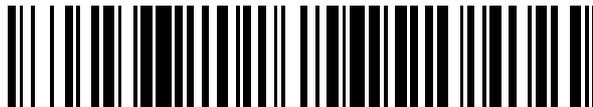


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 576 200**

51 Int. Cl.:

**C08B 31/00** (2006.01)

**C08B 31/06** (2006.01)

**C08L 3/02** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **04.01.2013 E 13150195 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **16.03.2016 EP 2612871**

54 Título: **Preparación de fase individual de producto de almidón hidrófobo**

30 Prioridad:

**06.01.2012 US 201213345237**

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

**06.07.2016**

73 Titular/es:

**CORN PRODUCTS DEVELOPMENT INC. (100.0%)  
5 Westbrook Corporate Center  
Westchester, IL 60154, US**

72 Inventor/es:

**BRANNING, SHAWN R.;  
TRACY, JOHN M. y  
SHAH, KAMLESH K.**

74 Agente/Representante:

**ISERN JARA, Jorge**

**Observaciones :**

**Véase nota informativa (Remarks) en el folleto original publicado por la Oficina Europea de Patentes**

**ES 2 576 200 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**

Preparación de fase individual de producto de almidón hidrófobo

## 5 Antecedentes de la invención

Los intentos anteriores de tratar almidón en procesos de mezcla acuosa con sales de siliconato para desarrollar repulsión al agua (hidrofobicidad) han dado como resultado propiedades indeseables y/o desventajas comerciales. Por ejemplo, el documento de Patente WO 2006/091580 A2 describe un método para obtener un almidón hidrófobo de flujo libre preparando una mezcla acuosa que comprende un almidón, un siliconato, y un ácido, donde la mezcla acuosa tiene un pH casi neutro, y secando los sólidos de almidón para obtener un almidón hidrófobo que tiene un pH de producto seco casi neutro. Además, en el mismo se desvelan combustibles y componentes de combustible que comprenden almidón.

15 Las siguientes realizaciones se presentan para ilustrar y explicar adicionalmente la presente invención y no se deberían tomar como limitantes de ningún modo. Todos los porcentajes usados tienen una base peso/peso a menos que se especifique de otro modo. La presente invención se refiere a los siguientes aspectos:

20 1. Método que comprende las etapas de:

mezclar una solución de siliconato y un almidón para formar una mezcla de solución de siliconato/almidón,

en el que la solución de siliconato comprende un siliconato,

en el que el porcentaje de siliconato de la mezcla de solución de siliconato/almidón es al menos un 0,5 %;

25 en el que la humedad total de la mezcla de solución de siliconato/almidón es al menos un 5 % y no más de un 50 %; y mezclar lo suficiente la mezcla para que dé como resultado una mezcla de almidón hidrófobo.

30 2. El método de la realización 1, que comprende además mezclar agua con la solución de siliconato y el almidón para formar una mezcla de solución de siliconato/almidón.

3. El método de la realización 1 o 2, en el que la humedad total de la mezcla de la solución de siliconato/almidón es al menos un 10 % y no más de un 30 %.

35 4. El método de la realización 1 o 2, que comprende además la etapa de secar la mezcla de almidón hidrófobo para que dé como resultado un almidón hidrófobo seco con un contenido de humedad residual de un 0 - 18 % (p/p).

5. El método de la realización 4, en el que el contenido de humedad residual es de un 7 a un 14 % (p/p).

40 6. El método de la realización 1 o 2, en el que la mezcla de almidón hidrófobo exhibe una hidrofobicidad de no más de 1 ml según se evalúa mediante el siguiente ensayo: añadir 75 ml de agua a un tubo de centrifugadora de tipo Goetz; añadir 5 g de la mezcla de almidón hidrófobo; invertir el tubo de centrifugadora 10 veces sin producir salpicaduras, donde "invertir" pretende indicar poner el tubo boca abajo y a continuación volver a la posición original durante un período de al menos tres segundos; permitir que el tubo de centrifugadora repose durante 30 minutos; invertir lentamente el tubo de centrifugadora 10 veces más sin salpicar; permitir que el tubo de centrifugadora repose durante otros 30 minutos; y registrar el volumen de almidón sedimentado en el tubo de centrifugadora.

7. El método de la realización 6, en el que el almidón hidrófobo seco exhibe una hidrofobicidad de no más de 0,8 ml.

50 8. El método de la realización 1 o 2, en el que la solución de siliconato está comprendida por una sal de siliconato de metilo.

9. El método de la realización 1 o 2, en el que la mezcla de almidón hidrófobo es de flujo libre.

55 10. Producto preparado de acuerdo con el método de la realización 1 o 2.

11. El método de la realización 9, en el que la mezcla de almidón resultante tiene un diámetro de pila de almidón de al menos 7,0 cm cuando se somete a ensayo como se expone en el Ejemplo 4.

60 Breve descripción de las diversas vistas de las figuras

La presente invención se explicará adicionalmente por referencia a las figuras adjuntas, en las que los numerales similares se refieren a estructuras similares en las diversas vistas. Las figuras mostradas no son necesariamente a escala, haciéndose énfasis en su lugar generalmente en la ilustración de los principios de la presente invención.

65 La Figura 1 representa un flujo de proceso para una realización del proceso de la presente invención.

Descripción detallada de la invención

En el presente documento se desvelan realizaciones detalladas de la presente invención; sin embargo, se ha de entender que las realizaciones desveladas son meramente ilustrativas de la invención que se puede realizar de diversas formas. Además, cada uno de los ejemplos dados junto con las diversas realizaciones de la invención se pretende que sea ilustrativo, y no restrictivo. Además, las figuras no son necesariamente a escala, y se pueden exagerar algunas características para mostrar detalles de componentes particulares. Además, cualquier medida, especificación y similar mostrada en las figuras pretende ser ilustrativa, y no restrictiva. Por lo tanto, los detalles estructurales y funcionales específicos desvelados en el presente documento no se han de interpretar como limitantes, sino meramente como una base representativa para enseñar al experto en la materia a emplear de forma diversa de la presente invención.

A menos que se especifique otra cosa, todos los porcentajes expresados en el presente documento son peso/peso.

Las unidades en la presente solicitud de patente se presentan generalmente en unidades inglesas, seguidas (entre paréntesis) por una conversión de las unidades inglesas a unidades del SI. En la medida en que las unidades del SI entre paréntesis representen un número convertido de forma inconsistente o errónea a partir de las unidades inglesas, las unidades inglesas se deberían leer como precisas.

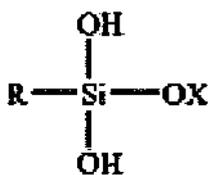
Con el fin de describir y reivindicar la presente invención, se definen los siguientes términos:

La expresión "flujo libre" significa: una propiedad de un producto sometido a ensayo de acuerdo con el Ejemplo 4 de la presente solicitud. Se considera un producto de flujo libre cuando tiene un diámetro de pila de almidón de al menos 7,0 cm cuando se somete a ensayo como se expone en el Ejemplo 4.

El término "hidrófobo" significa: una propiedad de un producto sometido a ensayo de acuerdo con el Ejemplo 5 de la presente solicitud. Un producto se considera hidrófobo cuando tiene una lectura de volumen de no más de 1,0 ml cuando se ensaya como se expone en el Ejemplo 5.

