão de hidrogênio de pelo menos 4 MPa (40 bar). Mediante a aplicação da fração (A), que compreende pelo menos 95% de maltose e pode ser obtida pelo processo da presente invenção, a quantidade de catalisador de níquel ativado na etapa de hidrogenação pode ser reduzida em pelo menos 5%, de preferência pelo menos 10%. De modo geral (consulte EP 1 656 388), o catalisador de níquel ativado é adicionado em uma quantidade de 4%, com base na matéria seca do xarope fornecido. Na presente invenção, o catalisador de níquel ativado é adicionado em uma quantidade de 3,6%, com base na matéria seca do xarope fornecido (A). De preferência, a alteração da

composição da fração de DPn (oligossacarídeos) tem um efeito benéfico sobre a hidrogenação.

[0052] A presente invenção refere-se ao uso de um xarope contendo maltose, que compreende pelo menos 85% de maltose, com base na matéria seca, menos de 1,5% de glicose, com base na matéria seca, e menos de 10% de DP3, com base na matéria seca, de preferência menos de 1% de glicose, com base na matéria seca, para diminuir em pelo menos 5%, de preferência ao menos 10%, a quantidade de catalisador, de preferência níquel ativado, na etapa de hidrogenação.

[0053] A mesma refere-se a um método para diminuir a quantidade de catalisador, de preferência catalisador de níquel ativado, na hidrogenação de xaropes contendo maltose, mediante a aplicação de um xarope contendo maltose que compreende pelo menos 85% de maltose, com base na matéria seca, menos de 1,5% de glicose, com base na matéria seca, e menos de 10% de DP3, com base na matéria seca, de preferência menos de 1% de glicose, com base na matéria seca.

[0054] Após a conclusão da absorção do gás hidrogênio, por exemplo após cerca de 3 horas de hidrogenação, o catalisador de hidrogenação (= catalisador de níquel ativado) é removido do produto de maltitol líquido (B) resultante. Esse xarope pode ser adicionalmente descolorido e/ou desionizado por carvão ativado ou resina de troca iônica, e/ou resinas de polimento.

[0055] Após a obtenção do produto de maltitol líquido (B), o teor de matéria seca é aumentado por meios convencionais, e o produto pode ser adicionalmente solidificado ou cristalizado.

[0056] Em um exemplo típico de cristalização, as seguintes etapas são realizadas:

[0057] g) cristalizar o produto (B), por meio de uma ou múltiplas etapas de cristalização, para obter o intermediário de maltitol cristalino

(C) e o coproduto de maltitol líquido (D), sendo que o intermediário (C) tem um teor de substância seca de pelo menos 93% e compreende pelo menos 97% de maltitol, com base na substância seca,

[0058] h) secar o intermediário de maltitol cristalino (C) para obter o produto de maltitol cristalino (E) com pelo menos 98,5% de substância seca, e compreendendo pelo menos 97% de maltitol, com base na substância seca.

[0059] O coproduto de maltitol líquido (D) contém pelo menos 70%, de preferência 72% de maltitol, com base na substância seca. O produto (D) pode ser recristalizado para aumentar sua pureza.

[0060] Depois de ter aumentado o teor de substância seca do produto de maltitol líquido (B) acima de 50%, de preferência acima de 60%, com mais preferência acima de 80%, o xarope é cristalizado para a obtenção de um intermediário cristalino (C) e um coproduto líquido (D).

[0061] O xarope é concentrado até se obter uma concentração maior que 85% de sólidos secos. Uma taxa resfriamento específica é aplicada, e a cristalização é induzida por agitação. Os cristais obtidos são, de preferência, recristalizados para aumentar a pureza dos cristais para acima de 99%, de preferência 99,5%. O intermediário cristalino (C) é adicionalmente convertido no produto final de maltitol cristalino (E), mediante secagem adicional, eventualmente seguida de peneiragem e embalagem.

[0062] A recuperação de produtos enriquecidos com maltitol pode ser aumentada ou pela cristalização do licor-mãe (coproduto (D)) ou pelo fracionamento cromatográfico do licor-mãe (coproduto (D)). De preferência, a qualidade do coproduto líquido (D) é adicionalmente aprimorada por uma etapa cromatográfica através da qual as condições de processo são selecionadas para converter o coproduto líquido (D) em fração (F) enriquecida com maltitol.

