

348350

P-36.925

Nº 75999 U.S. Serial
Nos. 625.584 and --
626.952=Disc.1923-2

Memoria descriptiva



21 FEB. 1943

para solicitar PATENTE DE INVENCION

por 20 años

a nombre de CORN PRODUCTS COMPANY

entidad / de nacionalidad norteamericana

con domicilio en 717 Fifth Avenue, Nueva York, N.Y., Estados Unidos de América.

por: "UN PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR UN HIDROLIZADO DE -
ALMIDON" (Clase Internacional C131 A231)



La presente invención se refiere a hidrolizados de almidón de bajo E.D. y a jarabes de conversión de almidón de bajo E.D., y a procedimientos para producirlos. E.D. es una abreviatura de "equivalente de dextrosa", que es una expresión corriente en la técnica para, indicar el contenido total de azúcares reductores de un material, calculado como dextrosa, y expresado en tanto por ciento de material seco.

De modo convencional, los jarabes de conversión de almidón de bajo E.D. han sido producidos por medio de la hidrólisis de almidón con ácidos. El objeto primordial en la preparación de jarabes de hidrolizados de almidón comerciales ha sido conseguir características de estabilidad, transparencia y ausencia de cristalización.

Hay un gran mercado potencial para jarabes y sólidos siruposos con sabor suave, bajo dulzor y baja hidroscopicidad a un valor bajo del E.D. Estos jarabes, hidrolizados y sólidos siruposos son útiles como base para la preparación de artículos alimenticios, así como de agentes espesantes, y como aditivos con características no edulcorantes de retención de agua y no higroscópicas. Otras aplicaciones incluyen su empleo como vehículo para edulcorantes sintéticos, como aromatizantes, como aditivo para agentes colorantes, como sustancia auxiliar de secado por pulverización para extractos de café o extractos de té, como agentes para dar cuerpo, espesantes o dispersantes en cremas sintéticas o blanqueadores de café, como agentes de conservación de humedad en panes, pasteles, carnes, y como agentes espesantes y



suavizadores en flanes, sopas y postres congelados.

Los jarabes de bajo E.D. que tienen un E.D. -
de menos de 28 a 30 no pueden producirse prácticamente
a partir de almidones por el procedimiento de la técnica
anterior. Hasta ahora, los intentos de producir jarabes
de bajo E.D. a partir de almidones por medio de los
procedimientos de la técnica anterior no han podido
llevarse a la práctica a causa de las velocidades extremadamente
bajas de filtración, pérdidas de rendimiento,
y a la insolubilidad sustancial de los sólidos siruposos.

Una ventaja de la presente invención es la
provisión de un nuevo producto de hidrolizado de almidón
de bajo E.D.

Otra ventaja es la provisión de un jarabe de
bajo E.D. que es transparente y estable.

Una ventaja más de la presente invención es
que el producto de hidrolizado de almidón de bajo E.D.
es de sabor suave, tiene bajo dulzor y es no higroscópico.

Otra ventaja aún de la presente invención es
la provisión de un producto de sólidos siruposos, con
mejores características con respecto a higroscopicidad
y solubilidad en agua.

Otra ventaja es que los jarabes y los sólidos
siruposos proporcionados por la presente invención son
adecuados para su empleo en productos alimenticios, teniendo
los productos siruposos un efecto mínimo sobre los aromas
y sabores, y proporcionando en cambio cuerpo, viscosidad,
consistencia y estabilidad a los productos -



alimenticios.

5 Una ventaja ya indicada de la invención es -
la provisión de nuevos procedimientos prácticos para la
fabricación de jarabes y sólidos siruposos, y productos
de hidrolizado de almidón, de las características explica-
cadas.

10 Una ventaja similar de la invención es la pro-
visión de nuevos procedimientos prácticos para la fabri-
cación de hidrolizados de almidón que pueden ser clari-
ficados o hechos transparentes, y que se mantienen trans-
parentes a elevada concentración de sólidos.

15 Otras ventajas de la presente invención se -
deducirán más adelante de la siguiente Memoria descrip-
tiva y de las exposiciones de las reivindicaciones ane-
jas.

20 La presente invención proporciona un procedi-
miento para preparar un hidrolizado de almidón que tie-
ne un E.D. de entre aproximadamente 5 y aproximadamente
25 y una relación descriptiva mayor de aproximadamente -
2'0, que comprende solubilizar e hidrolizar una mezcla
de almidón y agua que tiene un contenido de sólidos de -
menos de aproximadamente 50%, hasta que el E.D. es uno o
superior a 15, y someter el hidrolizado resultante a la
acción hidrolítica de alfa-amilasa bacteriana, para ob-
25 tener el hidrolizado de almidón.

30 Tal como se utiliza en la Memoria, la relación
descriptiva se refiere a un cociente obtenido dividiendo
la suma de los tantos por ciento, con respecto a mate-
rial seco, de los sacáridos de un hidrolizado de almidón
que tienen un grado de polimerización de 1 a 6, por el -



E.D.

La presente invención proporciona también -
un procedimiento para preparar un nuevo jarabe de bajo
E.D. por concentración del hidrolizado de almidón pro-
ducido según esta invención, para producir un jarabe que
5 tiene un contenido de sólidos mayor del 50%. El jarabe,
es decir el hidrolizado concentrado, puede ser refinado
o no por los medios convencionales.

La presente invención proporciona también un
10 procedimiento para preparar sólidos siruposos reduciendo
el contenido de humedad de, o bien un hidrolizado de
almidón o bien un jarabe producidos según esta invención,
hasta un contenido de humedad de menos de 15%.

En una primera realización del procedimiento -
15 de esta invención, los productos de jarabe y de hidrolizado
de almidón son obtenidos a partir de almidón por -
medio de una aplicación en dos fases de la enzima hidro-
lítica al almidón, para producir un hidrolizado de almi-
dón que tiene un E.D. de entre aproximadamente 5 y apro-
ximadamente 25 y una relación descriptiva de al menos -
20 aproximadamente 2'0.