La expresión "contenido de humedad residual" significa: el porcentaje de masa total de un material atribuible a pérdida de peso de humedad por calentamiento, y se evalúa a través de un método de "pérdida en secado" utilizando una Balanza Mecánica de Humedad CSC. Se añaden aproximadamente 5 gramos de almidón (como tal) a la cubeta. Se ajusta la temperatura a 95 °C. Al final del proceso, la balanza de humedad proporciona una lectura de la humedad residual de la muestra.

El término "siliconato" significa: organosiliconatos tales como siliconatos de alquilo y siliconatos de fenilo, y sales de los mismos, que incluyen, pero no se limitan a, sales de sodio y potasio. Los siliconatos de alquilo de metal alcalino incluyen los definidos por la fórmula general:



donde R es un grupo alquilo que contiene 1 o más carbonos y X es un metal alcalino.

La expresión "solución de siliconato" significa: un siliconato disuelto en un disolvente, y puede incluir opcionalmente componentes adicionales, por ejemplo, agentes cáusticos.

La expresión "PSI de adición de siliconato" significa: la presión a la que se añade una solución de siliconato a un almidón en una realización de la presente invención.

La expresión "proporción de siliconato" significa: la proporción de solución de siliconato con respecto al agua adicional (donde el agua adicional se añade a la solución de siliconato y/o se añade por separado al almidón de la presente invención), expresada en base peso/peso.

La expresión "porcentaje de silicona" significa: la cantidad de siliconato con respecto a almidón calculada en base peso/peso.

La expresión "porcentaje de solución de siliconato" significa: la proporción peso/peso de siliconato en una solución de siliconato. La solución de siliconato está compuesta por un siliconato en un disolvente y puede estar compuesta además, por ejemplo, por un agente cáustico.

La expresión "fase individual" significa: una mezcla en polvo, de alto contenido de sólidos, de fase individual, en comparación con una "suspensión" que consiste en dos fases, es decir, una fase de agua y una fase de almidón.

5 El término "almidón" significa: almidón en su forma natural o nativa así como se refiere a almidón modificado mediante procesos físicos, químicos, enzimáticos, e incluye además la humedad de equilibrio del almidón.

10 La expresión "humedad total", como se usa en el presente documento, pretende incluir la humedad del almidón así como humedad añadida. De ese modo, por ejemplo, si el almidón tiene un 10 % de humedad, y se añaden 10 g de agua a 90 g de almidón, la humedad total sería un 19 %.

15 Los materiales adecuados para la invención pueden derivar de cualquier fuente natural, y en una realización, un almidón. Una fuente natural, como se usa en el presente documento, es la que se encuentra en la naturaleza. También son adecuados almidones derivados de una planta obtenida por técnicas de reproducción convencionales que incluyen cruzamiento, translocación, inversión, transformación o cualquier otro método de ingeniería genética o cromosómica para incluir variaciones de las mismas que por lo general se denominan organismos modificados genéticamente (GMO). También son adecuados en el presente documento almidones derivados de una planta cultivada a partir de mutaciones y variaciones artificiales de la composición genérica anterior, que se puede producir mediante métodos convencionales conocidos de reproducción por mutación.

20 Las fuentes habituales para los almidones son cereales (granos), semillas, tubérculos, raíces, legumbres y frutas. La fuente natural puede ser maíz (maíz), guisante, patata, batata, plátano, cebada, trigo, arroz, avena, sagú, amaranto, tapioca (yuca), arrurruz, canna, y sorgo, así como variedades cerosas o de alto contenido de amilosa de las mismas. La invención realizada en el presente documento se refiere a todos los almidones independientemente del contenido de amilosa y se pretende que incluya todas las fuentes de almidón, incluyendo las naturales, genéticamente alteradas u obtenidas a partir de reproducción híbrida. En una realización, el almidón es un almidón de tapioca y en otra realización el almidón es un almidón de maíz dentado.

25 En una realización, el almidón se modifica mediante cualquier número de tratamientos posibles, ya sea antes, durante o después de que el almidón se mezcle con la solución de siliconato.

30 En una realización de la presente invención, el almidón se modifica por conversión, ya sea antes, durante, o después de que el almidón se mezcle con la solución de siliconato.

35 En otra realización de la presente invención, el almidón se modifica químicamente, ya sea antes, durante o después de que el almidón se mezcle con la solución de siliconato. Se pretende que los almidones modificados químicamente incluyan, sin limitación, almidones reticulados, almidones acetilados y esterificados orgánicamente, almidones hidroxietilados e hidroxipropilados, almidones fosforilados y esterificados inorgánicamente, almidones catiónicos, aniónicos, no iónicos, y zwitteriónicos, y derivados de succinato y succinato sustituido de almidón.

40 En otra realización de la presente invención, el almidón se modifica físicamente, ya sea antes, durante o después de que el almidón se mezcle con la solución de siliconato. Los almidones modificados físicamente, tales como almidones inhibidos térmicamente, también pueden ser adecuados para su uso en el presente documento. Se pretende que los almidones modificados físicamente incluyan también almidones fraccionados en los que existe una mayor proporción de amilosa y almidones que se han modificado por molienda o cizalladura. La modificación física incluye, pero no se limita a, inhibición térmica, aglomeración, y manipulación del tamaño de partícula o la morfología del almidón.

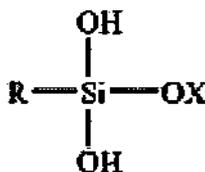
45 En otra realización de la presente invención, el almidón se modifica enzimáticamente, ya sea antes, durante o después de que el almidón se mezcle con la solución de siliconato.

50 Cualquier almidón o mezcla de almidones que tenga propiedades adecuadas para su uso en el presente documento se puede purificar, ya sea antes o después de cualquier modificación, mediante cualquier método conocido en la técnica para retirar del almidón aromas indeseables, olores, o colores que no son naturales en el almidón o se crean durante el procesamiento. El almidón se puede purificar por retirada de impurezas, productos secundarios, aromas indeseables y colores mediante métodos conocidos en la técnica que incluyen sin limitación lavado, diálisis, filtración, procesos de intercambio iónico, eliminación con vapor, blanqueado tal como mediante cloritos, modificación enzimática, y/o centrifugación. Tal purificación se puede realizar en cualquier momento del proceso.

55 Algunos materiales adecuados también pueden incluir cualquier harina o material formado por partículas o granular de base biológica apropiado que se pueda mezclar lo suficiente con una solución de siliconato para producir la presente invención. En una realización, el material adecuado es polvo de mazorca de maíz.

