

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 451 792**

51 Int. Cl.:

**C08B 31/00** (2006.01)  
**C08B 31/02** (2006.01)  
**C08B 31/04** (2006.01)  
**C08B 31/08** (2006.01)  
**C08B 31/12** (2006.01)  
**C08B 31/18** (2006.01)  
**B01J 19/00** (2006.01)  
**B01L 3/00** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **19.08.2010 E 10747419 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **12.02.2014 EP 2475686**

54 Título: **Microprocesamiento en mezclas de reacción heterogéneas**

30 Prioridad:

**10.09.2009 EP 09011597**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

**28.03.2014**

73 Titular/es:

**CARGILL, INCORPORATED (100.0%)  
15407 McGinty Road West  
Wayzata, MN 55391, US**

72 Inventor/es:

**BERCKMANS, MARC, CHARLES, FLORENT;  
DELRUE, RITA, MARÍA y  
STENGEL, BRUNO, FRÉDÉRIC**

74 Agente/Representante:

**DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto**

ES 2 451 792 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

**DESCRIPCIÓN**

Microprocesamiento en mezclas de reacción heterogéneas

**Campo de la invención**

5 La presente invención se refiere a un procedimiento para preparar un polisacárido químicamente modificado, preferiblemente almidón, usando un microdispositivo.

**Antecedentes de la invención**

10 Con el fin de mejorar continuamente los estándares físicos de vida para un mayor número de personas, es necesario lograr más resultados con menos recursos. Por lo tanto, hay una tendencia hacia la construcción y fabricación de productos a escala más pequeña debido al deseo de la eficacia del tamaño. Más recientemente, los científicos han aprendido que no solo se pueden miniaturizar y fabricar en lotes dispositivos electrónicos, sino también dispositivos mecánicos, prometiendo los mismos beneficios al mundo mecánico que los que ha dado al mundo electrónico la tecnología de circuitos integrados.

En general, se han reconocido los beneficios de los sistemas miniaturizados, pero sigue siendo necesario desarrollar el uso de estos sistemas en reacciones químicas de mezclas heterogéneas

**15 Resumen de la invención**

La presente invención se refiere a un procedimiento para preparar un polisacárido químicamente modificado y dicho procedimiento comprende las siguientes etapas:

- a) Tomar una suspensión que comprende polisacárido
- b) Ajustar el pH para permitir que un reactivo químico reaccione con el polisacárido en la suspensión de la etapa a),
- 20 c) Inyectar la suspensión a través de un microdispositivo
- d) Añadir a través del microdispositivo un reactivo químico seleccionado del grupo que consiste en un agente de reticulación, un agente de esterificación, agente de eterificación, agente de oxidación y una mezcla de dos o más de los mismos, para que reaccione con el polisacárido en la suspensión de la etapa a)
- e) Recoger el polisacárido químicamente modificado.

25 Además, la presente invención se refiere específicamente a un procedimiento en donde el polisacárido es almidón.

La presente invención se refiere además al uso del microdispositivo para la reacción química de polisacáridos con un reactivo químico seleccionado del grupo que consiste en un agente de reticulación, un agente de esterificación, agente de eterificación, agente de oxidación y una mezcla de dos o más de los mismos, en un medio heterogéneo.

**Descripción detallada**

30 La presente invención se refiere a un procedimiento para preparar un polisacárido químicamente modificado y dicho procedimiento comprende las siguientes etapas:

- a) Tomar una suspensión que comprende polisacárido
- b) Ajustar el pH para permitir que un reactivo químico reaccione con el polisacárido en la suspensión de la etapa a),
- c) Inyectar la suspensión a través de un microdispositivo
- 35 d) Añadir a través del microdispositivo un reactivo químico seleccionado del grupo que consiste en un agente de reticulación, un agente de esterificación, agente de eterificación, agente de oxidación y una mezcla de dos o más de los mismos, para que reaccione con el polisacárido en la suspensión de la etapa a)
- e) Recoger el polisacárido químicamente modificado.

40 El polisacárido se selecciona del grupo que consiste en hidrocoloides, celulosa, derivados de celulosa, almidón, derivados de almidón, mano-oligosacáridos, xilo-oligosacáridos, povidona, fibras parcialmente despolimerizadas tales como fibra de coco soluble, fibra soluble de goma de guar, beta-glucano y mezclas de dos o más.

