

(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 특허공보(B1)

(51) Int. Cl.⁵

C07H 3/06

C07H 1/00

(21) 출원번호

특1985-0005727

(22) 출원일자

1985년08월08일

(45) 공고일자 1992년06월05일

(11) 공고번호 92-0004485

(30) 우선권주장

169599 1984년08월14일 일본(JP)

(71) 출원인

가부시기 가이샤 하야시바라 세이부쓰 가가꾸 켄赳우조 하야시바라
겐

일본국 오까야마겐 오까야마시 시모이시이 1쵸오메 2방 3고

(72) 발명자

사까이 슈우조오

일본국 오까야마겐 아까이와궁 세도죠오 에지티아사이가오까 1쵸오메 3

반지도 41

시부야 다까시

일본국 오까야마겐 소오쟈시 시모하라 318반지

미야께 도시오

일본국 오까야마겐 오까야마시 1쵸오메 7방 10-403고

(74) 대리인

최재철, 김승호

심사관 : 송재록 (책자공보 제2800호)

(54) 결정성 말토펜타오스(Maltopentaose)의 제조방법

요약

내용 없음.

대표도

도1

명세서

[발명의 명칭]

결정성 말토펜타오스(Maltopentaose)의 제조방법

[도면의 간단한 설명]

제 1 도는 결정성 말토펜타오스의 적외선 스펙트럼.

제 2 도는 결정성 말토펜타오스의 현미경 사진.

제 3 도는 결정성 말토펜타오스의 X-선 회절도.

제 4 도는 대조용으로 사용된 무정형 분말상의 말토펜타오스의 X-선 회절도.

제 5 도는 고순도 말토펜타오스 제조에 수득된 공급 용액의 용리형태를 도시한 것이다.

[발명의 상세한 설명]

본 발명은 결정성 말토펜타오스와 그 제조방법에 관한 것이다. 일본국 특허공개 공고 제 56,998/75 호와 Journal of the Japanese Society of Starch Science, Vol. 29, No. 2, 153 내지 160페이지 (1982)에 기술된 바와같이 말토펜타오스는 최근에 혈청 아밀라제를 결정하기 위한 기질(基質)로서 사용되고 있다. 그러나 순도가 약 94% 미만인 시판중의 말토펜타오스는 비결정성, 무정형, 분말상의 고흡습성이기 때문에 가능한 한 세심한 주의를 갖고 취급해야만 한다. 지금까지 알려진 결정성 말토 올리고 사카라이드는 단지 G₁ 과 G₂ 뿐이라는 Journal of the Japanese Society of Starch Science, Vol. 28, No. 3, 215 내지 218페이지(1981)의 기재내용이 입증하고 있는 바와 같이 결정성 말토펜타오스는 지금까지 알려진바 없었다.

본 명세서 기재내용중 퍼센트는 별도의 명시가 없는 한 건조고형물 중량을 기준으로 한 종량퍼센트이다. 사카라이드 L은 글루코스 종합도 6 또는 그 이상인 사카라이드 또는 사카라이드 혼합물을 의미한다.

사카라이드 S는 글루코스 종합도 4 또는 그 미만인 사카라이드 또는 사카라이드 혼합물을 의미한다.

교차결합도(degree of cross-linking)는 스티렌-디비닐벤젠 공중합체 수지를 제조하는데 사용되는 단량체 총량에 대한 디비닐벤젠의 비율로서 정의되며 퍼센트로서 표시된다.

이와같은 수지로서 수득된 용리 형태에서 "분획물 A"는 사카라이드 L가 풍부한 분획물을 의미하며 : "분획물 B"는 사카라이드 L가 풍부하나 말토펜타오스가 다량으로 혼입된 분획물을 : "분획물 C"는 말토펜타오스가 풍부한 분획물 : "분획물 D"는 말토펜타오스가 풍부하나 사카라이드 S가 다량으로 혼입된 분획물을 : 그리고 "분획물 E"는 사카라이드 S가 풍부한 분획물을 각각 의미한다.

본 발명자 등은 종래의 말토펜타오스의 전술한 바와같은 단점을 제거한 결정성 말토펜타오스를 제조하기 위한 각종 방법에 대해 연구를 행하였다. 그 결과로서, 본 발명자 등은 비흡습 결정성 말토펜타오스를 발견하였고 또한 이 결정성 말토펜타오스를 제조하기 위한 방법을 개발하였으며, 바로 이로부터 본 발명이 완성되었다.