Según una segunda realización de los procedi-
mientos de la invención, los productos de jarabe y de -
hidrolizado de almidón son obtenidos a partir de almidones
25 por aplicación sucesiva de ácido al almidón para --
producir un hidrolizado de almidón que tiene un E.D. de
entre aproximadamente 5 y aproximadamente 15, y después
aplicando al hidrolizado ácido de almidón una enzima --
hidrolítica, para producir un hidrolizado de almidón que
30 tiene un E.D., de entre aproximadamente 10 y aproximada-



mente 25 y una relación descriptiva de al menos aproximadamente 2'0.

5 El procedimiento de la presente invención para preparar un hidrolizado de almidón que tiene un E.D. de entre aproximadamente 5 y aproximadamente 25 y una relación descriptiva mayor de aproximadamente 2'0, comprende solubilizar e hidrolizar una mezcla de almidón y agua, que tiene un contenido de sólidos de menos de 50%, hasta un E.D. no superior a 15, y someter el hidrolizado resultante a la acción hidrolítica de alfa-amilasa bacteriana, para obtener el hidrolizado de almidón.

10 Por consiguiente, la presente invención proporciona también un hidrolizado de almidón que tiene un E.D. de entre aproximadamente 5 y aproximadamente 25 y una relación descriptiva mayor de aproximadamente 2'0, preparado solubilizando e hidrolizando una mezcla de almidón y agua que tiene un contenido de sólidos de menos de 50%, y sometiendo el hidrolizado resultante a la acción hidrolítica de alfa-amilasa bacteriana.

15 La primera realización del procedimiento de esta invención para preparar un hidrolizado de almidón que tiene un E.D. de entre aproximadamente 5 y aproximadamente 25 y una relación descriptiva de más de aproximadamente 2'0, comprende someter una mezcla de almidón y agua, que tiene un contenido de sólidos de menos de aproximadamente 50%, a la acción hidrolítica de alfa-amilasa bacteriana, para conseguir un E.D. no superior a 15, calentar el hidrolizado resultante hasta una temperatura suficiente para desactivar sustancialmente la enzima, y someter el hidrolizado tratado por calor a una



hidrólisis adicional por medio de alfa-amilasa bacteriana, obteniendo así el hidrolizado de almidón.

5 La segunda realización del procedimiento para preparar un hidrolizado de almidón proporciona un hidrolizado que tiene un E.D. de entre aproximadamente 10 y aproximadamente 25 y una relación descriptiva mayor de aproximadamente 2'0, y comprende someter una mezcla de almidón y agua, que tiene un contenido de sólidos de me-
10 nos de aproximadamente 50%, a la acción hidrolítica de un ácido para alcanzar un E.D. de entre aproximadamente 5 y aproximadamente 15, y someter el hidrolizado ácido - resultante a la acción hidrolítica de alfa-amilasa bacteriana para obtener el hidrolizado de almidón.

15 Por lo tanto, la presente invención proporciona además un hidrolizado de almidón preparado por medio de una conversión en dos fases de almidón con alfa-amilasa bacteriana, con una fase intermedia de calentamiento, y que tiene un E.D. entre aproximadamente 5 y aproximadamente 25 y una relación descriptiva mayor de aproximadamente 2'0.
20

Por tanto, la presente invención proporciona también un hidrolizado de almidón preparado por medio de las operaciones de una hidrólisis por ácido y una hidrólisis por medio de alfa-amilasa bacteriana, y que --
25 tiene un E.D. de entre aproximadamente 10 y aproximadamente 25 y una relación descriptiva mayor de aproximadamente 2'0 por ciento.

30 La primera realización del procedimiento para preparar el hidrolizado de almidón comprende además someter una mezcla de almidón y agua que tiene un contenido



de sólidos de menos de aproximadamente 50% a la acción -
hidrolítica de alfa-amilasa bacteriana, para obtener un
hidrolizado de almidón que tiene un E.D. entre aproxima-
damente 2 y aproximadamente 15, someter el hidrolizado -
5 de almidón a un tratamiento por calor hasta una tempera-
tura mayor de aproximadamente 95°C, en-friar el hidroli-
zado de almidón hasta una temperatura de menos de apro-
ximadamente 95°C, y someter el hidrolizado a una nueva -
acción hidrolítica de alfa-amilasa bacteriana, para obte-
10 ner un hidrolizado de almidón que tiene un E.D. de entre
aproximadamente 5 y aproximadamente 25 y una relación --
descriptiva mayor de aproximadamente 2'0.

La segunda realización del procedimiento para
preparar el hidrolizado de almidón comprende además some-
15 ter una mezcla de almidón y agua, que tiene un contenido
de sólidos de menos de aproximadamente 50%, a la acción
hidrolítica de un ácido, para obtener un hidrolizado de
almidón que tiene un E.D. de entre aproximadamente 5 y -
aproximadamente 15, someter el hidrolizado de ácidos a -
20 la acción hidrolítica de alfa-amilasa bacteriana hasta -
un E.D. de entre aproximadamente 10 y aproximadamente 25,
siendo de al menos aproximadamente 5 el aumento en E.D.,
para producir un hidrolizado de almidón que tiene un con-
tenido de dextrosa de menos de 4%, y que tiene una rela-
25 ción descriptiva mayor de aproximadamente 2'0.

El hidrolizado resultante puede ser concentra-
do y/o refinado por medio de procedimientos convenciona-
les para producir un jarabe estable, que está sustancial-
mente desprovisto de turbidez y es altamente soluble en -
30 agua. El jarabe puede ser secado por pulverización para -



producir sólidos siruposos con baja higroscopicidad y alta solubilidad en agua.

5 Los almidones adecuados incluyen los almidones de cereales, tales como el de maíz, sorgo en grano, y trigo, los almidones céreos tales como el de sorgo céreo no azucarado, maíz, céreo y arroz céreo, y los almidones de tubérculos, tales como el almidón de patata y el almidón de tapioca.