60 Los siliconatos incluyen organosiliconatos tales como siliconatos de alquilo y siliconatos de fenilo, y sales de los mismos. En una realización, las sales incluyen sales de sodio y potasio. Los siliconatos de alquilo de metal alcalino incluyen los definidos por la fórmula general:

65



- donde R es un grupo alquilo que contiene 1 o más carbonos y X es un metal alcalino. En una realización, el silicónato de alquilo de metal alcalino es silicónato de metilo sódico, donde R es un grupo metilo y X es sodio.
- 5 Algunas especies a modo de ejemplo de organosiliconatos de metal alcalino incluyen silicónato de metilo sódico, silicónato de etilo sódico, silicónato de propilo sódico, silicónato de metilo potásico, silicónato de etilo potásico y silicónato de propilo potásico.
- 10 En otra realización, se utilizan sales de sodio o potasio de silicónato de metilo (por ejemplo y sin limitación, XIAMETER<sup>®</sup> OFS-0772 Siliconate o XIAMETER<sup>®</sup> OFS-0777 Siliconate).
- Algunos ácidos adecuados incluyen ácidos donadores de hidrógeno, por ejemplo, los ácidos clorhídrico, sulfúrico, nítrico, fosfórico, y acético. En una realización, el ácido es ácido clorhídrico.
- 15 En una realización, el aspecto de mezclar lo suficiente del método de la presente invención se lleva a cabo utilizando un aparato CoriMix<sup>®</sup> (Lödige Process Technology, Paderborn, Alemania, [www.loedige.de](http://www.loedige.de)) compuesto por una mezcladora y un alimentador. El aparato CoriMix<sup>®</sup> tiene la capacidad de mezclar líquido con almidón seco; es decir, de añadir reactivos químicos líquidos tales como ácido y/o agua para ajustar la humedad y/o el pH. La tolva del alimentador puede contener un máximo de aproximadamente 100 lbs (45,35 kg) de almidón seco y tiene la capacidad de descargar aproximadamente 210 lbs (95,25 kg) de almidón seco en la mezcladora en una hora a velocidad máxima. También existe un tanque de adición de líquido en un lado de la mezcladora y el alimentador.
- 20 En una realización, la velocidad de la CoriMix<sup>®</sup> es cualquier velocidad que dará como resultado la mezcla suficiente del almidón y la solución de silicónato para dar como resultado un almidón hidrófobo.
- 25 En otra realización, la velocidad del CoriMix<sup>®</sup> es aproximadamente 3000 RPM.
- En una realización, antes de la adición de silicónato, solución de silicónato, agua, y ácido al almidón, se conectan el CoriMix<sup>®</sup> y la alimentación de almidón.
- 30 En otra realización, se puede utilizar cualquier combinación de orden de adición, tamaño de lote, y aparato de mezcla siempre que dé como resultado la mezcla suficiente del almidón y la solución de silicónato para dar como resultado un almidón hidrófobo.
- 35 La solución de silicónato se añade a un almidón para formar una mezcla. La solución de silicónato se puede combinar con el almidón por sí misma o en combinación con un ácido y/o agua. En una realización, se añaden la solución de silicónato y ácido al almidón. En otra realización, se añaden la solución de silicónato y agua al almidón. En otra realización más, se añaden la solución de silicónato y agua al almidón y, a continuación, después de mezcla suficiente, se añade ácido. En aún otra realización, se añaden la solución de silicónato, agua y ácido y a continuación se añade el almidón.
- 40 En una realización, la solución de silicónato es XIAMETER<sup>®</sup> OFS-0772 SILICONATE o XIAMETER<sup>®</sup> OFS-0777 SILICONATE, disponible en el mercado en Dow Corning Corporation (Midland, MI), que se puede proporcionar a un pH de aproximadamente 13.
- 45 El silicónato se puede suspender en cualquier disolvente adecuado para formar una solución de silicónato. Algunos disolventes adecuados incluyen, pero no se limitan a, agua, agentes cáusticos, y una combinación de agua y agentes cáusticos.
- 50 En una realización, se puede variar la cantidad de silicónato en la propia solución de silicónato.
- En una realización, la solución de silicónato tiene un porcentaje de solución de silicónato de aproximadamente un 32 % de silicónato de metilo sódico o silicónato de metilo potásico (opcionalmente más de aproximadamente un 28 % de silicónato o silicónato de metilo potásico), con hasta un 0,9 % de metanol residual, menos o igual de un 3 % de cloruro sódico y el resto agua.
- 55 Se puede variar el porcentaje de silicónato y en una realización será de aproximadamente un 0,5 % a aproximadamente un 5 %, alternativamente de aproximadamente un 1,0 % a aproximadamente un 2,0 %, alternativamente aproximadamente un 1,3 % en peso.

## ES 2 576 200 T3

La solución de siliconato y el agua se pueden combinar ambos con el almidón para formar una mezcla. En una realización, la mezcla de solución de siliconato/almidón es una mezcla en polvo, de alto contenido en sólidos, de fase individual, en comparación con una suspensión que consiste en dos fases, es decir, una fase de agua y una fase de almidón.

5 En una realización, la humedad total es al menos aproximadamente un 5 %. En otra realización, la humedad total es al menos aproximadamente un 10 %. En otra realización más, la humedad total es al menos aproximadamente un 15 %.

10 En una realización, la humedad total es no más de aproximadamente un 50 %. En otra realización, la humedad total es no más de aproximadamente un 45 %. En otra realización más la humedad total es no más de aproximadamente un 40 %. En aún otra realización, la humedad total es no más de aproximadamente un 30 %. En otra realización más, la humedad total es no más de aproximadamente un 20 %. En una realización, la humedad total es aproximadamente un 19,5 %.

15 La solución de siliconato también se pueden introducir en la cámara de mezcla para formar la mezcla a presiones variables.

En otra realización, la PSI de adición de siliconato del proceso de la invención es al menos 3 (20,68 kPa).

20 En otra realización, la PSI de adición de siliconato del proceso de la invención es al menos 6 (41,37 kPa).

En otra realización, la PSI de adición de siliconato del proceso de la invención es no más de 15 (103,32 kPa).

25 En otra realización, la PSI de adición de siliconato del proceso de la invención está entre aproximadamente 3 (20,68 kPa) y aproximadamente 15 (103,32 kPa).

El almidón también se puede introducir en la cámara de mezcla para formar la mezcla a tasas variables.

En otra realización, la tasa de almidón es aproximadamente 3 lb (1,36 kg) / minuto.

30 En otra realización, la tasa de almidón puede ser cualquier tasa en combinación con el orden de adición, tamaño de lote, y aparato de mezcla siempre que el resultado sea la mezcla suficiente del almidón y la solución de siliconato para dar como resultado un almidón hidrófobo.

35 En otra realización, el tiempo de mezcla puede ser cualquier duración en combinación con el orden de adición, tamaño de lote, y aparato de mezcla siempre que el resultado sea la mezcla suficiente del almidón y la solución de siliconato para dar como resultado un almidón hidrófobo.

En una realización, el proceso de mezcla puede transcurrir como un proceso discontinuo.

40 En otra realización, el proceso de mezcla puede transcurrir como un proceso continuo.

En otra realización, el tiempo de mezcla puede tener cualquier duración ya sea en un proceso discontinuo o continuo siempre que el resultado sea la mezcla suficiente del almidón y la solución de siliconato para dar como resultado un almidón hidrófobo.

45 Además, el almidón se añade al CoriMix<sup>®</sup> en combinación con el siliconato añadido a una presión eficaz para producir una etapa de mezcla suficiente que dará como resultado un almidón hidrófobo como se describe en el presente documento.

50 En una realización, la mezcla que comprende el almidón y el siliconato se mezcla durante un período adecuado para producir el almidón hidrófobo de la presente invención.

En una realización, la mezcla de la mezcla de almidón/solución de siliconato transcurre hasta que el almidón mezclado alcance hidrofobicidad, según se evalúa como se describe en el presente documento.

55 En una realización, la mezcla de la mezcla de almidón/solución de siliconato transcurre hasta que el almidón mezclado alcance un estado de flujo libre, según se evalúa como se describe en el presente documento.