[0063] O teor de substância seca da fração (F) pode ser aumentado para a obtenção de um xarope enriquecido com maltitol, que pode ser usado como tal. Além do mais, a dita fração (F) pode ser solidificada e/ou cristalizada.

[0064] A presente invenção refere-se, adicionalmente, à solidificação do maltitol, a qual compreende as seguintes etapas:

[0065] a) carregar pó de maltitol no cesto do leito fluidizado,

[0066] b) obter uma temperatura na entrada de ar maior que 80°C,

[0067] c) adicionar ao cesto de alimentação do leito fluidizado, como fluido, um xarope de maltitol com teor de sólidos de 70%,

[0068] d) aspergir através do bocal o dito fluido de maltitol sobre o pó de maltitol, para obter um produto granulado,

[0069] e) secar o dito produto granulado para obter um produto granulado seco com um teor de umidade abaixo de 1%, de preferência abaixo de 0,5%,

[0070] f) moer o dito produto granulado seco para obter um produto sólido,

[0071] g) opcionalmente, reciclar o dito produto sólido para a etapa a) até obter, na etapa f), um produto sólido com um teor de maltitol de 95% a 98%, de preferência de 95% a 97% e, com mais preferência, de 95,5% a 96,5%.

[0072] De preferência, o fluido é aspergido por meio de um bocal com múltiplos cabeçotes.

[0073] A secagem do produto requer cerca de 15 a 40 minutos, e depende da quantidade de fluido.

[0074] A moagem pode ser realizada em qualquer tipo de moinho.

[0075] A presente invenção pode resultar em um maltitol solidificado, com um teor de umidade abaixo de 0,5% e um teor de maltitol entre 95% e 98%, sendo o restante de 0,5 a 2% peso/peso de sorbitol, de 0,5 a 3% peso/peso de DP3, e de 0,2 a 0,5% peso/peso de DP4.

[0076] A invenção será ilustrada abaixo, sob a forma dos exemplos apresentados a seguir.

Exemplos

Exemplo 1

Liquefação

[0077] A pasta fluida de amido com teor de matéria seca entre 27 e 35% d.s. (matéria seca) foi liquefeito, após o ajuste de pH a 5,8(± 1) e após a dosagem de 0,08 a 0,1% de alfa-amilase (Spezyme (Genencor)) mediante o uso de um cozinheiro a jato a 108°C. Depois de 8 a 15 minutos, a temperatura de formação de pasta foi reduzida para 100°C por flash atmosférico e, então, a pasta fluida foi enviada ao segundo jato, a 152°C. Depois de 5 a 8 minutos de formação de pasta, a pasta fluida foi resfriada até 100°C e uma segunda dosagem (0,025%) da mesma alfa-amilase foi adicionado, sendo essa quantidade ajustada de modo a atingir de 4 a 6 DE (alvo de 4,5).

[0078] Depois de 30 a 50 minutos de reação na coluna agitada a 100°C, o pH do liquefato foi ajustado para 3 a 4 (alvo de 3,5 a 4) a 100°C durante um máximo de 10 minutos, para inibir parte da alfa-amilase. Após esse tratamento, manteve-se de 7 a 10% da alfa-amilase adicionada como segunda dosagem.

Exemplo 2

Sacarificação - Receita 1

[0079] Foi usado o produto do exemplo 1. A sacarificação teve início sob pH 4,8 a 5,0, na presença de alfa-amilase residual e 0,1% de beta-amilase (Optimalt BBA (Genencor)) e 0,4% de pululanase (Promozyme D2 (Novozyme)). Depois de 7 a 8 h de reação, adicionou-se 0,02% de alfa-amilase maltogênica (Maltogenase (Novozyme)).

[0080] Pelo menos 4 horas antes de descarregar o sacarificador, adicionou-se de 0,1 a 0,2% de alfa-amilase (Liquozyme X (Novozyme)). Após um tempo de sacarificação total de 24 a 30 h, foi obtida a seguinte

composição: glicose <1%, maltose (= DP2) de 85 a 87%, DP3 (= oligosacarídeo com grau de polimerização de 3) de 7 a 10%, DP4+ (oligosacarídeos com grau de polimerização de 4 e mais) < 5%.

[0081] A purificação é realizada como a purificação para xaropes de glicose regulares.

