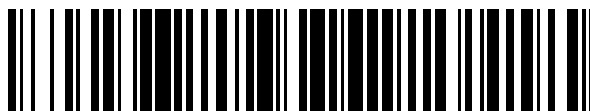


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 697 908**

51 Int. Cl.:

C01F 11/18 (2006.01)

C09C 1/02 (2006.01)

A23P 30/34 (2006.01)

A23L 7/17 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **24.06.2016** **E 16176267 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **15.08.2018** **EP 3260419**

54 Título: **Carbonato de calcio tratado en superficie como adyuvante de extrusión**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
29.01.2019

73 Titular/es:

OMYA INTERNATIONAL AG (100.0%)
Baslerstrasse 42
4665 Oftringen, CH

72 Inventor/es:

BUDDE, TANJA

74 Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

ES 2 697 908 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

Carbonato de calcio tratado en superficie como adyuvante de extrusión

La presente solicitud se refiere al uso de carbonato de calcio tratado en superficie como adyuvante de extrusión para la producción de materiales a base de polisacáridos soplados.

5 Los materiales a base de polisacáridos soplados obtenidos mediante cocción por extrusión se usan muy a menudo como o procesados en productos alimenticios para consumo humano (por ejemplo, cereales para el desayuno o tentempiés) o para consumo animal (por ejemplo, alimentos para mascotas). Sin embargo, el uso de estos materiales basados en polisacáridos también es común para aplicaciones no alimentarias, particularmente para materiales de embalaje.

10 Para obtener una estructura soplada con un aspecto poroso o espumoso, tales materiales se producen frecuentemente a partir de materiales molidos que contienen almidón u otros materiales molidos que contienen polisacáridos que luego se someten a un proceso de extrusión. Los materiales de partida adecuados incluyen, por lo tanto, sémola, semolina o harina de cebada, cereal (maíz), avena, arroz, centeno, espelta, trigo, amaranto, quínoa, mijo y similares. En un proceso típico, el material de partida molido se alimenta a la entrada de una extrusora y luego
15 se calienta a temperaturas de 100°C o más. Después de dejar la extrusora a través de una boquilla, el agua y otros volátiles contenidos en el material de partida se evaporan inmediatamente, lo que se asocia con una expansión de la sección transversal o el volumen del extrudido. Dicha expansión puede ser descrita por el llamado índice de expansión F, en el que un alto índice de expansión indica una mayor porosidad y una menor densidad del extrudido.

20 Los términos "soplado" o "soplado", tal como se usan en esta solicitud, se refieren a la propiedad de un material sólido que proporciona la construcción esquelética de una estructura porosa o espumosa obtenida a través de la expansión de poros de una formulación de partida adecuada. Preferiblemente, la expansión se logra mediante la evaporación de un líquido (por ejemplo, agua) embebido en dicha formulación de partida utilizando temperaturas elevadas y/o una rápida disminución de la presión.

25 En la técnica, la extrusión de materiales que contienen polisacáridos para la producción de productos de extrusión soplados está bien establecida. R. Guy proporciona una descripción general de los métodos adecuados y las materias primas en "Extrusion Cooking", Woodhead Publishing Ltd. y CRC Press LLC, 2001.

30 Se han realizado esfuerzos para modificar o controlar la porosidad y otras características de los productos alimenticios a base de polisacáridos. El documento US 6.277.423 sugiere el uso de carbonato de calcio como esponjamiento en composiciones de masa extrudida. Sin embargo, el esponjamiento descrito en el presente documento se utilizó para obtener un tamaño de partícula más grande para evitar que este desprenda gas antes de freír el extrudido. El documento US 7.431.954 divulga el uso de carbonato de calcio para proporcionar fortificación con calcio en productos alimenticios cocidos por extrusión. Sin embargo, se divulga que el carbonato de calcio puede causar un exceso de esponjamiento que en realidad puede resultar en una expansión insuficiente no deseada del extrudido.