Los hidrocoloides se seleccionan del grupo que consiste en alginato, pectina, goma de xantano, goma de guar, goma de algarroilla, carragenano, derivados y mezclas de dos o más.

45 Los alginatos son producidos por algas marinas y son polímeros lineales no ramificados que contienen restos de ácido D-manurónico unido por  $\beta$ -(1-4) y de ácido L-gulurónico unido por  $\alpha$ -(1-4). Los alginatos consisten en bloques

de restos similares que alternan estrictamente.

La pectina es un agrupamiento heterogéneo de polisacáridos estructurales ácidos encontrados en frutas y verduras y preparada principalmente a partir de la corteza de cítricos y pulpa de manzana. La pectina tiene una estructura compleja, y una gran parte de la estructura consiste en restos de ácido poli-alfa(1-4)-D-galacturónico parcialmente metilado homopoliméricos con zonas sustancialmente peludas no gelificantes de secciones que alternan de alfa-(1-2)-L-ramnosil-alfa-(1-4)-D-galacturonosilo que contienen puntos de ramificación con cadenas laterales mayoritariamente neutras (1-20 restos) de L-arabinosa y D-galactosa principalmente. Las propiedades de las pectinas dependen del grado de esterificación, que normalmente es aproximadamente 70%. Las pectinas de bajo contenido de metoxi están esterificadas <40%, mientras que las pectinas de alto contenido de metoxi están esterificadas >43%, normalmente 67%. La pectina amidada también es un candidato adecuado.

La goma de xantano es un polímero microbiano resistente a la desecación preparada en el comercio por fermentación sumergida aerobia. Es producida de forma natural para pegar las bacterias a las hojas de las plantas de tipo repollo. La goma de xantano es un polielectrolito aniónico con una cadena principal de glucano de beta-(1-4)-D-glucopiranosa con cadenas de D-manopiranosas (2-1)-beta-D-ácido glucurónico-(4-1)-beta-D-manopiranosas unidas por (3-1)-alfa en restos alternantes. Poco menos de la mitad de los restos de manosa terminales tienen 4,6-piruvatos y la manosa interna está mayoritariamente 6-acilada. Cada molécula consiste en aproximadamente 7000 pentámeros y la goma está menos polidispersa que la mayoría de los hidrocoloides.

La goma de guar es un galactomanano que consiste en una cadena principal de beta-D-manopiranosas unidas por (1-4) con puntos de ramificación a partir de sus posiciones 6 unidas a alfa-D-galactosa. Hay entre 1,5 y 2 restos de manosa por cada resto de galactosa. La goma de guar está hecha de polímeros en forma de varilla, polidispersos, no iónicos, que consisten en moléculas compuestas de hasta aproximadamente 10.000 restos. La goma de guar es muy soluble en agua y, por ejemplo, más soluble que la goma de algarroBILLA.

La goma de algarroBILLA es un galactomanano similar a la goma de guar. Es polidisperso y consiste en moléculas no iónicas compuestas de hasta aproximadamente 2000 restos. La goma de algarroBILLA es menos soluble y tienen una viscosidad menor que la goma de guar ya que tiene menos puntos de ramificación de galactosa. Es necesario calentarla para disolverla, pero es soluble en agua caliente.

Carragenano es un término colectivo para los polisacáridos preparados por extracción alcalina a partir de algas rojas. La estructura básica del carragenano consiste en unidades que alternan de beta-D-galactopiranosas unidas por la posición 3 y de alfa-D-galactopiranosas unidas por la posición 4. La estructura regular de la cadena principal de la estructura básica del carragenano está alterada por una distribución más o menos ordenada de grupos éster sulfato. El carragenano también puede contener algunos grupos metoxi y piruvato. Los carragenanos son polímeros lineales de aproximadamente 25.000 derivados de galactosa.

La celulosa es un agregado de polímeros lineales de restos de D-glucopiranosilo en forma de cadena, que están unidos entre sí totalmente en la configuración beta-1,4. La celulosa y los derivados de celulosa incluyen celulosa microcristalina, celulosa microfibrilada, éteres de celulosa tales como carboximetilcelulosa, hidroxipropilmetilcelulosa, metilcelulosa, etilmetilcelulosa, hidroxipropilcelulosa y similares.

