

421955



Int. Cl.: C13L

421955

MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de una

PATENTE DE INVENCION

SOLICITANTE: A.E. STALEY MANUFACTURING COMPANY

RESIDENCIA: DECATUR/ILLINOIS.- ESTADOS UNIDOS

ENUNCIADO: "UN METODO PARA ADELGAZAR ENZIMATI-
CAMENTE LOS HIDROLIZADOS DE ALMIDON".

Prioridad: Patente n.º del

AR

421955

- 2 -



1

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

5

Antes de hidrolizar una suspensión acuosa de almidón para convertirla en un jarabe con un enzima sacarificante, es práctica común gelatinizar y adelgazar la suspensión de almidón. La gelatinización y el adelgazamiento de la suspensión de almidón se consiguen normalmente calentando la suspensión acuosa a una temperatura superior a la de gelatinización del almidón e hidrolizando parcialmente el almidón solubilizado con un ácido o α -amilasa.

10

En la transformación convencional con ácido-enzima, una suspensión acuosa de almidón se hidroliza y adelgaza a un pH de 1,8 a 2,5 aproximadamente, a temperatura y presiones elevadas, hasta una G.E. de 15 a 20. El almidón adelgazado (con frecuencia denominado almidón licuado) es después normalmente enfriado a una temperatura de unos 60°C y neutralizado a un pH conducente a la actividad del enzima sacarificante. Entonces se agrega una cantidad apropiada de enzima sacarificante y se permite que transcurra la sacarificación hasta que se ha alcanzado el grado deseado de conversión en jarabe.

15

20

Quando se desea preparar un jarabe de conversión con un alto contenido en azúcar, la sacarificación se deja transcurrir hasta que es completa, en cuyo momento el hidrolizado de sacarificación se filtra y se transforma. En la preparación de jarabes de conversión de alto contenido en dextrosa, la conversión máxima conseguible por el proceso ácido-enzima es habitualmente alrededor de 95-96 G.E.

25

30

Debido a los diversos problemas inherentes causados por la hidrólisis parcial o adelgazamiento de las suspensiones acuosas de almidón, se ha recurrido cada vez más a condiciones de transformación donde las etapas de hidrólisis par-



1 cial y adelgazamiento son efectuadas por un enzima (es decir,
un proceso enzima-enzima). El proceso habitual de adelgaza-
miento con enzima se realiza tratando una suspensión acuosa
de almidón con una α -amilasa a un pH de 5,5-7,0 aproximadamen-
5 te y a unos 80-90°C, durante 1 a 3 horas. Después del adelga-
zamiento enzimático, el hidrolizado se enfría a la temperatu-
ra de sacarificación enzimática como en los procesos de ácido-
enzima. En comparación con un proceso de ácido-enzima, el
proceso enzima-enzima permite obtener unos mayores rendimien-
10 tos recuperables de productos de conversión en azúcar y redu-
cir ciertos subproductos indeseables como cenizas, 5-hidroxi-
metilfurfural (HMF) y agentes productores de color.

Desgraciadamente, los azúcares de conversión o saca-
rificados, preparados a partir de hidrolizados adelgazados
15 con enzimas convencionales, no pueden filtrarse a velocidades
apreciables debido al almidón retrogradado que contienen,
(v.g. frecuentemente a solamente en 1-2 % en peso de sólidos
o menos). En general, se ha observado experimentalmente que
los hidrolizados de almidón adelgazados con enzimas poseen
20 inherentemente un carácter altamente conducente a la forma-
ción de hidrolizados de almidón retrogradado (v.g. partículas
microcristalinas insolubles en agua que presentan un diagrama
de difracción de rayos X del tipo β). Además un hidrolizado
de almidón que contiene almidón retrogradado no puede ser
25 hidrolizado eficaz y económicamente por los enzimas.

Se han propuesto varios medios para evitar la retro-
gradación del almidón en el jarabe de conversión. En la paten-
te estadounidense nº 3.378.462 de L.J. Denault y colaborado-
res, los autores alegan que el problema de la retrogradación
30

421955

- 4 -



1 es mitigado efectuando el adelgazamiento con α -enzimas en
presencia de compuestos de calcio y sodio solubles en agua,
a temperaturas de unos 185 a 195°F (85 a 90,5°C). En la pa-
tente inglesa n° 1.157.515, K. Kroyer propone obviar el pro-
5 blema de la degradación empleando una operación inicial de
hidrólisis ácida parcial donde la suspensión de almidón se
hidroliza hasta un G.E. no superior a 10 (v.g. 5 minutos a
140°C a un pH de 1,8-2,5). El hidrolizado ácido parcial es
después neutralizado y rápidamente enfriado a una temperatu-
10 ra de licuefacción por enzima y adelgazado.

Otra solución sugerida para eliminar el problema de
la degradación es adelgazar el almidón con un enzima después
de lo cual el hidrolizado adelgazado con enzima es sometido a
ebullición o autoclave para volver a solubilizar a los inso-
15 lubles que contiene. La sacarificación se completa después
enfriando el autoclave o el hidrolizado hervido unido a la
adición de más enzima para compensar el enzima térmicamente
desactivado que contiene (v.g. véase "Diastase 73", Tech.
Bull. SP-254 (11/63), Rohm & Haas Company y patente japonesa
20 n° 15.219 de 1964 por T. Iwazawa y colaboradores). En la pa-
tente estadounidense n° 3.280.006 por T.L. Hurst y colabora-
dores, se afirma que el problema de la retrogradación puede
ser resuelto calentando un hidrolizado parcial conteniendo
 α -amilasa a una temperatura de 90-100°C para licuar práctica-
25 mente la totalidad del almidón, seguido de un tratamiento tér-
mico por encima de 125°C, bajo presión y sacarificación pos-
terior del mismo con amiloglucosidasa. La patente canadiense
n° 754.228 de A.L. Wilson propone otro medio de obviar el pro-
blema de la degradación. De acuerdo con las enseñanzas de esta
30 patente canadiense, una suspensión de almidón se transforma

421955



1 en una pasta en una olla a presión a temperaturas de 130-
160°F (54-71°C). Según se alega, la retrogradación del almi-
dón pastoso es evitada en la patente canadiense diluyendo el
5 almidón pastoso con un hidrolizado de almidón adelgazado y
parcialmente sacarificado. De acuerdo con la patente canadien-
se, es ventajoso enfriar rápidamente el almidón pastoso antes
de su dilución aunque la etapa de dilución puede emplearse
como medio para enfriar rápidamente dicho almidón. Otra solu-
ción sugerida para evitar el problema de la degradación es
10 la descrita en la solicitud de patente estadounidense copen-
diente nº 627.329 de M. Seidman y colaboradores, presentada
el 31 de Marzo de 1967 y titulada "Method for Enzymatically
Hydrolyzing Starch". En esta solicitud de patente copendiente
se propone formar una pasta y adelgazar una suspensión de al-
15 midón conteniendo un enzima, mediante calefacción continua de
la suspensión a una temperatura de 205-230°F (96-110°C) duran-
te un periodo de tiempo suficiente para formar una pasta y
adelgazar la suspensión sin desactivar sustancialmente al en-
zima. La suspensión caliente que contiene el enzima viable
20 residual es después inmediata y continuamente enfriada y de
nuevo adelgazada hasta la viscosidad deseada con el enzima, a
una temperatura de 170-195°F (76,7-90,6°C).

Aunque se han dedicado una gran cantidad de tiempo,
esfuerzo y dinero a evitar el problema de la degradación del
25 almidón (evidenciado por los avances de la técnica anterior),
todavía existe la necesidad de impedir la retrogradación del
almidón en una forma eficiente y económica. El mayor avance
de la técnica para superar el problema de la degradación por
adelgazamiento con enzimas y la vía de sacarificación de en-
30 zimas es solubilizar térmicamente el almidón retrogradado del

421955

- 6 -



1 hidrolizado parcialmente adelgazado seguido de una adición su
plementaria de α -amilasa para compensar el enzima térmicamen-
te desactivado y con ello completar la operación de adelgaza-
5 miento. El producto sacarificado presenta una baja velocidad
de filtración al mismo tiempo que requiere cantidades mayores
de α -amilasa. Tanto las necesidades de equipo como los costes
totales del proceso son aumentados con ello. Las sugerencias
alternativas, que no requieren el uso de costosos enzimas,
10 son generalmente inadecuadas y poco atractivas por diversas
razones tales como la necesidad de un costoso equipo auxiliar,
la ineficacia de la transformación y de los rendimientos recu-
perables y/o la formación de subproductos indeseables y simila-
res.

OBJETOS DE LA INVENCION

15 Un objeto de esta invención es proporcionar un método
mejorado para adelgazar el almidón con α -amilasa, bajo condi-
ciones tales que la cantidad de insolubles y de precursores
de insolubles se mantienen en un nivel mínimo o despreciable.

20 Otro objeto de esta invención es optimizar la activi-
dad enzimática de la α -amilasa en la hidrólisis de los mate-
riales que contienen almidón.

Todavía otro objeto de esta invención es reducir las
necesidades de enzimas para el adelgazamiento y sacarifica-
ción de las sustancias que contienen almidón.

25 Otro objeto de la invención es proporcionar un método
para preparar un jarabe de conversión que posea una rápida
velocidad de filtración.

30 Otro objeto adicional es proporcionar jarabes de con-
versión de alto G.E. que sean fácilmente filtrables y recupe-
rables.

421955



1 Otro objeto de esta invención es reducir el tiempo de transformación necesario para preparar hidrolizados adelgazados.

5 Otro objeto es proporcionar un procedimiento integrado y más eficiente para adelgazar y sacarificar los hidrolizados sin necesidad de apartarse sustancialmente de las condiciones de transformación ni de los requisitos de equipos convencionales.

10 La Figura 1 es un diagrama de flujo esquemático que describe un medio adecuado para preparar el hidrolizado adelgazado y también incluye la preparación y recuperación de los productos de conversión a partir de aquél.

15 La Figura 2 representa el periodo de tiempo y las condiciones de temperatura inmediatamente después del tratamiento inicial de los hidrolizados parciales con α -amilasa, como describen las curvas de temperatura-tiempo de la misma, descritas ahora expresamente.

20 De acuerdo con esta invención, se proporciona un método mejorado de adelgazamiento enzimático de los hidrolizados de almidón a temperaturas menores y en condiciones de transformación suficientes para dar un hidrolizado adelgazado prácticamente exento de almidón retrogradado y de almidón granulado, donde se utilizan menos de unas 40 unidades de α -amilasa por cada 100 g de sólidos hidrolizados del almidón para preparar el hidrolizado adelgazado, cuyo método comprende las operaciones de:

25 (a) hidrolizar parcialmente una suspensión acuosa de almidón mantenida a un pH de 3,6 a 6,5 aproximadamente, mediante calentamiento de la suspensión en condiciones superatmosféricas, a una temperatura de 250°F (121°C) como mínimo,

30

421955



1 durante un periodo de tiempo y bajo condiciones suficien-
tes para proporcionar un hidrolizado parcial de almidón,
caracterizado por estar prácticamente exento de gránulos
de almidón insoluble y con un G.E. inferior a 2,0 y una
5 viscosidad inferior a 20.000 cps;

(b) hidrolizar adicionalmente el hidrolizado parcial de almi-
dón tratándolo inicialmente con α -amilasa en cantidad su-
ficiente para hidrolizar al hidrolizado parcial y permi-
tir que transcurra la hidrólisis del mismo mientras se
10 mantiene el hidrolizado a una temperatura de 200°F (93°C)
como mínimo, durante un periodo de tiempo del orden de
medio minuto o más; y

(c) preparar un hidrolizado adelgazado enfriando el hidroli-
zado a una temperatura comprendida entre 185°F (85°C) co-
15 mo mínimo y menos de 200°F (93°C) y permitir que la α -ami-
lasa continúe hidrolizando al hidrolizado hasta un valor
G.E. superior a 5 aproximadamente y el hidrolizado adel-
gazado obtenido se caracteriza por no formar un color
azul ni púrpura cuando se somete al ensayo del yoduro de
20 almidón.

El azúcar sacarificado o de conversión preparado a
partir del hidrolizado adelgazado de esta invención presenta
unas velocidades de filtración considerablemente aumentadas
25 sobre los azúcares preparados a partir de hidrolizados conven-
cionales adelgazados con enzimas. Las velocidades de filtra-
ción considerablemente aumentadas se obtienen debido a que el
método de adelgazamiento de esta invención proporciona un hi-
drolizado adelgazado donde la cantidad de almidón retrogradado
durante el adelgazamiento y posterior sacarificación del mis-
30 mo se mantiene a un nivel no retrogradado nominal y/o esen-

421955



1 cialmente libre. Como resultado de ello, los jarabes de con-
versión preparados a partir de los hidrolizados adelgazados
están prácticamente exentos de almidón retrogradado. Esta in-
vención optimiza tanto la eficacia de la α -amilasa durante el
5 adelgazamiento de los materiales que contienen almidón como
la de la preparación de enzimas empleada en la sacarificación
de los hidrolizados adelgazados. Por consiguiente, las nece-
sidades de enzima para el adelgazamiento y la posterior saca-
rificación pueden ser reducidas considerablemente mediante es-
10 ta invención. Los hidrolizados adelgazados de esta invención
se obtienen fácilmente a partir de suspensiones acuosas de al-
midón con un alto contenido en sólidos (v.g. 25 a 40 % apro-
ximadamente en peso de sólidos) sin necesidad de una nueva
transformación. Así, los hidrolizados adelgazados de un alto
15 contenido en sólidos pueden ser sometidos directamente a saca-
rificación enzimática para proporcionar un jarabe de conver-
sión de un alto contenido en azúcar. Como los hidrolizados
adelgazados de alto contenido en sólidos pueden ser sometidos
directamente a su sacarificación enzimática, los hidrolizados
20 adelgazados (así como los azúcares sacarificados obtenidos a
partir de los mismos) evitan la necesidad de costosas trans-
formaciones evaporativas y/o costosos equipos auxiliares de
transformación.

25 Los hidrolizados adelgazados preparados de acuerdo
con la invención proporcionan un producto sacarificado de ma-
yor calidad y mejores rendimientos. Los costes de transforma-
ción totales son competitivos con los procesos convencionales
de adelgazamiento con ácido al mismo tiempo que se evitan los
problemas de filtración y retrogradación que hasta ahora han
30 plagado los anteriores procesos de adelgazamiento enzimático.

421955

- 10 -



1 La composición deseada y las características del jarabe de
conversión resultante son más fácilmente controladas median-
te los hidrolizados adelgazados de esta invención. A diferen-
cia de los procesos ácido-enzima, el método de esta invención
5 proporciona un medio para obtener altos rendimientos recupera-
bles de productos de conversión de azúcares sin la simultánea
aparición de subproductos indeseables como HMF, cenizas, agen-
tes colorantes y similares. Los hidrolizados adelgazados pre-
parados de acuerdo con esta invención son adecuados para uso
10 en la preparación de un amplio espectro de productos de con-
versión de azúcares. Se obtienen fácilmente productos de con-
versión de azúcares esencialmente exentos de almidón retrogra-
dado de una composición y un contenido en azúcar determina-
dos empleando el enzima de sacarificación apropiado y las con-
15 diciones necesarias para obtener el jarabe de conversión re-
sultante deseado. Los hidrolizados adelgazados pueden ser em-
pleados, a voluntad, para la preparación de diversos produc-
tos azucarados de conversión tales como azúcares y jarabes
altos en maltosa, jarabes altos y bajos en G.E., jarabes al-
20 tos y bajos en dextrosa y similares, así como productos de
conversión intermedios de los mismos.