En una realización, el almidón hidrófobo mezclado puede tener un pH alcalino; en una realización, un pH de aproximadamente 10-12.

60 El ajuste con ácido de la solución de siliconato puede dar como resultado la precipitación indeseada del siliconato en la solución. Por lo tanto, si la solución de siliconato se ajusta con ácido antes de la combinación de la solución de siliconato ajustada con ácido con el almidón, tal ajuste de pH se realiza (1) solo hasta un grado tal que se evita la precipitación indeseada de siliconato en la solución; y/o (2) inmediatamente antes de la combinación de la solución de siliconato ajustada con ácido con el almidón.

65

En una realización, el pH de la solución de siliconato se ajusta antes de y/o a medida que la solución de siliconato se añade al almidón para formar una mezcla de solución de siliconato/almidón.

En otra realización, el pH de la mezcla de solución de siliconato/almidón se ajusta durante la mezcla.

En otra realización, el pH de la mezcla hidrófoba de solución de siliconato/almidón se ajusta después de la mezcla.

En otra realización, el pH de la mezcla de almidón hidrófobo se ajusta a un pH deseado por adición de un ácido. El pH se puede ajustar a un pH casi neutro (6-8). El pH se puede ajustar a un pH mayor de 4 y menor de aproximadamente 11,5, alternativamente entre aproximadamente 5 y aproximadamente 9, alternativamente entre aproximadamente 6 y aproximadamente 8, alternativamente entre aproximadamente 6,5 y aproximadamente 7,5, alternativamente entre aproximadamente 6,8 y aproximadamente 6,9, usando un ácido que se disocia lo suficiente en agua para producir el pH deseado.

Los almidones, siliconatos y ácidos se pueden usar en los siguientes métodos para preparar composiciones de almidón hidrófobo. Una mezcla de almidón, solución de siliconato y ácido se prepara de cualquier forma adecuada. Por ejemplo, el almidón se puede preparar a partir de cualquiera de una diversidad de almidones naturales, y se puede combinar una solución de siliconato, opcionalmente con agua adicional, con el almidón para formar una mezcla de almidón hidrófobo que comprende el almidón y el siliconato. La mezcla de almidón hidrófobo se puede ajustar a un pH casi neutro deseado con la adición de una cantidad adecuada de un ácido. Alternativamente, la mezcla de almidón hidrófobo se puede preparar mediante un método en el que se combina una solución de siliconato con un ácido en una solución antes de combinar la solución con un almidón, y opcionalmente agua adicional, para formar una mezcla de almidón hidrófobo. En otras palabras, se puede preparar una solución a partir de un siliconato y un ácido, y la solución se puede ajustar a un pH casi neutro deseado con una cantidad adecuada de ácido, determinando la cantidad de ácido añadido al siliconato y el agua opcional el pH de la mezcla de almidón hidrófobo preparada posteriormente.

Además, se describe que los almidones, siliconatos y ácidos se pueden usar en los siguientes métodos para preparar composiciones de almidón de flujo libre. Una mezcla de almidón, solución de siliconato y ácido se prepara de cualquier forma adecuada. Por ejemplo, el almidón se puede preparar a partir de cualquiera de una diversidad de almidones naturales, y se puede combinar una solución de siliconato, opcionalmente con agua adicional, con el almidón para formar una mezcla de almidón de flujo libre que comprende el almidón y el siliconato. La mezcla de almidón de flujo libre se puede ajustar a un pH casi neutro deseado con la adición de una cantidad adecuada de un ácido. Alternativamente, la mezcla de almidón de flujo libre se puede preparar mediante un método en el que se combina una solución de siliconato con un ácido en una solución antes de combinar la solución con un almidón, y opcionalmente agua adicional, para formar una mezcla de almidón de flujo libre. En otras palabras, se puede preparar una solución a partir de un siliconato y un ácido, y la solución se puede ajustar a un pH casi neutro deseado con una cantidad adecuada de ácido, determinando la cantidad de ácido añadido al siliconato y el agua opcional el pH de la mezcla de almidón de flujo libre preparada posteriormente.

En otra realización, la mezcla de almidón hidrófobo tiene un pH ácido.

En otra realización, la mezcla de almidón hidrófobo tiene un pH sustancialmente neutro.

En otra realización, la mezcla de almidón hidrófobo tiene un pH alcalino.

En otra realización, la mezcla de almidón hidrófobo tiene un pH ácido en el secado.

En otra realización, la mezcla de almidón hidrófobo tiene un pH sustancialmente neutro en el secado.

En otra realización, la mezcla de almidón hidrófobo tiene un pH alcalino en el secado.

En una realización, se seca la mezcla de almidón hidrófobo, ya sea antes o después del ajuste de pH. En un ejemplo, los sólidos de almidón pueden ser anhidros o sustancialmente anhidros (secados hasta un contenido de humedad mínimo de no más de un 1 %); un contenido de humedad residual de no más de un 2 %; un contenido de humedad residual de no más de un 3 %; un contenido de humedad residual de no más de un 4 %; un contenido de humedad residual de no más de un 5 %; un contenido de humedad residual de no más de un 6 %; un contenido de humedad residual de no más de un 7 %; un contenido de humedad residual de no más de un 8 %; un contenido de humedad residual de no más de un 9 %; un contenido de humedad residual de no más de un 10 %; un contenido de humedad residual de no más de un 11 %; un contenido de humedad residual de no más de un 12 %; un contenido de humedad residual de no más de un 13 %; un contenido de humedad residual de no más de un 14 %; un contenido de humedad residual de no más de un 15 %; un contenido de humedad residual de no más de un 16 %; un contenido de humedad residual de no más de un 17 %; o un contenido de humedad residual de no más de un 18 %. Los contenidos de humedad máximos anteriores se pueden combinar para formar intervalos.

En una realización, la humedad residual del almidón hidrófobo seco está entre aproximadamente un 7 y

aproximadamente un 14 %.

En una realización, la mezcla de almidón hidrófobo seco es de flujo libre de acuerdo con los criterios que se exponen en el Ejemplo 4. En otra realización, la mezcla de almidón hidrófobo seco es de flujo libre de un modo tal que forma un diámetro de pila de almidón de al menos 7,0 cm. En otra realización, la mezcla de almidón hidrófobo seco es de flujo libre de un modo tal que forma un diámetro de pila de almidón de al menos 7,5 cm. En otra realización, la mezcla de almidón hidrófobo seco es de flujo libre de un modo tal que forma un diámetro de pila de almidón de al menos 8,0 cm. En otra realización, la mezcla de almidón hidrófobo seco es de flujo libre de un modo tal que forma un diámetro de pila de almidón de al menos 9,0 cm. En otra realización, la mezcla de almidón hidrófobo seco es de flujo libre de un modo tal que forma un diámetro de pila de almidón de al menos 10,0 cm.

En una realización, la mezcla de almidón hidrófobo es hidrófoba de acuerdo con los criterios que se exponen en el Ejemplo 5. En una realización, la mezcla de almidón hidrófobo es hidrófoba de un modo tal que sedimenta no más de 1 ml de almidón en el fondo del tubo de centrifugadora. En otra realización, la mezcla de almidón hidrófobo es hidrófoba de un modo tal que sedimentan no más de 1,5 ml en el fondo del tubo de centrifugadora. En otra realización más, la mezcla de almidón hidrófobo es hidrófoba de un modo tal que sedimentan no más de 0,8 ml. En una realización, la mezcla de almidón hidrófobo es hidrófoba de un modo tal que sedimentan no más de 0,6 ml. En una realización, la mezcla de almidón hidrófobo es hidrófoba de un modo tal que sedimentan no más de 0,4 ml.