Los beta-glucanos se encuentran en el salvado de granos tales como cebada, avena, centeno y trigo. Los beta-glucanos típicamente consisten en polisacáridos lineales no ramificados de unidades de D-glucopiranosas unidas por beta-(1-3) en un orden aleatorio.

La polidextrosa es un ingrediente de los alimentos clasificado como fibra dietética soluble y se usa con frecuencia para aumentar el contenido de fibra no dietética en alimentos, para sustituir el azúcar, reducir las calorías y reducir el contenido de grasa. Es un ingrediente de los alimentos con fines múltiples sintetizado a partir de dextrosa, potencialmente más aproximadamente 10% de sorbitol y 1% de ácido cítrico.

Las fibras parcialmente despolimerizadas son heteropolisacáridos despolimerizados que tienen un peso molecular menor de 10.000 y tienen un grado medio de polimerización (DP) de 3 a 30.

Cualquier polisacárido adecuado para la presente invención es un polisacárido que es o no soluble en agua (fría o caliente) o que proporciona una suspensión, dispersión o una suspensión con un contenido bajo o alto de sustancia seca, y por lo tanto produce una mezcla heterogénea.

El almidón es una mezcla de dos entidades moleculares, en concreto amilosa y amilopectina. La amilosa es el polisacárido del almidón que consiste principalmente en moléculas de cadena larga de D-glucosa unida por alfa-1,4 con un DP<sub>n</sub> entre aproximadamente 500-5000. La amilopectina consiste en moléculas de cadena relativamente corta de D-glucosa unida por alfa-1,4, interconectadas por muchos puntos de ramificación alfa-1,6 (aproximadamente 1/25). El peso molecular de las moléculas de amilopectina está en el intervalo de varios millones. La relación de amilopectina/amilosa puede variar entre 100:0 y 10:90, dependiendo de la fuente vegetal.

Preferiblemente el polisacárido de la presente invención es un almidón o derivado de almidón.

Los almidones se pueden obtener de cualquier fuente natural, en donde natural se refiere al hecho de que dicho almidón se encuentra en la naturaleza. Salvo que se distinga específicamente, las referencias al almidón en esta descripción se entiende que incluyen sus correspondientes harinas, que todavía contienen proteínas tales como el gluten de trigo (en lo sucesivo "almidón"). Las fuentes típicas para los almidones son cereales, tubérculos, raíces, legumbres, almidones de frutas y almidones híbridos. Las fuentes adecuadas incluyen, pero sin limitar, maíz, guisante, patata, batata, sorgo, plátano, cebada, trigo, arroz, sagú, amaranto, tapioca, arrurruz, cañacoro, y almidón de bajo contenido de amilosa (que contiene no más de aproximadamente 10% en peso de amilosa, preferiblemente no más de 5%) o de alto contenido de amilosa (que contiene al menos aproximadamente 40% en peso de amilosa) y variedades de los mismos. También son adecuados los almidones obtenidos de una planta obtenida por técnicas de reproducción incluyendo hibridación, translocación, inversión, transformación o cualquier otro método de ingeniería génica o cromosómica para incluir variaciones de los mismos. Además, también es adecuado en la presente memoria el almidón obtenido de una planta desarrollada a partir de mutaciones y variaciones artificiales de la composición genérica anterior, que puede producirse por métodos convencionales conocidos de selección por mutación. Las modificaciones se pretende que incluyan modificaciones químicas y modificaciones físicas. Se pretende que las modificaciones químicas incluyan, sin limitación, almidones reticulados, almidones acetilados, almidones hidroxietilados e hidroxipropilados, almidones inorgánicamente esterificados, almidones catiónicos, aniónicos, oxidados, almidones de ion híbrido, almidones modificados por enzimas, y combinaciones de los mismos, con la condición de que los almidones no se disuelvan completamente en el medio líquido y proporcionen una suspensión de partículas suspendidas. Los almidones físicamente modificados tal como almidones inhibidos térmicamente como se describe, por ejemplo, en la patente EP n° 1038882, también pueden ser adecuados para usar en la presente memoria. Debe entenderse que las mezclas de cualquiera de los almidones y/o harinas mencionados antes, también están dentro del alcance de esta invención. Por simplicidad, cualquier referencia en la presente memoria al almidón, derivado de almidón o sustrato de almidón se entenderá que incluye una o varias clases de almidón natural y/o derivados de almidón.