PREPARACION DEL HIDROLIZADO PARCIAL

25 En la preparación de los hidrolizados adelgazados de
esta invención, en primer lugar se obtiene un hidrolizado par-
cial caracterizado por un G.E. inferior a 2,0 y esencialmente
exento de gránulos de almidón insolubles. Una suspensión acuo-
sa de almidón preparada por medios convencionales, con un pH,
un contenido en sólidos del almidón y una uniformidad apro-
piados, es un material de partida adecuado para la preparación
30 de los hidrolizados adelgazados de esta invención. La concen-

421955:



1 tración del almidón de la suspensión acuosa de partida puede
variar dentro de límites relativamente amplios (v.g. desde 5
a 50 % aproximadamente). Para reducir al mínimo los costes
de evaporación, las inversiones globales en equipo y los gas-
5 tos de funcionamiento para obtener los productos de azúcar
sacarificados, las suspensiones de almidón de partida emplea-
das en esta invención contienen sólidos del almidón en una
proporción del 25 % en peso como mínimo y preferiblemente al-
rededor del 30 al 40 % en peso de almidón. Las suspensiones
10 acuosas de almidón de concentración mayor (v.g. superior al
40 %) también pueden ser utilizadas pero son más difíciles de
transformar de manera continua. A diferencia de los hidroli-
zados adelgazados preparados por técnicas de adelgazamiento
con ácido, el pH de la suspensión acuosa empleada en la pre-
15 paración del hidrolizado parcial se mantiene dentro de un
intervalo de 3,6 a 6,5 aproximadamente. La viscosidad de los
hidrolizados parciales resultantes aquí preparados es normal-
mente inferior a unos 3000 cps pero superior a unos 200, con-
siguiéndose mejores resultados cuando su viscosidad es infé-
rior a unos 1500 cps¹.

El método de adelgazamiento de esta invención es ade-
cuado para la preparación de hidrolizados adelgazados a par-
tir de diversos materiales que contienen almidón. Los materia-
les conteniendo almidón pueden proceder de diversas fuentes
25 incluídos los almidones prácticamente puros y los materiales
que contienen almidón crudo. Así, pueden utilizarse como ma-
teriales que contienen almidón los almidones purificados y cru

30 1 - Determinada en un viscosímetro "Brockfield" operado a
20 rpm con un husillo nº 1 a 205^oF (96,1^oC) y a un
pH de 7,0.

421955



1 dos procedentes del maíz, trigo, patata, sagú, milo, batata,
tapioca, sorgo, arroz, judías, avena, arrurrú, cebada, sus
mezclas y similares. Análogamente, pueden utilizarse diversas
fracciones de los procesos de molienda en seco y en mojado
5 tales como licores de almidón, maíz completo molido, harinas
de maíz, sémola de cervecero, productos amiláceos del trigo
clasificados neumáticamente, fracción de la molienda de cerea-
les en mojado como corrientes centrifugadas, subcorrientes
clarificadas y suspensiones desprovistas de germen de las co-
10 rrientes de los molinos. La invención es especialmente útil
para obtener hidrolizados adelgazados formados a partir de
preparados comerciales prácticamente puros de almidones granu-
lados no modificados (v.g. gránulos de almidón de maíz no mo-
dificados).

15 Esta invención proporciona un medio para obtener un
hidrolizado parcial a partir de almidones nativos sin necesi-
dad de usar metales alcalinos y alcalino-térreos. La posibili-
dad de obtener un hidrolizado parcial exento de metales alcali-
nos y alcalino-térreos es ventajosa ya que estas cenizas
20 contaminantes son posteriormente separadas del jarabe (v.g.
normalmente mediante resinas cambiadoras de ión) antes de su
venta. Las suspensiones acuosas de almidones nativos, prácti-
camente exentas de aditivos no indígenas (v.g. suspensiones
acuosas de almidón conteniendo menos de 0,003 moles de sus-
25 tancias alcalinas y alcalino-térreas agregadas, como los ace-
tatos, hipofosfatos, lactatos, cloruros, hidróxidos, bicarbo-
natos, carbonatos, citratos de calcio y sodio) pueden ser uti-
lizadas aquí. Ventajosamente, la cantidad de metales alcalinos
y alcalino-térreos de las suspensiones acuosas aquí utilizadas
30 es inferior a 0,002 moles y preferiblemente inferior a unos

421955



1 0,0015 moles.

5 Una etapa preliminar en la preparación de los hidrolizados adelgazados de esta invención es someter una suspensión acuosa de almidón, a un pH de 3,6 a 6,5 aproximadamente, a una temperatura de 250°F (121°C) como mínimo, en condiciones superatmosféricas, durante un periodo de tiempo y bajo condiciones suficientes para obtener el hidrolizado parcial.

10 La presión, las temperaturas, el pH y otras condiciones del proceso que o bien son demasiado severas o demasiado suaves para proporcionar un hidrolizado parcial de las características anteriores (v.g. G.E. inapropiado y contaminado con gránulos de almidón insolubles) dan lugar a un hidrolizado adelgazado inherentemente susceptible a una posterior retrogradación. Se obtiene una eficacia y una facilidad global del proceso considerablemente mejoradas (incluida la sacarificación y la recuperación de azúcar) cuando el hidrolizado parcial ha

15 sido adelgazado hasta un G.E. inferior a 1,0 y su viscosidad oscila entre 400 y menos de 1000 cps aproximadamente. Cuando el G.E. del hidrolizado parcial resultante es inferior a 0,5

20 (habitualmente alrededor de 0,05 a 0,4), se obtienen hidrolizados adelgazados que poseen unas características considerablemente mejoradas sobre los hidrolizados parciales de un mayor valor G.E.

25 La temperatura, la presión y el periodo de tratamiento apropiados para obtener el hidrolizado parcial de esta invención se consiguen tratando la suspensión acuosa en condiciones apropiadas, en un aparato normalmente conocido en la técnica como calentadores de inyección de vapor o hervidor a chorro, en los que se inyecta vapor de agua a presión supe-

30

421955

- 14 -



1 rior a la atmosférica y se mezcla con una suspensión acuosa de
gránulos de almidón en una sección estrechada de un chorro.
Por contacto con el vapor de agua inyectado, los gránulos de
almidón son uniforme e instantáneamente tratados térmicamente
5 bajo condiciones turbulentas, con lo que los gránulos de
almidón son gelatinizados y solubilizados. Los calentadores
de inyección de vapor ilustrativos donde pueden regularse las
presiones, temperaturas y caudales de alimentación para obtener
el hidrolizado parcial deseado están descritos en las pa-
10 tentes estadounidenses 2.805.995, 3.197.337, 3.219.483 y
3.133.836. Se obtienen hidrolizados parciales más uniformemen-
te solubilizados mediante el uso del calentador de inyección
de vapor en combinación con una zona de retención tal como
un serpentín tubular o un tanque presurizado construido para
15 reducir al mínimo la formación de canales de líquido. Pueden
emplearse otros aparatos adelgazantes (v.g. cambiadores de
calor, hervidores homogeneizadores, votators, hervidores
Sizeometer, calderas, etc.) siempre que las condiciones de
tratamiento y transformación sean adecuadamente controladas
20 y proporcionen los hidrolizados parciales aquí descritos.

Las condiciones de transformación necesarias para
obtener el hidrolizado parcial de esta invención dependen en
gran parte del contenido de sólidos, de la naturaleza del al-
midón y del pH de la suspensión acuosa así como de otros fac-
25 tores tales como la presión, la temperatura y el grado de tur-
bulencia empleado en la preparación del hidrolizado parcial.
Para los calentadores de inyección de vapor, generalmente es
deseable operar a presiones relativamente altas (v.g. 55-
100 psi, 3,9-7,0 kg/cm²) en combinación con temperaturas con-
siderablemente superiores a 250°F (121°C) a un pH de 4,0-5,0
30

421955



1 aproximadamente y a un contenido de la suspensión acuosa de
unos 30 a 40% de sólidos secos. Cuando la suspensión acuosa
5 presenta un contenido de sólidos relativamente bajo y un
pH más bajo, los hidrolizados parciales se preparan general-
mente en condiciones menos severas que en el caso de las
suspensiones con más sólidos y un nivel más alto de pH.

Como resulta evidente de todo lo anterior, las condi-
10 ciones particulares de transformación necesarias para obte-
ner un hidrolizado parcial varían considerablemente. Por con-
siguiente, las condiciones del proceso en un tipo de aparato
pueden diferir de las empleadas en otro tipo de aparato dis-
tinto. Utilizando un calentador de inyección de vapor y una
zona de retención, los hidrolizados parciales se preparan ade-
cuadamente bajo las siguientes condiciones ilustrativas:

- 15 (a) una suspensión acuosa con un contenido en sólidos del 25-
40 % en peso,
(b) un pH de la suspensión de 3,6-6,5,
(c) un calentador de inyección de vapor de agua operado a
20 temperaturas y presiones que oscilan respectivamente en-
tre unos 290 y 325^oF (143 y 163^oC) y unas 57 a 96 psi
(4,0 a 6,7 kg/cm²) (absolutos) y
(d) un tiempo de retención de alrededor de 1 a 20 minutos a
25 una temperatura de 250^oF (121^oC) como mínimo, mientras se
mantiene el producto en condiciones de presión superatmos-
férica dentro de la zona de retención.

Se consigue un mayor control del proceso para evitar
la retrogradación y una mayor eficiencia cuando la suspensión
acuosa de un contenido en sólidos del 30 % al 40 % en peso
aproximadamente se somete a un calentador de inyección a cho-
30 rro a una temperatura comprendida entre unos 310^oF (154^oC) y

421955



1 unos 320°F (160°C), una presión del vapor de agua de unas 77
a 90 psi (5,4 a 6,3 kg/cm²) (absolutos), el pH de la suspen-
sión oscila entre 4,0 y 4,5 aproximadamente y el producto se
5 retiene en la zona de retención a una temperatura superior a
250°F (121°C) bajo una presión superatmosférica, durante 4 a
15 minutos adicionales (preferiblemente alrededor de 6 a 10
minutos).

10 Las propiedades del hidrolizado parcial son mejora-
das todavía más cuando el almidón tratado es expulsado de la
zona de retención con el vapor de agua en exceso a través de
un orificio pasándolo a una zona de presión sustancialmente
reducida. Un medio adecuado para conseguir este efecto es ex-
pulsar la pasta de almidón con el exceso de vapor de agua a
15 través de un orificio a una zona mantenida a presión y tempe-
ratura ambiente y después enfriar instantáneamente la pasta.
El exceso de vapor de agua, la intensa acción de cizalla a
través del orificio, unido al enfriamiento brusco de la pasta
(habitualmente a unos 200-212°F, 93-100°C), solubiliza eficaz-
mente al almidón y preacondiciona la pasta de almidón contra
20 una retrogradación posterior.

En la preparación de los hidrolizados parciales de
esta invención, el pH de la suspensión acuosa y su contenido
en sólidos del almidón ejerce efecto sobre su viscosidad. A
un contenido específico en sólidos del almidón, la viscosidad
25 del hidrolizado parcial está relacionada logarítmicamente con
el pH de la suspensión acuosa de almidón a partir de la cual
se prepara. Por ejemplo, la viscosidad Brookfield (a 205°F,
96,1°C) de varias suspensiones acuosas de almidón cocidas a
chorro, conteniendo 30-31 % de sustancia amilácea seca, prepa-
30 radas bajo diferentes condiciones de pH, es la siguiente:

421955

- 17 -



31010

	pH	Husillo nº	rpm	Viscosidad (cps)
1	3,6	2	20	220
	4,0	2	20	420
5	4,5	2	20	750
	5,0	2	10	3000
	5,5	2	5	7500
	6,2	6	20	20000

10 Un hidrolizado parcial con una viscosidad de 20.000
cps o más no puede ser utilizado eficazmente en los procesos
comerciales de adelgazamiento del almidón empleando los aparatos
de adelgazamiento convencionales. Aunque la viscosidad
del hidrolizado parcial resultante puede ser reducida utilizando
una suspensión acuosa de almidón con un menor contenido
 15 de sólidos amiláceos, es especialmente deseable, en un proceso
comercial, preparar un hidrolizado parcial con más del
25 % en peso de sólidos amiláceos y especialmente un hidrolizado
que contenga más del 30 % de sólidos. Así, si se desea
utilizar inicialmente una suspensión acuosa con un contenido
 20 en sólidos del almidón de 30-31 %, el pH al cual se prepara
debe ser inferior a 6,0 mientras que se consiguen ventajas de
transformación e hidrolizados adelgazados considerablemente
mejorados cuando el pH es inferior a 5,5 (v.g. 7500 cps). Un
pH de transformación inferior a 5,0 proporciona unos hidrolizados
 25 parciales especialmente adecuados para la práctica de
esta invención.

TRATAMIENTO INICIAL CON α -AMILASA

30 En esta invención, es esencial que un hidrolizado
 parcial de un G.E. inferior a 2,0 sea inicialmente tratado e
 hidrolizado con α -amilasa a una temperatura de 200°F (93°C)

421955



1 como mínimo. Generalmente, es indeseable tratar inicialmente
al hidrolizado parcial con α -amilasa a temperaturas y bajo
condiciones del proceso que desactiven sustancialmente al en-
zima a temperaturas elevadas (v.g. alrededor de 230°F, 110°C);
5 el hidrolizado parcial inicialmente tratado debe ser enfriado
rápidamente a una temperatura menor para evitar la desactiva-
ción térmica del enzima. La etapa de tratamiento previo ini-
cial con α -amilasa a la temperatura elevada proporciona un
hidrolizado parcial donde la α -amilasa puede eficazmente adel-
10 gazar más al hidrolizado sin retrogradación. Unas condiciones
del proceso inadecuadas después de la formación del hidroli-
zado parcial pero antes del tratamiento inicial con α -amilasa
pueden alterar suficientemente al hidrolizado parcial de ma-
nera que no posea las propiedades necesarias para inhibir y
15 evitar la retrogradación. Así, después de la formación del hi-
drolizado parcial deseado, pero antes de la adición de la
 α -amilasa, pueden mantenerse las condiciones del proceso pa-
ra preservar el carácter del hidrolizado parcial.

20 Un medio eficaz para preservar el carácter del hidro-
lizado parcial es terminar o retrasar la hidrólisis antes del
tratamiento inicial con α -amilasa. La terminación o retraso
de la velocidad de hidrólisis puede ser controlada eficazmen-
te enfriando el hidrolizado parcial a menos de 212°F (100°C)
y ajustando el pH del mismo dentro de un intervalo de 5,8 a
25 8,5. El enfriamiento del hidrolizado parcial puede realizarse
fácilmente evaporando bruscamente el producto a la presión
atmosférica. El ajuste del pH puede efectuarse inmediatamente
antes o después de enfriar el hidrolizado parcial a una tem-
peratura inferior a 212°F (100°C). Sin embargo, se ha encon-
30 trado que la forma más eficaz para terminar o retrasar la

421955



1 hidrólisis es efectuar el ajuste del pH inmediatamente antes
de enfriar mientras que el hidrolizado parcial se mantiene a
una temperatura superior a 250°F (121°C) bajo presiones su-
peratmosféricas. Cualquier base neutralizante que no inhiba
5 significativamente la actividad enzimática de la α -amilasa
(v.g. bases de neutralización alcalinas y alcalino-térreas
como hidróxido sódico, carbonatos y bicarbonatos de sodio y
calcio, hidróxido cálcico, etc.) puede emplearse para ajustar
el pH dentro del intervalo apropiado. Si se utilizan sales
10 o álcalis distintos de los iones calcio para ajustar el pH,
deben incorporarse las cantidades convencionales de iones cal-
cio al hidrolizado parcial para mantener la máxima viabilidad
del enzima. El objeto de proporcionar un hidrolizado parcial
que posea las propiedades previamente requeridas antes mencio-
15 nadas es conseguir un substrato que pueda ser eficazmente hi-
drolizado por la α -amilasa manteniendo al mismo tiempo su ca-
rácter de hidrolizado único.