## Ejemplos

Los siguientes ejemplos se presentan para ilustrar y explicar adicionalmente la presente invención y no se deberían tomar como limitantes en ningún caso. Todos los porcentajes usados son en base peso/peso.

### Ejemplo 1: Creación de una mezcla de almidón hidrófobo

Este ejemplo ilustra una realización de la creación de un almidón suficientemente mezclado. En una realización, se utiliza un CoriMix® para mezclar los almidones de maíz y/o tapioca que se desvelan en la Tabla 1 en el presente documento, o cualquier otro almidón adecuado u otro material de base biológica adecuado. El CoriMix® está compuesto por dos componentes, la mezcladora y el alimentador. La mezcladora tiene una velocidad máxima de 3500 rpm y se controla en la vista del panel principal. Tiene la capacidad de mezclar materiales y ajustar pH, humedad y tratamiento ácido de los materiales mezclados. La tolva del alimentador puede contener un máximo de 100 lbs (45,36 kg) de almidón seco y tiene la capacidad de descargar 210 lbs (95,25 kg) del almidón seco en la mezcladora en una hora a máxima velocidad. El alimentador también tiene un tanque de adición de líquido o disparo, que se puede utilizar para añadir líquidos, a presión, en la mezcladora. El CoriMix® se puede emplear como sigue a continuación:

Obtener una cantidad del almidón base, y cargar la cantidad especificada de almidón base en la tolva de alimentación.

Ajustar la tasa de almidón, indicada en lbs/minuto que se va añadir desde la tolva de alimentación a la mezcladora.

Preparar los reactivos químicos que se van a usar para su adición al tanque de disparo. En una campana química, pesar 4,2 lbs (1,90 kg) de siliconato en una cubeta de 5 galones (18,9 l). Añadir 8,4 lbs (3,80 kg) de agua corriente a la cubeta de 5 galones (18,9 l). Mezclar manualmente. Medir y registrar el pH de la solución de siliconato.

Transferir el material a un tanque de disparo limpio para el equipo CoriMix®. Cerrar la válvula de adición de reactivo en la mezcladora, y establecer el caudal/psi de líquido por ajuste de la presión de aire del tanque. La presión máxima del tanque de disparo es 60 psi (413,69 kPa). La presión puede variar de 4 - 35 psi (27,58 - 103,42 kPa) (aproximadamente 0,15 - 0,51 lb/min [0,07-0,23 kg/min]) dependiendo del peso total del reactivo, la tasa de adición de almidón, la concentración del ácido, y el pH deseado del material. En general las tasas se pueden ajustar para completar la adición de siliconato a 100 lbs (45,36 kg) de almidón en 30 minutos, aproximadamente. La presión para la adición de ácido se puede ajustar basándose en el pH deseado del producto final.

Conectar el interruptor principal de energía y el interruptor de corriente del alimentador.

Ajustar la velocidad del agitador a 3000 rpm. Una vez se ajusta la velocidad, iniciar la mezcladora. Ajustar el caudal de almidón en el CoriMix® a 3 lb (1,36 kg)/min. Iniciar el alimentador de control de almidón y abrir la válvula de control de líquido inmediatamente. En una realización, una cantidad del almidón añadido a la mezcladora a través del alimentador de control de almidón se puede mezclar antes de la adición del siliconato y/o ácido desde el tanque de disparo. Tomar una muestra de la mezcla de almidón/siliconato durante la adición de siliconato. Medir y registrar el pH de una suspensión preparada con un 20 % de almidón obtenido de la muestra en agua.

Comprobar para ver si la muestra de almidón/siliconato retirada de la mezcladora se mezcla lo suficiente para que sea hidrófoba, como se define en el presente documento.

Una vez se completa la adición del siliconato y/o ácido al almidón, apagar la mezcladora y el alimentador. Lavar abundantemente el tanque de disparo y la línea de adición con agua. Abrir la válvula de control y añadir agua corriente al tanque de disparo. Ajustar la presión a 20 psi (137,90 kPa). Recoger el agua de la boquilla en un recipiente vacío y desecharla en consecuencia.

5 Ejemplo 2: pH - ajuste de pH de la mezcla de almidón hidrófobo

Retirar el almidón hidrófobo y/o de flujo libre de la mezcladora y cargar nuevamente el lote o el almidón hidrófobo procesado de forma continua en la tolva de alimentación.

10 Ajustar la tasa de almidón, indicada en lbs/minuto que se va añadir desde la tolva de alimentación a la mezcladora.

Preparar una solución de ácido. En una campana, añadir 8 lbs (3,63 kg) de agua en un recipiente adecuado. Añadir 1 lb (0,45 kg) de ácido clorhídrico al recipiente. Mezclar manualmente. Transferir el ácido clorhídrico diluido a un tanque de disparo limpio para el equipo CoriMix®. Cerrar la válvula de adición de reactivo en la mezcladora. Ajustar el caudal/psi de líquido por ajuste de la presión de aire del tanque.

15 Ajustar la velocidad del agitador a 3000 rpm. Una vez se ajusta la velocidad, iniciar la mezcladora. Tomar una muestra después de 2 minutos y detener el alimentador en la mezcladora y cerrar la válvula de control de líquido.

20 Medir el pH de una suspensión preparada con un 20 % de almidón obtenido de la muestra. Ajustar la presión según sea necesario para conseguir un pH de 5,5-7,5. Una vez se ajustan la presión y la tasa de almidón, completar el ajuste de pH con solución de ácido. Tomar una muestra del material de pH ajustado. Crear una suspensión preparada con un 20 % de almidón obtenido a partir de la muestra y medir el pH de suspensión. Cuando se alcanza el punto final deseado y se ha ajustado el pH de todo el almidón hidrófobo, desconectar la mezcladora.

25 Ejemplo 3: Secado en anillo del almidón hidrófobo y/o de flujo libre

En una realización, se utiliza el siguiente procedimiento para secar en anillo el almidón de flujo libre y/o hidrófobo hasta una humedad residual de, en una realización, un 10-14 %, utilizando un secador Barr-Rosin 276 Pilot Ring Dryer (Barr-Rosin Inc., Boisbriand, Quebec).

30 Conectar el secador en anillo; arrancar la unidad y esperar hasta que indique que se completa el modo de arranque.

35 Encender el panel de control:

Colocar el controlador de entrada en Auto y esperar hasta que la temperatura alcance el punto establecido.

Colocar el controlador de salida en Manual y ajustar la misma temperatura que en el controlador de entrada.

40 Colocar el controlador de entrada en modo Cascada.

Colocar el controlador de salida de vuelta al modo Auto.

45 Ajustar el punto establecido del controlador de salida a la temperatura deseada.

Llenar la tolva de alimentación del secador en anillo con almidón hidrófobo y/o de flujo libre.

50 Iniciar el secador en anillo. La mezcla empezará a alimentar el secador. Ajustar la velocidad de la cinta transportadora en el panel de control a la velocidad de proceso/temperatura de entrada deseadas. Si la temperatura de entrada se vuelve demasiado alta, el secador detendrá la alimentación.

Rellenar la tolva de alimentación según sea necesario.