10 El pH del medio de conversión por la enzima es, preferiblemente, el adecuado para la actividad óptima de la alfa-amilasa bacteriana. Generalmente, este intervalo de pH está entre aproximadamente 6 y aproximadamente 8: El intervalo de temperatura más adecuado se encuentra entre la requerida para gelatinizar el almidón, que es de al menos 60°C, y aquella a que la enzima pierde una gran parte de su actividad, que es de --
15 aproximadamente 95°C. Se ha comprobado que el intervalo de temperaturas preferido está entre aproximadamente 70°C y aproximadamente 92°C.

20 La cantidad de preparación de alfa-amilasa bacteriana requerida para obtener el hidrolizado de almidón deseado depende de la actividad de la preparación de alfa-amilasa bacteriana, la temperatura de conversión del medio de conversión, el E.D. después de la hidrólisis inicial, el pH del medio, y el E.D. final deseado.
25 Las condiciones adecuadas se seleccionan fácilmente, -- Por ejemplo, una preparación de alfa-amilasa bacteriana representativa se utilizaría en una proporción de entre aproximadamente 0,025% y aproximadamente 0'1%, del peso de almidón, en estado seco. Las condiciones de conversión incluirían una temperatura de aproximadamente 80°C
30



y un pH de aproximadamente 7, durante un período de --
tiempo suficiente para conseguir el E.D. deseado.

5 La enzima preferida para la producción de los
hidrolizados de bajo E.D. según la presente invención,
es el tipo comúnmente denominado en la técnica alfa-ami-
lasa bacteriana. Es una alfa-amilasa que licúa el almi-
dón, resiste al calor y es hidrolítica. La alfa-amilasa
bacteriana adecuada puede ser producida por ciertas ce-
pas de Bacillus subtilis, Bacillus mesentericus y simi-
10 lares por métodos convencionales de fermentación.

Un método preferido de poner en práctica el
procedimiento de la presente invención comprende las --
operaciones de:

- 15 1. Poner en suspensión almidón de maíz en agua
hasta una concentración de sólidos de entre
aproximadamente 10% y aproximadamente 50%,
2. solubilizar el almidón por gelatinización,
3. someter la mezcla a un tratamiento con al-
fa-amilasa bacteriana para hidrolizar el --
20 almidón hasta un E.D. de entre aproxima-
damente 2 y aproximadamente 15,
4. calentar el hidrolizado de almidón hasta --
una temperatura mayor de aproximadamente --
95°C, y preferiblemente entre aproximadamen-
25 te 110°C y 150°C,
5. enfriar el hidrolizado de almidón hasta --
una temperatura de menos de 95°C,
6. someter el hidrolizado a un tratamiento adi-
cional con más alfa-amilasa bacteriana, para
30 hidrolizar el almidón hasta un E.D. de en-



tre aproximadamente 15 y aproximadamente -
25, y

5 7. recuperar un producto de hidrolizado de -
almidón caracterizado por una elevada só-
lubilidad en agua y una relación descrip-
tiva mayor de aproximadamente 2'0.

10 La operación inicial, es decir la solubiliza-
ción del almidón, puede realizarse, por ejemplo, calen-
tando una suspensión de almidón y agua por encima de -
la temperatura de gelatinización del almidón, o añadien-
do almidón seco a agua caliente, o por otro medio simi-
lar. La preparación de enzima puede ser añadida al almi-
dón antes, durante, o después de la gelatinización. Sin
15 embargo, si la preparación de enzima se añade antes de
la solubilización del almidón, se prefiere llevar a ca-
bo la solubilización del almidón a una temperatura de -
menos de 95°C, de manera que no se desactive la enzima.

20 Cuando se alcanza el E.D. deseado en la pri-
mera operación de hidrólisis, la temperatura es eleva-
da hasta al menos 95°C, y preferiblemente hasta entre -
aproximadamente 100° y 150°C, y puede ser elevada has-
ta una temperatura tan alta como 180°C. La elevación de
la temperatura hasta un valor de aproximadamente 95°C -
es necesaria para conseguir velocidades de filtración -
25 adecuadas, y para evitar las pérdidas excesivas de só-
lidos amiláceos durante la operación de filtración. La
enzima que se añade en la operación inicial de tratamien-
to con enzima es desactivada por la operación de trata-
miento por calor requiriendo la adición de más enzima -
30 para obtener el producto de hidrolizado final.



Un segundo método preferido para poner en práctica la presente invención comprende las operaciones de poner en suspensión almidón de maíz en agua hasta una densidad de entre 5º y 30º Baumé, ajustar el pH de la suspensión a un valor entre 1 y 3, y elevar la temperatura de la suspensión de almidón hasta entre 70ºC y 160ºC, para solubilizar e hidrolizar el almidón hasta alcanzar un E.D. de entre 5 y 15. El pH es ajustado a un valor entre 6 y 8, y al hidrolizado se le añade alfa-amilasa bacteriana. La mezcla es hidrolizada después en las condiciones apropiadas hasta un E.D. de entre 10 y 25, y preferiblemente entre aproximadamente 15 y aproximadamente 25 cuando se desea que el producto final sea un jarabe sin turbidez. La operación de conversión por la enzima se lleva a cabo a una temperatura en el intervalo entre aproximadamente 50º y aproximadamente 95ºC. La mezcla es mantenida a la temperatura de conversión durante un período de tiempo que varía entre unos minutos y un tiempo de hasta 1 ó 2 horas, o quizás más.

La operación inicial, es decir la hidrólisis suave del almidón con ácido, pone al almidón en condiciones adecuadas para la hidrólisis posterior por medio de la enzima hidrolítica. Para que tenga lugar la hidrólisis por ácido, es necesario que la solubilización del almidón se efectúe, o bien simultáneamente con el tratamiento por ácido, o antes del tratamiento por ácido. La solubilización del almidón puede conseguirse, por ejemplo, calentando la suspensión de almidón y agua por encima de la temperatura de gelatinización del almidón, o añadiendo almidón seco a agua caliente, o por otro medio



similar. Igualmente, el ácido puede ser añadido al almidón antes, durante o después de haber sido gelatinizado el almidón.

La hidrólisis por ácido se lleva a cabo a un pH de menos de 4, y preferiblemente entre aproximadamente 1 y aproximadamente 3, a una temperatura suficientemente alta para gelatinizar el almidón. La hidrólisis se continúa hasta alcanzar un E.D. de al menos 5 e inferior a 16.