Con objeto de obtener los hidrolizados adelgazados
únicos de esta invención, es necesario hidrolizar más el hi-
20 drolizado parcial tratándolo inicialmente con α -amilasa (v.g.
normalmente por lo menos una proporción mayoritaria de las
necesidades totales de adelgazamiento con α -amilasa) en con-
diciones de pH conducentes a la hidrólisis del mismo mientras
se permite que la hidrólisis transcurra a una temperatura de
25 200°F (93°C) como mínimo. Este tratamiento inicial no solamen-
te impide la retrogradación subsiguiente sino que también pro-
porciona un medio para reducir significativamente las necesi-
dades totales de enzima. Si el hidrolizado parcial en esta fa-
se del proceso es simplemente enfriado a las temperaturas de
30 adelgazamiento convencionales, (v.g. alrededor de 175 a 190°F,

421955



1 79 a 88°C) y adelgazado, el producto adelgazado resultante presentará una retrogradación significativa y requerirá cantidades excesivas de α -amilasa y/o de enzimas de conversión.

5 El periodo de tiempo durante el cual el hidrolizado parcial es inicialmente tratado con la α -amilasa por encima de 200°F (93°C) dependerá en gran parte de la temperatura del medio de hidrólisis enzimática. En general, el tiempo de retención del tratamiento inicial con α -amilasa a 200-212°F (93-100°C) oscilará entre unos 0,5 minutos y unos 25 minutos.

10 Puede utilizarse un periodo de retención superior a 25 minutos durante este tratamiento inicial con α -amilasa sin retrogradar al hidrolizado siempre que se encuentre presente una cantidad efectiva del enzima para completar su adelgazamiento. Así, pueden emplearse unas temperaturas de hidrólisis inicial con

15 α -amilasa relativamente altas (v.g. 2 minutos a 209°F, 98°C, o más, 4 minutos a 207°F, 97°C, y/o 6 minutos a 205°F, 96°C, o más) junto con un aumento de las necesidades de α -amilasa sin afectar adversamente a la capacidad de filtración del producto resultante. Sin embargo, estos periodos excesivos de

20 tratamiento inicial presentan tendencia a desactivar al enzima y aumentar la cantidad total de enzima necesaria para obtener el hidrolizado adelgazado. En el límite superior de temperaturas (v.g. alrededor de 210°F, 99°C), será suficiente un tiempo de retención de unos 30 a 90 segundos mientras que a

25 unos 201°F (94°C), normalmente se requieren de unos 15 a unos 25 minutos. Para conservar la cantidad de enzima requerida para hidrolizar al hidrolizado parcial, manteniendo al mismo tiempo el carácter mejorado del hidrolizado adelgazado, es ventajoso efectuar la hidrólisis a temperaturas superiores a

30 206°F, 205°F y 204°F (97°C, 96°C y 95,5°C) respectivamente,

421955

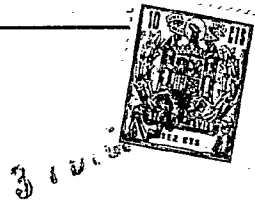


1 durante no más de 2, 6 y 10 minutos. Los efectos de las tempe-
raturas controladas sobre las propiedades de sacarificación
de los hidrolizados adelgazados están presentados con más de-
talle en los ejemplos.

5 La α -amilasa con la que se trata inicialmente el hi-
drolizado parcial y se hidroliza posteriormente dentro del in-
tervalo de temperatura de unos 200°F (93°C) como mínimo hasta
unos 212°F (100°C) es en el caso más preferido una α -amilasa
que presenta estabilidad térmica a las temperaturas y periodos
10 de tiempo necesarios para obtener el hidrolizado adelgazado
de esta invención. En general, pueden utilizarse los prepara-
dos de α -amilasa que son una α -amilasa termoestable capaz de
retener el 75 % de su actividad licuefactora del almidón du-
rante 1 hora a temperaturas de 170-190°F (77-88°C) bajo las
15 condiciones de pH óptimas para el enzima específico. Pueden
utilizarse preparados termoestables a partir de microorganismos
como bacterias (v.g. Bacillus subtilis), hongos (v.g. Aspergillus oryzae),
plantas superiores (v.g. cebada) y fuentes animales.

20 Aunque pueden emplearse preparados de α -amilasa im-
puros, se utilizan ventajosamente los preparados enzimáticos
purificados debido a que el adelgazamiento y posterior sacari-
ficación y recuperación de los mismos son más fácilmente con-
trolables. Los preparados de α -amilasa ilustrativos son los
25 enzimas bacterianos como "Takamine HT-1000" y "Tenase" (Miles
Laboratories), "Rhozyme H-39" (Rohm & Haas) y "Ban 120"
(Novo Industri) y preparados fúngicos de α -amilasa como
"Clarase" (Miles Laboratories). Como las operaciones de adel-
gazamiento se realizan a temperaturas altas y durante periodos
30 de tiempo conducentes a la inactivación del enzima, los re-

421955



1 quisitos mínimos de enzima se consiguen mejor utilizando pre-
parados bacterianos de α -amilasa.

La cantidad de enzima con la que es tratado inicial-
mente el hidrolizado parcial puede variar considerablemente.

5 Como las operaciones del proceso preliminares antes de las
etapas de tratamiento inicial con enzima y adelgazamiento
posterior (que se describirán con más detalle más adelante)
impiden la retrogradación, la cantidad mínima de preparado

10 de enzima necesaria para adelgazar al hidrolizado es consi-
derablemente menor que la requerida por los procesos conven-
cionales de adelgazamiento por enzimas. Si se desea, pueden
utilizarse cantidades enzimáticas de α -amilasa superiores a

15 las necesarias para adelgazar adecuadamente al hidrolizado
sin afectar adversamente a las características de filtración
de los productos sacarificados preparados a partir del mismo
(v.g. puede desearse aumentar la velocidad de adelgazamiento).

20 En comparación con los procedimientos de adelgazamiento por
enzimas convencionales, se ha encontrado que el método de
adelgazamiento de esta invención reduce considerablemente las
necesidades de α -amilasa (v.g. alrededor del 25 al 50 % o más).

Como es sabido en la técnica, las necesidades de en-
zima calculadas sobre una base en peso no constituyen un me-
dio preciso para calcular la cantidad de enzima necesaria.

25 Por lo tanto, es mejor expresar la cantidad de enzima requeri-
da como unidades de actividad enzimática por gramo de almidón
sobre la base de un peso seco. Una unidad de α -amilasa, tal
como se emplea aquí, se define como la cantidad que licúa a

30 20 g de almidón de maíz perla de calidad comercial en una sus-
pensión acuosa de almidón al 10 % en peso, b.s.s., a 75°C y
a un pH de 6,3 en 15 minutos para formar un hidrolizado líqui-

421955

31 DIC.



1 do del que una muestra de 50 ml presenta un tiempo de fluidez
de 40 segundos a través de una pipeta normalizada de 50 ml.
Con fines de referencia, las actividades aproximadas de los
5 preparados de α -amilasa bacterianos representativos para el
método normalizado son las siguientes:

Enzima	Actividad, unidades/g de enzima, S.S.
Rhozyme H-39 (Rohm & Haas)	650
Ban 120 (Novo Industri)	250
Tenase (Miles Laboratories)	275
10 Takamine HT-1000 (Miles Laboratories)	460

15 La cantidad de α -amilasa necesaria para adelgazar
un hidrolizado de almidón depende fundamentalmente de la can-
tidad de sólidos del hidrolizado de almidón. Un mayor conteni-
do de sólidos requiere una cantidad mayor de α -amilasa. En
general, las necesidades de α -amilasa utilizada en la etapa
de tratamiento previo inicial y en el posterior adelgazamien-
to de acuerdo con esta invención es la cantidad efectiva y
suficiente para formar un hidrolizado adelgazado esencialmente
20 no retrogradado. Normalmente, la cantidad total de α -amilasa
necesaria para obtener un hidrolizado adelgazado será mayor
de unas 5,0 unidades de α -amilasa por cada 100 g de sólidos
secos del hidrolizado de almidón. Si se desea, pueden emplear-
se cantidades en exceso de α -amilasa (v.g. 50 unidades o más)
25 para aumentar la velocidad de hidrólisis. Estas cantidades en
exceso son normalmente innecesarias debido a que aumentan los
costes de enzima y los problemas de filtración resultantes de
las impurezas del preparado enzimático, tales como materias
30 proteicas y similares. Para la mayoría de las transformacio-
nes comerciales de los hidrolizados adelgazados de esta in-

421955



1 vención, la cantidad de α -amilasa necesaria para obtener el
hidrolizado adelgazado deseado oscilará aproximadamente entre
10 y 40 unidades por 100 g de sólidos del hidrolizado de al-
midón, siendo preferida una cantidad comprendida entre 15 y
5 30 unidades aproximadamente. Se consiguen unas reducciones
significativas en las necesidades totales de α -amilasa, en la
eficiencia de la transformación y en la calidad del producto
cuando se agrega por lo menos una porción mayoritaria de la
 α -amilasa necesaria inicialmente al hidrolizado parcial den-
10 tro del intervalo de 200-212°F (93-100°C). Se consiguen nue-
vos beneficios cuando se incorpora más del 75 % de la α -amila-
sa total necesaria para el adelgazamiento e inicialmente se
trata con el hidrolizado parcial y preferiblemente cuando se
agrega prácticamente la totalidad (95 % o más) de la α -amila
15 sa al hidrolizado parcial a una temperatura comprendida en-
tre 200 y 212°F (93 y 100°C).

HIDROLISIS DESPUES DEL TRATAMIENTO INICIAL CON
 α -AMILASA

20 Después del tratamiento inicial del hidrolizado par-
cial con α -amilasa dentro de un intervalo de temperatura de
200-212°F (93-100°C), se prepara el hidrolizado adelgazado en-
friándolo a una temperatura comprendida entre 185°F (85°C)
como mínimo y menos de 200°F (93°C). Después se deja que la
 α -amilasa hidrolice todavía más al hidrolizado hasta un G.E.
25 de alrededor de 5,0 ó más. Para evitar la retrogradación y
optimizar la eficiencia de los enzimas hidrolizantes, lo más
adecuado es completar el adelgazamiento por enzimas empleando
por lo menos dos etapas discontinuas de disminución de las
30 temperaturas de adelgazamiento. Una multiplicidad de tanques
de adelgazamiento en serie, mantenidos respectivamente a una

421955

- 25-



1 temperatura progresivamente más baja que la del tanque de
adelgazamiento anterior proporcionará un medio para reducir
por incrementos las temperaturas de adelgazamiento. Para la
5 fase intermedia normalmente serán suficientes unas tempera-
turas comprendidas entre unos 190 y 200°F (88 y 93°C) duran-
te un periodo de tiempo de unos 30 a 90 minutos. Después pue-
de completarse el adelgazamiento empleando unas temperaturas
de adelgazamiento de 185 a 195°F (85 a 90°C) durante 1 a 6
10 horas. La velocidad a la cual es adelgazado el hidrolizado
dependerá de la concentración de sólidos en el mismo, del
tiempo y de las temperaturas de adelgazamiento así como de
las unidades de enzima α -amilasa empleadas. Por ejemplo, un
hidrolizado adelgazado con un G.E. de 7 a 13 aproximadamente
y prácticamente libre de retrogradación puede obtenerse adel-
15 gazando el hidrolizado con un contenido en sólidos del 32 %
empleando 25 unidades de α -amilasa, durante 1 hora aproxima-
damente, a una temperatura de unos $196 \pm 2^\circ\text{F}$ ($91 \pm 1^\circ\text{C}$) (es
decir, en la fase de adelgazamiento intermedia) seguido de
un adelgazamiento adicional a $190 \pm 2^\circ\text{F}$ ($88 \pm 1^\circ\text{C}$) durante
20 1 a 3 horas aproximadamente en la fase final.

Como ya se ha indicado, las condiciones del proceso
subsiguiente después del tratamiento inicial con α -amilasa
(v.g. en el intervalo de 200-212°F (93-100°C)) ejercerán un
efecto pronunciado sobre el hidrolizado adelgazado resultan-
25 te y los productos sacarificados preparados a partir del mis-
mo. En general, se ha encontrado que se obtienen unas reduc-
ciones considerables del residuo en los jarabes de conver-
sión preparados a partir de los hidrolizados adelgazados cuan-
do se deja que la hidrólisis transcurra a temperaturas supe-
30 riores a 190°F (88°C) durante un periodo de tiempo de 5 minu-

421955

- 26 -



1 tos como mínimo o más. Dejando que la hidrólisis prosiga a
temperaturas de 190°F (88°C) como mínimo durante 10 minutos
o más (preferiblemente 15 a 25 minutos), se obtienen aquí
5 unos jarabes de conversión que contienen menos del 0,5 %
de residuos amiláceos. La velocidad a la cual se deja prose-
guir la hidrólisis dentro del intervalo de temperatura de
185-212°F (85-100°C) también ejerce un efecto pronunciado so-
bre el carácter del hidrolizado adelgazado. Unas disminu-
10 ciones rápidas y sustanciales de la temperatura (v.g. una dismi-
nución de 10°F (5,5°C) en menos de 1 minuto aproximadamente)
suelen aumentar el contenido de residuos en el jarabe de con-
versión. Empleando unas reducciones de temperatura graduales
o discontinuas después de iniciada la hidrólisis con α -amila-
15 sa dentro del intervalo de 200-212°F (93-100°C), los hidroli-
zados adelgazados resultantes generalmente presentan unas
propiedades de sacarificación considerablemente mejoradas en
comparación con los hidrolizados adelgazados preparados con
reducciones de temperatura más intensas. Las reducciones de
20 temperatura por incrementos pueden efectuarse por etapas co-
mo ya se ha mencionado (v.g. discontinuamente, teniendo cada
lote una temperatura progresivamente inferior) o por reduc-
ción gradual y continua de la temperatura de hidrólisis. Aun-
que unas reducciones graduales medias de la temperatura in-
25 feriores a 2°F (1,1°C)/minuto (v.g. durante los primeros
10 minutos después de la α -amilasa inicial) mejorarán las
propiedades de sacarificación de los hidrolizados adelgaza-
dos, con unas reducciones medias de la temperatura por incre-
mentos (dentro del intervalo de 190-212°F, 88-100°C) del or-
den de 0,5°F (0,27°C)/minuto (preferiblemente inferiores a
30 alrededor de 0,25°F (0,13°C)/minuto)) mejorarán todavía más

421955



1 las propiedades de los hidrolizados adelgazados aquí prepa-
rados. Programando cuidadosamente la velocidad de reducción
de la temperatura en el intervalo de 190-212°F (98-100°C),
5 las necesidades de α -amilasa pueden reducirse a un mínimo
dentro de unos límites de unas 10 a 15 unidades por 100 g de
sólidos secos del hidrolizado.