55 Ajustar el punto establecido de temperatura de salida para conseguir la mezcla de producto deseada.

Vaciar el recipiente de recogida cuando esté lleno en un recipiente de almacenamiento apropiado.

Después de que se complete el secado, presionar el botón de Detener en el panel de control para apagar la unidad.

60 Ejemplo 4: Evaluación de "flujo libre"

La naturaleza de "flujo libre" de la mezcla de almidón/siliconato se puede evaluar, en una realización, como sigue a continuación.

65 Obtener lo siguiente: (1) una placa de vidrio con una superficie lisa de 30 cm x 30 cm (para mínima resistencia a la fricción); (2) una regla para medir el diámetro de la distancia de flujo del almidón; (3) un tubo de PVC con un diámetro interno de 1 pulgada (2,54 cm), y una longitud de 5 pulgadas (12,7 cm); (4) un cilindro graduado de 50 ml.

## ES 2 576 200 T3

Colocar el tubo verticalmente en la parte superior de la placa de vidrio con un extremo descansando firmemente en la parte superior de la placa. Asegurarse de que el tubo descansa en el centro de la placa.

5 Agitar el recipiente con el almidón en él durante unos pocos segundos con el fin de evitar la medición de almidón empaquetado más densamente de la normal. Medir 20 ml de muestra en el cilindro graduado.

10 Transferir cuidadosamente al tubo la muestra de almidón medida anteriormente, evitando una sobrecumulación del almidón en los laterales del tubo. Tapar el tubo de PVC y el cilindro graduado asegurándose de no mover el propio tubo, con el fin de asegurarse de que el almidón está en el fondo del tubo.

15 Agarrar la parte externa del tubo, y tirar cuidadosa y rápidamente del tubo verticalmente, asegurándose de minimizar el movimiento lateral del tubo.

15 Con una regla, medir el diámetro (en cm) de la pila circular resultante de almidón desde 4 ángulos diferentes: de la parte superior a la parte inferior, de izquierda a derecha, de la parte superior izquierda a la parte inferior derecha, y de la parte superior derecha a la parte inferior izquierda.

Promediar las 4 medidas para obtener una medida del diámetro medio.

20 El almidón tiene propiedades de flujo libre suficientes si el diámetro de pila es de 7 cm o mayor si el contenido de humedad residual es un 9-13 %. Los almidones con menor humedad en equilibrio tendrán un diámetro ligeramente mayor que los almidones con mayor humedad.

### Ejemplo 5: Evaluación de hidrofobicidad

25 La repulsión al agua comparativa (hidrofobicidad) de los polvos de almidón se puede determinar cuantitativamente, en una realización, como sigue a continuación:

30 Añadir 75 ml de agua a un tubo de centrifugadora de tipo Goetz. Añadir 5 g del producto que se va a someter a ensayo. Invertir el tubo de centrifugadora 10 veces sin producir salpicaduras. "Invertir" pretende indicar poner el tubo boca abajo y a continuación volver a la posición original durante un período de al menos tres segundos. Permitir que repose durante 30 minutos. Invertir lentamente el tubo de centrifugadora 10 veces más sin salpicar. Permitir que repose otros 30 minutos; y registrar el volumen de partículas sedimentadas.

35 Un producto tratado con siliconato se considera hidrófobo con una lectura de volumen de no más de 1 ml.

### Ejemplo 6: Creación de un almidón de maíz hidrófobo (almidón DAP-37 MELOJEL®)

40 Este ejemplo demuestra la creación de un producto de la presente invención usando almidón MELOJEL®.

40 Obtener 100 lbs (45,35 kg) del almidón base, y cargar la cantidad especificada de almidón base en la tolva de alimentación.

45 Ajustar la tasa del almidón, indicada en 3,25 lbs (1,47 kg) / minuto que se va a añadir desde la tolva de alimentación a la mezcladora.

50 Preparar los reactivos químicos que se van a usar para la adición al tanque de disparo. En una campana química, pesar 12,6 lbs (5,71 kg) de XIAMETER® OFS-0772 SILICONATE (suministrado con una concentración de un 30 por ciento de sólidos en agua, disponible en Dow Corning, Midland, MI.)

50 Mezclar los reactivos químicos manualmente en una cubeta de 5 galones (18,9 l). Medir y registrar el pH de la solución de siliconato.

55 Transferir el material de reactivos químicos mezclado a un tanque de disparo limpio para el equipo CoriMix®. Cerrar la válvula de adición de reactivo en la mezcladora, y ajustar el caudal de líquido para 15 psi (103,42 kPa) por ajuste de la presión del aire del tanque.

60 Ajustar la velocidad del agitador a 3000 rpm. Una vez se ajusta la velocidad, iniciar la mezcladora en el panel de control. Ajustar el caudal de almidón en el CoriMix® a 3,25 lb (1,47 kg)/min. Iniciar el alimentador de control de almidón y abrir la válvula de control de líquido inmediatamente. En una realización, una cantidad del almidón añadido a la mezcladora a través del alimentador de control de almidón se puede mezclar antes de la adición del siliconato y/o ácido desde el tanque de disparo. Tomar una muestra de la mezcla de almidón/siliconato durante la adición de siliconato. Medir y registrar el pH de una suspensión preparada con un 20 % de almidón obtenido de la muestra.

65 Comprobar para ver si la muestra de almidón/siliconato retirada de la mezcladora se mezcla lo suficiente para que sea de flujo libre. Se ha de observar que el almidón se seca en primer lugar hasta una humedad residual de un 9-

## ES 2 576 200 T3

13 % como se indica en el procedimiento de ensayo.

Comprobar para ver si la muestra de almidón/siliconato retirada de la mezcladora se mezcla lo suficiente para que sea hidrófoba.

5 Una vez se completa la adición del siliconato y/o el ácido al almidón y se mezcla lo suficiente la mezcla de almidón/siliconato, apagar la mezcladora y el alimentador. Lavar abundantemente el tanque de disparo y la línea de adición con agua. Abrir la válvula de control y añadir agua corriente al tanque de disparo. Ajustar la presión a 20 psi (137,90 kPa). Recoger el agua de la boquilla en un recipiente vacío.

10 Cargar el almidón hidrófobo y/o de flujo libre en una tolva de alimentación para el ajuste de pH. Ajustar la tasa de almidón, indicada como 3,5 lbs (1,47 kg)/minuto que se va a añadir desde la tolva de alimentación a la mezcladora.

15 Preparar la solución de ácido. En una campana, crear una mezcla 5:1 de agua y ácido clorhídrico. Transferir el material a un tanque de disparo limpio para el equipo CoriMix<sup>®</sup>. Cerrar la válvula de adición de reactivo en la mezcladora. Ajustar el caudal de líquido a 20 psi (137,90 kPa) por ajuste de la presión de aire del tanque.

20 Ajustar la velocidad del agitador a 3000 rpm. Una vez se ajusta la velocidad, iniciar la mezcladora en el panel de control. Iniciar el alimentador y abrir la válvula de control de líquido inmediatamente. Tomar una muestra después de 2 minutos y detener el alimentador, cerrar la válvula de control de líquido y desconectar la mezcladora. Medir el pH de una suspensión preparada con un 20 % de almidón obtenido de la muestra. Ajustar la presión según sea necesario para alcanzar un pH final de 6,5, añadiendo suficiente solución de ácido para alcanzar el punto final de pH deseado. Cuando se alcanza el punto final de pH deseado y se ha ajustado el pH de todo el almidón hidrófobo, desconectar la mezcladora.