35 Los documentos US2009/0291179 A1 y US2012/0064209 A1 divulgan métodos para fabricar productos tentempiés extrudidos, utilizando carbonato de calcio como agente de control de la expansión. Por consiguiente, todavía existe la necesidad de proporcionar materiales cocidos soplados mejorados por extrusión y procesos mejorados para su producción.

40 Por lo tanto, un objetivo de la presente invención se puede verse en la provisión de materiales cocidos extrudidos soplados con un mayor índice de expansión. A este respecto, todavía existe la necesidad de proporcionar productos alimenticios con una sensación en boca más suave y esponjosa. Especialmente también en el campo de los materiales de embalaje, todavía existe la necesidad de materiales de embalaje más ligeros y ecológicos.

Se puede ver otro objetivo en la provisión de productos alimenticios cocidos extrudidos soplados con una crujencia mejorada.

45 Todavía se puede ver otro objetivo en la provisión de un extrudido soplado que tiene una textura más suave o más uniforme.

50 Todavía se puede ver otro objetivo en la provisión de un extrudido soplado con mayor dureza. En el caso de alimentos soplados, una mayor dureza puede afectar positivamente la sensación en boca. En el campo de los materiales de embalaje, el aumento de la dureza se asocia con una mayor estabilidad y seguridad de los productos transportados.

Todavía se puede ver otro objetivo en la provisión de un material y un proceso de ahorro de costes para la producción de materiales basados en polisacáridos soplados.

Los problemas anteriores y otros pueden resolverse mediante el objetivo tal como se define en el presente documento en las reivindicaciones independientes.

Un primer aspecto de la presente invención se refiere a un proceso para la producción de un material a base de polisacárido soplado, comprendiendo el proceso las siguientes etapas:

(a) proporcionar al menos un material molido que contiene polisacárido, excluyendo los materiales que contienen celulosa fibrilada;

5 (b) proporcionar al menos un adyuvante de extrusión;

(c) combinar el material molido que contiene polisacárido proporcionado en la etapa (a) y el adyuvante de extrusión proporcionado en la etapa (b) para obtener una mezcla; y

(d) soplar la mezcla obtenida en la etapa (c) por medio de una extrusora para obtener un extrudido a base de polisacárido soplado;

10 caracterizado porque dicho adyuvante de extrusión proporcionado en la etapa (b) es un carbonato de calcio tratado en superficie, en el que el carbonato de calcio tratado en superficie es un producto de reacción de carbonato de calcio natural molido (GNCC) o carbonato de calcio precipitado (PCC) tratado con CO₂ y uno o más donantes de iones H₃O⁺ y en el que el CO₂ se forma in situ por el tratamiento con los donantes de iones H₃O⁺ y/o se suministra a partir de una fuente externa.

15 El uso de carbonato de calcio (no modificado) como aditivo en tentempiés a base de cereales extrudidos o soplados es ya conocido. Sin embargo, la mayoría de los productos alimenticios descritos contienen sales de calcio con fines de fortificación. El documento US 6.210.741 divulga un método para preparar un extrudido a base de grano en el que la mezcla de partida puede comprender aproximadamente 1 a 10% de fortificación con calcio (por ejemplo, carbonato de calcio o fosfato de calcio). De manera similar, el documento US 5.366.748 divulga un método para la
20 producción de productos alimenticios a base de grano de cereal, en el que se añadió carbonato de calcio como fuente de fortificación con calcio.