SACARIFICACION DE LOS HIDROLIZADOS ADELGAZADOS

10 Después del adelgazamiento, el hidrolizado adelga-
zado se ajusta a las condiciones óptimas de pH y temperatu-
ra para la sacarificación por enzimas con objeto de obtener
el jarabe de conversión deseado. Según el jarabe de conver-
sión deseado, la α -amilasa presente en el hidrolizado adel-
15 gazado puede ser inactivada o retenida para facilitar y/o
complementar la actividad de los preparados enzimáticos de
sacarificación. Los hidrolizados adelgazados preparados de
acuerdo con esta invención se encuentran en una forma no re-
trogradada e inherentemente evitan la retrogradación bajo
20 las condiciones de sacarificación enzimática. Los jarabes de
conversión preparados a partir de los hidrolizados adelgaza-
dos de esta invención presentan una velocidad de filtración
considerablemente aumentada en comparación con los jarabes
preparados a partir de hidrolizados adelgazados con enzimas
por los métodos convencionales. Las velocidades de sacarifi-
25 cación y los rendimientos resultan aumentados mientras que
las necesidades de enzimas sacarizantes resultan reducidas
empleando los hidrolizados adelgazados de esta invención.

30 Los productos de conversión azucarados, esencialmen-
te exentos de almidón retrogradado, de una composición y un
contenido en azúcares predeterminados, se obtienen fácilmente

421955



1 a partir de los hidrolizados adelgazados empleando los enzi-
mas y las condiciones de sacarificación apropiados necesari-
5 os para obtener los productos deseados. Por consiguiente,
pueden utilizarse las condiciones y los preparados enzimáti-
cos de sacarificación convencionales para obtener unos pro-
ductos formados por azúcares de conversión que contienen la
composición deseada de constituyentes del jarabe de maíz,
como dextrosa, dextrinas, maltosa, maltodextrina, y polisacá-
ridos de peso molecular alto y bajo.

10 Los hidrolizados adelgazados de esta invención son
especialmente adecuados para uso como sustrato en la forma-
ción de jarabes de conversión de dextrosa. En la preparación
de estos jarabes de conversión de dextrosa, puede emplearse
cualquier preparado de glucoamilasa capaz de sacarificar a
15 los hidrolizados adelgazados convencionales a dextrosa. Los
preparados de glucoamilasa ilustrativos (frecuentemente deno-
minados amiloglucosidasas) comprenden los de los géneros
Aspergillus, Clostridium, Mucor y Rhizopus. Estos prepara-
dos de glucoamilasa que han sido refinados o modificados pa-
20 ra alterar la actividad de transglucosilosa son especialmen-
te adecuados para uso cuando se desea obtener un jarabe de
conversión con un alto contenido en dextrosa. Las condiciones
de sacarificación y/o los preparados de glucoamilosa ilus-
trativos que retrasan la actividad de la transglucosilasa es-
25 tán descritos en las patentes estadounidenses núms. 2.881.115,
2.893.921, 3.012.944, 2.967.805, 2.970.086, 3.329.578,
3.197.338, 3.137.639, 3.067.108, 3.303.102, 3.047.471,
3,039.936, 2.967.804, etc. Si se desea, pueden utilizarse
30 otros enzimas como la amilo-1,6-glucosidasa (v.g. R-enzimas,
isoamilasa, pululanasa, etc.) para facilitar la conversión



1 de los hidrolizados adelgazados en dextrosa.

5 La cantidad de glucoamilasa empleada para sacarificar al hidrolizado adelgazado a dextrosa depende de muchos factores tales como: (1) potencia de la preparación enzimática, (2) condiciones de sacarificación (v.g. temperatura, contenido de sólidos, pH, etc.), (3) tiempo de conversión deseado y (4) precios de coste del enzima y de la transformación, etc. Empleando cantidades convencionales del preparado de glucoamilasa, se ha encontrado que el tiempo de conversión total necesario para obtener el jarabe deseado es reducido considerablemente utilizando los hidrolizados adelgazados de esta invención (v.g. se obtiene una reducción del tiempo de conversión del orden del 20 al 30 %). Análogamente, se observa una reducción sustancial de las necesidades de enzima sacarificante utilizando las condiciones de sacarificación y los tiempos de conversión convencionales en combinación con una dosis reducida de glucoamilasa. Según el objetivo deseado, normalmente se obtienen unos jarabes de conversión con un contenido en dextrosa (sobre la base del peso seco de sólidos) que oscila entre 90 y 96 % en peso aproximadamente, por sacarificación del hidrolizado adelgazado con alrededor de 500 a 1000 unidades del preparado de glucoamilasa por cada 100 g de sólidos del hidrolizado adelgazado. Para los jarabes de conversión de un G.E. y/o un contenido en dextrosa más bajos, puede emplearse un número menor de unidades de glucoamilasa y/o un tiempo de conversión más corto.

25 Utilizando el preparado de glucoamilasa deseado, el hidrolizado adelgazado se ajusta a un pH y una temperatura óptimos y se deja que transcurra la sacarificación hasta que se completa. Las temperaturas de sacarificación ilustrativas

30

421955



1 (que dependen del preparado de glucoamilasa) oscilarán entre
120 y 160°F (49 y 71°C), siendo la temperatura óptima para la
mayoría de los preparados de glucoamilasa de 130-145°F (54-
5 63°C). Análogamente se emplean unos valores del pH de la sa-
carificación convencionales para el enzima sacarificante
(v.g. alrededor de 3,8 a 5,0 pero más generalmente alrededor
de 4,0 a 4,3). Bajo las condiciones apropiadas, puede alcan-
zarse el grado deseado de sacarificación dentro de un periodo
de tiempo de unas 30 a 100 horas, siendo ventajosamente utili-
10 zado un tiempo de conversión de unas 60 a 72 horas para com-
pletar la conversión.

Los hidrolizados adelgazados de la invención también
son adecuados para obtener jarabes de conversión de un conte-
nido predeterminado y limitado en dextrosa, con un contenido
15 relativamente alto de azúcar y/u oligosacárido fermentables.
Pueden prepararse jarabes de conversión especiales (como los
descritos en la patente estadounidense nº 3.137.639 de T.L.
Rurst y colaboradores) mediante un sistema enzimático consti-
tuido por diastasa (v.g. β -amilasa con o sin α -amilasa) y
20 glucoamilasa a partir del hidrolizado adelgazado. Análogamen-
te, pueden obtenerse jarabes de conversión con un mayor con-
tenido en maltosa y/u oligosacárido con un contenido limitado
en dextrosa (v.g. menos del 25 % y preferiblemente menos del
10 %) a partir de los hidrolizados adelgazados, con un prepa-
25 rado enzimático constituido por diastasa (v.g. α -amilasa y/o
 β -amilasa fúngicas) y amilo-1,6-glicosidasa (v.g. R-enzima,
isoamilasa, pululanasa, etc.). De forma similar, pueden pre-
pararse jarabes de maíz con una composición diversa de dextri-
na, maltodextrina, polisacáridos superiores e inferiores, mal-
30 tosa y dextrosa con un G.E. de 18-35 aproximadamente (v.g.

421955



1 α -amilasa) para hidrolizar parcialmente al hidrolizado par-
cial. En las condiciones comerciales de transformación de los
jarabes, los hidrolizados adelgazados de esta invención per-
miten a los productores de jarabes de conversión preparar un
5 jarabe con una composición en azúcares más uniforme y constan-
te en comparación con los jarabes obtenidos a partir de los
hidrolizados adelgazados convencionales.

El hidrolizado adelgazado también permite a los pro-
ductores de jarabes comerciales preparar jarabes de conver-
10 sión en condiciones de transformación más suaves (v.g. con
 α -amilasa y β -amilasa fúngicas) que presentan una actividad
óptima a valores más bajos del pH (4,5 a 5,0) en compara-
ción con los jarabes adelgazados con ácido que requieren unos
pH de 5,5 a 6,0 para presentar la máxima actividad.

15 Reparto de las proteínas insolubles a partir de los hi-
drolizados adelgazados

En la molienda en mojado convencional de las sustan-
cias cereales que contienen almidón, normalmente primero se
separan la cascarilla y el germen de los constituyentes ami-
20 láceos y proteínáceos de los granos. Entonces se obtienen al-
midones comerciales prácticamente puros separando el almidón
de los constituyentes proteínáceos. Desgraciadamente, el almi-
dón y el material proteínáceo son difíciles de separar. Para
aumentar la eficacia de esta separación, normalmente se espe-
25 sa la corriente del molino (habitualmente denominada "espe-
samiento de la corriente del molino") antes de intentar sepa-
rar la proteína o gluten del almidón. Normalmente se separa
una porción mayoritaria del almidón y gluten del almidón en la
estación de separación primaria de almidón-gluten. Una canti-
30 dad comercialmente interesante del almidón y el gluten queda



421955

1 sin separar como fracción de almidón-gluten después de la se-
paración primaria. Los molinos en mojado normalmente utilizan
una pluralidad de etapas de separación, como filtración, cen-
trifugación, etc., para fraccionar todavía más estas fraccio-
5 nes de almidón-gluten. Esta pluralidad de etapas de separa-
ción da lugar a numerosas corrientes de molino que contienen
almidón como constituyente principal y cantidades variables
de materiales proteináceos solubles y/o insolubles. Una can-
tidad sustancial del almidón purificado recuperado es utili-
10 zada convencionalmente en la mayoría de los molinos en mojado
para preparar hidrolizados de almidón y productos de conver-
sión siruposos. En los molinos en mojado, sería económicamen-
te ventajoso utilizar directamente las corrientes de molino
de almidón conteniendo cantidades sustanciales de proteínas
15 insolubles o los productos finales amiláceos altos en proteí-
nas.

Volviendo al método de adelgazamiento de esta inven-
ción, se proporciona un método para separar los constituyen-
tes proteicos insolubles de los hidrolizados de almidón. La
20 separación de la proteína insoluble del hidrolizado adelga-
zado utiliza adecuadamente como material de partida una com-
posición de almidón-gluten, como la de las corrientes de mo-
lino, que contiene almidón como constituyente principal y una
cantidad sustancial de un material protéico insoluble (v.g.
25 alrededor de 0,5 a 20 % en peso de proteínas sólidas inso-
lubles). Este aspecto de esta invención es aplicable a los
almidones crudos que han sido sometidos a un espesamiento de
la corriente del molino así como a las corrientes no espesa-
das.

30



1 De acuerdo con las enseñanzas de esta memoria, la
separación de las proteínas insolubles de los hidrolizados
adelgazados comprende las operaciones de preparar el hidroliza-
do parcial, tratar inicialmente el hidrolizado parcial con
5 α -amilasa a 200-212°F (93-100°C), hidrolizar todavía más el
hidrolizado para obtener un hidrolizado adelgazado y poste-
riormente separar la proteína insoluble del almidón hidroliza-
do. Por consiguiente, primero se prepara un hidrolizado par-
cial de almidón-gluten donde la porción de almidón se carac-
10 teriza por estar esencialmente exenta de gránulos de almidón
y tener un G.E. inferior a 2,0. Si el hidrolizado parcial con-
tiene una cantidad importante de material proteínáceo soluble
en agua (v.g. más de alrededor del 0,05 % sobre el peso total
seco de sólidos de almidón-proteína), el material proteínáceo
15 soluble en agua en general afectará adversamente a las etapas
de refinado posteriores necesarias para obtener el jarabe de
conversión comercial deseado. Las corrientes de molino que con-
tienen desde alrededor de 0,5 % en peso de proteínas insolubles en
agua (v.g. proteínas con una solubilidad inferior a 0,05 g
20 en 100 ml de agua a un pH de 4,5 y una temperatura de 35°C)
a menos de alrededor del 20 % en peso de proteína sobre la ba-
se del peso seco total de sólidos son ventajosamente utiliza-
das como materia prima. Las condiciones de pH utilizadas
de acuerdo con esta invención son generalmente las que mantie-
25 nen al material proteínico en estado insoluble. Se consigue
una mayor facilidad de transformación y separación del mate-
rial proteínico insoluble manteniendo el pH dentro de un in-
tervalo de 4,0 a 5,0 aproximadamente (es decir, dentro del
intervalo isoeléctrico) antes del tratamiento inicial del hi-
30 drolizado con α -amilasa.



421955

1 Dentro del intervalo de temperaturas de 200-212°F
(93-100°C), el hidrolizado parcial es tratado inicialmente
5 con α -amilasa. Después se deja que la α -amilasa continúe hi-
 drolizando al hidrolizado parcial de acuerdo con esta inven-
 ción. En cualquier momento después de haber progresado la hi-
 drólisis hasta un punto tal que el medio hidrolizado está
 esencialmente exento de almidón (v.g. mediante el ensayo co-
 rriente con yoduro de almidón), puede separarse el material
 proteínico insoluble del hidrolizado de almidón. Para separar
10 el material proteínico insoluble en agua del hidrolizado pue-
 den utilizarse los métodos y aparatos convencionales para se-
 parar sustancias insolubles de soluciones acuosas, como fil-
 tración, centrifugación, flotación y similares.

15 La operación de separación puede efectuarse en cual-
 quier momento después de que el medio hidrolizado está esen-
 cialmente exento de moléculas de almidón. La fase particular
 en la cual se separa el material proteínico insoluble del
 hidrolizado de almidón dependerá en gran parte de la fase más
 ventajosa para su separación. Por consiguiente, si se desea
20 obtener un hidrolizado adelgazado constituido fundamental-
 mente por polisacáridos y oligosacáridos relativamente altos,
 la etapa de separación se efectúa normalmente inmediatamente
 después de haber preparado el producto hidrolizado deseado.
 Cuando se desea preparar un jarabe de conversión azucarado,
25 la separación puede efectuarse después de la preparación del
 hidrolizado adelgazado deseado o después de su sacarifica-
 ción.

30 En general, los materiales proteínicos insolubles
 recuperados mediante esta invención presentan propiedades
 mejoradas en comparación con las proteínas que se recuperan



421955

1 por métodos convencionales. Los productos protéicos recupe-
rados poseen prácticamente las mismas características quími-
cas y físicas que la proteína insoluble inicialmente some-
tida al método de separación. Por lo tanto, se consigue un
5 método de recuperación de las proteínas sin alterar ni degra-
dar sus propiedades interesantes. Las proteínas insolubles
recuperadas son adecuadas para uso como proteínas alimentici-
as de gran calidad.

10 Debido a las excelentes características de filtra-
ción de los hidrolizados adelgazados de este invento, el ma-
terial proteínico insoluble es fácilmente separado y lavado
del hidrolizado adelgazado por técnicas convencionales de
filtración, sin necesidad de más de una etapa de separación.
Los rendimientos recuperables de proteínas insolubles son
15 prácticamente idénticos a los de insolubles en la corriente
de molino.