Los microdispositivos o microrreactores normalmente se definen como recipientes de reacción miniaturizados fabricados al menos parcialmente, por métodos de microtecnología e ingeniería de precisión. Las dimensiones características de la estructura interna de canales de fluido del microrreactor pueden variar sustancialmente, pero típicamente varían en el intervalo de los submicrómetros a los submilímetros. La mayoría de las veces los microrreactores se diseñan con arquitectura de microcanales. Estas estructuras contienen un gran número de canales paralelos y cada microcanal se usa para convertir una pequeña cantidad de material. Sin embargo, las estructuras no deben limitarse a una construcción de canales paralelos.

Los beneficios de los sistemas miniaturizados, diseñados con dimensiones similares a los microrreactores (microdispositivo), comparado con un procedimiento a gran escala, incluyen, pero sin limitar, que los procedimientos discontinuos a gran escala se pueden sustituir por un procedimiento de flujo continuo, dispositivos más pequeños necesitan menos espacio, menos materiales, menos energía y con frecuencia tiempos de respuesta más cortos y el rendimiento del sistema se potencia disminuyendo el tamaño de los componentes, lo que permite la integración de una multitud de elementos funcionales pequeños. Por consiguiente, los microrreactores (microdispositivos) intensifican significativamente la transferencia de calor, transporte de masa y flujo de difusión por unidad de volumen o superficie unitaria.

El espesor típico de la capa de fluido en un microrreactor se puede ajustar a unas pocas decenas de micrómetros (típicamente de aproximadamente 10 a aproximadamente 500  $\mu\text{m}$ ) en el que la difusión tiene una función principal en el proceso de transferencia de masa/calor. Debido a una corta distancia de difusión, el tiempo para que una molécula de reaccionante se difunda a través de la interfase para reaccionar con otras especies moleculares se reduce a milisegundos y en algunos casos a nanosegundos. Por lo tanto, la tasa de conversión se potencia significativamente y el procedimiento de reacción química parece que es más eficaz.

Sorprendentemente, se encontró que el microdispositivo tiene un efecto beneficioso en la modificación química de polisacáridos mientras se produzcan en mezclas heterogéneas.

El ajuste del pH (también la etapa de activación) se puede hacer en cualquier recipiente, pero se puede producir también en el microdispositivo. Antes de inyectar la suspensión a través del microdispositivo, la suspensión se puede calentar usando un microintercambiador de calor. El ajuste del pH permitirá que un reactivo químico, que se selecciona del grupo que consiste en un agente de reticulación, un agente de esterificación, agente de eterificación, agente de oxidación y una mezcla de dos o más de los mismos, reaccione con el polisacárido en la suspensión.

El reactivo químico se añade preferiblemente en forma líquida, tal como un reactivo químico líquido o un reactivo químico sólido disuelto o disperso en un medio líquido. El reactivo químico se puede proporcionar en forma concentrada o diluida.

El reactivo químico se selecciona del grupo que consiste en un agente de reticulación, un agente de esterificación, agente de eterificación, agente de oxidación y una mezcla de dos o más de los mismos.

El agente de reticulación se selecciona del grupo que consiste en dicloropropileno (DCP), agente de fosforilación, agente de adición de adípico, en general cualquier diácido o triácido como ácido fumárico o ácido maleico, y/o sus

anhídridos correspondientes, es un agente de reticulación adecuado.

5 El agente de eterificación se selecciona de agente de hidroxipropilación, agente de etilación y/o reactivo de cationización. Los reactivos tales como óxido de propileno, óxido de etileno, óxido de butileno, epiclorhidrina, reactivo catiónico y similares, son agentes químicos adecuados para la presente invención. Preferiblemente, la eterificación es hidroxipropilación en presencia de óxido de propileno.