25 Los resultados que utilizan la mezcla de almidón del Ejemplo 6 se muestran en la TABLA 1. La TABLA 1 describe además varias mezclas hidrófobas preparadas a partir de almidón MELOJEL<sup>®</sup>, un almidón de maíz dentado disponible en el mercado, utilizando diversos porcentajes de tratamiento de siliconato y proporciones de siliconato para producir mezclas de almidón hidrófobo de la presente invención. Se ha de observar que, para el ajuste de averías mecánicas (por ejemplo, obstrucción de la boquilla), todas las muestras procesadas con tratamientos de siliconato de 8,4 y 12,6 exhibieron una hidrofobicidad como se reivindica en el presente documento, mientras que las muestras procesadas con un tratamiento de siliconato de 4,2 con una proporción de agua con respecto a siliconato de al menos 2:1 también exhibieron una hidrofobicidad como se reivindica en el presente documento. Aunque todos los almidones hidrófobos son de flujo libre, no todos los almidones de flujo libre fueron hidrófobos.

30

35

Lote	Base	Velocidad de CoriMix® (RPM)		Tamaño del lote (kg)		Tratamiento de la solución de silicónato				Ajuste de pH por adición de ácido				Repulsión al agua (ml)	Diámetro de flujo libre (cm)
		No Tratado	Tratado	No Tratado	Tratado	Porcentaje de solución de silicónato (%)	Proporción (agua: solución de silicónato)	Tasa de alimentación (kg/min)	Adición de silicónato (kPa)	Proporción de HCl (agua: ácido)	Tasa de alimentación de almidón (kg/min)	Adición de HCl (kPa)	pH		
-	MELO JEL®	No Tratado	No Tratado	No Tratado	No Tratado	No Tratado	No Tratado	No Tratado	No Tratado	No Tratado	No Tratado	No Tratado	No Tratado	11,1	5,3
-	Almidón de tapioca	No Tratado	No Tratado	No Tratado	No Tratado	No Tratado	No Tratado	No Tratado	No Tratado	No Tratado	No Tratado	No Tratado	No Tratado	12,3	5,5
DKP 43	MELO JEL®	3000	N/A	4,2	0:1	1,47	20,7	5:1	1,47	13,8	8,5	8,5	9,5	6,4	
EKP9	MELO JEL®	3000	N/A	12,6	0:1	1,47	103,4	4:1	1,47	82,7	8,6	8,6	0,4	9,3	
DAP 36	MELO JEL®	3000	45,4	12,6	0:1	1,47	103,4	3:1	1,47	75,8	6,5	6,5	0,9	8,6	
DAP 37	MELO JEL®	3000	45,4	12,6	0:1	1,47	103,4	5:1	1,47	137,9	6,5	6,5	0,8	8,8	
EAP8	MELO JEL®	3000	41,0	8,4	0:1	1,47	55,2	4:1	Boquilla obstruida	Boquilla obstruida	11,5	11,5	0,9 (después de silicónato)	8,8	
EAP9	MELO JEL®	3000	45,4	8,4	0:1	1,63	103,4	4:1	Boquilla obstruida	Boquilla obstruida	10,5	10,5	1,8	8,2	
EAP 12	Almidón de tapioca	3000	45,4	8,4	0:1	1,47	69,0	4:01	1,47	82,7	6,2	6,2	0,2	9,9	
HAP 17	MELO JEL®	3000	45,4	4,2	0:1	1,59	27,6	8:1	-	-	-	-	2,0	9,9	
HAP 18	MELO JEL®	3000	45,4	4,2	2:1	N/A	N/A	8:1	-	-	-	-	0,4	10,4	
HAP 19	MELO JEL®	3000	45,4	4,2	2:1	1,48	82,7	8:1	1,50	69,0	5,5	5,5	0,5	11,3	
HAP 22	MELO JEL®	3000	45,4	4,2	1:1	1,54	34,5	8:1	1,36	55,2	5,3	5,3	10,0	7,8	
JAP 13	MELO JEL®	3000	45,4	4,2	2:1	1,36	69,0	8:1	1,50	27,6	10,5	10,5	0,3	10,3	

		Tratamiento de la solución de silicónato				Ajuste de pH por adición de ácido								
Lote	Base	Velocidad de CoriMix® (RPM)	Tamaño del lote (kg)	Porcentaje de solución de silicónato (%)		Proporción (agua: solución de silicónato)		Tasa de alimentación de almidón (kg/min)		Adición de HCl (kPa)		pH	Repulsión al agua (ml)	Diámetro de flujo libre (cm)
				Porcentaje de solución de silicónato (%)	Proporción (agua: solución de silicónato)	Tasa de alimentación de almidón (kg/min)	Adición de silicónato (kPa)	Proporción de HCl (agua: ácido)	Tasa de alimentación de almidón (kg/min)	Adición de HCl (kPa)				
JAP 14	MELO JEL®	3000	45,36	4,2	2:1	1,36	68,95	8:1	1,45	27,56	10,2	0,3	11,8	

Ejemplo 7: Creación de un almidón de tapioca hidrófobo (EAP-12)

Este ejemplo demuestra la creación de un producto de la presente invención a partir de almidón de tapioca National Starch n.º 52-2016, un almidón de tapioca disponible en el mercado.