COMPENDIO

20 El diagrama de flujos de la Figura 1 presenta un com-
pendio esquemático de una forma preferida de puesta en prác-
tica de esta invención. En la Figura 1, se prepara una sus-
pensión acuosa de gránulos de almidón (1) y se cuece a va-
por (2) a una temperatura superior a 250°F (121°C) bajo pre-
siones superatmosféricas (v.g. en un hervidor de chorro). El
almidón cocido se transfiere después a una zona de retención
25 (3) y se mantiene a temperaturas y presiones elevadas durante
un periodo de tiempo suficiente para solubilizar completa-
te al almidón y obtener un producto prácticamente exento de
gránulos de almidón. Se acaba la hidrólisis del almidón re-
sultante y se mantiene el estado solubilizado neutralizando
30 (4) el hidrolizado parcial con una base y enfriando instan-

421955



1 táneamente (5) el hidrolizado parcial hasta una temperatu-
 ra de 200-212°F (93-100°C). El hidrolizado parcial resultan-
 te (6), con un G.E. inferior a 1,0 y esencialmente exento de
 gránulos de almidón, es después tratado inicialmente con
 5 α-amilasa (7) a una temperatura de 200-212°F (93-100°C). Des-
 pués del tratamiento inicial con α-amilasa, el hidrolizado
 se enfría gradualmente (8) bajo condiciones suficientes para
 obtener un hidrolizado adelgazado (9) esencialmente exento
 de almidón retrogradado. El hidrolizado adelgazado resultan-
 te (9) se somete después adecuadamente a unas condiciones de
 10 sacarificación apropiadas (10) con lo que se obtiene el ja-
 rabe de conversión deseado (11). Este jarabe de conversión
 (11) se filtra después (12) y se recupera el producto de
 conversión (13).

15 Los siguientes ejemplos son simplemente ilustrativos
 y no deben ser considerados como limitativos del alcance de
 la invención.

EJEMPLO 1

A. Preparación del hidrolizado parcial

20 Se prepara una suspensión acuosa de 18°Be de almidón
 de maíz no modificado, a un pH de 4,2. La suspensión se bom-
 bea a una velocidad de 2,5 galones (9,5 litros) por minuto a
 través de un calentador de inyección de vapor del tipo des-
 crito en la patente estadounidense nº 3.101.284, operado a
 25 317°F (158°C) bajo vapor de agua a 75 psi (5,3 kg/cm²) (abso-
 lutos). La corriente pastosa resultante se mantiene en una
 tubería trasera conectada al calentador de vapor, a unos
 317°F (158°C) y 75 psi (5,3 kg/cm²) durante 8 minutos. Inme-
 diatamente antes de descargar la pasta en un enfriador ins-
 30 tantáneo a vacío, se neutraliza a un pH de 6,5 con solución

421955



1 de hidróxido cálcico 3,1 M. Después la pasta neutralizada
se enfría instantáneamente a una temperatura de unos 210°F
(99°C). El hidrolizado parcial resultante está esencialmente
5 exento de gránulos de almidón y de almidón retrogradado. La
viscosidad del hidrolizado es de 600 cps, determinada con
un viscosímetro Brookfield a 205°F (96°C) con un husillo del
nº 1 operado a 20 rpm. Siguiendo el método de ensayo del ín-
dice de cobre (2) se analiza el hidrolizado parcial y se en-
cuentra que tiene un G.E. de 0,4.

10 B. Preparación del hidrolizado adelgazado

El hidrolizado parcial resultante es tratado inicial-
mente con 25 unidades de α -amilasa por 100 g de sólidossecos
del hidrolizado, a una temperatura de 206°F (96,7°C). En-
friando gradualmente el hidrolizado bajo condiciones contro-
15 ladas de tal manera que el hidrolizado se haya enfriado a
una temperatura de 202°F (94°C), 198°F (92°C), 191°F (88°C)
y 185°F (85°C), respectivamente al cabo de 5, 12, 23 y 180
minutos después del tratamiento inicial con α -amilasa
("Ban 120" de Novo Industri), se obtiene un hidrolizado adel-
20 gazado caracterizado por un G.E. de 9,0 (Método analítico E-
26(3)). El hidrolizado adelgazado está prácticamente exento
de gránulos de almidón y de almidón retrogradado como eviden-
cia un color amarillo cuando una muestra del hidrolizado adel-
gazado se analiza por el ensayo del yoduro de almidón del
25 método analítico normalizado E-60 (3).

C. Preparación de un jarabe de conversión de dextrosa

Se prepara un jarabe de conversión con un alto con-

30 (2) - Industrial Engineering Chemistry, Analytical Edition,
Vol. 13, pág. 616 (1941), Farley & Hixon.

(3) - Standard Analytical Method of the Member Companies of
Corn Refiners Assoc., Inc., Tercera Edición, Primera
revisión 52.768.

421955



1
5
10
15
20
25
30

tenido en dextrosa a partir del hidrolizado adelgazado. En la preparación del jarabe de conversión, se emplea un equipo de conversión convencional de dextrosa manteniéndose el medio siruposo a un pH de 4,0 y una temperatura de 60°C. Al cabo de 72 horas de sacarificación con 900 unidades de glucoamilasa (4) por 100 g de sólidos secos del hidrolizado, la sacarificación se termina por refinado con carbono y filtración. La capacidad de filtración del jarabe de conversión se determina agregando una muestra de 400 cc del jarabe de conversión a unos 170°F (77°C) a un embudo Buchner cubierto con una capa de carbón (capa que ha sido aplicada empleando 2,32 g de carbón Darco S-51 en 100 cc de agua sobre 9,0 cm de papel de filtro Whatman nº 2) y conectado a una trompa de agua, midiendo el tiempo requerido para recoger el volumen indicado en un matraz receptor calibrado. Sobre la base del filtrado recuperado durante un periodo de tiempo dado, se calcula la velocidad de filtración del jarabe de conversión como equivalente a 25 galones/hora/pié² de medio filtrante (1017,5 l/h/m²). El producto de conversión resultante se analiza para determinar el "porcentaje en peso de insolubles" recubriendo previamente un embudo Buchner con 5,0 g de auxiliar de filtración "Hyflo", filtrando 250 cc del jarabe de conversión, lavando la torta resultante con 50,0 cc de agua, secando la torta lavada en una estufa a 140-160°F (60-71°C), restando el peso de Hyflo del peso obtenido en la torta del filtro seca y dividiendo este valor por el peso seco de sólidos en otros 250 cc del jarabe de conversión.

(4) - glucoamilasa - 75 (Novo Industri)

421955



1 También se analiza en el jarabe de conversión el "porcenta-
je en volumen de insolubles" centrifugando a la máxima velo-
cidad en una centrífuga de laboratorio International Modelo
65828 H, una muestra de 15 cc del jarabe de conversión en un
5 tubo de centrífuga graduado de 15 cc, durante 20 minutos.

El ensayo de "porcentaje en peso de insolubles" in-
dica un 0,5 % en peso de residuo insoluble, siendo el por-
centaje en peso de almidón insoluble prácticamente cero. Me-
diante el ensayo de "porcentaje en volumen de insolubles"
10 no se observa materia insoluble detectable. Siguiendo el mé-
todo analítico E-26 (5), el valor del G.E. del jarabe de
conversión es 98. El porcentaje de dextrosa sólida es del
96 %, determinado por el método analítico E-24 (5).

EJEMPLO 2

15 Las condiciones de la transformación y el carácter del
hidrolizado parcial así como del hidrolizado adelgazado son
factores importantes en la preparación de un jarabe de con-
versión comercialmente atractivo con un alto contenido en
dextrosa. En la preparación del hidrolizado parcial y del hi-
20 drolizado adelgazado, este ejemplo ilustra el efecto de las
variables de transformación sobre la facilidad de transforma-
ción y el carácter de los jarabes de conversión de dextrosa
obtenidos así. Refiriéndonos a las operaciones A-K, las con-
diciones del proceso empleadas en la preparación de los hi-
25 drolizados adelgazados y de los jarabes de conversión de
dextrosa obtenidos a partir de aquéllos están indicadas en
general en la Tabla I. Las características físicas de la

(5) - Método analítico normalizado de las Member Companies of
30 Corn Refiners Assoc., Inc., Tercera Edición, Primera
revisión 52.768.

421955



1 suspensión acuosa (es decir, contenido en sólidos y pH), las
 condiciones del calentador de inyección de vapor, el tiempo
 de retención en la zona de retención prácticamente en las
 mismas condiciones de presión y temperatura empleadas en el
 5 calentador de inyección de vapor de agua y el ajuste del pH
 con hidróxido cálcico 3,0 M inmediatamente antes del enfria-
 miento instantáneo están también indicados en la Tabla bajo
 el encabezamiento general de hidrolizado parcial. Después
 de la neutralización, cada uno de los productos es enfria-
 do instantáneamente e inicialmente tratado con α -amilasa.

10 En las operaciones A-K, los valores G.E. para el hidro-
 lizado parcial son inferiores a 1,0. El hidrolizado parcial
 de las operaciones G y H, respectivamente, tienen unos valo-
 res G.E. (6) de 0,7 y 0,5, presentando las operaciones I-K
 15 unos valores inferiores a 0,5 aproximadamente. Las viscosi-
 dades (cps) para el hidrolizado parcial de las operaciones
 A, G, H, I, J y K fueron respectivamente de 1600, 200, 200,
 330, 600 y 300.

20 La temperatura a la cual son tratados inicialmente
 los productos A-K con α -amilasa está indicada en la tabla.
 Análogamente, también están indicadas las unidades de α -ami-
 lasa empleadas bajo el encabezamiento de tratamiento inicial
 con α -amilasa. La relación tiempo-temperatura durante los
 25 50 minutos iniciales de hidrólisis con α -amilasa para cada
 una de las operaciones está descrita en las curvas A-K de
 la Figura 2.

Como muestra la Figura 2, la curva A representa un

30 (6) - Ensayo del cobre - Industrial Engineering Chemistry,
 Analytical Edition, Vol. 13, pág. 616 (1941), Farley
 & Hixon.

421955



1 hidrolizado parcial inicialmente tratado con α -amilasa a una
temperatura de 209°F (98°C). En la curva A, la hidrólisis se
mantiene a 209°F (98°C) hasta 1 minuto después del tratamien-
to inicial con α -amilasa. Durante el intervalo de tiempo de
5 1 minuto a 3 minutos, el medio hidrolizado se enfría a una
temperatura de 200°F (93°C). Entre 3 minutos y 9 minutos (des-
pués de iniciar la hidrólisis con α -amilasa), el medio hidro-
lizado representado por la curva A es gradualmente enfriado
hasta una temperatura de 195°F (90,5°C). El hidrolizado repre-
sentado por la curva A es después enfriado gradualmente desde
10 195 hasta 190°F (90,5 a 88°C). Al cabo de unos 11 minutos des-
pués de iniciar la hidrólisis con α -amilasa, el medio descri-
to por la curva A ha alcanzado una temperatura de 190°F
(88°C). A continuación, el medio hidrolizado es continuamente
15 enfriado (11 minutos hasta 39 minutos) a 188°F (87°C). Entre
el intervalo de tiempo de 39 y 189 minutos, el medio hidrolizi-
zado con α -amilasa se mantiene a una temperatura de unos 191
 ± 3 °F (88,3 $\pm 1,6$ °C), después de lo cual el hidrolizado se
ajusta a un pH de 4,0 y se enfría a 60°C. El G.E. del hidró-
lizado adelgazado enfriado resultante es 9,0. Entonces se
20 prepara un jarabe de conversión con un alto contenido en dex-
trosa a partir del hidrolizado adelgazado de la operación A.

Refiriéndonos a la Figura 2, los hidrolizados par-
ciales de las curvas B, C, D y E son inicialmente tratados
25 con α -amilasa a una temperatura de unos 206,5°F (97°C) y en-
friados gradualmente a una temperatura de 204°F (95,5°C) du-
rante un intervalo de tiempo de 5 minutos. El hidrolizado re-
presentado por la curva B es enfriado gradualmente a 200°F
(93°C) (8 minutos después del tratamiento inicial con α -amila-
sa). Las coordenadas de temperatura y tiempo para las curvas C,
30

421955



1 D y E coinciden entre sí a un intervalo de tiempo de 10 minu-
tos, siendo enfriado gradualmente cada hidrolizado representa-
do por estas curvas hasta una temperatura de 202°F (94°C). El
hidrolizado de la curva C es enfriado gradualmente desde
5 202°F hasta 196°F (94 a 91°C) entre el intervalo de tiempo
de 10 a 13 minutos. Después de un periodo de 10 minutos, los
hidrolizados de las curvas D y E son respectivamente enfria-
dos a velocidades menores como indica la Figura 2. Las coor-
denadas de temperatura para las curvas B y C; B, C y D y B,
10 C, D y E se corresponden respectivamente entre sí a los 13,
16 y 25 minutos.

La curva F representa un hidrolizado parcial que ha
sido tratado inicialmente con una alta dosis de α -amilasa
(43 unidades), a una temperatura de 203°F (95°C) y enfriado
15 en 45 segundos a menos de 200°F (93°C) y después enfriado gra-
dualmente desde 200 hasta 140°F (93 a 60°C) durante un perio-
do de 45 minutos, después de lo cual el hidrolizado adelgaza-
do se sacarifica bajo condiciones de conversión prácticamente
idénticas a las de la operación A. Los medios de hidrólisis
20 representados por las curvas G y H son inicialmente tratados
con α -amilasa a 204,5°F (96°C), dejándose que prosigan ambas
hidrólisis durante 2 minutos más. A continuación los medios
de hidrólisis de las curvas G y H son rápidamente enfriados
25 a unas temperaturas de 190°F (88°C) y 185°F (85°C) respectiva-
mente y mantenidos a sus temperaturas respectivas hasta com-
pletar el adelgazamiento de los mismos. Las curvas de tempe-
ratura con α -amilasa para las operaciones I y J coinciden en-
tre sí durante los primeros 15 minutos de hidrólisis.