El hidrolizado ácido es neutralizado después y sometido a una nueva conversión con una preparación adecuada de enzima, para aumentar el contenido de azúcar reductor en al menos 5 unidades de E.D.

El intervalo preferido de temperatura en el segundo método preferido de poner en práctica la presente invención se encuentra entre aproximadamente 80°C y aproximadamente 92°C.

El tiempo requerido para las operaciones de solubilización y de hidrólisis por ácido depende de la cantidad de ácido utilizado y de la temperatura de reacción. Cuanto más ácido se utiliza y más alta es la temperatura, menos tiempo se requiere para la reacción. Lo mismo sucede para la hidrólisis por enzima con respecto a la cantidad de enzima empleada y la temperatura de reacción seleccionada. Son conocidas las condiciones óptimas para la hidrólisis de almidón con alfa-amilasa bacterina.

Cuando en cualquiera de las realizaciones del procedimiento para preparar hidrolizado de almidón se alcanza el E.D. deseado, la acción de conversión puede -



ser detenida ajustando el pH a un valor de 4'5 o inferior, o calentando la mezcla de conversión hasta una temperatura superior a la temperatura de desactivación de la enzima, o la conversión puede ser llevada a cabo a temperaturas lo bastante altas para que la enzima - haya sido sustancialmente desactivada en el momento - en que se alcanza el E.D. final.

Es deseable trabajar a concentraciones relativamente altas de sustancia seca, de hasta 50% aproximadamente, y preferiblemente en el intervalo entre aproximadamente 20% y aproximadamente 40%, es decir,, desde aproximadamente 10º hasta aproximadamente 20º Baumé. Cuando se trabaja a una concentración elevada de sustancia seca, se reduce el volumen del depósito - requerido para la evaporación, así como los costes de evaporación. No obstante, el procedimiento se puede - poner en práctica adecuadamente a concentraciones de sustancia seca fuera de este intervalo.

Las condiciones de licuación, hidrólisis - ácida y sacarificación pueden ser variadas dentro de ciertos límites establecidos por las características de estabilidad y actividad de la enzima y las propiedades de gelatinización e hidrólisis ácida del almidón.

Una vez terminada la conversión por la enzima, el hidrolizado de almidón resultante tiene un contenido de sólidos inferior al 50%. Puede ser utilizado en forma inalterada como producto deseable para - los usos que se han sugerido hasta ahora. Además, el - hidrolizado de almidón puede ser concentrado y/o refi-



nado para producir un jarabe que tiene un contenido de sólidos superior al 50%. En general, la industria - prefiere utilizar un jarabe de alto contenido de sólidos, porque es ventajoso, tanto en su transporte como - en sus aplicaciones.

5

El jarabe puede ser secado por medios convencionales para producir sólidos siruposos de alta solubilidad en agua y estabilidad, así como de baja higroscopicidad.

10

El refinado del hidrolizado se consigue por métodos convencionales de refinación. Estos incluyen - el tratamiento con carbón vegetal, resinas cambiadoras de iones, filtración, centrifugación, y similares.

15

La invención será explicada además a continuación con detalle por medio de varias demostraciones -- ilustrativas de la misma. Cuando se hace referencia a - la misma, la distribución de DP (grado de polimerización) se expresa como tanto por ciento de hidrato de carbono total.

20

En los ejemplos I y II se ilustra el procedimiento de obtener productos de bajo E.D. a partir de - varios almidones, por medio de la aplicación en dos fases de la enzima hidrolítica al almidón, según esta invención.

25

En los ejemplos III a VI se ilustra el procedimiento de obtener productos de bajo E.D. a partir de una variedad de almidones, por aplicación sucesiva de ácido al almidón para proporcionar un hidrolizado ácido de almidón, y después aplicación de una enzima hidrolítica al hidrolizado ácido de almidón según la presente

30



invención.

Ejemplo I

5 Almidón de maíz no modificado fué puesto en
suspensión en agua, para proporcionar una suspensión -
acuosa que contenía 28-32% en peso del almidón de maíz
no modificado. El pH era de 7'5-8'0. A esta mezcla se
añadió alfa-amilasa bacterina en una proporción de ----
0'05%, basada en los sólidos de almidón. Esta suspen-
sión de almidón fué añadida, durante un período de 30
10 minutos, a un depósito agitado mantenido a una tempera-
tura de 90-92°C. Una vez terminada la adición del almi-
dón, la licuefacción fué continuada durante 60 minutos,
tiempo al cabo del cual el hidrolizado tenía un E.D. -
en el intervalo de 2 a 5. El almidón licuado fué calen-
15 tado después a 150°C, y mantenido a esta temperatura -
durante 8 minutos. El tratamiento con calor destruyó -
la actividad residual de la enzima, y dió como resulta-
do mayores velocidades de filtración y menores pérdidas
de rendimiento por filtración.

20 La sacarificación adicional hasta el E.D. fi-
nal fué llevada a cabo por adición de más alfa-amilasa
bacteriana, después de enfriar el hidrolizado de almi-
dón licuado hasta una temperatura adecuada para su con-
versión. El almidón licuado fué enfriado hasta 80-85°C,
25 y la alfa-amilasa bacteriana fué añadida en una propor-
ción de 0'02% en peso con respecto a los sólidos de al-
midón. Después de 14-20 horas de conversión se obtuvo -
el E.D. final deseado de 20.

30 El producto de hidrolizado de almidón final -
fué analizado y se obtuvieron los siguientes valores -
analíticos.



E. D.	DP ₁	DP ₂	DP ₃	DP ₄	DP ₅	DP ₆	DP ₇₊	Relación descrip- tiva.
20,7	2,4	7,5	10,8	8,0	6,8	15,1	49,4	2,4

De la tabla anterior puede deducirse que el producto resultante del ejemplo I tiene una relación descriptiva de aproximadamente 2'4.