Los inventores de la presente invención encontraron sorprendentemente que el uso de carbonato de calcio tratado en superficie como aditivo de extrusión proporciona características mejoradas a los materiales basados en polisacáridos soplados obtenidos por medio de extrusión. Para este propósito, una mezcla que comprende un
25 material que puede ser soplado adecuado y carbonato de calcio tratado en superficie se somete a una etapa de extrusión, es decir, a temperaturas elevadas y presión elevada. Los materiales que puede ser soplados adecuados pueden ser, por ejemplo, sémola, semolina o harina de cebada, cereal (maíz), avena, arroz, centeno, espelta, trigo, amaranto, quínoa, mijo y similares, excluyendo materiales que contengan celulosa fibrilada (es decir, materiales que contengan celulosa). celulosa microfibrilada, materiales que contienen celulosa nanofibrilada, materiales que
30 contienen celulosa nanocristalina y/o materiales celulósicos fraccionados referenciados como noil o crill). El carbonato de calcio tratado en superficie es un producto de reacción de carbonato de calcio natural molido (GNCC) o carbonato de calcio precipitado (PCC) tratado con CO₂ y uno o más donantes de iones H₃O⁺. Si querer estar limitado a ninguna teoría particular, se cree que el carbonato de calcio tratado en superficie sirve como el llamado "agente de nucleación de burbujas" que proporciona grandes superficies y aumenta o acelera la evaporación de
35 líquidos, como el agua, contenida en la mezcla cruda a la salida de la extrusora.

Las características mejoradas del producto extrudido soplado que se puede obtener por medio del proceso de la invención incluyen índices de expansión aumentados, que pueden usarse para describir la expansión de la sección transversal o el volumen del producto extrudido después de pasar la salida de una extrusora. Además de esto, se encontró que los productos que se pueden obtener de acuerdo con el proceso de extrusión de la invención proporcionan mejores resultados en las pruebas de paneles organolépticos, por ejemplo, una mayor crujencia o una superficie más uniforme.

Otro aspecto de la presente invención se refiere al uso de un carbonato de calcio tratado en superficie como adyuvante de extrusión para la producción de un material a base de polisacárido soplado que excluye los materiales que contienen celulosa fibrilada, en la que el carbonato de calcio tratado en superficie es un producto de reacción de
45 carbonato de calcio natural molido (GNCC) o carbonato de calcio precipitado (PCC) tratado con CO₂ y uno o más donantes de iones H₃O⁺ y en el que el CO₂ se forma in situ por el tratamiento de los donantes de iones H₃O⁺ y/o se suministra a partir de una fuente externa.

Otro aspecto más de la presente invención se refiere a un material a base de polisacárido soplado que excluye materiales que contienen celulosa fibrilada, que se puede obtener de acuerdo con el proceso de la invención.

50 Los siguientes términos utilizados a lo largo de la presente solicitud tendrán los significados que se exponen a continuación:

El término "sólido" se refiere al estado físico de un material. A menos que se indique lo contrario, este estado físico debe observarse a una temperatura de 20°C.

55 El término "tratado en superficie" (por ejemplo, GNCC o PCC tratado en superficie) en el sentido de la presente solicitud se utilizará para indicar que un material ha sido sometido a un proceso que comprende la disolución parcial

de dicho material tras el tratamiento con ácido (por ejemplo, mediante el uso de ácidos libres y/o sales de ácido solubles en agua) en un ambiente acuoso seguido de un proceso de cristalización que puede ocurrir en ausencia o presencia de aditivos de cristalización adicionales. El término "ácido", como se usa en el presente documento, se refiere a un ácido en el significado de la definición de Brønsted y Lowry (por ejemplo, H_2SO_4 , HSO_4^-).

5 De manera adicional o alternativa, un material "tratado en superficie" se puede caracterizar por un aumento del volumen de poros específicos encajados entre las partículas en comparación con el material de partida no tratado (es decir, GNCC o PCC). Dicho mayor volumen de poros o porosidad es el resultado del proceso de disolución y recristalización durante su formación. Por lo general, los materiales de partida no muestran ninguna o solo una baja porosidad interna.

10 Cuando se usa un artículo definido o indefinido cuando se hace referencia a un sustantivo singular, por ejemplo, "un", "uno, una" o "el, la", este incluye el plural de ese sustantivo a menos que se indique específicamente otra cosa.

15 Cuando el término "que comprende" se utiliza en la presente descripción y en las reivindicaciones, no excluye otros elementos. Para los fines de la presente invención, el término "que consiste en" se considera que es una realización preferida del término "que comprende". Si en lo sucesivo se define un grupo que comprende al menos un cierto número de realizaciones, también debe entenderse que divulga un grupo, que preferiblemente consiste solo en estas realizaciones.