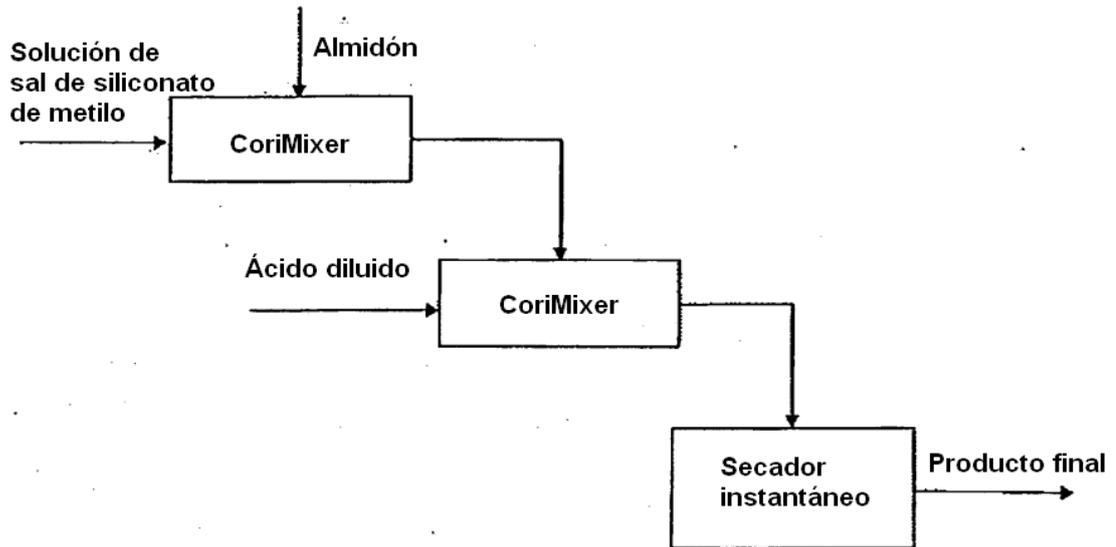
- 5 Obtener 100 lbs (45,35 kg) del almidón base, y cargar la cantidad especificada del almidón base en la tolva de alimentación.
- 10 Ajustar la tasa de almidón, indicada como 3,25 lbs (1,47 kg)/minuto que se va a añadir desde la tolva de alimentación a la mezcladora.
- 15 Preparar los reactivos químicos que se van a usar para la adición en el tanque de disparo. En una campana química, pesar 8,4 lbs (3,81 kg) de solución de siliconato en una cubeta de 5 galones (18,9 l). Mezclar manualmente. Medir y registrar el pH de la solución de siliconato.
- 20 Transferir el material de reactivos químicos a un tanque de disparo limpio para el equipo CoriMix®. Cerrar la válvula de la adición de reactivo en la mezcladora, y ajustar el caudal de líquido a 10 psi (68,95 kPa) por ajuste de la presión de aire del tanque.
- 25 Ajustar la velocidad del agitador a 3000 rpm. Una vez se ajusta la velocidad, iniciar la mezcladora en el panel de control. Ajustar el caudal de almidón en el CoriMix® para 3,25 lb (1,47 kg)/min. Iniciar el alimentador de control de almidón y abrir la válvula de control de líquido inmediatamente. En una realización, se puede mezclar una cantidad del almidón añadido a la mezcladora a través del alimentador de control de almidón antes de añadir el siliconato y/o el ácido desde el tanque de disparo. Tomar una muestra de la mezcla de almidón/siliconato durante la adición de siliconato. Medir y registrar el pH de una suspensión preparada con un 20 % de almidón obtenido de la muestra.
- 30 Comprobar para ver si la muestra de almidón/siliconato retirada de la mezcladora se mezcla lo suficiente para que sea de flujo libre.
- 35 Comprobar para ver si la muestra de almidón/siliconato retirada de la mezcladora se mezcla lo suficiente para que sea hidrófoba.
- Una vez se completa la adición del siliconato y/o el ácido al almidón y se mezcla lo suficiente la mezcla de almidón/siliconato, desconectar la mezcladora y el alimentador. Lavar abundantemente el tanque de disparo y la línea de adición con agua. Abrir la válvula de control y añadir agua corriente al tanque de disparo. Ajustar la presión a 12 psi (82,74 kPa). Recoger el agua de la boquilla en un recipiente vacío.
- 40 Cargar el almidón hidrófobo y/o de flujo libre en una tolva de alimentación para el ajuste de pH. Ajustar la tasa de almidón, indicada como 3,5 lbs (1,47 kg)/minuto que se va a añadir desde la tolva de alimentación a la mezcladora.
- 45 Preparar la solución de ácido. En una campana, crear una mezcla 5:1 de agua y ácido clorhídrico. Transferir el material a un tanque de disparo limpio para el equipo CoriMix®. Cerrar la válvula de adición de reactivo en la mezcladora. Ajustar el caudal de líquido a 20 psi (137,90 kPa) por ajuste de la presión de aire del tanque.
- 50 En el panel de visualización, ajustar la velocidad del agitador a 3000 rpm. Una vez se ajusta la velocidad, iniciar la mezcladora en el panel de control. Iniciar el alimentador y abrir la válvula de control de líquido inmediatamente. Tomar una muestra después de 2 minutos y detener el alimentador, cerrar la válvula y la mezcladora. Medir el pH de una suspensión preparada con un 20 % de almidón obtenido a partir de la muestra. Ajustar el pH según sea necesario para alcanzar un pH final de 6,5. Cuando se alcanza el punto final deseado, desconectar la mezcladora.
- 55 Los resultados que utilizan la mezcla de almidón del Ejemplo 7 se muestran en la TABLA 1. La TABLA 1 describe además varias mezclas de almidón hidrófobo preparadas a partir de almidón de maíz dentado disponible en el mercado, utilizando diversos porcentajes de tratamiento de siliconato y proporciones de siliconato para producir mezclas de almidón hidrófobo de la presente invención. Se ha de observar que, para el ajuste de averías mecánicas (por ejemplo, obstrucción de la boquilla), todas las muestras procesadas con tratamientos de siliconato de 8,4 y 12,6 exhibieron una hidrofobicidad como se reivindica en el presente documento, mientras que las muestras procesadas con un tratamiento de siliconato de 4,2 con una proporción de agua con respecto a siliconato de al menos 2:1 también exhibieron una hidrofobicidad como se reivindica en el presente documento. Aunque todos los almidones hidrófobos son de flujo libre, no todos los almidones de flujo libre fueron hidrófobos.
- 60

**REIVINDICACIONES**

1. Método que comprende las etapas de:

- 5 Mezclar una solución de siliconato y un almidón para formar una mezcla de solución de siliconato/almidón,  
en el que la solución de siliconato comprende un siliconato,  
en el que el porcentaje de siliconato de la mezcla de solución de siliconato/almidón es al menos un 0,5 %;  
10 en el que la humedad total de la mezcla de solución de siliconato/almidón es al menos un 5 % y no más de un 50 %;  
y  
mezclar lo suficiente la mezcla para que dé como resultado una mezcla de almidón hidrófobo.
- 15 2. El método de la reivindicación 1, que comprende además mezclar agua con la solución de siliconato y el almidón para formar una mezcla de solución de siliconato/almidón.
3. El método de la reivindicación 1 o 2, en el que la humedad total de la mezcla de solución de siliconato/almidón es al menos un 10 % y no más de un 30 %.
- 20 4. El método de la reivindicación 1 o 2 que comprende además la etapa de Secar la mezcla de almidón hidrófobo para que dé como resultado un almidón hidrófobo seco con un contenido de humedad residual de un 0 - 18 % (p/p).
- 25 5. El método de la reivindicación 4, en el que el contenido de humedad residual es de un 7 a un 14 % (p/p).
- 30 6. El método de la reivindicación 1 o 2, en el que la mezcla de almidón hidrófobo exhibe una hidrofobicidad de no más de 1 ml según se evalúa mediante el siguiente ensayo: añadir 75 ml de agua a un tubo de centrifugadora de tipo Goetz; añadir 5 g de la mezcla de almidón hidrófobo; invertir el tubo de centrifugadora 10 veces sin producir salpicaduras, donde "invertir" pretende indicar poner el tubo boca abajo y a continuación volver a la posición original durante un período de al menos tres segundos; permitir que el tubo de centrifugadora repose durante 30 minutos; invertir lentamente el tubo de centrifugadora 10 veces más sin salpicar; permitir que el tubo de centrifugadora repose durante otros 30 minutos; y registrar el volumen de almidón sedimentado en el tubo de centrifugadora.
- 35 7. El método de la reivindicación 6, en el que el almidón hidrófobo seco exhibe una hidrofobicidad de no más de 0,8 ml.
8. El método de la reivindicación 1 o 2, en el que la solución de siliconato está comprendida por una sal de siliconato de metilo.
- 40 9. El método de la reivindicación 1 o 2, en el que la mezcla de almidón hidrófobo es de flujo libre.
10. Producto preparado de acuerdo con el método de las reivindicaciones 1 o 2.
- 45 11. El método de la reivindicación 9, en el que la mezcla de almidón resultante tiene un diámetro de pila de almidón de al menos 7,0 cm cuando se somete a ensayo como se expone en el Ejemplo 4.

## Flujo de proceso: estado seco



**Fig. 1**