El agente de esterificación se selecciona de agente de acetilación, agente de n-octilación, y similares. El reactivo adecuado puede ser cualquier éter de metilo o etilo, aceites, p. ej., triglicéridos y/o ácidos orgánicos. El concepto de uso de microdispositivo para la medicación química de mezclas heterogéneas se ha demostrado en particular aplicando anhídrido acético para la acetilación del almidón.

10 El agente de oxidación se selecciona del grupo que consiste en peróxido de hidrógeno, hipoclorito, preferiblemente hipoclorito sódico, ozono u oxígeno gaseoso, peryodato sódico y mezclas de dos o más de los mismos, preferiblemente hipoclorito.

15 Antes de recoger el polisacárido químicamente modificado, se puede neutralizar. La etapa de neutralización puede tener lugar en cualquier recipiente pero puede producirse también en el microdispositivo. Preferiblemente, la neutralización tiene lugar con un ácido. Los ácidos preferidos son ácidos comestibles (ácidos de calidad alimentaria) tales como ácido fosfórico, ácido cítrico, ácido málico, ácido succínico, ácido adípico, ácido glucónico, ácido tartárico, ácido fumárico y mezclas de los mismos. Se prefieren en particular el ácido cítrico y/o ácido fosfórico. Otros ácidos tales como ácidos minerales que también se podrían usar son (pero sin limitar) ácido clorhídrico, ácido sulfúrico, ácido sulfuroso, ácido bórico, ácido polifosfórico, ácido pirofosfórico; o mezclas de los mismos.

20 Además, antes de recoger el polisacárido químicamente modificado o el polisacárido químicamente modificado neutralizado, se puede enfriar por cualquier medio, pero preferiblemente usando un microintercambiador de calor.

Además, la presente invención se refiere específicamente a un procedimiento en el que el polisacárido es almidón.

En una realización específica, la presente invención se refiere a un procedimiento para preparar un almidón químicamente modificado y dicho procedimiento comprende las siguientes etapas.

25 a. Tomar una suspensión que comprende almidón

b. Ajustar el pH para permitir que un reactivo químico reaccione con el almidón en la suspensión,

c. Inyectar la suspensión a través de un microdispositivo

d. Añadir a través del microdispositivo un reactivo químico seleccionado del grupo que consiste en un agente de reticulación, un agente de esterificación, agente de eterificación, agente de oxidación y/o una mezcla de los mismos,

30 e. Recoger el almidón químicamente modificado.

Los ejemplos específicos de reactivos químicos adecuados son anhídrido acético, óxido de propileno, hipoclorito sódico y similares. La suspensión de almidón tiene un contenido de materia seca de 20 a 50%, preferiblemente aproximadamente 40%.

35 La presente invención se refiere además a un procedimiento para preparar un polisacárido químicamente modificado y dicho procedimiento comprende las siguientes etapas:

a) Tomar una suspensión que comprende polisacárido

b) Ajustar el pH para permitir que un reactivo químico reaccione con el polisacárido en la suspensión de la etapa a),

c) Añadir un agente de eterificación y un agente de reticulación, para que reaccionen con el polisacárido en la suspensión de la etapa a)

40 d) Neutralizar con ácido,

e) Recoger el polisacárido químicamente modificado.

45 Caracterizado porque todo el procedimiento tiene lugar en un microdispositivo. El orden de adición del agente de eterificación y el agente de reticulación no es importante y es intercambiable. Todo el procedimiento puede tener lugar en un microdispositivo o se pueden llevar a cabo etapas individuales en un microdispositivo. Al menos la etapa de modificación química tiene lugar en un microdispositivo.

Preferiblemente el polisacárido es almidón y después de activación (ajuste del pH) el almidón se hidroxipropila en un microdispositivo seguido de adición del agente de reticulación. El almidón activado puede reaccionar con un agente de reticulación seguido de hidroxipropilación. Tras la finalización de la modificación química, el almidón químicamente modificado se puede neutralizar y enfriar en cualquier recipiente, pero preferiblemente en un

microdispositivo.

La presente invención se refiere además al uso del microdispositivo para la reacción química de polisacáridos con un reactivo químico seleccionado del grupo que consiste en un agente de reticulación, un agente de esterificación, agente de eterificación, agente de oxidación y una mezcla de dos o más de los mismos, en un medio heterogéneo, preferiblemente el polisacárido es almidón.