Ejemplo II

A varias porciones diferentes de suspensiones acuosas de los almidones enumerados en la Tabla 2 siguiente, cada una de ellas de 30% en peso de almidón, y a un pH de 7'2, se añadió alfa-amilasa bacteriana en una proporción de 0'025% con respecto a los sólidos de almidón. Cada una de las suspensiones de almidón fué licuada como se ha explicado en el Ejemplo I, y calentada a 120°C durante 15 minutos. Después de enfriarlas a 60°C y de ajustar de nuevo el pH a aproximadamente 7'2, se añadió enzima adicional a partes de los respectivos hidrolizados de almidón licuados, para sacarificar más los hidrolizados de almidón licuados hasta los valores de E.D. deseados en el intervalo de 5 a 25. Las conversiones fueron llevadas a cabo durante aproximadamente 48 horas a 60°C. Las proporciones de enzima empleadas para la sacarificación, y los valores de E.D. obtenidos fueron como sigue:

Tabla 2

Almidón	Proporción de enzima(% de sólidos de almidón).		
	0.001	0.002	0.009
Patata	12,3	17,4	24,7
Boniato	7,4	-	20,4
Sorgo en grano	13,0	17,4	23,6



	Tapioca	13,3	17,1	23,1
	Trigo	13,3	18,5	23,5
	Arroz	13,0	17,0	22,8
	Sagú	11,8	15,5	22,2
5	Arrurruz	9,5	-	20,8

Después de la conversión, el pH de los hidrolizados resultantes fué ajustado a 4'0, y fueron refinados durante 30 minutos a 60°C con carbón activado a una concentración equivalente al 1% de la sustancia seca del hidrolizado. Los hidrolizados fueron después filtrados y evaporados hasta una concentración de sólidos de 65%, para producir jarabes de bajo E.D. Además, algunas porciones de los jarabes fueron evaporadas hasta sequedad, para producir sólidos siruposos de bajo E.D.

En la Tabla 3 siguiente se exponen los análisis de sacáridos típicos de los hidrolizados de bajo E.D. obtenidos según los procedimientos de los ejemplos I y II. DP quiere decir el intervalo de polimerización. DP₁ representa la cantidad total, expresada en tanto por ciento en peso de sustancia seca, de monosacáridos presentes en el hidrolizado. DP₂ representa la cantidad total de disacáridos presentes en el hidrolizado, y así sucesivamente.

También están incluidos en la Tabla 3 los análisis de hidrolizados ácidos típicos, con fines de comparación.

Tabla 3
ANALISIS DE SACARIDOS TIPICOS

21 FEB



		E.D.				
		5	10	15	20	25
Composición de los hidrolizados.						
A. Hidrólisis enzimática						
5	DP ₁	0,1	0,3	0,7	1,4	2,4
	DP ₂	1,3	3,4	5,5	7,6	9,7
	DP ₃	1,8	4,3	6,9	9,4	12,0
	DP ₄	1,8	3,5	5,2	6,9	8,6
	DP ₅	1,8	3,6	5,5	7,4	9,3
10	DP ₆	3,3	7,0	10,3	14,3	18,0
	DP ₇ y superiores	89,9	77,9	65,6	53,0	40,0
	Total DP ₁ --->6	10,1	22,1	34,4	47,0	60,0
	Relación descriptiva	2,0	2,2	2,3	2,4	2,4
B. Hidrólisis ácida (procedimiento de la técnica anterior)						
15	DP ₁	-	2,3	3,7	5,5	7,7
	DP ₂	-	2,8	4,4	5,9	7,5
	DP ₃	-	2,9	4,4	5,8	7,2
	DP ₄	-	3,0	4,5	5,8	7,2
20	DP ₅	-	3,0	4,3	5,5	6,5
	DP ₆	-	2,2	3,3	4,3	5,2
	DP ₇ y superiores	-	83,8	75,4	67,2	60,7
	Total DP ₁ --->6	-	16,2	24,6	32,8	41,3
	Relación descriptiva	-	1,6	1,6	1,6	1,7

25 De la Tabla 3 se deduce fácilmente que la hidrólisis de un almidón céreo con alfa-amilasa bacteriana hasta un E.D. de entre 5 y 25 proporciona una relación descriptiva de al menos 2'0, mientras que la hidrólisis ácida es enteramente incapaz de producir hidrolí-

30



zados con esta relación.

Se observó que los hidrolizados preparados -
por hidrólisis enzimática del almidón mostraban una ex-
traordinaria transparencia y una carencia sustancialmen-
te completa de opacidad, mientras que los hidrolizados
5 ácidos eran decididamente opacos y mostraban poca trans-
parencia, excepto por encima de un E.D. de al menos 25.

Así pues, se ha mostrado que los hidrolizados
y los jarabes de esta invención son sustancialmente más
10 solubles en agua, y muestran mayor claridad y falta de
opacidad, comparados con los productos de conversión -
ácidos corrientemente disponibles.

Ejemplo III

Varias muestras de almidón de maíz (A, B y -
15 C) fueron puestas en suspensión en agua, dando suspen-
siones que tenían grados Baumé que variaban entre 14º
y 22º. Estas suspensiones fueron parcialmente hidroliz-
zadas con ácido hasta un E.D. máximo de 15. El valor -
particular de E.D. alcanzado por hidrólisis ácida en -
20 cada una de las muestras se expone en la Tabla 4 si--
guiente. Después de la hidrólisis ácida, la suspensión
fué neutralizada hasta un pH entre 6 y 7. El líquido -
neutralizado fué enfriado hasta entre 80 y 85ºC, y se
le suministró alfa-amilasa bacteriana en la proporción
25 que se expone más adelante. En cada una de las muestras
se obtuvo un E.D. final de 19 a 21, en un período de -
tiempo de entre 1 y 3 horas. Los líquidos finales de --
conversión eran poco coloreados. Estos líquidos son re-
finados y evaporados fácilmente hasta aproximadamente -
30 42º Baumé, para dar jarabes. La muestra D era un pro--



24

5

ducto de conversión de almidón hidrolizado convencionalmente con ácido. Se llevó a cabo una hidrólisis ácida hasta alcanzar un E.D. de 20. En las Tablas 4 y 5 - siguientes se exponen las condiciones de reacción de la conversión y los análisis del producto, respectivamente.