20 Los términos como "obtenible" o "definible" y "obtenido" o "definido" se usan indistintamente. Esto, por ejemplo, significa que, a menos que el contexto indique claramente lo contrario, el término "obtenido" no significa que indica que, por ejemplo, una realización debe obtenerse mediante, por ejemplo, la secuencia de etapas que siguen al término "obtenido" aunque tal entendimiento limitado siempre se incluye en los términos "obtenido" o "definido" como una realización preferida.

Cuando se usan los términos "que incluye" o "que tiene", estos términos pretenden ser equivalentes a "que comprende" como se definió aquí anteriormente.

25 Otras definiciones de términos y parámetros a los que se hace referencia en las presentes solicitudes se pueden encontrar en la sección experimental junto con, en la medida en que sea necesario, los métodos de medición.

Las realizaciones ventajosas del proceso de extrusión de la invención, el uso de carbonato de calcio tratado en superficie en dicho proceso y el producto correspondiente se definen en las reivindicaciones secundarias correspondientes.

30 Según una realización de la presente invención, (i) el polisacárido es un homopolisacárido y preferiblemente es almidón; y/o (ii) el material molido que contiene polisacárido proporcionado en la etapa (a) comprende cebada, cereal (maíz), avena, arroz, centeno, espelta, trigo, amaranto, quínoa, mijo o mezclas de los mismos, preferiblemente el polisacárido que contiene el material molido se selecciona de sémola, semolina o harina de cebada, cereal (maíz), avena, arroz, centeno, espelta, trigo, amaranto, quínoa, mijo o mezclas de los mismos, y más preferiblemente el material molido que contiene polisacárido es harina de cereal (maíz), harina de trigo, harina de nueces o una mezcla de ellas.

35 De acuerdo con otra realización de la presente invención, los uno o más donantes de iones H_3O^+ se seleccionan de (i) ácidos fuertes que tienen un pK_a de 0 o menos a 20°C ; y/o (ii) ácidos de fuerza media que tienen un valor de pK_a de 0 a 2,5 a 20°C ; y/o (iii) ácidos débiles que tienen un pK_a mayor a 2,5 y menor o igual a 7 a 20°C , asociado con la ionización de su primer hidrógeno disponible, en los que se forma un anión correspondiente con la pérdida de este primer hidrógeno disponible capaz de formar una sal de calcio soluble en agua, y en los que al menos una sal soluble en agua, que en el caso de una sal que contiene hidrógeno tiene un pK_a mayor a 7 a 20°C , asociada con la ionización del primer hidrógeno disponible, y el anión de la sal que es capaz de formar sales de calcio insolubles en agua, se proporciona adicionalmente.

40 De acuerdo con otra realización más de la presente invención, el carbonato de calcio tratado en superficie se obtiene mediante un proceso que comprende las siguientes etapas:

(a) proporcionar una suspensión de carbonato de calcio natural molido (GNCC) o carbonato de calcio precipitado (PCC);

(b) agregar al menos un ácido que tenga un valor de pK_a de 0 o menos a 20°C , o que tenga un valor de pK_a de 0 a 2,5 a 20°C a la suspensión proporcionada en la etapa (a); y

50 (c) tratar la suspensión proporcionada en la etapa (a) con CO_2 antes, durante o después de la etapa (b).