특히 본 발명자 등을 결정성 말토펜타오스 씨결정(see crystal)을 다음과 같이 제조하였다. 즉 염형태의 강산성 양이온 교환수지 칼럼에 말토펜타오스와 사카라이드 L 및 S를 포함하는 사카라이드 혼합용액과 물을 미리 정한 용량만큼 연속적으로 가해주어서 분별을 행하였다. 수득된 용출액을 연속해서 분획물 A, B, C, D 및 E로 분리한후 말토펜타오스 순도가 96.7%인 분획물 C를 회수한 다음 분획물 C를 활성탄으로 탈색하고 H형 및 OH형 이온교환수지로 탈이온 시킨후 75%로 농축하여 유리비이커에 담았다. 약 25°C에서 4개월간 방치한 결과 유리비이커 내벽에는 결정이 생성되었다.

이들 결정을 씨결정으로 사용한다. 분획물의 C의 80% 농축액에 씨결정을 첨가한 다음 완만한 교반 조건하에서 결정화시킨다. 수득한 결정 혼탁액으로 부터 순도 99.6%를 갖는 결정성 말토펜타오스를 분리한다. 결정성 말토펜타오스의 물리화학적 특성은 다음과 같다.

(1) 비선광도

$[\alpha]_D^{25}$

는 $+181.8^\circ$ ($C=1.0$, H_2O 중에서)이다.

(2) 자외선 - 흡수 스펙트럼

결정성 말토펜타오스 수용액은 특징적인 자외선-흡수를 나타내지 않았다.

(3) 적외선 스펙트럼

5mg의 분말상 결정성 말토펜타오스와 220mg의 탈수 KBr을 교반 혼합시켜 약 0.6mm 두께의 투명한 정제를 수득한 다음 이를 가지고 적외선 분광분석을 하였다. 그 결과는 표 1에 나와있다.

(4) 융점

열분석을 행하는 경우 91 내지 93°C

(5) 분해열

열분석으로 약 18cal/g이 흡열적으로 흡수된다.

(6) 용해도

100g의 물은 25°C에서 96.3g의 무수결정성 말토펜타오스를 용해시킨다.

(7) 외관 및 특성

무색, 투명한 결정, 미세결정은 백색, 무취, 및 약간의 단맛을 내는 분말상 고형물, 비흡습성 및 비조해성, 제 2 도는 70% 말토펜타오스 수용액 중의 결정을 현미경으로 본 사진이다. 그 수용액은 중성 또는 약한 산성이다.

(8) 용매중에서의 용해도

물, 0.1N NaOH 및 0.1N HCl중에서 쉽게 용해함. 메탄올 및 에탄올 중에서 거의 용해되지 않음. 클로로포름과 에틸아세테이트 중에서 용해되지 않음.

(9) 착색반응

안트론-황산반응에 의해 녹색으로 변함, 훼링반응은 양성, 요오드 반응은 음성.

(10) 사카라이드 성분

(a) 종이- 및 가스-크로마토그래피 분석으로 1N 황산에 의한 가수분해로 수득된 가수분해물은 D-글루코스를 포함하고 있음을 확인함.

(b) 메틸화반응을 완전히 시킨후 가스크로마토그래피 분석을 한 결과 1, 2, 3, 6-테트라-0-메틸-D-글루코스, 2, 3, 6-트리-0-메틸-D-글루코스 및 2, 3, 4, 6-테트라-0-메틸-D-글루코스가 1 : 3 : 1 임을 확인함.

$[\alpha]_D^{25}$

(c) : $+181.8^\circ$ 등의 높은 비선광도와 840cm^{-1} 부근에서의 적외선 흡수 피크는 사카라이드 성분이 α -형으로 결합하고 있음을 분명히 하고 있음.

(d) 종이- 및 고압액체-크로마토그래피 분석으로, 정상규격 시료로서 사용된 시판중인 무정형 말토펜타오스로서 관찰된 것과 동일한 유지시간에서 결정이 검출됨.

(11) X-선 회절

[F.H.Stodola et al., Journal of the American Chemical Society, Vol. 78, pp. 2514~2518(1956)]에 따라 CuK α 선을 사용하여 X-선 회절분석기(일본국의 Rigaku Corporation제의 "GEIGER FREX RAD-II B"로 측정한 결정성 말토펜타오스의 X-선 회절 또는 제 3 도에 나와있다. 대조용으로 결정성 말토펜타오스를 뜨거운 물에 완전 용해하고 그 수득용액을 가열 건조시켜 수득된 무정형 분말상 말토펜타오스의 X-선 회절도는 제 4 도에 나와있다.