El medio heterogéneo se selecciona de una dispersión o una suspensión. Una dispersión es un sistema en el que se dispersan partículas en una fase continua de una composición diferente. Una suspensión es un fluido heterogéneo que contiene partículas sólidas que son suficientemente grandes para la sedimentación. Normalmente, deben ser mayores de 1 micrómetro. La fase interna (sólido) se dispersa por toda la fase externa (fluido) por acción mecánica, usando determinados excipientes o agentes de suspensión. Un coloide es un tipo de mezcla química donde una sustancia se dispersa uniformemente en otra. Las partículas de la sustancia dispersada solo se suspenden en la mezcla, a diferencia de una disolución donde se disuelven completamente en la misma. Esto se produce porque las partículas en un coloide son mayores que en una disolución pero suficientemente pequeñas para ser dispersadas uniformemente y mantener un aspecto homogéneo, pero suficientemente grandes para dispersar la luz y no disolverse. Un sistema coloidal consiste en dos fases separadas: una fase dispersa (o fase interna) y una fase continua (o medio de dispersión).

La invención se ilustrará en lo sucesivo en forma de los siguientes ejemplos.

### Ejemplos

#### Ejemplo 1 – Reacción de acetilación

Se hace reaccionar una disolución de hidróxido sódico al 1% (NaOH 0,1 mN) [24,7 g/min] que se mantiene a 5°C con una suspensión de almidón céreo al 40% en peso [Cargill C\*Gel04201] [100 g/min] en un microrreactor de tipo Starlam® 30 a temperatura ambiente (20°C). El pH medido a la salida del microrreactor era 8,2. Después, el almidón activado se hace reaccionar con anhídrido acético puro [0,41 g/min] a 40°C en una segunda unidad de microrreactor Starlam® 30 durante 30 segundos, después de lo cual la mezcla de reacción se pasa rápidamente por un filtro Büchner, y después el material resultante se lava con agua destilada. Esta operación se repitió 3 veces. La torta de almidón húmedo después se secó a vacío durante 30 min y se almacenó para el análisis.

Los resultados analíticos mostraron que el almidón esterificado tenía un contenido total de acetilo de 0,28%, que corresponde a 64,8% de conversión del anhídrido acético,

#### Ejemplo 2 – Reacción de oxidación

Se hace reaccionar hipoclorito sódico al 12% (26,9 mmoles de NaOCl) [16,7 g/min] que se mantiene a 5°C con una suspensión de almidón céreo al 40% en peso [Cargill C\*Gel04201] [100 g/min] en un microrreactor de tipo Starlam® 30 a 20°C. El pH medido a la salida del microrreactor era 5,88.

Se añadieron 0,49 g de bisulfato sódico a la suspensión de almidón oxidado y se agitó durante 20 min. En este punto, se midió y ajustó el pH a 5 por adición de hidróxido sódico (NaOH 0,1 mN). La mezcla de reacción neutralizada después se pasó rápidamente por un filtro Büchner; y después el material resultante se lavó con agua destilada. Esta operación se repitió 3 veces. La torta de almidón húmedo después se seca a vacío durante 30 min y se almacena para el análisis.

Los resultados analíticos mostraron que el contenido oxidado era 0,38%.

Una reacción común sin microrreactor hubiera tardado al menos 3 h.

#### Ejemplo 3 – Preparación de almidón fosforilado

Se hace reaccionar una disolución de hidróxido sódico al 25% (NaOH 0,1 mN) [5,8 g/min] que se mantiene a 5°C con una suspensión de almidón céreo al 37% en peso [Cargill C\*Gel04201] [250 g/min] en un microrreactor de tipo CPMM® 1200 a temperatura ambiente durante 20 s. El pH medido a la salida del microrreactor era 11,5. Después, el almidón activado se hace reaccionar con oxocloruro de fosforilo puro [0,112 g/min] a 22°C en una unidad micromezcladora de tipo T durante 4 s, después de lo cual la mezcla de reacción se hace reaccionar más con óxido de propileno puro [12,5 g/min] a 30°C durante 5 s, antes de ser neutralizada con una disolución de ácido clorhídrico al 10%. Después la disolución neutralizada se pasó por un filtro; y después el material resultante se lavó con agua destilada. Esta operación se repitió 3 veces. La torta de almidón húmedo después se seca a vacío durante 30 min y se almacena para el análisis.