Exemplo 3

Sacarificação - Receita 2

[0082] Foi usado o produto do exemplo 1. A sacarificação teve início sob pH 4,8 a 5,0, na presença de alfa-amilase residual e 0,1% de beta-amilase (Optimalt BBA (Genencor)) e 0,4% de pululanase (Promozyme D2 (Novozyme)) e 0,1% de iso-amilase. Depois de 7 a 8 h de reação, adicionou-se 0,1% de alfa-amilase maltogênica (Maltogenase (Novozyme)).

[0083] Pelo menos 4 horas antes de descarregar o sacarificador, adicionou-se de 0,1 a 0,2% de alfa-amilase (Liquozyme X (Novozyme)). Após um tempo de sacarificação total de 24 a 30 h, foi obtida a seguinte composição: glicose <1%, maltose (=DP2) de 87 a 90%, e DP3 de 4 a 6%.

Exemplo 4

Fracionamento cromatográfico

[0084] O produto (oriundo da Receita 1) com a composição (DP1: < 1,0% (=0,9%); DP2: 87% (=86,9%); DP3: 7,5% e DP4+<5 (=4,7%)) foi concentrado até 60% de matéria seca.

[0085] O produto concentrado foi aplicado a 75°C em um equipamento cromatográfico (ISMB) com resina de troca iônica Dianion UBK 550 em forma de sódio, para obtenção de uma fração enriquecida em maltose. O dito produto tinha a seguinte composição (DP1: < 1,0%; DP2: 96-98%; DP3: <2%; DP4<1).

[0086] Análise por HPLC (Bio-Rad Aminex HPX-87, coluna de troca de cátions é a forma de cálcio, temperatura da coluna: 80°C, vazão

do eluente: 0,6 ml/minuto, limite de pressão da coluna: 8,27 MPa (1200 psi), volume de injeção: 20 μ L, limite de controle da pressão de cerca de 1,38 MPa (200 psi) acima da pressão operacional normal da coluna, eluente: água purificada Milli-Q desgasificada, detector: refratômetro diferencial)

Tabela 1

		Matéria-prima	Produto enriquecido com maltose	Coproduto	Água
Composição (%)	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	
Peso total (kg/h)		37,6	47	65	74,4
Vazão (L/h)		29,00	40,17	63,11	74,2
% d.s.		60,0	39	6,5	

[0087] O rendimento do produto enriquecido em maltose é (peso total * % d.s. do produto *100/ peso total * % d.s da matéria-prima) = 81,2%.

Exemplo comparativo 4 - Fracionamento cromatográfico – Consulte EP 1 656 388

[0088] O produto com a composição (DP1: 1,5%; DP2: 80,0%; DP3: 12,5% e DP4+: 6%) foi concentrado até 60% de matéria seca, o que é obtido na EP 1 656 388.

[0089] O produto concentrado foi aplicado a 75°C em um equipamento cromatográfico (ISMB) com resina de troca iônica Dianion UBK 550 em forma de sódio, para obtenção de uma fração enriquecida em maltose. O dito produto tinha a seguinte composição (DP1: 1,1%; DP2: 96%; DP3: 1,7%; DP4+: 1,2%).

[0090] Detalhes adicionais são exibidos na Tabela 2

Tabela 2

Os resultados são expressos por hora e por m³ de resina

		Matéria-prima	Produto enriquecido com maltose	Coproduto	Água
Composição (%)	DP1	1,5	1,1	2,4	
	DP2	80,0	96,0	41,1	
	DP3	12,5	1,7	38,7	
	DP4+	6,0	1,2	17,8	
Peso total (kg/h)		37,6	41,48	71,65	75,36
Vazão (L/h)		29,00	35,30	69,1	75,36
% d.s.		60,0	38,5	9,2	

[0091] O rendimento do produto enriquecido em maltose é (peso total * % d.s. do produto *100/ peso total * % d.s da matéria-prima) = 70,8%.

Exemplo 5

Hidrogenação

[0092] 21,6 Kg (52% de substância seca) da fração enriquecida em maltose, que tem uma composição (DP1: < 1,0%; DP2: 96-98%; DP3: <2%; DP4<1), foram carregados em um reator de hidrogenação em aço inoxidável. O catalisador de níquel ativado foi adicionado em uma quantidade de 3,6% com base na matéria seca da fração enriquecida em maltose, e a suspensão foi vigorosamente agitada e aquecida até 135°C, sob pressão de hidrogênio de 4,3 MPa (43 bar). Após 180 minutos de hidrogenação, a suspensão foi resfriada até 90°C e o catalisador foi removido por decantação e filtração. A solução aquosa à temperatura de 40°C foi submetida a troca iônica e polida em resinas catiônicas e aniónicas, e em carvão granular.