제 3 도로부터 명백히 알 수 있는 것처럼 CuK α 선을 사용한 결정성 말토펜타오스의 X-선 회절분석에 있어서 주회절각(2θ)은 9.7° , 15.8° , 16.2° , 17.2° 및 23.7° 이다. 이들 증거로부터 이들 결정들은 비흡 특성을 갖는 지금까지 전혀 알려진바 없는 결정성 말토펜타오스임을 알수 있었다. 결정성 말토펜타오스와 이를 포함하는 분말상 고형물의 제조에 대해 지금부터 기술하기로 한다. 고순도 말토펜타오스 용액은 이 용액이 과포화 용액이고 또 말토펜타오스가 용액중에서 결정화될 수 있기만 하면 그 제조방법에 상관없이 사용될 수 있다. 고순도 말토펜타오스는 다음과 같이 제조될 수 있다. 즉 예를 들어, 녹말 혼탁액을 가열하면서 액화시켜 얻은 녹말용액을 α -아밀라제(EC 3.2.1.1)로서 가수분해시켜 수득되는 말토펜타오스 함유 사카라이드 혼합용액을 염형태의 강산성 양이온 교환수지 칼람에 가해주고 이 칼람을 물로서 제 5 도에 도시한 바와 같은 용리형태에 따라 용리시켜 분획률 A,B,C,D 및 C를 얻는다. 말토펜타오스의 순도가 약 85% 또는 그 이상인 분획률 C는 결정성 말토펜타오스를 제조하는데 바람직하게는 사용될수 있다. 분획률 B와 C는 말토펜타오스 함유 사카라이드 혼합용액과 함께 칼람에 가해줄수 있다. 특히 말토펜타오스 함유 사카라이드 혼합용액인 분획률 B와 분획률 D를 계속해서 가해주는 방법이 보다 높은 농도의 말토펜타오스를 보다 높은 수율로 회수할 수 있기 때문에 보다 바람직하다.

염형태의 강산성 양이온 교환수지는 교차결합도 6% 또는 그 미만이고 또 Na $^+$, K $^+$, Ca $^{2+}$ 또는 Mg $^{2+}$ 와 같은 알칼리금속- 또는 알칼리토금속 형태의 살포기를 함유하는 한가지 이상의 스티렌-디비닐벤젠 공중합체 수지가 바람직하다. 시판중의 수지들의 예로는 "Dowex 50WX1", "Dowex 50WX2" 및 "Dowex 50WX4"(미국 Dow chemicals사 제품), "Amberlite CG-120"(미국 Rohm & Haas사 제품), "XT-1022E" 및 "XT-1007"(일본 Tokyo chemical Industries 사제품) 및 "Diaion SK 1B", "Diaion SK 104", 및 "Diaion SK 106"(일본 Mitsubishi chemical Industries사 제품)등이 있다. 분별분류는 고정상-, 유동상- 또는 모의(模擬) 유동상-방법에 따라 진행시킬 수 있다.

말토펜타오스를 결정화시키기 위해서, 이같이 수득된 고순도 말토펜타오스를 약 65 내지 95% 수성시럽으로 제조한 다음 이 시럽이 얼지 않으며 또 제조공정중 얼 손실이 비교적 작게 되는 0 내지 95°C 온도범위로 조절한다. 포화도와 시럽의 정도는 예를들어 메탄올, 에탄올, 아세톤 등의 존재하에 조절할 수도 있다. 일반적으로, 40 내지 95°C등의 비교적 고온으로 예열시킨 포화말토펜타오스 용액을 결정 형성기에 공급하고 또 바람직하게는 0.1 내지 20% 양으로 씨결정을 첨가한 후 교반해서 말토펜타오스의 결정화를 촉진시키면서 서서히 냉각시킨다.

수득된 결정현탁액을 분말상 고형물로 제조하기 위해 사용되는 방법의 예로는 종래의 결정분리방법, 블록분말화방법, 유동상 과립화방법과 분무건조방법을 들수가 있다.

예를들어, 결정분리방법은 통상적으로 수득한 결정현탁액을巴斯켓형 원심분리기에 공급하여 이 결정현탁액을 결정성 말토펜타오스와 모액으로 분리하며 또 필요한 경우 이 결정성 말토펜타오스에 소량의 물 또는 냉각된 알콜용액을 분무시켜 이를 세척함으로써 결정성 말토펜타오스를 보다 고순도로 수득하게 된다.