De acuerdo con otra realización de la presente invención, el carbonato de calcio tratado en superficie se obtiene mediante un proceso que comprende las siguientes etapas:

(a) proporcionar carbonato de calcio natural molido (GNCC) o carbonato de calcio precipitado (PCC);

(b) proporcionar al menos un ácido soluble en agua;

(c) proporcionar CO₂ gaseoso; y

(d) poner en contacto dicho GNCC o PCC proporcionado en la etapa (a), al menos un ácido proporcionado en la etapa (b) y el CO₂ gaseoso proporcionado en la etapa (c);

5 caracterizado porque (i) al menos un ácido proporcionado en la etapa (b) tiene un pK_a mayor a 2,5 y menor o igual a 7 a 20°C, asociado con la ionización de su primer hidrógeno disponible, y se forma un anión correspondiente con la pérdida de este primer hidrógeno disponible capaz de formar una sal de calcio soluble en agua; y (ii) después de
10 poner en contacto al menos un ácido soluble en agua proporcionado en la etapa (b) y el GNCC o PCC proporcionado en la etapa (a), al menos una sal soluble en agua, que en el caso de una sal que contiene hidrógeno tiene un pK_a de más de 7 a 20°C, asociado con la ionización del primer hidrógeno disponible, y el anión de la sal a partir del cual es capaz de formar sales de calcio insolubles en agua, también se proporciona.

15 Según todavía otra realización de la presente invención, (i) el carbonato de calcio natural se selecciona del grupo que consiste en mármol, tiza, dolomita, piedra caliza y mezclas de los mismos; y/o (ii) el carbonato de calcio precipitado comprende formas cristalinas mineralógicas aragoníticas, vateríticas o calcíticas o mezclas de las mismas.

20 De acuerdo con otra realización de la presente invención, el adyuvante de extrusión tiene (i) un volumen de diámetro medio de grano d₅₀ (vol) de 1 a 75 µm, preferiblemente de 1,5 a 50 µm, más preferiblemente de 2 a 40 µm, y lo más preferiblemente de 2,5 a 7,0 µm; y/o (ii) un diámetro de grano en volumen d₉₈ (vol) de 2 a 150 µm, preferiblemente de 4 a 100 µm, más preferiblemente de 6 a 80 µm, aún más preferiblemente de 8 a 60 µm, y lo más preferiblemente de 10 a 30 µm.

Según otra realización de la presente invención, el adyuvante de extrusión tiene un área superficial específica de 15 a 200 m²/g, preferiblemente de 27 a 180 m²/g, más preferiblemente de 30 a 160 m²/g, incluso más preferiblemente de 45 a 150 m²/g, y lo más preferiblemente de 48 a 140 m²/g, medido usando nitrógeno y el método BET de acuerdo con la norma ISO 9277:1995.

25 Según otra realización de la presente invención, la mezcla obtenida en la etapa (c) comprende de 0,01 a 10% en peso, preferiblemente de 0,05 a 5% en peso, más preferiblemente de 0,1 a 2% en peso y, lo más preferiblemente, de 0,2 a 1,8% en peso del adyuvante de extrusión proporcionado en la etapa (b), basado en el peso seco total de dicha mezcla.

30 Según otra realización de la presente invención, (i) la mezcla obtenida en la etapa (c) se calienta de 100°C a 150°C, preferiblemente de 105°C a 140°C, más preferiblemente de 110°C a 135°C, y lo más preferiblemente de 115°C a 130°C; y/o (ii) la extrusora funciona a una presión mínima de 0,5 MPa, preferiblemente 2,5 MPa, más preferiblemente 3,5 MPa, aún más preferiblemente 5 MPa, aún más preferiblemente 5,5 MPa, y lo más preferiblemente 6 MPa; y/o (iii) la extrusora funciona a una presión máxima de 10 MPa, preferiblemente 8 MPa, más preferiblemente 7,5 MPa, incluso más preferiblemente 6 MPa, y lo más preferiblemente 5 MPa.