30 Las curvas representadas en la Figura 2 describen
los primeros 15 minutos de tratamiento de las operaciones AK.

421955

-43 -



1 Los hidrolizados adelgazados deseados se obtienen hidrolizan-
do todavía más el medio hidrolizado con la α -amilasa. Las
operaciones H y K, la primera fase de adelgazamiento (es de-
cir después de 50 minutos) se realiza a 185°F (85°C) durante
5 un tiempo adicional de unos 180 minutos (es decir, 230 minu-
tos después del tratamiento inicial con α -amilasa). Las últi-
mas fases empleadas en la preparación de los hidrolizados
restantes son las siguientes:

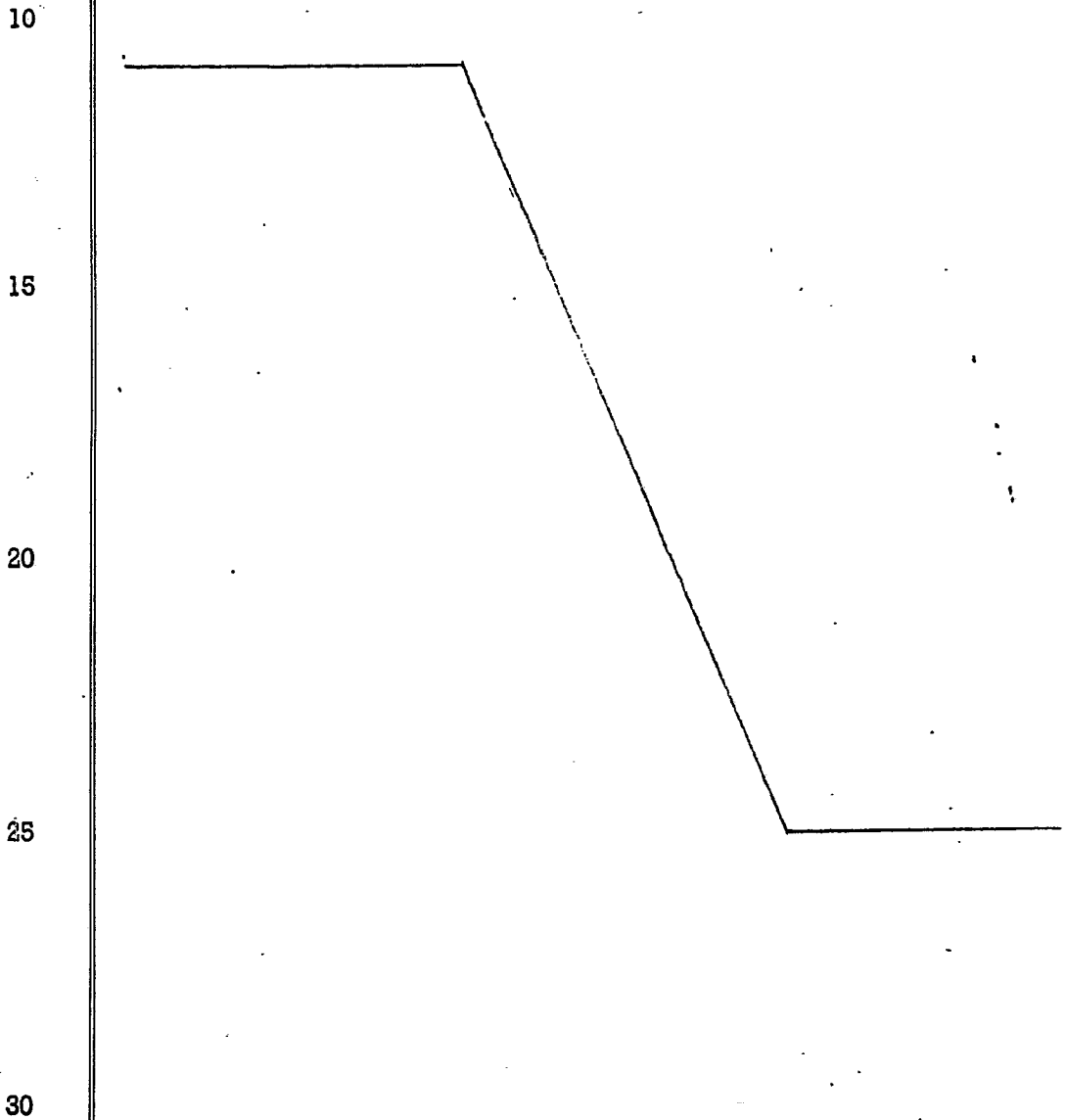
Operación	Temperaturas F (°C)	Periodo de hidrólisis después de los 50 mi- nutos
B	190 (88)	50-150 minutos
C	190 (88)	50-132 minutos
D	190 (88)	50-132 minutos
E	190 (88)	50-120 minutos
G	190 (88)	50-180 minutos
I	196 (91)	50-60 minutos
	190 (88)	60-120 minutos
J	196 (91)	50-60 minutos
	190 (88)	60-120 minutos
K	189 (87)	60-180 minutos

Los valores G.E. para los hidrolizados adelgazados resultantes de las operaciones A-K están indicados en la tabla.

Los hidrolizados adelgazados de las operaciones A-K se ajustan después a un pH de 4,0 y se enfrían a una temperatura de 60°C. Se obtienen jarabes de conversión de dextrosa por sacarificación de los hidrolizados adelgazados con glucoamilasa. En las operaciones A, F, G, H, I, J y K, se emplea un tiempo de conversión de 72 horas mientras que en las operaciones B, C, D y E la sacarificación se termina al cabo de

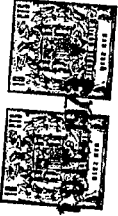


1 66 horas. Para cada una de las operaciones, se emplean 900
unidades de glucoamilasa por 100 g de sólidos del hidroliza-
do adelgazado. Una vez completada la sacarificación, se anali-
zan los jarabes de conversión resultantes, representándose
5 el G.E., el contenido en dextrosa y la cantidad de insolubles
(ya sea por el método de "porcentaje en volumen de insolubles"
o "porcentaje en peso de insolubles") en la tabla.



421955

421955



1

TABLA

Op.	Suspensión de almidón (7)		Hidrolizado parcial Hervidor a chorro.		Zona de retención minutos	Neutra liza ción PH(9)	Tratamiento inicial α -amilasa Temp. (10) $^{\circ}$ F(11)	Hidroliza do adalge zado G.E. (12)	Propiedades del jarabe de conver- sión		
	pH	Bé	Temp. $^{\circ}$ F(10)	psi (kg/cm ²)					G.E. (12)	%D(13)	Residuo de almidón Vol.%(14)
A	4,0	18	315 (157)	71 (5,0)	8,0	7,0	209 (98)	8,6	97,0	95,6	trazas
B	4,0	17	306 (152)	56 (3,9)	20,0	5,9	210 (99)	5,9	97,8	95,5	trazas
C	4,0	17	306 (152)	56 (3,9)	20,0	5,9	210 (99)	5,6	98,0	96,0	trazas
D	4,0	17	306 (152)	56 (3,9)	20,0	5,9	210 (99)	5,0	96,5	95,6	trazas
E	4,0	17	306 (152)	56 (3,9)	20,0	5,9	210 (99)	4,6	97,4	95,6	0,04
F	3,6	17	306 (152)	56 (3,9)	20,0	6,0	203 (95)	10,0	97,2	95,5	
G	4,0	18	315 (157)	71 (5,0)	8,0	7,0	203 (95)	15,2	97,9	95,6	1,2
H	4,0	18	315 (157)	71 (5,0)	8,0	7,0	203 (95)	17,6	96,5	94,5	1,7
I	4,0	18	312 (156)	67 (4,7)	8,0	7,0	205 (96)	16,0	97,0	95,0	0,3
J	4,2	18	317 (158)	75 (5,3)	8,0	7,0	205 (96)	12,0	97,6	94,8	trazas
K	4,0	18	312 (156)	67 (4,7)	6,5		206 (96,5)	12,0	97,3	96,6	trazas

5

10

15

20

25

30

7 - Inmediatamente antes de cocer a chorro.

8 - Tiempo de retención en la zona de la tubería trasera, prácticamente a la misma presión y a la misma temperatura que en el hervidor a chorro.

9 - Con hidróxido cálcico 3,0 M.

10 - Tratamiento inicial con α -amilasa.

11 - Unidades de α -amilasa sobre la base de 100 g de sólidos del hidrolizado de almidón.

12 - Método analítico E-26 - Método Analítico Normalizado de las Member Companies of Corn Refiners Assoc., Inc. Tercera Edición, Primera Revisión.

13 - Método analítico E-24 - Método Analítico Normalizado de las Member Companies of Corn Refiners Assoc., Inc. Tercera Edición, Primera Revisión.

14 - Por Ejemplo 10 anterior.

421955

1

5

10

15

20

25

30

Op.	Suspensión de almidón (7)		Hidrolizado parcial Hervidor a chorro,		Zona de retención, minutos	Neutralización pH(9)
	pH	Bé	Temp.	psi		
			°F(°C)	(kg/cm ²)		
A	4,0	18	315 (157)	71 (5,0)	8,0	7,0
B	4,0	17	306 (152)	56 (3,9)	20,0	5,9
C	4,0	17	306 (152)	56 (3,9)	20,0	5,9
D	4,0	17	306 (152)	56 (3,9)	20,0	5,9
E	4,0	17	306 (152)	56 (3,9)	20,0	5,9
F	3,6	17	306 (152)	56 (3,9)	20,0	6,0
G	4,0	18	315 (157)	71 (5,0)	8,0	7,0
H	4,0	18	315 (157)	71 (5,0)	8,0	7,0
I	4,0	18	312 (156)	67 (4,7)	8,0	7,0
J	4,2	18	317 (158)	75 (5,3)	8,0	7,0
K	4,0	18	312 (156)	67 (4,7)	6,5	

7 - Inmediatamente antes de cocer a chorro.

8 - Tiempo de retención en la zona de la tubería tras
ra que en el hervidor a chorro.

9 - Con hidróxido cálcico 3,0 M.

10 - Tratamiento inicial con α -amilasa.

11 - Unidades de α -amilasa sobre la base de 100 g de s

12 - Método analítico E-26 - Método Analítico Normaliz
Tercera Edición, Primera Revisión.

13 - Método analítico E-24 - Método Analítico Normaliz
Tercera Edición, Primera Revisión.

14 - Por Ejemplo 1C anterior.

5

421955



TABLA

Presión parcial chorro, psi (kg/cm ²)	Zona de reten- ción, minutos	Neutra- liza- ción pH(9)	Tratamiento inicial α-amilasa		Hidroliza- do adelga- zado G.E. (12)	Propiedades del jarabe de conver- sión			
			Temp. (10) °F(°C)	Unida- des (11)		G.E.(12)	%D(13)	Residuo de almidón Vol.%(14)	Residuo de almidón Peso %(14)
71 (5,0)	8,0	7,0	209 (98)	25	8,6	97,0	95,6	trazas	
56 (3,9)	20,0	5,9	210 (99)	15	5,9	97,8	95,5	trazas	
56 (3,9)	20,0	5,9	210 (99)	15	5,6	98,0	96,0	trazas	
56 (3,9)	20,0	5,9	210 (99)	15	5,0	96,5	95,6	trazas	
56 (3,9)	20,0	5,9	210 (99)	15	4,6	97,4	95,6	0,04	
56 (3,9)	20,0	6,0	203 (95)	43	10,0	97,2	95,5		
71 (5,0)	8,0	7,0	203 (95)	25	15,2	97,9	95,6		1,2
71 (5,0)	8,0	7,0	203 (95)	25	17,6	96,5	94,5		1,7
57 (4,7)	8,0	7,0	205 (96)	25	16,0	97,0	95,0		0,3
75 (5,3)	8,0	7,0	205 (96)	25	12,0	97,6	94,8	trazas	
57 (4,7)	6,5		206 (96,5)	15	12,0	97,3	96,6	trazas	

cocer a chorro.

La zona de la tubería trasera, prácticamente a la misma presión y a la misma temperatura chorro.

0 M.

α-amilasa.

Sobre la base de 100 g de sólidos del hidrolizado de almidón.

Método Analítico Normalizado de las Member Companies of Corn Refiners Assoc., Inc. para Revisión.

Método Analítico Normalizado de las Member Companies of Corn Refiners Assoc., Inc. para Revisión.

421955



1 Debe observarse que los valores del porcentaje en
peso y del porcentaje en volumen representados en la Tabla
anterior no son de composición idéntica. Los valores del por-
centaje en peso representan toda la materia insoluble dentro
5 del jarabe de conversión. Por consiguiente, el valor del por-
centaje en peso de las tablas incluye no solamente a los hi-
dratos de carbono insolubles (v.g. los polisacáridos de peso
molecular más alto como almidones retrogradados y granulados)
sino también las materias lípidas insolubles y las materias
10 proteínicas (si están presentes). Otros análisis de los valo-
res de los porcentajes en peso para los jarabes de conversión
de las operaciones G y H indican respectivamente un contenido
de polisacárido de peso molecular más alto de 0,7 y 1,2 apro-
ximadamente. Los medios G y H dieron un ensayo positivo de
15 almidón cuando se sometieron al ensayo habitual con yoduro.
Por el contrario, el jarabe de conversión de la operación I
estaba constituido fundamentalmente por materias lípidas y
formaba un color amarillo característico cuando se sometía
al ensayo con yodo habitual.

20 Los valores tabulados del "porcentaje en volumen"
reflejan con más precisión el contenido en sacáridos de alto
peso molecular de los jarabes de conversión. Si el jarabe de
conversión contiene materias proteínicas insolubles, las pro-
teínas también se sedimentan con las materias sacáridas in-
25 solubles en el tubo de ensayo de la centrífuga. Como las sus-
pensiones de almidón empleadas en las operaciones A-K están
exentas de materias proteínicas (excepto en cantidades traza),
los valores de los porcentajes en volumen representados en la
tabla no son alterados por la presencia de estas materias pro-
30 teínicas.

421955

- 47 -



1 En el caso de las operaciones G, H, I y J, la capaci-
dad de filtración de los jarabes de conversión resultantes
fue determinada con un filtro prensa convencional y se encon-
tró que era respectivamente de 4,7, 3,0, 25,0 y 32,0 galones/
5 minuto/pie² (191,3, 122,1, 1117,5 y 1302,4 litros/minuto/m²)
de medio filtrante, cuando se filtran aproximadamente de 10 a
40 galones (37,8 a 151,4 litros) de filtrado a través de un
pie² (0,09 m²) de medio filtrante. Las velocidades de filtra-
ción para las operaciones F y K fueron determinadas por el mé-
10 todo de filtración del Ejemplo 1 y eran por lo menos compara-
bles con las de la operación I. Las operaciones A, B, C y D
también presentaban una gran velocidad de filtración (v.g.
superior a 25 galones, 94,6 litros, por minuto). Aunque los
jarabes de conversión de las operaciones G y H presentaban un
15 G.E. y un contenido en dextrosa relativamente altos, estos
jarabes de conversión eran difíciles de filtrar como eviden-
cian respectivamente unas velocidades de filtración de 4,7 y
3,0 galones/minuto/pie² de medio filtrante (191,3 y 122,1 li-
tros/minuto/m²).

20 . Los hidrolizados adelgazados de las operaciones A-D,
F e I-K (así como los jarabes de conversión preparados a par-
tir de los mismos) están prácticamente exentos de almidón re-
trogradado y de gránulos de almidón insoluble. Los valores del
porcentaje en volumen y del porcentaje en peso del residuo
25 en la tabla anterior indican una ausencia sustancial de inso-
lubles. Cuando se someten a un ensayo normal con yodo, las
muestras de los hidrolizados adelgazados y de los jarabes de
conversión de las operaciones A-D, F e I-K dan un resultado
negativo (es decir, las muestras son amarillas y están exen-
tas de todo tipo de color azul, rojo y/o parduzco caracterís-
30

421955



1 co de las sustancias que contienen almidón). Sometiendo el hi-
drolizado adelgazado y los jarabes de conversión de las opera-
ciones G y H al ensayo con yodo presentan un característico
color azul que indica la presencia de almidón retrogradado
5 y/o insoluble en los mismos.

La razón fundamental de la presencia de almidón re-
trogradado y almidón insoluble en los hidrolizados adelgazados
y en los jarabes de conversión de las operaciones G y H resi-
de en las condiciones del proceso empleadas en la preparación
10 del hidrolizado adelgazado. La comparación de las curvas de
temperatura-tiempo de la Figura 2 muestra que los hidroliza-
dos adelgazados de las operaciones G y H han sido inicialmen-
te tratados con α -amilasa durante 2 minutos a 203°F (95°C) se-
guido de un rápido enfriamiento y posterior hidrólisis respec-
15 tivamente a 190°F (88°C) y 185°F (85°C). En contraste con las
operaciones G y H, el hidrolizado adelgazado de las operacio-
nes A-D, F e I-K han sido inicialmente tratados con α -amilasa
y gradualmente enfriados permitiendo al mismo tiempo que pro-
siguiera su hidrólisis durante un periodo de tiempo prolonga-
do (v.g. compárense las curvas de tiempo-temperatura de las
20 operaciones A-D, F e I-K con las operaciones G y H de la Figu-
ra 2).