이밖의 다른 3가지 방법에서는 모액을 결정화된 말토펜타오스로 부터 분리하지 않기 때문에 이들 방법으로는 높은 순도의 말토펜타오스 생성물을 제조할 수 없으나, 그 수율이 보다 크다. 이들 방법중 어느 방법으로 제조함에 상관없이 수득된 분말상 생성물은 결정성 말토펜타오스를 함유하며 또 불가피하게 말토헥사오스, 말토테트라오스 및 말토프리오스와 같은 사카라이드 소량을 추가로 함유하게 된다. 분무건조방법에서는 결정화가 약 25 내지 60%까지 진행된 약 70% 내지 85% 농도를 갖는 결정 현탁액을 고압펌프로 사용하여 노즐을 통해 분무건조시켜 수득된 분말상 생성물을 결정성 말토펜타오스가 용융되지 않는 예컨대 60 내지 100°C의 뜨거운 공기흐름 중에서 탈수시킨다음 분말상 생성물을 30 내지 60°C에서 약 1 내지 20시간 동안 숙성시켜서 완전 비흡습성의 분말상 생성물을 수득한다.

블록 분말화방법에서는 일반적으로 결정화가 약 10 내지 60%까지 진행된 약 5 내지 15% 수분함량을 갖는 결정성 현탁액을 0.5 내지 5일동안 방치해서 블록상으로 고형화시킨다. 이 결정성 블록을 파쇄 및/또는 절단하고 또 수득생성물을 탈수시켜서 완전 비흡습성 분말상 생성물을 수득한다.

결정성 말토펜타오스와 이를 포함하는 분말상 고형물은 양쪽 모두 완전 비흡습성 및 자유유동성을 갖고 있을 뿐 아니라 케이크화 또는 응고될 위험성 없이 용이하게 취급할 수가 있다. 따라서, 아밀라제 경정용 화공시약 및 기질로 사용되는 외에도 이들 생성물은 식료품, 약제, 화장품 및 화공약품을 제조하는데도 바람직하게 사용될 수 있다. 이들 생성물은 녹말 냄새가 없고 또 적합한 점도와 약간의 단맛을 나타내기 때문에 충전제, 부형제 및/또는 결합제와 혼합해서 입상, 입방체, 블록 또는 정제 형태로 경구투여용 음식물 및 약제를 제조할 수 있음은 물론 단백질이 함유되지 않은 고열량 다이어트와 같은 다이어트 식품을 제조하는데 바람직하게 사용될 수 있다. 이밖에, 점성 및 광택부여 특성은 물론 약간의 단맛의 신맛, 짠맛, 수렴성 물질 및 맛있는 물질과도 잘 조화를 이루며 또 이들 생성물 자체는 높은 내산성 및 내열성이 있기 때문에 이들 생성물을 조미료, 일반과자류, 냉동 디지어트, 농산가공품, 육류가공품, 해산물 가공품, 우유제품, 양조, 청량음료, 인스턴트식품 등과 같은 조미료 및/또는 개량식품용으로 바람직하게 사용될 수 있다.

고순도 말토펜타오스 물질의 제조에 대해 이후 다음 실험에 따라 설명한다.

[실험 1]

[고순도 말토펜타오스 제조용 공급용액]

6% 녹말 혼탁액을 가열해서 결화시키고, pH 4.5, 50°C로 조절한 후 시판품인 이소아밀라제(2,500단위/g 녹말)(일본국 Hayashibara Biochemical Laboratories사 제품)를 첨가한후 20시간 동안 이소아밀라제를 작용시켰다. 반응혼합물을 pH 6.0으로 조절해서 120°C의 오토클래브에 10분간 가열하고, 45°C로 냉각한후 시판품인 α -아밀라제인 "Termamyl 60 L"(150단위/g 녹말)(덴마크의 Novo Industri A/S사제)를 첨가하고나서 24시간 동안 α -아밀라제를 작용시켰다. 반응혼합물을 오토클래브 내에서 120°C에서 20분간 가열한 후 냉각한 다음 활성탄으로 탈색시켜서 통상의 방법으로 정제하고 H형 및 OH형 이온교환수지로서 탈이온시켜서 55%사카라이드 혼합물 용액을 수율 약 91%로 수득하였다.

사카라이드 혼합물 용액은 사카라이드 S 47.5%, 40.3%, 말토펜타오스 40.3% 및 사카라이드 L 12.2%로 구성되었다.