35 Según otra realización más de la presente invención, la mezcla obtenida en la etapa (c) comprende además los siguientes aditivos: (i) agua, preferiblemente en una cantidad de 0,01 a 15% en peso, más preferiblemente de 0,1 a 10% en peso, y más preferiblemente de 0,2 a 5% en peso; y/o (ii) granos enteros, preferiblemente en una cantidad de 0,1 a 30% en peso, más preferiblemente de 0,5 a 20% en peso, y lo más preferiblemente de 1 a 15% en peso; y/o (iii) sacarosa, preferiblemente en una cantidad de 0,01 a 20% en peso, más preferiblemente de 0,1 a 10% en peso, y lo más preferiblemente de 0,2 a 5% en peso; y/o (iv) cloruro de sodio, preferiblemente en una cantidad de 0,001 a 5% en peso, más preferiblemente de 0,01 a 2% en peso, y lo más preferiblemente de 0,1 a 1% en peso; cada uno basado en el peso seco total de dicha mezcla.

45 Según otra realización más de la presente invención, el proceso comprende además la etapa (e) de procesar el producto extrudido a base de polisacárido soplado obtenido en la etapa (d) en: (i) un producto alimenticio para consumo humano, preferiblemente cereales para el desayuno y/o tentempiés; o (ii) un producto alimenticio para consumo animal, preferiblemente alimentos para mascotas, y más preferiblemente alimentos para peces, aves, perros y/o gatos; o (iii) un material de embalaje.

50 Según otra realización más de la presente invención, el material a base de polisacárido soplado que se puede obtener de acuerdo con el procedimiento de la invención proporciona: (i) un índice de expansión F de 5 a 30, preferiblemente de 8 a 25, más preferiblemente de 10 a 20, y más preferiblemente de 12 a 18; y/o (ii) una crujencia de 25 a 50 N, preferiblemente de 30 a 48 N, más preferiblemente de 32 a 45 N, y más preferiblemente de 35 a 40 N, medida en un analizador de textura TA.HDplus de Stable Micro Systems equipados con una celda de corte Kramer con 10 cuchillas.

55 A continuación, se describirán en detalle realizaciones del proceso de extrusión de la invención que usa carbonato de calcio tratado en superficie. Debe entenderse que estos detalles y realizaciones también se aplican al uso del

carbonato de calcio tratado en superficie para los fines de la presente invención. Cuando sea apropiado, estos detalles se aplican además al producto que se puede obtener de acuerdo con el proceso de la invención.

(a) El material molido que contiene polisacárido

5 El material base utilizado en el proceso de extrusión de acuerdo con la presente invención es un material molido que contiene polisacárido, excluyendo materiales que contienen celulosa fibrilada (es decir, materiales que contienen celulosa microfibrilada, materiales que contienen celulosa nanofibrilada, materiales que contienen celulosa nanocristalina y/o materiales celulósicos fraccionados referenciados como noil o crill), y se proporcionan en la etapa (a).

10 Se entiende que un "polisacárido" en el sentido de la presente invención se entiende que es un carbohidrato polimérico compuesto por cadenas largas de unidades de monosacáridos, preferiblemente 10 o más unidades, unidas entre sí por enlaces glicosídicos, excluyendo la celulosa fibrilada. Los ejemplos típicos de polisacáridos incluyen glicógeno, almidón, pectinas, quitina, callosa o celulosa, excluyendo la celulosa fibrilada.

15 Por consiguiente, el término "polisacárido" no incluirá celulosa fibrilada en ninguno de los aspectos y realizaciones descritos en la presente solicitud. La expresión "celulosa fibrilada" como se usa en el presente documento es una referencia colectiva a celulosa micro y nanofibrilada, celulosa nanocristalina y/o materiales celulósicos fraccionados referenciados como noil o crill.

20 Cuando las fibras se refinan con alta energía, se vuelven fibriladas a medida que las paredes celulares se rompen y se rasgan en tiras adheridas, es decir, en fibrillas. Si este proceso continúa para separar las fibrillas del cuerpo de la fibra, libera dichas fibrillas. La descomposición de las fibras en microfibrillas aisladas se conoce como "microfibrilación". Este proceso puede continuar hasta que no queden fibras y solo queden fibrillas elementales o primarias que tengan un diámetro nanométrico. La anterior descomposición de las fibras en fibrillas elementales o primarias aisladas se conoce como "nanofibrilación".