En comparación con las operaciones G y H, el jarabe
de conversión de la operación E presenta una velocidad de fil-
25 tración mucho mayor. La velocidad de filtración del jarabe de
conversión procedente de la operación E es considerablemente
menor que la de las operaciones A-D, F e I-K. La cantidad de
materias insolubles en la operación E es también considera-
blemente mayor que en las operaciones A-D, F e I-K (v.g. com-
30



421955

1

párese el porcentaje en volumen del residuo en la tabla).

5

Cuando se somete al ensayo con yodo para determinar el almidón, el jarabe de conversión de la operación E adquiere un color pardo rojizo. Una razón fundamental de la falta de capacidad de filtración de la operación E reside en la inactivación de la α -amilasa durante la primera fase del adelgazamiento del hidrolizado de almidón. La desactivación de la α -amilasa podría haber sido corregida reduciendo las condiciones térmicas o aumentando la cantidad de α -amilasa empleada.

10

15

20

25

En la operación F, la cantidad de α -amilasa utilizada para adelgazar al hidrolizado es considerablemente mayor que en las otras mezclas utilizadas para preparar los jarabes de conversión de gran capacidad de filtración. El hidrolizado de la operación F difiere algo de los otros en que el medio hidrolizado es enfriado más rápidamente y llevado durante un periodo de tiempo más corto a una temperatura más baja para conseguir el hidrolizado adelgazado deseado. El jarabe de conversión de la operación F está prácticamente exento de almidón retrogradado y de almidón insoluble (v.g. almidón granulado) igual que las operaciones A-D e I-K. A diferencia de las operaciones G y H (que contienen una cantidad sustancial de solubles del almidón), el hidrolizado adelgazado de la operación F se ha preparado con reducciones graduales y por incrementos de la temperatura en contraposición con el rápido descenso de la temperatura producido en las operaciones G y H.

30

En las curvas de temperatura de las operaciones B-D y K se observa que las fases apropiadas de adelgazamiento del hidrolizado constituyen un medio para reducir considerablemen-



1 te las necesidades de α -amilasa requeridas para obtener el hi-
drolizado adelgazado deseado. La operación C es ilustrativa
de unas excelentes condiciones de adelgazamiento al mismo
tiempo que se mantiene el nivel de α -amilasa en un valor rela-
5 tivamente bajo. En la operación C, las necesidades de α -amila-
sa podrían haberse reducido considerablemente por debajo de
15 unidades evitando al mismo tiempo la formación de almidón
retrogradado.

10 El hidrolizado adelgazado preparado mediante esta in-
vención debe estar prácticamente exento de almidón cuando se
somete a los ensayos convencionales con yodo. Los jarabes de
conversión preparados a partir de un hidrolizado adelgazado
que exhibe un color púrpura o azul presentan inherentemente
una baja velocidad de filtración. La velocidad de filtración
15 de los jarabes de conversión preparados a partir de los hi-
drolizados adelgazados de color rojo o castaño (preferible-
mente por lo menos castaño) es considerablemente mayor que la
de los de color azul o púrpura. El hidrolizado adelgazado que
20 presenta un color amarillo en el ensayo con yoduro de almi-
dón da lugar a jarabes de conversión con unas característi-
cas de filtración inesperadamente superiores.

EJEMPLO 3

Separación de almidón-gluten de maíz

25 Se obtiene una suspensión de almidón de 18° Baumé
(pH 4,5), conteniendo menos de 0,05 % en peso de proteínas so-
lubles en agua (v.g. porcentaje de proteínas solubles a 40°C
y pH 4,5) y con un contenido en proteínas del maíz del 17 %
sobre el peso del sólido seco, estando constituidos los res-
30 tantes sólidos secos esencialmente por gránulos de almidón de
maíz no modificados, en forma de corriente de molienda en mo-

421955

- 51 -



1 jado del maíz. La suspensión de almidón se bombea a través de
un calentador de inyección de vapor de agua mantenido a 306°F
(152°C) y 56 psi (3,9 kg/cm²) (absolutos) y se retiene en la
5 sección de tubería trasera durante unos 19 minutos a 306°F
(152°C) y 56 psi (3,9 kg/cm²) aproximadamente. Inmediatamente
antes de enfriar instantáneamente a una temperatura de 207°F
(97°C), el hidrolizado parcial es neutralizado con hidróxido
cálcico 3 M a pH 5,8. El hidrolizado parcial resultante tiene
10 un G.E. inferior a 0,5, sobre la base de hidratos de carbono
secos. El hidrolizado parcial enfriado bruscamente es después
tratado inicialmente con 37 unidades de α-amilasa por cada
100 g de sólidos del hidrolizado. Dentro de un intervalo de
tiempo de 3 minutos, el hidrolizado parcial se deja enfriar
a 201°F (94°C). Se deja que el medio hidrolizado se enfríe
15 todavía más hasta una temperatura de 198°F (92°C) y 192°F
(89°C), respectivamente al cabo de 5 y 12 minutos después del
tratamiento inicial con α-amilasa. Después de continuar la
hidrólisis durante 72 minutos a 190°F (88°C), se obtiene el
hidrolizado adelgazado deseado. Este último tiene un G.E. de
20 16 aproximadamente, dando las muestras del mismo un resulta-
do negativo cuando se someten al ensayo habitual de yoduro de
almidón (es decir, da un color amarillo). Como se ha indica-
do en el Ejemplo 2, pueden utilizarse ensayos con yoduro de
almidón en los hidrolizados adelgazados que indican la pre-
25 sencia de cantidades relativamente pequeñas de almidón (v.g.
un color rojo o castaño en el ensayo). Un ensayo con yoduro
de almidón que dé un color azul o púrpura indica la presencia
de una cantidad importante de almidón insoluble que, a su vez,
influye adversamente en su capacidad de filtración.

30

El hidrolizado adelgazado es filtrado inmediatamente



1 después a través de un medio filtrante convencional. Se ob-
serva que el hidrolizado adelgazado que contiene las proteí-
nas insolubles filtra muy rápidamente. Se analizan las pro-
teínas insolubles recuperadas (es decir, gluten de maíz) y
5 se encuentran que son de calidad alimentaria. El producto pro-
teico recuperado posee prácticamente las mismas característi-
cas químicas y físicas que la proteína insoluble de la co-
rriente de molienda en mojado inicialmente sometida al proce-
so de adelgazamiento y recuperación de este ejemplo. El pro-
10 ducto proteico recuperado no está degradado y presenta prác-
ticamente la misma viscosidad que la porción de gluten de maíz
insoluble de la corriente de molienda en mojado. El rendimien-
to de proteína recuperada es prácticamente idéntico al por-
centaje de proteínas insolubles dentro de la corriente de mo-
15 lienda en mojado original.

El pH del filtrado en el hidrolizado de almidón adel-
gazado (del que se han separado las materias insolubles) se
ajusta después al valor óptimo para la enzimólisis con gluco-
amilasa y se sacarifica para convertirlo en un jarabe de con-
20 versión de dextrosa de forma similar a la del Ejemplo 1. La
sacarificación y las características de la conversión resul-
tante son similares a los resultados obtenidos en el Ejemplo 1.

EJEMPLO 4

25 Se preparan varios productos comúnmente conocidos
en la técnica como "maltodextrinas" de acuerdo con el apara-
to y la metodología del Ejemplo 1. La suspensión acuosa em-
pleada en la preparación del producto maltodextrina se carac-
teriza por contener, sobre una base en peso, 1500 partes de
30 sólidos del almidón, 2300 partes de agua y 0,5 partes de di-

421955



1 ortofosfato cálcico, ajustándose el pH de la suspensión a
3,9 empleando ácido clorhídrico 3 N. En la inyección de va-
por y en las zonas de retención se emplea vapor de agua a
5 65 psi (4,6 kg/cm²). La pasta de almidón que sale de la zona
de retención se enfría bruscamente a unos 212°F (100°C) y se
neutraliza con 1,1 partes en peso de hidróxido cálcico. La
pasta de almidón neutralizada se trata después inicialmente
con 25,0 unidades de α-amilasa por cada 100 g de sólidos se-
cos del almidón.

10 La pasta tratada con α-amilasa se enfría gradualmen-
te bajo condiciones controladas, presentando el hidrolizado
resultante unas temperaturas registradas de aproximadamente
196°F (91,1°C), 191°F (88,3°C), 190°F (87,8°C) y 189°F
15 (87,2°C) respectivamente, al cabo de 11, 14, 16 y 25 minutos
después de iniciada la hidrólisis enzimática. A continuación
el hidrolizado se mantiene a 189°F (87,2°C) durante 135 mi-
nutos después del tratamiento inicial con α-amilasa. A con-
tinuación se retira una parte alícuota del hidrolizado del
medio hidrolizado. La parte retirada (denominada en lo que
20 sigue "Muestra 1") se calienta a 208°F (98°C) durante un
periodo de tiempo suficiente para inactivar a la α-amilasa
que contiene. A continuación la Muestra 1 se ajusta a pH
4,0 con ácido clorhídrico 3 N y se filtra.

25 El medio hidrolizado residual se mantiene a 189°F
(87,2°C) y se trata con 5,7 unidades adicionales de α-ami-
lasa por cada 100 g de sólidos del hidrolizado de almidón al
cabo de 180 y 390 minutos después del tratamiento inicial
con α-amilasa. Las muestras 2 y 3 se retiran respectivamente
del medio hidrolizado y se tratan de forma semejante a la
30 de la Muestra 1.

421955

- 54 -



1 Las características ilustrativas de las maltodextrinas de las Muestras 1-3 son:

	<u>Muestra 1</u>	<u>Muestra 2</u>	<u>Muestra 3</u>
G.E.	13,0	14,7	17,8
5 Contenido de sacáridos			
G.P. 1	0,5	0,5	0,7
G.P. 2	2,4	3,6	4,6
G.P. 3	4,0	6,6	7,6
G.P. 4	1,6	1,9	2,9
10 G.P. 5	4,0	4,0	4,2
G.P. 6 o más	87,7	83,4	81,0

15 Todas las muestras presentan excelentes propiedades de filtración y de la maltodextrina. Como ponen de manifiesto los datos tabulados, el hidrolizado de un G.E. predeterminado (v.g. los de un G.E. inferior a 30) y de un alto contenido en oligosacáridos (v.g. los que contienen oligosacáridos con un G.P. 6 o más como constituyente principal, sobre la base de un peso seco) pueden fácilmente ser obtenidos empleando los requisitos apropiados de temperatura, tiempo de hidrólisis y α -amilasa. La metodología de este ejemplo es especialmente

20 útil en la preparación de maltodextrinas con un G.E. de 10 a 22 aproximadamente y que contienen como mínimo un 75 % en peso de oligosacárido (sólidos secos) de un G.P. de seis o más. Análogamente a los resultados antes indicados, la preparación

25 de un hidrolizado con un G.E. bajo deseado requiere una cantidad de α -amilasa considerablemente menor que la normalmente requerida en los procedimientos convencionales.

30 Como pueden ponerse en práctica muchas realizaciones de esta invención y como pueden introducirse muchas modificaciones en las realizaciones descritas, todo lo que antecede

421955

- 55 -



1 debe ser interpretado como ilustrativo solamente y la invención queda definida por las reivindicaciones del apéndice.

En resumen, la Patente de Invención que se solicita deberá recaer sobre las siguientes:

5

REIVINDICACIONES

10

1. Un método para adelgazar enzimáticamente los hidrolizados de almidón a temperaturas decrecientes y bajo condiciones de transformación suficientes para proporcionar un hidrolizado adelgazado prácticamente exento de almidón retrogradado y de almidón granulado, donde se utilizan menos de unas 40 unidades de α -amilasa por cada 100 g de sólidos hidrolizados del almidón para preparar el hidrolizado adelgazado, cuyo método comprende las operaciones de:

15

(a) hidrolizar parcialmente una suspensión acuosa de almidón mantenida a un pH de 3,6 a 6,5 aproximadamente, calentando la suspensión bajo condiciones superatmosféricas a una temperatura de 250°F (121°C) como mínimo, durante un periodo de tiempo y bajo unas condiciones suficientes para formar un hidrolizado parcial de almidón caracterizado por estar esencialmente exento de gránulos de almidón insoluble y con un G.E. inferior a 2,0 y una viscosidad inferior a 20.000 cps;

20

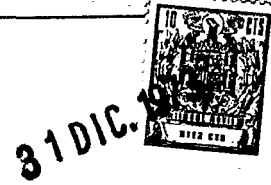
25

(b) continuar hidrolizando el hidrolizado parcial de almidón tratándolo inicialmente con α -amilasa en cantidad suficiente para hidrolizar al hidrolizado parcial y dejando que progrese la hidrólisis del mismo mientras se mantiene el hidrolizado a una temperatura de 200°F (93°C) como mínimo, durante un periodo de tiempo de medio minuto o más aproximadamente y

30

421955

- 56 -



1 (c) preparar un hidrolizado adelgazado enfriando el hidrolizado a una temperatura comprendida entre 185°F (85°C) como mínimo y menos de 200°F (93°C) y permitiendo que la
5 α -amilasa continúe hidrolizando al hidrolizado hasta un valor del G.E. superior a 5 aproximadamente y el hidrolizado adelgazado obtenido se caracteriza por no dar un color azul ni púrpura cuando se somete al ensayo con yoduro de almidón.

10 2. Un método según la Reivindicación 1, donde el hidrolizado adelgazado tiene una viscosidad inferior a 7500 cps.

3. Un método según la Reivindicación 1, donde la suspensión acuosa de almidón se mantiene a un pH de 3,6 a 6,2 durante la operación de hidrólisis (a).

15 4. Un método según la Reivindicación 1, donde la suspensión acuosa de almidón se mantiene a un pH de 3,6 a 5,5 durante la operación de hidrólisis (a).

5. Un método según la Reivindicación 1, donde la suspensión acuosa de almidón se mantiene a un pH de 3,6 a 5,0 durante la operación de hidrólisis (a).

20 6. Un método según la Reivindicación 5, donde la suspensión acuosa de almidón contiene por lo menos alrededor del 30 % en peso de sólidos secos del almidón y el hidrolizado adelgazado producido tiene una viscosidad inferior a 3000 cps.

25 7. Un método según cualquiera de las Reivindicaciones 1 a 6, donde se agrega inicialmente al hidrolizado parcial por lo menos una porción mayoritaria de las necesidades totales de α -amilasa para preparar el hidrolizado adelgazado, dentro de un intervalo de temperatura comprendido entre 200°F (93°C) como mínimo y unos 212°F (100°C).

30 P/

421953

- 57 -



1 8. Un método según cualquiera de las Reivindicaciones 1 a 7, donde la suspensión acuosa de almidón contiene como mínimo un 20 % en peso de sólidos del almidón y la cantidad total de α -amilasa agregada durante las etapas (b) y (c) oscila aproximadamente entre 5 y 40 unidades por cada 100 g de sólidos secos del hidrolizado de almidón.