[실험 2]

[공급용액의 분별분류에 미치는 강산성 양이온 교환수지의 영향]

교차결합도가 미치는 영향을 실험 1에서 수득된 사카라이드 혼합물 용액으로 조사하였다. 표 1에 수득한 것처럼 몇가지 시판중인 Na^+ 형태의 강산성 양이온 교환수지를 사용하기 전에 체질(Sieving)서 0.1 내지 0.3mm 범위의 평균입도를 갖는 수지를 수득하였다. 각개 수지를 2.2cm 재키트된 스테인레스스틸칼럼 내에 상(床) 깊이 10m가 되도록 충전시키고 칼럼내부온도를 70°C로 유지하면서 칼럼에 1차로 40% 공급용액을 상부피에 대해 10v/v% 양가한 다음 70°C의 물을 공간속도 0.4로 가해주고 이어서 수득한 용출액을 계속해서 분리하였다. 사카라이드의 용리가 종결되기 바로 직전에 수득된 각 분획물을 칼럼으로 계속해서 재순환시킨 다음 뜨거운 물의 잔여량을 가해주었다. 이들 조작을 5회 반복해서 용출액을 계속해서 분리해서 분획률 A,B,C,D 및 E를 각각 얻은 다음 말토펜타오스 순도가 90% 이상인 분획률 C을 회수하였다. 말토펜타오스의 회수율은 사용한 공급용액중의 말토펜타오스 함량에 대한 분획률 C중의 말토펜타오스 함량의 백분율로 결정된다.

[표 I]

시험한 수지의 교차결합도

교차결합도	수지의 상표명	수지 제조회사
1%	Dowex 50WX1	다우 케미칼 캄파니
2%	Diaion SK102	미쓰비시 케미칼 인더스트리 리미티드
4%	Dowex 50WX4	다우 케미칼 캄파니
6%	Diaion SK106	미쓰비시 케미칼 인더스트리 리미티드
8%	Dowex 50WX8	다우 케미칼 캄파니
10%	Diaion SK110	미쓰비시 케미칼 인더스트리 리미티드
12%	Diaion SK112	미쓰비시 케미칼 인더스트리 리미티드

수득과는 표 II에 수득하였다.

이들 증거로부터 바람직한 교차결합도는 6% 또는 그 이하라는 것을 알 수 있다.

[표 II]

교차결합도와 말토펜타오스의 회수율

교차결합도(%)	말토펜타오스의 회수율(%)
1	82
2	93
4	94
6	81
8	15
10	5미만
12	5미만

본 발명은 다음 실시예로 부터 보다 상세히 이해될 수 있다.

[실시예 1]

[결정성 말토펜타오스]

실험 1에서 제조한 말토펜타오스 순도가 40.3%인 사카라이드 혼합물 용액을 공급용액으로 사용하였다.

시판품인 교차결합도 6%의 알카리금속 형태의 강산성 양이온 교환수지인 "XT-1007(Na⁺)" (일본 Tokyo chemical Industries사제)를 택하여 그 수성현탁액을 4개의 5.4cm 자케트된 스테인레스스틸칼람에 4개에다 충전하여 각의 상깊이가 5m되게 하였다. 이 4개의 칼럼을 직렬연결시켜서 전체의 상깊이가 20m되게 하였다. 칼럼 내부온도를 55°C로 유지하면서 공급용액을 칼럼에 상부피에 대해 5v/v% 양으로 가해주고 또 55°C의 물을 공간속도 0.16으로 통해주어 분별 분류하였다. 그후에 수득한 분획물을 계속해서 전술한 것과 유사하게 추가로 2회에 걸쳐 칼럼에 재순환시킨 다음 말토펜타오스 함량이 96.7%인 분획물 C를 회수하였다. 분획물 C를 활성탄으로 탈색 정제한 후 H형 애형 이온교환수지로서 탈이온하고 나서 75%로 농축하여 유리비이커로 옮겼다. 25°C에서 4개월간 방치해서 말토펜타오스를 유리비이커 내벽에서 결정화시켰다.

이 결정을 분획물 C를 80%로 농축시켜 수득한 약 50°C 수용액에 이 결정을 4%의 양으로하여 씨결정으로 첨가한후 가볍게 교반하면서 결정화시켰다. 결정된 말토펜타오스를 수득한 결정현탁액으로부터 분리한 다음 소량의 냉각된 수성알콜 용액으로 세척해서 순도가 99.6%인 결정성 말토펜타오스를 수득하였다. 이 결정성 말토펜타오스는 대기조건 하에서도 흡습성을 전혀 나타내지 않았다.