25 Las celulosas correspondientes se denominan celulosa microfibrilada y celulosa nanofibrilada, respectivamente. En consecuencia, el término "celulosa microfibrilada" en el contexto de la presente invención se refiere a una pluralidad de fibras, que se descompone al menos parcialmente en microfibrillas, preferiblemente la celulosa microfibrilada está esencialmente libre o libre de fibrillas primarias o elementales aisladas. De manera similar, el término "celulosa nanofibrilada" se refiere a una pluralidad de fibras, que se rompen al menos parcialmente en fibrillas primarias o elementales, preferiblemente la celulosa nanofibrilada está esencialmente libre o libre de microfibrillas aisladas. En el sentido de la presente solicitud, un material está "esencialmente" libre de una sustancia específica si la cantidad de esa sustancia puede variar dentro de un cierto intervalo tolerable sin desviarse del concepto básico que subyace en la presente invención. Preferiblemente, un material está "esencialmente" libre de una sustancia específica si contiene menos del 10% en peso de esa sustancia, más preferiblemente menos del 5% en peso y lo más preferiblemente menos del 1% en peso, basado en el peso seco total de dicho material.

35 En una realización, el polisacárido es un homopolisacárido, lo que significa que el polisacárido está compuesto de una pluralidad de unidades monosacáridas idénticas. En tal caso, el producto obtenido de acuerdo con la presente invención es un material a base de homopolisacáridos soplados. Preferiblemente, el monosacárido se selecciona de glucosa y/o fructosa. Los ejemplos de homopolisacáridos de glucosa o fructosa adecuados incluyen, por lo tanto, almidón, glicógeno, callosa, celulosa excluyendo celulosa fibrilada e inulina.

40 Un (homo)polisacárido particularmente preferido es el almidón. El almidón es un homopolímero de glucosa y se utiliza como polisacárido de almacenamiento en plantas, encontrándose en forma tanto de amilosa como de amilopectina ramificada. En el sentido de la presente solicitud, el término "almidón" se refiere a una mezcla de amilosa y amilopectina a menos que se indique lo contrario.

45 Los materiales adecuados que contienen polisacáridos son los cereales. En una realización, el material molido que contiene polisacárido es, por lo tanto, un cereal molido. En una realización preferida, dicho cereal se selecciona de cebada, cereal (maíz), avena, arroz, centeno, espelta, trigo, amaranto, quínoa, mijo o mezclas de los mismos. Si se utilizan cereales como material que contiene polisacáridos, en principio es posible usar granos enteros molidos y granos refinados molidos para proporcionar el material molido que contiene polisacáridos de la etapa (a). En una realización, el material molido que contiene polisacárido se selecciona, por lo tanto, de cereales de grano entero molidos o cereales de grano refinados molidos. En una realización preferida, el material molido que contiene polisacárido es un cereal de grano refinado molido.

50 El producto que se puede obtener de acuerdo con el proceso de la invención es un material soplado, lo que significa que tiene una estructura espumosa o porosa expandida causada por la evaporación de un líquido (por ejemplo, agua) embebido en el material de partida que contiene polisacárido aplicando temperaturas elevadas y/o disminución rápida de la presión. Para los fines de la presente invención, al menos parte del material de partida proporcionado en la etapa (a) es un material molido para garantizar que el adyuvante de extrusión esté en contacto con el polisacárido.