[0093] O produto obtido tinha a seguinte composição (análise por HPLC: Bio-Rad Aminex HPX-87, coluna de troca de cátions é a forma de cálcio, temperatura da coluna: 80°C, vazão do eluente: 0,6 ml/minuto, limite de pressão da coluna: 8,27 MPa (1200 psi), volume de injeção: 20 µL, limite de controle da pressão de cerca de 1,38 MPa (200 psi) acima da pressão operacional normal da coluna, eluente: água purificada Milli-Q desgaseificada, detector: refractômetro diferencial)

DP1 hidrogenado:	1,1%
DP2 hidrogenado:	95,8%
DP3 hidrogenado:	1,5%
DP4+ hidrogenado:	1,2%
Outros:	0,4%

Exemplo comparativo 5 – Hidrogenação – Consulte EP 1 656 388

[0094] 21,6 Kg (52% substância seca) da fração enriquecida em maltose, que tem uma composição (DP1: 1,1%; DP: 96%; DP3: 1,7%; DP4+: 1,2%), foram carregados em um reator de hidrogenação em aço inoxidável. O catalisador de níquel ativado foi adicionado em uma quantidade de 4% com base na matéria seca da fração enriquecida em maltose, e a suspensão foi vigorosamente agitada e aquecida até 135°C, sob pressão de hidrogênio de 4,3 MPa (43 bar). Após 180 minutos de hidrogenação, a suspensão foi resfriada até 90°C e o catalisador foi removido por decantação e filtração. A solução aquosa à temperatura de 40°C foi submetida a troca iônica e polida em resinas catiônicas e aniônicas, e em carvão granular. O produto obtido tinha a seguinte composição (análise por HPLC: Bio-Rad Aminex HPX-87, coluna de troca de cátions é a forma de cálcio, temperatura da coluna: 80°C, vazão do eluente: 0,6 ml/minuto, limite de pressão da coluna: 8,27 MPa (1200 psi), volume de injeção: 20 µL, limite de controle da pressão de cerca de 1,38 MPa (200 psi) acima da pressão operacional normal da coluna, eluente: água purificada Milli-Q desgasificada, detector: refractômetro diferencial)

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

Exemplo 6 - Cristalização

[0095] 16 Kg do produto de maltitol (composição: DP1: 1,1%, DP2: 95,8%, DP3: 1,5%, DP4+: 1,2%, outros: 0,4%) foi evaporada a 80°C até uma concentração de mais que 85% de sólidos secos. Os cristalizadores foram preenchidos a 80°C e resfriados até 35°C, a uma taxa de 0,83°C por hora. Os cristalizadores estavam sob máxima agitação.

[0096] Após atingir o ponto de ajuste da temperatura (35°C), adiciona-se ao magma 5%, em peso, de água fria (aproximadamente 20°C), de modo a reduzir a viscosidade para bombeamento e lavagem em centrífuga.

[0097] Os cristais centrifugados foram lavados com água a 15%, em peso.

[0098] Os cristais lavados, com uma pureza de aproximadamente 98%, em peso, foram fundidos em água quente (80°C) a uma concentração de mais de 85% de sólidos secos.

[0099] Esse líquido de maltitol concentrado foi alimentado aos cristalizadores secundários. Os cristalizadores foram preenchidos a 80°C e resfriados até 40°C, a uma taxa de 1°C por hora.

[00100] Os agregados de cristal foram lavados a 20°C com água a 25%, em peso.

[00101] Os cristais lavados (5,33 Kg) tinham uma pureza maior que 99,5% em base seca, e uma umidade de cerca de 3%. (Rendimento da recuperação: 65%)

[00102] Os cristais foram secos, peneirados e embalados.

[00103] Os 9,76 Kg de licor-mãe obtidos da primeira cristalização tinham uma pureza de 91% de maltitol. O licor-mãe foi concentrado até 85% de sólidos secos. Os cristalizadores foram preenchidos a 80°C e resfriados até 35°C, a uma taxa de 0,6°C por hora. Os cristalizadores estavam sob máxima agitação. Após atingir o ponto de ajuste da temperatura (35°C), adiciona-se ao magma 5%, em peso, de água fria (aproximadamente 20°C), de modo a reduzir a viscosidade para bom-

beamento e lavagem em centrífuga. Os agregados de cristal foram lavados a 20°C com água a 15%, em peso.