제 3 도에 도시한 바와 같이, CuK α 선을 사용한 결정성 말토펜타오스의 X-선 회절분석에서, X-선 회절도는 주 회절각(2θ) 9.7°, 15.8°, 16.2°, 17.2° 및 23.7°를 나타내었다. 결정성 말토펜타오스는 씨결정으로 사용되는 이외에 혈청 아밀라제 검정용 기질로 물론 식품, 약제, 화장품, 화학약품 등으로 바람직하게 사용될 수 있다.

[실시예 2]

[결정성 말토펜타오스를 함유하는 분말상 고형물]

실험 10에서 수득한 말토펜타오스의 순도가 40.3%인 사카라이드 혼합물 용액을 공급용액으로 사용하였다. 교차결합도 4%의 알카리토금속 형태의 강산성 양이온 교환수지인 "Dowex 50WX4(Na²⁺)" (미국 Dow chemicals 사제)를 택하여 실시예 1에서 사용한 것과 동일한 크기와 재질의 새로운 스테인레스스틸칼람에 전체 상의 깊이가 30m가 되도록 충전한다.

칼럼의 내부온도를 75°C로 유지하면서 공급용액을 칼럼에 상부피에 대해 6.6v/v%양으로 가해준 다음 75°C 물을 공간속도 0.13으로 통해주어 분별 분류하였다. 수득한 분획물을 전술한 바와 유사하게 칼럼으로 연속해서 재순환시키고 나서 말토펜타오스의 순도가 89.4%인 분획물 C를 회수하였다. 이 분획물을 실시예 1에서와 유사하게 정제하고 농축시켜서 약 90% 용액(70°C)을 수득하였다. 이 용액을 결정기에 장입시키고 실시예 1의 방법으로 수득한 2%의 결정성 말토펜타오스 씨결정을 첨가하여 완만한 교반 조건하에서 일정시간 동안 결정화시키고 트레이어 옮겨 약 20°C에서 4일간 방치시켜서 고형화시켰다. 수득한 고형물을 절단기가 부착된 분말화기로서 분말로 만들고 또 탈수시켜서 결정성 말토펜타오스를 포함하는 분말상 고형물을 수득하였다. 수득된 분말상 생성물은 완전히 비흡습성이 고 또 취급하기 용이한 형태를 갖는다.

이 생성물을 CuK α 선으로 X-선 회절분석을 행한 결과 실시예 1에서와 결정성 말토펜타오스의 주회절각과 유사하게 이 X-선 회절도 또한 9.7°, 15.8°, 16.2°, 17.2° 및 23.7°에서 주회절각을 나타내었다.

이 생성물은 식품, 약제, 화장품 및 화학약품으로 바람직하게 사용될 수 있다.

앞에서 본 발명의 실제적인 바람직한 실시태양을 제시 설명하였으나, 본 발명은 결코 이에 한정되는 것이 아니며, 다음의 특허청구의 범위 내에서의 다른 각종 실시태양으로 실시 가능하다는 점을 주지 해야만 할 것이다.

(57) 청구의 범위

청구항 1

(가) 글루코스 중합도 6 또는 그 이상인 사카라이드(사카라이드L)와 글루코스 중합도 4 또는 그 이하의 사카라이드(사카라이드 S)와 더불어 말토펜타오스를 함유하는 사카라이드 혼합용액을 제조하고 ; (나) 이어 미리 정해진 양의 이 사카라이드 혼합용액과 물을 염형태의 강산성 양이온 교환수지로 된 칼럼에 순차적으로 가해주며 ; (다) 이어 이 칼럼으로부터의 용출액을 사카라이드 L이 주성분인 제 1 분획, 사카라이드 L이 주성분이지만 다량의 말토펜타오스가 혼입된 제 2 분획, 말토펜타오스가 주성분인 제 3 분획, 말토펜타오스가 주성분이지만 다량의 사카라이드 S가 혼입된 제 4 분획 및 사카라이드 S가 주성분인 제 5 분획의 순서로 분리한후 ; (라) 말토펜타오스가 주성분인 제 3 분획을 회수하며 ; (마) 이 말토펜타오스를 결정화시키고 ; (바) 또 수득된 결정성 말토펜타오스를 회수하는 단계로 구성된 결정성 말토펜타오스의 제조방법.

청구항 2

제 1 항에 있어서, 결정성 말토펜타오스가 CuK α 선을 사용한 x-선 회절분석에서 9.7°, 15.8°, 16.2°, 17.2° 및 23.7°에서 주회절각(2θ)을 갖는 결정성 말토펜타오스의 제조방법.