Tabla 4

Muestra	E.D. del hidrolizado ácido.	CONDICIONES DE CONVERSION ENZIMATICA.					E.D. final
		% de sus tancia - seca	Temp - °C	pH	Propor- ción de enzima	Tiempo horas.	
A	15,2	38	80	6,5	0,01	1	19,7
B	12,9	37,5	85	6,5	0,05	2	20,2
C	10,3	38,1	85	6,5	0,1	2	21,8
D	20	-	-	-	-	-	-

15

Tabla 5

ANALISIS DE PRODUCTO

Muestra	E.D. final	% de sus tancia - seca	DP ₁	DP ₂	DP ₃	DP ₄	DP ₅	DP ₆	DP ₇₊	Relación descriptiva
20 A	19,7	72	3,9	5,8	8,2	7,2	7,3	10,2	57,4	2,1
B	20,2	72	2,3	5,9	8,5	6,4	6,6	12,6	57,7	2,1
C	21,8	75	2,3	8,3	10,9	8,1	9,2	16,9	44,3	2,5
D	20,0	-	5,5	5,9	5,9	5,8	5,5	4,3	67,2	1,6

25

Las relaciones descriptivas de cada una de las muestras A-C eran mayores de 2. La relación descriptiva de la muestra D (hidrolizado ácido convencional) era de 1'6.

30

Después de su refinado, el análisis típico de los jarabes era como sigue: sustancialmente incolo--



ros, claridad mayor de 90%, cenizas sulfatadas, 0'42% -
 con respecto a sustancia seca; proteína, 0,03% con res-
 pecto a sustancia seca. Los jarabes refinados se deja-
 ron reposar a temperatura ambiente, y al cabo de un pe-
 ríodo de un mes permanecían desprovistos de turbidez.

Ejemplo IV

Almidón de sorgo céreo fué puesto en suspen-
 sión en agua hasta alcanzar aproximadamente 20º Baumé.
 Después, la suspensión fué parcialmente hidrolizada con
 ácido hasta un E.D. de aproximadamente 6'5, y después -
 fué neutralizada hasta un pH de entre 6 y 7. Al producto
 hidrolizado con ácido se le añadió después alfa-amilasa
 bacteriana en una proporción de 0'02%. La temperatura -
 del líquido al que se añadió la amilasa era de entre 80
 y 85ºC. Se dejó que transcurriese la conversión durante
 aproximadamente 1'5 horas, hasta que se obtuvo un E.D.
 de aproximadamente 21. El análisis del producto obteni-
 do se expone en la Tabla 6 siguiente.

Tabla 6

Muestra	E. D. final	% de sus- tancia - seca	DP ₁	DP ₂	DP ₃	DP ₄	DP ₅	DP ₆	DP ₇₊
G	21,4	75	2,3	5,9	8,4	7,3	8,0	11,3	56,8

Puede observarse que en los ejemplos V y VI -
 la relación descriptiva excede de 2'0, es decir la suma
 de los tantos por ciento de grado de polimerización de -
 1 a 6, dividida por el E.D. da una relación de más de -
 2'0. Si la relación descriptiva es de al menos aproxi-
 madamente 2, el producto es altamente soluble en agua y
 casi no muestra formación alguna de turbidez. Si la re-



lación descriptiva de los jarabes en el intervalo de E.D. de 15 a 25 es sustancialmente inferior a 2, por ejemplo 1'6 o menos, el producto muestra formación de turbidez y es menos soluble en agua que los productos con una relación de al menos 2.

Ejemplo V

Fécula de tapioca fué puesta en suspensión en agua hasta alcanzar 20° Baumé aproximadamente. Después, la suspensión fué parcialmente hidrolizada por medio de ácido hasta un E.D. de aproximadamente 8, y después fué neutralizada hasta un pH de entre aproximadamente 6 y 7. Al producto hidrolizado por ácido se le añadió después alfa-amilasa bacteriana en una pequeña proporción, de aproximadamente 0,02%. La temperatura del líquido al que se añadió la amilasa se elevó hasta entre 80 y 85°C, y se dejó transcurrir la conversión durante un período de tiempo suficiente para conseguir un E.D. de aproximadamente 20. El análisis del producto obtenido se expone en la Tabla 7 siguiente.

Tabla 7

Muestra	E. D. final	% de sustancia seca.	DP ₁	DP ₂	DP ₃	DP ₄	DP ₅	DP ₆	DP ₇₊
H	18,1	75	2,5	5,0	7,5	7,4	7,5	10,5	59,6

Ejemplo VI

Se preparó una suspensión acuosa de almidón de maíz céreo, hasta que tuvo aproximadamente 20° Baumé. La suspensión fué hidrolizada con ácido hasta un E.D. de 5. El hidrolizado ácido fué neutralizado hasta un pH de entre 6 y 7, y se añadió una pequeña cantidad de alfa---

21 FEB.



amilasa bacteriana (aproximadamente 0'01%). La hidrólisis fué llevada a cabo en las condiciones de temperatura y tiempo expuestas anteriormente para conseguir un E.D. de 10, momento en que fué terminada la hidrólisis.

5 El producto hidrolizado fué concentrado y refinado para obtener un jarabe. El jarabe fué después secado por pulverización para obtener sólidos siruposos con un contenido de humedad de aproximadamente 4%. Los sólidos siruposos eran sustancialmente solubles por completo en agua.