5
10 9. Un método según cualquiera de las Reivindicaciones 1 a 5, donde la suspensión acuosa de almidón contiene alrededor de 5 a 50 % en peso de sólidos secos del almidón, el hidrolizado parcial de la etapa (a) se caracteriza por una viscosidad comprendida aproximadamente entre 200 cps y menos de 3000 cps y el hidrolizado parcial es tratado inicialmente e hidrolizado a una temperatura comprendida entre 200°F (93°C) como mínimo y unos 212°F (100°C), durante un periodo de tiempo que oscila entre unos 0,5 y unos 25 minutos y la cantidad de α -amilasa agregada para preparar el hidrolizado adelgazado es inferior a unas 30 unidades por cada 100 g de sólidos del hidrolizado de almidón.

15
20 10. Un método según cualquiera de las Reivindicaciones 1 a 9, donde la concentración molar total de metales alcalino-térreos y alcalinos en la suspensión acuosa de almidón sometida a hidrólisis parcial es inferior a 0,003 M.

25 11. Un método según cualquiera de las Reivindicaciones 1 a 10, donde la suspensión acuosa de almidón es inyectada en un calentador de inyección de vapor de agua operado a temperaturas y presiones que oscilan respectivamente entre unos 290°F (143°C) y 325°F (163°C) y entre unas 57 psi (4,0 kg/cm²) y 96 psi (6,7 kg/cm²) (absolutos) y donde por lo menos una porción mayoritaria de las necesidades totales de α -amilasa es inicialmente agregada al hidrolizado parcial den-

30

421955



1 tro de un intervalo de temperaturas comprendido entre 200°F
(93°C) como mínimo y unos 212°F (100°C).

5 12. Un método según la Reivindicación 11, donde in-
mediatamente después del tratamiento de la suspensión acuosa
de almidón en el calentador de inyección de vapor, la suspen-
sión gelatinizada es retenida en una zona de retención mante-
nida a una temperatura de 250°F (121°C) como mínimo, bajo con-
10 diciones superatmosféricas, durante un periodo de tiempo que
oscila aproximadamente entre 1 y 20 minutos y el hidrolizado
parcial se caracteriza por una viscosidad inferior a 1500 cps
y un G.E. inferior a 1,0.

15 13. Un método según cualquiera de las Reivindicacio-
nes 1 a 12, donde la suspensión acuosa de almidón es sometida
a una temperatura de 250°F (121°C) como mínimo, bajo condicio-
nes superatmosféricas, durante un periodo de tiempo suficien-
te para formar un hidrolizado parcial caracterizado por una
viscosidad inferior a 1500 cps y un G.E. inferior a 1,0.

20 14. Un método según cualquiera de las Reivindicacio-
nes 1 a 13, donde la suspensión acuosa de almidón tiene un pH
comprendido entre 4,0 y 5,0 aproximadamente y la suspensión
acuosa contiene alrededor de 30 a 40 % en peso de sólidos del
almidón de maíz.

25 15. Un método según cualquiera de las Reivindica-
ciones 1 a 14, donde antes del tratamiento inicial del hidro-
lizado parcial con α -amilasa, se ajusta el pH del hidrolizado
parcial dentro de un intervalo comprendido entre 5,8 y 8,5
aproximadamente, y después se hidroliza hasta formar un hidro-
lizado adelgazado con menos de unas 30 unidades de α -amilasa
por cada 100 g de sólidos del hidrolizado de almidón.

M
30



421955

31

1

16. Un método según cualquiera de las Reivindicaciones 1 a 15, donde el hidrolizado parcial se caracteriza por una viscosidad inferior a 1500 cps y, después de tratar inicialmente el hidrolizado parcial con α -amilasa dentro de un intervalo de temperatura de 200 a 212°F (93 a 100°C), se realiza la hidrólisis reduciendo por incrementos la temperatura de adelgazamiento durante un periodo de tiempo suficiente para que el hidrolizado de almidón resultante presente un G.E. superior a 5,0 y para que el hidrolizado adelgazado no dé un color azul ni púrpura cuando se somete al ensayo con yoduro de almidón.

5

10

15

17. Un método según la Reivindicación 16, donde el hidrolizado adelgazado se caracteriza por un color amarillo cuando se somete a un ensayo normal con yodo y el hidrolizado parcial se caracteriza por un G.E. inferior a 0,5 y una viscosidad inferior a unos 1000 cps.

20

18. Un método según cualquiera de las precedentes reivindicaciones, donde se añade al hidrolizado parcial por lo menos el 75 % de las necesidades totales de α -amilasa dentro de un intervalo de temperatura comprendido entre 200°F (93°C) como mínimo y unos 212°F (100°C).

25

19. Un método según cualquiera de las precedentes reivindicaciones, donde el hidrolizado adelgazado se sacarifica con un preparado de glucoamilasa hasta un contenido en dextrosa que oscila aproximadamente entre 94 y 96 % en peso de sólidos.

30

20. Un método según cualquiera de las Reivindicaciones 1 a 18, donde el hidrolizado adelgazado se trata con un preparado enzimático sacarificante bajo condiciones de sacarificación suficientes para obtener un jarabe de conversión

421955



1

con un F.E. de 35 como mínimo.

5

21. Un método según la Reivindicación 20, donde el preparado enzimático sacarificante es adecuado para formar un jarabe de conversión que contiene, calculado en peso, maltosa como constituyente F.E. principal y la sacarificación del mismo se deja continuar bajo condiciones suficientes para formar un jarabe de conversión que contiene maltosa como ingrediente sólido principal.

10

22. Un método según la Reivindicación 21, donde el jarabe de conversión resultante obtenido contiene por lo menos 23 % en peso (sobre la base de los sólidos del jarabe de conversión) de maltosa y menos del 12 % en peso de dextrosa.

15

23. Un método según la Reivindicación 15, donde el hidrolizado adelgazado se trata con un preparado de glucamilasa y el hidrolizado adelgazado se convierte en un jarabe con un contenido en dextrosa del 90 % del peso de los sólidos como mínimo.

20

24. Un método según cualquiera de las Reivindicaciones 1 a 18, donde, después del tratamiento e hidrólisis iniciales del hidrolizado parcial, el hidrolizado resultante se somete a una reducción por incrementos de la temperatura de adelgazamiento dentro de un intervalo de 185°F (85°C) como mínimo y menos de 200°F (93°C), durante un periodo de tiempo suficiente para formar un hidrolizado adelgazado caracterizado por estar prácticamente exento de almidón retrogradado y de gránulos de almidón, como pone en evidencia el ensayo con yoduro de almidón.

25

30

25. Un método según la Reivindicación 24, donde la hidrólisis se efectúa dentro de un intervalo de temperaturas de 190°F (88°C) a 200°F (93°C), durante un periodo de tiempo

421955



1 de 15 minutos como mínimo.

5 26. Un método según las Reivindicaciones 24 ó 25, donde el hidrolizado parcial se caracteriza por un G.E. inferior a 1,0 y una viscosidad que oscila aproximadamente entre 400 y 900 cps, la suspensión acuosa de almidón contiene alrededor de 30 a 40 % en peso de sólidos del almidón de maíz, siendo la cantidad de α -amilasa de 15 unidades o menos por cada 100 g de sólidos secos del hidrolizado de almidón y el hidrolizado adelgazado conserva un color amarillo cuando se somete al ensayo con yoduro de almidón.

10 27. Un método según cualquiera de las Reivindicaciones 24 a 26, donde prácticamente la totalidad de las necesidades de α -amilasa requeridas para adelgazar al hidrolizado parcial es agregada a este último dentro de un intervalo de temperatura comprendido entre 200°F (93°C) como mínimo y unos 212°F (100°C).

15 28. Un método según la Reivindicación 7, donde la suspensión acuosa de almidón se caracteriza por una concentración molar total de metales alcalino-térreos y alcalinos inferior a 0,003 M, un pH de 3,6 a 4,5 aproximadamente y un contenido de sólidos del almidón de maíz de alrededor de 25 a 40 % en peso y el hidrolizado parcial tiene un G.E. inferior a 0,5 y una viscosidad inferior a 1000 cps, efectuándose la hidrólisis produciendo descensos por incrementos de la temperatura durante un periodo de tiempo suficiente para formar un hidrolizado adelgazado caracterizado por presentar un color amarillo cuando se somete al ensayo con yoduro de almidón.

25 29. Un método según la Reivindicación 28, donde el hidrolizado se somete a unas reducciones de temperatura por
30



1 incrementos, por término medio, inferiores a 2°F (1,1°C) por
minuto, dentro del intervalo de temperaturas de 190 a 212°F
(88 a 100°C).

5 30. Un método según cualquiera de las Reivindica-
ciones 20 a 22, donde la suspensión acuosa de almidón contie-
ne alrededor de 0,5 a 20 % en peso de sólidos protéicos in-
solubles y los sólidos protéicos insolubles se separan del
jarabe de conversión después de la sacarificación de este úl-
timo.

10 31. Un método según cualquiera de las Reivindica-
ciones 1 a 18 o 24 a 29, donde la suspensión acuosa de almi-
dón contiene alrededor de 0,5 a 20 % en peso de proteínas y
los sólidos protéicos insolubles se separan del hidrolizado
adelgazado.

15 32. Un método según cualquiera de las Reivindica-
ciones 1 a 18 o 24 a 29, donde la hidrólisis con la α -amilasa
se deja proseguir durante un periodo de tiempo y bajo unas
condiciones suficientes para formar un hidrolizado caracteri-
zado por un G.E. que oscila aproximadamente entre 8 y 30, con-
20 teniendo el hidrolizado como constituyente mayoritario de los
sólidos secos (calculado en peso) polisacáridos que contienen
como mínimo 6 unidades de sacárido.

25 33. Un método según la Reivindicación 32, donde el
hidrolizado resultante se caracteriza por presentar un G.E.
de 10 a 22 aproximadamente, estando constituido por lo menos
el 75 % en peso de los sólidos secos del hidrolizado por poli-
sacáridos de 6 unidades de sacárido como mínimo.

30 34. Se reivindica por último como objeto sobre el
que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita:
"UN METODO PARA ADELGAZAR ENZIMATICAMENTE LOS HIDROLIZADOS

421955

- 63-



C. 1973

1

DE ALMIDON"

Todo conforme queda descrito y reivindicado en la presente Memoria descriptiva que consta de sesenta y tres páginas mecanografiadas y dibujos que se acompañan.

5

Madrid, 31 de Diciembre 1.973

BERNARDO UNGRIA

B. U.
P.P.

10

15

20

25

30

B. U.

421955

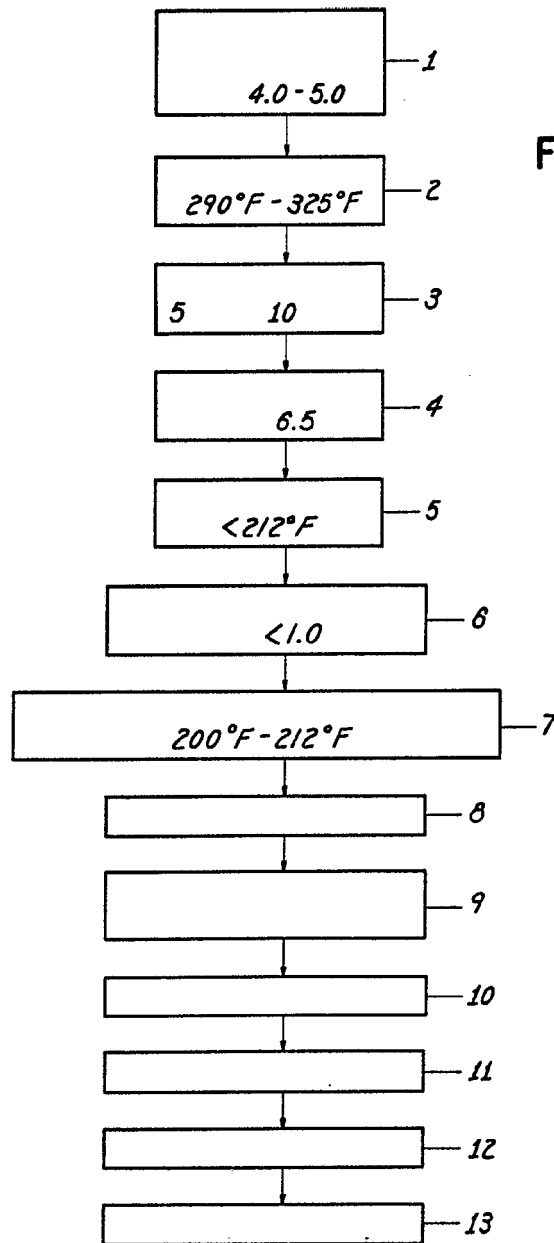


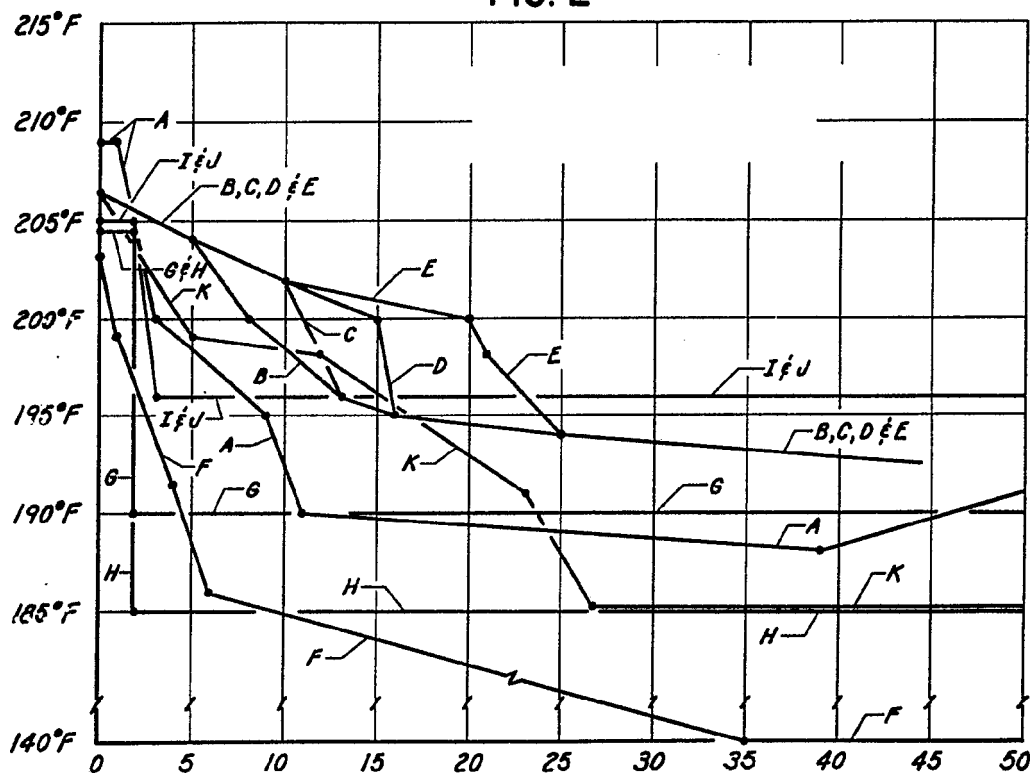
FIG. I

ESCALA VARIABLE
MADRID, 31 DE diciembre DE 1973
BERNARDO UNGERÍA
P. P.

421955



FIG. 2



ESCALA VARIABLE
MADRID, 31 D diciembre DE 1973.
BERNARDO UÑERÍA
P. P.