청구항 3

제 1 항에 있어서, 강산성 양이온 교환수지의 교차결합도가 6% 또는 그 미만인 결정성 말토펜타오스의 제조방법.

청구항 4

제 1 항에 있어서, (가) 사카라이드 L 및 사카라이드 S와 함께 말토펜타오스를 함유하는 사카라이드

혼합용액을 제조하고 ; (나) 이어 미리 정해진 양의 이 사카라이드 혼합용액과 물을 염형태의 강성 양이온 교환수지로된 칼럼에 순차적으로 가해주며 ; (다) 이어 이 칼럼으로 부터의 용출액을 사카라이드 L이 주성분인 제 1 분획, 사카라이드 L이 주성분이지만 다량의 말토펜타오스가 훈입된 제 2 분획, 말토펜타오스가 주성분인 제 3 분획, 말토펜타오스가 주성분이지만 다량의 사카라이드 S가 훈입된 제 4 분획 및 사카라이드 S가 주성분인 제 5 분획의 순서로 분리한후 ; (라) 말토펜타오스가 주성분인 제 3 분획을 회수하고 ; (마) 이어 이 칼럼에 위의 (다) 단계에서 수득한 제 2 분획, 사카라이드 L 및 사카라이드 S와 함께 말토펜타오스를 함유하는 사카라이드 혼합용액, 앞의 (다) 단계에서 수득한 제 4 분획 및 물을 순차적으로 가해주고 ; (바) 또 전술한 바와 동일하게 단계 (다), (라) 및 (바)를 반복한후 ; (사) 말토펜타오스를 결정화시키고, (아) 수득된 결정성 말토펜타오스를 회수하는 단계로 구성된 결정성 말토펜타오스의 제조방법.

청구항 5

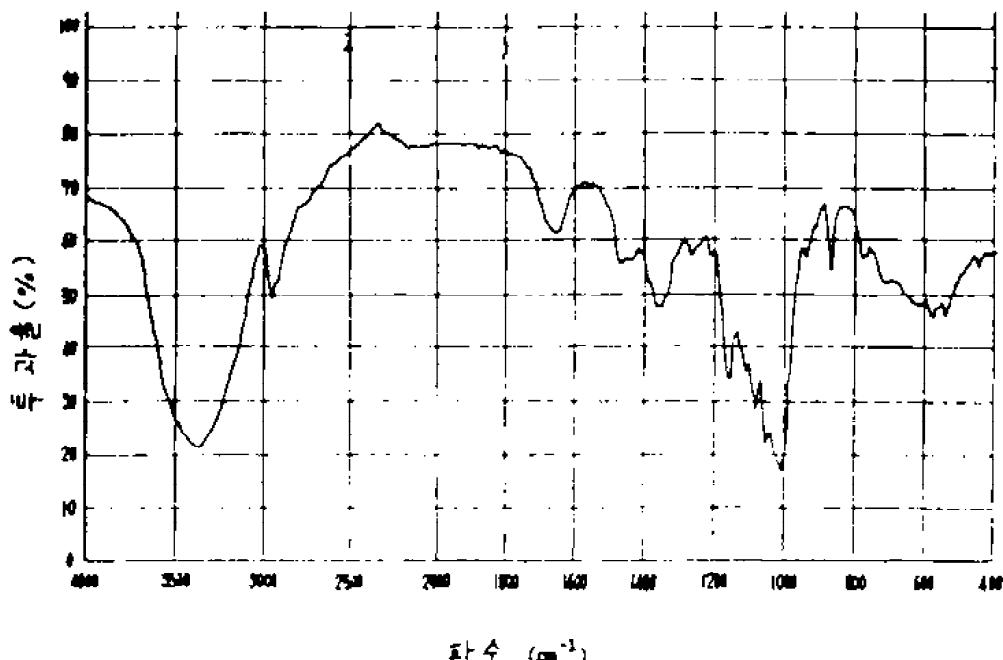
제 1 항에 있어서, 강산성 양이온 교환수지가 알카리금속 또는 알칼리토금속형태인 결정성 말토펜타오스의 제조방법.