10 El análisis del producto se expone en la Tabla 8 siguiente.

Tabla 8

15

Muestra	E. D. final	DP ₁	DP ₂	DP ₃	DP ₄	DP ₅	DP ₆	DP ₇₊
J	10	1,4	2,4	4,0	3,4	3,0	6,0	79,8

20 La formación de turbidez en los jarabes de conversión de almidón varía considerablemente en los hidrolizados de bajo E.D. de la técnica anterior, dependiendo de la temperatura a que se mantienen los hidrolizados, la concentración de sólidos, y el grado de hidrólisis indicado por el valor del E.D. así como de otros factores. En casos extremos, los hidrolizados pueden llegar a ser completamente opacos, o incluso aglomerarse formando un sólido o una masa pastosa. En casos menos extremos, puede comprobarse que partículas turbias se aglomeran y sedimentan hacia el fondo del líquido, asemejando un lodo. En menos casos, las partículas turbias

25

30 parecen demasiado finas y demasiado dispersas para -



aglomerarse en grado notable. Por lo tanto, permanecen -
 en suspensión, dando al hidrolizado un aspecto turbio.
 En todos estos casos es perjudicada la claridad óptica -
 de los líquidos.

5 Por tanto, la formación de turbidez puede ser
 determinada convenientemente midiendo la proporción de -
 luz que atraviesa una muestra del hidrolizado, y compa-
 rándola con la que atraviesa una muestra de control de
 agua destilada. Este es el ensayo que se utiliza para -
 10 determinar la claridad y solubilidad de los hidrolizados
 preparados según esta invención. Los hidrolizados de los
 ejemplos de la invención fueron concentrados hasta un -
 65% de sólidos, mantenidos durante 3 días a 5°C, y fue-
 ron examinados espectrofotométricamente midiendo el tan-
 15 to por ciento de transmitancia luminosa a 600 micras a
 través de células de 4 centímetros, cada una de las cua-
 les contenía, respectivamente, partes de los hidrolizados
 que habían sido mantenidos primero durante tres días a -
 5°C. La estabilidad relativa de los hidrolizados de bajo
 20 E.D. preparados por medio de la secuencia ácido-enzima -
 explicada en la presente invención viene indicada por -
 los altos valores observados de transmitancia luminosa.
 Estos valores se exponen en la siguiente tabla.

Tabla 9

25

	<u>% de transmitancia de luz</u>				
Valor E. D. de	Almidón de maíz	Almidón de sorgo	Almidón de maíz céreo	Almidón de maíz céreo tapioca	Almidón de maíz hidrolizado con ácido, convencional.
10	-	-	97	-	0
15	92	93	98	66	0
18	92	-	98	-	0



20	96	93	99	68	1
25	96	94	99	70	6

5 Por el contrario, los hidrolizados preparados por hidrólisis ácida solamente, o bien no pudieron dar hidrolizados transparentes desprovistos de turbidez - porque no pudieron ser filtrados con velocidad apreciable ninguna después de la conversión, particularmente - los de intervalo bajo de E.D., o bien después de conseguida la filtración los hidrolizados clarificados mos-
 10 traron rápidamente formación de turbidez, haciéndose completamente opacos, ya que mostraban una transmitancia luminosa de 0% después de tres días a 5°C.

15 El producto de hidrolizado de la presente invención puede ser concentrado y/o refinado para producir jarabes o sólidos siruposos. Si el E.D. del hidrolizado es sustancialmente inferior a 15, por ejemplo - 10, los productos siruposos obtenidos muestran cierta - formación de turbidez. Por lo tanto, es ventajoso producir sólidos siruposos a partir de hidrolizados de almidón que tienen un E.D. sustancialmente inferior a 15. Los sólidos siruposos son obtenidos reduciendo el contenido de humedad del jarabe a menos del 15%, y preferi-
 20 blemente a aproximadamente 4%. Los sólidos siruposos muestran una solubilidad en agua del 100%, estando la disolución completamente desprovista de turbidez si el E.D. es de 15-25.

30 La relación descriptiva (DP1 → 6/E.D.) es un método conveniente para la determinación de las características del hidrolizado o jarabe. Si la relación descriptiva es de al menos aproximadamente 2, el producto



es altamente soluble en agua y casi no muestra forma--
ción ninguna de turbidez. Si la relación descriptiva es
sustancialmente inferior a 2, por ejemplo 1'6 o menos,
los productos muestran formación de turbidez y son me-
5 nos solubles en agua que los productos con una relación
de al menos 2.

Los hidrolizados de esta invención, tanto en
la forma de jarabes diluídos como concentrados, como en
la forma de sólidos secos, se caracterizan por la suavi-
10 dad de su sabor y su bajo dulzor, y son no higroscópicos
Son completamente solubles en agua con facilidad. Cuando
se utilizan en productos alimenticios, tienen un efecto
mínimo sobre el aroma y el sabor, dando sin embargo --
cuerpo y estabilidad.

Estas características hacen a los productos -
de esta invención particularmente adecuados para aplica-
ciones tales como, por ejemplo, vehículos para edulcoran-
tes sintéticos, aromatizantes, agentes colorantes y esen-
15 cias; auxiliares de secado por pulverización para ex--
tractos de café y extractos de té; agentes para dar --
cuerpo, espesantes y dispersantes en cremas sintéticas -
o aclaradores de café; ingredientes que favorecen la con-
servación de humedad en pan, pasteles y carne; como com-
20 ponentes de sopas mixtas secas, productos de bollería,
helados, mezclas de especias, extractos secos de bebi--
25 das, condimentos, mezclas para salsas, y alimentos lác-
teos congelados. Además, son útiles en la formulación -
de agentes antiaglomerantes, compuestos para la formación
de tabletas, productos batidos, recubrimientos protecto-
res, auxiliares de aglomeración, y alimentos o bebidas -
30



de bajo o reducido contenido en calorías.

5 Cuando los productos, jarabes o sólidos siru-
posos de hidrolizados de almidón de la invención se em-
plean en forma de disoluciones con una elevada concen-
tración de sólidos de menos de 40%, son particularmente
10 atractivos por su sabor suave, baja higroscopicidad, -
bajo dulzor, y fácil solubilidad. Dan densidad y buenas
características gustativas, sin afectar apreciablemen-
te a la viscosidad y el sabor. A concentraciones de só-
lidos superiores a aproximadamente 40%, las disolucio-
nes contribuyen significativamente a las característi-
cas de viscosidad de cualquier sistema en el que se u-
tilicen.