[00104] Os cristais lavados, com uma pureza de aproximadamente 97%, em peso, de maltitol, são fundidos em água quente (80°C) a uma concentração de mais que 85% de sólidos secos, e adicionados ao fluxo de alimentação do cristalizador secundário.

Exemplo 7 - Solidificação

[00105] 3 kg de maltitol cristalino (produto da Cargill) foram carregados no cesto extraível do leito fluidizado (capacidade de 5 kg).

[00106] A temperatura do ar de entrada foi ajustada para 88°C.

[00107] Introduziu-se 0,9 kg d.s. de maltitol líquido (composição: DP1: 1,1%, DP2: 95,8%, DP3: 1,5%, DP4+: 1,2%, outros: 0,4% a 70% d.s.) no cesto de alimentação. O xarope líquido foi aspergido sobre o pó por meio de um bocal hidropneumático com múltiplos cabeçotes.

[00108] O produto granulado foi seco durante 30 minutos para alcançar um teor de umidade de < 0,5%.

[00109] produto foi triturado em um moinho Retsch SK 100.

[00110] 3 kg do dito produto foram, então, reciclados no leito fluidizado, sob a forma de pó, para serem adicionalmente granulados com maltitol líquido.

[00111] Repetiu-se a granulação/secagem/moagem até que o teor de maltitol no pó granulado chegasse a 96,3%.

REIVINDICAÇÕES

1. Processo, para preparação de um maltitol solidificado ou cristalino, sendo que o dito processo caracterizado pelo fato de compreender as sucessivas etapas de:

- a) realizar a liquefação de um leite de amido,
- b) realizar a sacarificação do leite de amido liquefeito na presença de alfa-amilase, beta-amilase e de uma enzima desramificadora selecionada do grupo da pululanase, iso-amilase e misturas das mesmas,
- c) adicionalmente, acrescentar iso-amilase e/ou alfa-amilase maltogênica, e adicionalmente adicionar alfa-amilase adicional quando transcorridos de 70 a 85% do tempo de sacarificação total, para obter um xarope contendo maltose, que compreende pelo menos 85% de maltose, com base na matéria seca, e menos de 1,5% de glicose, com base na matéria seca, opcionalmente seguida pela desmineralização do xarope contendo maltose,
- d) passar o xarope contendo maltose por uma peneira molecular, para obter uma fração (A) que compreende pelo menos 95% de maltose, com base na substância seca da fração (A),
- e) hidrogenar cataliticamente a fração (A), para obter um produto enriquecido com maltitol líquido (B),
- f) aumentar o teor de substância seca do produto enriquecido com maltitol líquido (B),
- g) solidificar ou cristalizar o produto enriquecido líquido para preparar um maltitol solidificado ou cristalino, em que, na etapa b), a sacarificação ocorre na presença de 1% a 4% de atividade residual da quantidade total de alfa-amilase aplicada na liquefação.

2. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que a etapa f) do dito processo é seguida

pelas sucessivas etapas adicionais:

i. cristalizar o produto (B), por meio de uma ou múltiplas etapas de cristalização, para obter o intermediário de maltitol cristalino (C) e o coproduto de maltitol líquido (D), sendo que o intermediário (C) tem um teor de substância seca de pelo menos 93% e compreende pelo menos 97% de maltitol, com base na matéria seca, e menos que 1% de sorbitol, com base na matéria seca, e

ii. secar o intermediário de maltitol cristalino (C) para obter o produto de maltitol cristalino (E) com pelo menos 98,5% de substância seca, e compreendendo pelo menos 97% de maltitol, com base na matéria seca.

3. Processo, de acordo com a reivindicação 1 ou 2, caracterizado pelo fato de que a peneiragem molecular da etapa d) consiste em um fracionamento cromatográfico.

4. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 3, caracterizado pelo fato de que, na etapa b), a razão entre beta-amilase e enzima desramificadora é de 1:1 a 1:4.

5. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 4, caracterizado pelo fato de que, na etapa b), a enzima desramificadora é pululanase.

6. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 5, caracterizado pelo fato de que, na etapa a), a liquefação ocorre até uma D.E. de não mais que 6.

7. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 6, caracterizado pelo fato de que, na etapa c), a adição de iso-amilase e/ou alfa-amilase maltogênica ocorre quando transcorridos de 20 a 50% do tempo de sacarificação total.