청구항 6

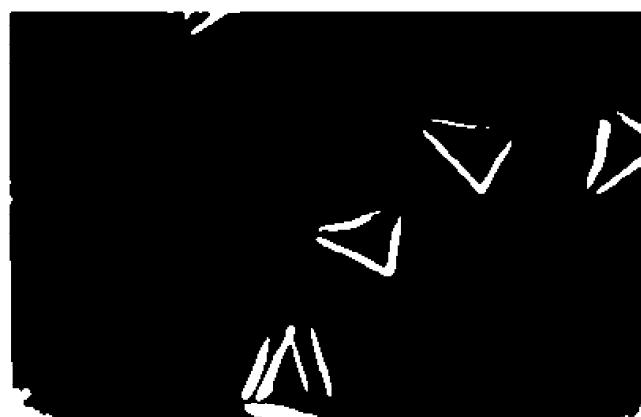
제 1 항에 있어서, 사카라이드 혼합용액을 녹말을 결화시키고, 수득된 녹말 용액에 α -아미라제를 작용시킨후 말토펜타오스를 함유하는 수득된 가수분해물을 정제시켜 사카라이드 혼합용액을 제조하는 결정성 말토펜타오스의 제조방법.

도면

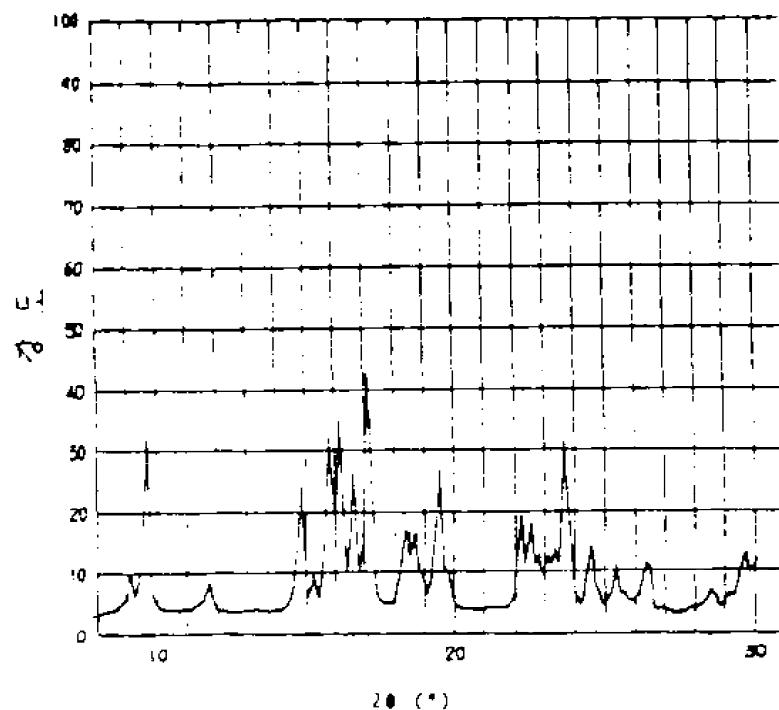
도면1



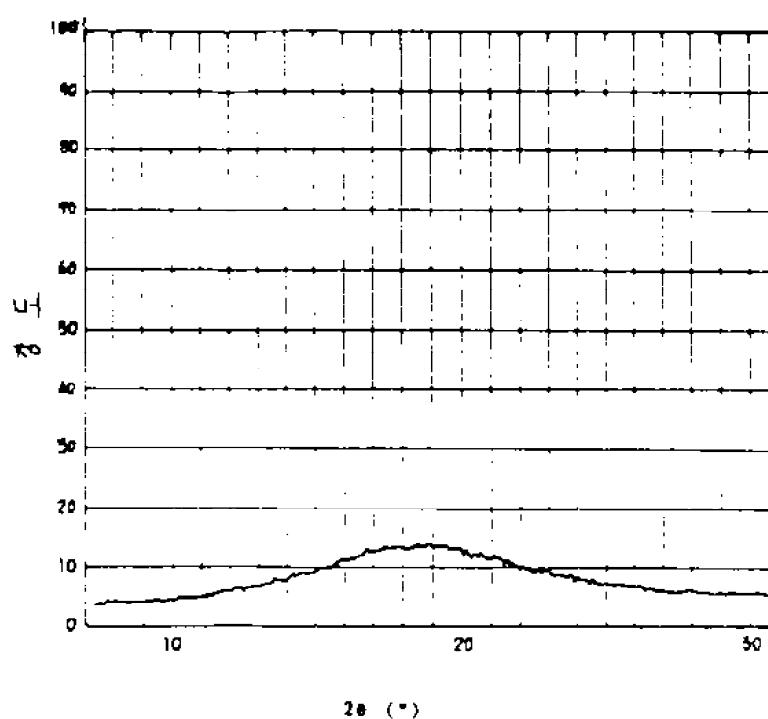
도면2



도면3



도면4



도면5