Los resultados analíticos mostraron que el almidón HP tenía un contenido total de hidroxipropilo de 0,36%.

Una reacción común sin microrreactor tarda varias horas, incluso hasta 20 h.

Ejemplo 4 – Preparación de almidón hidroxipropilado

5 Se hace reaccionar una disolución de hidróxido sódico al 15% (NaOH 0,1 mN) [5,22 g/min] con una suspensión de almidón céreo al 30% en peso [Cargill C\*Gel04201] [200 g/min] en un microrreactor de tipo CPMM® 1200 a 40°C durante 30 s. Después, el almidón activado se hace reaccionar con óxido de propileno puro [9 g/min] a 40°C en una unidad micromezcladora de tipo StarLam30 durante 41 s, después de lo cual la mezcla de reacción se mantiene a 40°C durante 6 h, antes de ser neutralizada con una disolución de ácido clorhídrico al 10%. Después la disolución neutralizada se pasó por un filtro; y después el material resultante se lavó con agua destilada. Esta operación se repitió 3 veces. La torta de almidón húmedo después se seca a vacío durante 30 min y se almacena para el análisis.

Los resultados analíticos mostraron que el almidón HP tenía un contenido total de hidroxipropilo de 1,46%.

10

**REIVINDICACIONES**

- 1.- Un procedimiento para preparar un polisacárido químicamente modificado y dicho procedimiento comprende las siguientes etapas:
- a) Tomar una suspensión que comprende polisacárido
  - 5 b) Ajustar el pH para permitir que un reactivo químico reaccione con el polisacárido en la suspensión de la etapa a),
  - c) Inyectar la suspensión a través de un microdispositivo
  - 10 d) Añadir a través del microdispositivo un reactivo químico seleccionado del grupo que consiste en un agente de reticulación, un agente de esterificación, agente de eterificación, agente de oxidación y una mezcla de dos o más de los mismos, para que reaccione con el polisacárido en la suspensión de la etapa a)
  - e) Recoger el polisacárido químicamente modificado.
- 2.- Un procedimiento según la reivindicación 1, en donde el polisacárido es almidón.
- 3.- Un procedimiento según la reivindicación 1 ó 2, en donde entre la etapa d) y e) el polisacárido químicamente modificado se neutraliza en un microdispositivo.
- 15 4.- Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en donde la etapa b) tiene lugar en un microdispositivo.
- 5.- Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en donde el agente de eterificación es un agente de hidroxipropilación, agente de etilación o agente de cationización, preferiblemente agente de hidroxipropilación.
- 20 6.- Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en donde el agente de esterificación es un agente de acetilación.
- 7.- Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en donde el agente de oxidación es hipoclorito.
- 25 8.- Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en donde el agente de reticulación se selecciona del grupo que consiste en dicloropropileno, agente de fosforilación, ácido adípico, ácido fumárico, ácido maleico, anhídrido fumárico, anhídrido maleico y anhídrido adípico.
- 9.- Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en donde el procedimiento comprende las siguientes etapas:
- a) Tomar una suspensión que comprende polisacárido
  - 30 b) Ajustar el pH para permitir que un reactivo químico reaccione con el polisacárido en la suspensión de la etapa a),
  - c) Añadir un agente de eterificación y un agente de reticulación, para que reaccionen con el polisacárido en la suspensión de la etapa a)
  - d) Neutralizar con ácido,
  - 35 e) Recoger el polisacárido químicamente modificado
- caracterizado porque las etapas del procedimiento tienen lugar en un microdispositivo.
- 10.- Uso de un microdispositivo para la reacción química de polisacáridos con un reactivo químico seleccionado del grupo que consiste en un agente de reticulación, un agente de esterificación, agente de eterificación, agente de oxidación y una mezcla de dos o más de los mismos, en un medio heterogéneo.
- 40 11.-Uso según la reivindicación 10, en donde el medio heterogéneo se selecciona de una dispersión o una suspensión.