15 Aún cuando la invención ha sido explicada con
respecto a realizaciones específicas de la misma, se -
comprenderá que es susceptible de otras modificaciones,
y con esta solicitud de patente se tiene la intención -
de abarcar cualquier variación o adaptación de la inven-
ción que siga en general los principios de la invención,
20 e incluyendo las desviaciones de la presente exposición
que se encuentran dentro de la práctica usual o conocida
en la técnica a la que concierne la invención, y según
pueden ser aplicadas a las características esenciales -
anteriormente expuestas en la Memoria, y según caen in-
25 cluídas dentro del objeto de la invención y de los lí-
mites de las reivindicaciones anejas.

Esta solicitud que corresponde a las presenta-
das en Estados Unidos de América, con fecha 24 de Marzo
de 1967, bajo el nº 625.584 y 30 de Marzo de 1.967, ba-
30 jo el nº 626.952, se acogen a los beneficios del Artí-



culo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

- N O T A -

5

10

Los puntos de invención, propia y nueva, que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España por VEINTE años, son -- los siguientes:

15

20

1.- Un procedimiento para preparar un hidrolizado de almidón que tiene (A) un E.D. de entre aproximadamente 5 y aproximadamente 25, y (B) una relación - descriptiva mayor de aproximadamente 2'0, caracterizado por (1) solubilizar e hidrolizar una mezcla de almidón y agua, que tiene un contenido de sólidos de menos de - 50%, hasta un E.D. no superior a 15, y (2) someter el - hidrolizado resultante a la acción hidrolítica de alfa-amilasa bacteriana para obtener dicho hidrolizado de almidón.

25

30

2.- Un procedimiento para preparar un hidrolizado de almidón según la reivindicación 1, caracterizado por: (1) someter una mezcla de almidón y agua, que tiene un contenido de sólidos de menos de aproximadamente 50%, a la acción hidrolítica de alfa-amilasa bacteriana, para alcanzar un E.D. no superior a 15, (2) calentar



5 el hidrolizado resultante hasta una temperatura suficiente para desactivar sustancialmente la enzima, (3) someter el hidrolizado tratado por calor a una hidrólisis posterior por alfa-amilasa bacteriana, y obtener así el hidrolizado de almidón.

10 3.- Un procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque en la operación (1) un almidón solubilizado en un medio acuoso a una temperatura superior a la temperatura de gelatinización de dicho almidón, es licuado y convertido por medio de la alfa-amilasa bacteriana a una temperatura de menos de aproximadamente 95°C.

15 4.- Un procedimiento según las reivindicaciones 2 ó 3, caracterizado porque la hidrólisis en la operación (1) tiene lugar a una temperatura de entre aproximadamente 60°C y aproximadamente 95°C.

20 5.- Un procedimiento según las reivindicaciones 2, 3 ó 4, caracterizado porque en la operación (1), el almidón es convertido hasta un E.D. de aproximadamente 2 a aproximadamente 15.

25 6.- Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 2 a 5, caracterizado porque en la operación (2) el hidrolizado es calentado hasta una temperatura de entre aproximadamente 100°C y aproximadamente 150°C.

7.- Un procedimiento según la reivindicación 6, caracterizado porque el hidrolizado calentado es enfriado hasta una temperatura de menos de 95°C.

30 8.- Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 2 a 7, caracterizado porque la hidrólisis



sis en la operación (3) tiene lugar a una temperatura de entre 50°C y aproximadamente 95°C.

5 9.- Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 2 a 8, caracterizado porque el E.D. - final se encuentra entre aproximadamente 10 y aproximadamente 25.

10 10.- Un procedimiento según la reivindicación 1 para preparar un hidrolizado de almidón que tiene un E.D. de entre aproximadamente 10 y aproximadamente 25, caracterizado por: (1) someter una mezcla de almidón y agua, que tiene un contenido de sólidos de menos de -- aproximadamente 50%, a la acción hidrolítica de un ácido para alcanzar un E.D. de entre aproximadamente 5 y - aproximadamente 15, y (2) someter el hidrolizado ácido resultante a la acción hidrolítica de alfa-amilasa bac-
15 teriana, para obtener el hidrolizado de almidón.

20 11.- Un procedimiento según la reivindicación 10, caracterizado porque la hidrólisis ácida tiene lugar a un pH de entre aproximadamente 1 y aproximadamente 3.

12.- Un procedimiento según las reivindicaciones 10 u 11, caracterizado porque la hidrólisis ácida tiene lugar a una temperatura superior a la temperatura de gelatinización del almidón.

25 13.- Un procedimiento según las reivindicaciones 10, 11 ó 12, caracterizado porque la hidrólisis enzimática tiene lugar a una temperatura entre aproximadamente 50°C y aproximadamente 95°C.

30 14.- Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 10 a 13, caracterizado porque el hidro-



lizado de almidón tiene un contenido de sólidos de menos de 50% aproximadamente.

5 15.- Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 10 a 14 caracterizado porque el E.D. -- final se encuentra entre aproximadamente 15 y aproximadamente 25.

10 16.- Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 15, caracterizado porque la mezcla de almidón y agua tiene un contenido de sólidos de entre aproximadamente 20% y aproximadamente 40%.

17.- Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 16, caracterizado porque el almidón es un almidón céreo.

15 18.- Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 16, caracterizado porque el almidón es almidón de maíz.

19.- Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 16, caracterizado porque el almidón es almidón de sorgo.

20 20.- Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 19, para producir un jarabe que tiene un E.D. de entre aproximadamente 10 y aproximadamente 25, un contenido de sólidos mayor de aproximadamente 50% y una relación descriptiva mayor de aproximadamente 2'0, caracterizado por concentrar el hidrolizado de almidón así obtenido, hasta un contenido de sólidos mayor de aproximadamente 50%, para obtener así el jarabe.

25 30 21.- Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 20, para preparar sólidos siruposos secos de bajo E.D., caracterizado por reducir a --



menos del 15% el contenido de humedad del hidrolizado de almidón o jarabe así obtenido.

22.- Un procedimiento para preparar un hidrolizado de almidón.

5. Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, y para los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de treinta y tres hojas escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, 14 MAY. 1969

P.A.

Alberto de Elizaburu
Cap. Páter.

10-5-69/RTA.-