- 5 El material molido proporcionado en la etapa (a) puede tener, en principio, cualquier grado de molienda, es decir, puede estar finamente molido o grueso. De acuerdo con una realización, el material molido que contiene polisacárido se proporciona en forma de sémola, semolina o harina. Según otra realización, el material molido que contiene polisacárido se proporciona en forma de harina. Por lo tanto, una realización preferida del proceso de la invención utiliza harina de cereal como material molido que contiene polisacárido.
- Adicionalmente, también se pueden usar harinas que no sean de cereales de otras fuentes de polisacáridos, tales como, por ejemplo, harina de patata, harina de tapioca, harina de nuez o mezclas de las mismas. Ejemplos de harina de nueces son harina de almendra, coco, avellana, pacana y macadamia o mezclas de las mismas.
- 10 De acuerdo con otra realización preferida, el material molido que contiene polisacárido se selecciona a partir de sémola, semolina o harina de los siguientes cereales adecuados: cebada, cereal (maíz), avena, arroz, centeno, espelta, trigo, amaranto, quínoa, mijo o mezclas de los mismos. Más preferiblemente, el material molido que contiene polisacárido es harina de cereal (maíz), harina de trigo, harina de nueces o una mezcla de las mismas.
- 15 En algunas realizaciones de la presente invención, puede ser suficiente si al menos parte del material de partida en la etapa (a) se proporciona como un material molido. Por lo tanto, también es posible utilizar una mezcla de materiales molidos, por ejemplo, cualquiera de las harinas descritas anteriormente, y granos enteros.
- 20 El material molido que contiene polisacárido proporcionado en la etapa (a) puede contener agua u otros líquidos evaporables. En el caso de utilizar cereales molidos u otros materiales molidos que contienen almidón, el material molido que contiene polisacárido contiene naturalmente agua. En algunas realizaciones, el material molido que contiene polisacárido proporcionado en la etapa (a) contiene agua en una cantidad de 0,05 a 50% en peso, preferiblemente de 0,1 a 40% en peso, más preferiblemente de 0,5 a 30% en peso, y lo más preferiblemente de 1 a 25% en peso, basado en el peso total del material molido que contiene polisacárido.
- (b) El adyuvante de extrusión.
- 25 El adyuvante de extrusión definido en la etapa (b) del proceso de la invención es un carbonato de calcio tratado en superficie (SRCC). El carbonato de calcio tratado en superficie también se conoce como carbonato de calcio funcionalizado (FCC).
- El carbonato de calcio tratado en superficie es un producto de reacción de carbonato de calcio natural molido o carbonato de calcio precipitado tratado con CO_2 y uno o más donantes de iones H_3O^+ , en donde el CO_2 se forma in situ por el tratamiento de los donantes de iones H_3O^+ y/o se suministra a partir de una fuente externa.
- Un donante de iones H_3O^+ en el contexto de la presente invención es un ácido de Brønsted y/o una sal de ácido.
- 30 En una realización preferida de la invención, el carbonato de calcio tratado en superficie se obtiene mediante un proceso que comprende las etapas de:
- (a) proporcionar una suspensión de carbonato de calcio natural molido (GNCC) o carbonato de calcio precipitado (PCC);
- 35 (b) agregar al menos un ácido que tenga un valor de pK_a de 0 o menos a 20°C , o que tenga un valor de pK_a de 0 a 2,5 a 20°C a la suspensión proporcionada en la etapa (a); y
- (c) tratar la suspensión proporcionada en la etapa (a) con CO_2 antes, durante o después de la etapa (b).
- De acuerdo con otra realización, el carbonato de calcio tratado en superficie se obtiene mediante un proceso que comprende las etapas de:
- (a) proporcionar un carbonato de calcio natural molido (GNCC) o carbonato de calcio precipitado (PCC);
- 40 (b) proporcionar al menos un ácido soluble en agua;
- (c) proporcionar CO_2 gaseoso; y
- (d) poner en contacto dicho GNCC o PCC proporcionado en la etapa (a), al menos un ácido proporcionado en la etapa (b) y el CO_2 gaseoso proporcionado en la etapa (c);
- 45 caracterizado porque (i) al menos un ácido proporcionado en la etapa (b) tiene un pK_a mayor a 2,5 y menor o igual a 7 a 20°C , asociado con la ionización de su primer hidrógeno disponible, y se forma un anión correspondiente con la pérdida de este primer hidrógeno disponible capaz de formar una sal de calcio soluble en agua; y (ii) después de poner en contacto al menos un ácido soluble en agua proporcionado en la etapa (b) y el GNCC o PCC proporcionado en la etapa (a), al menos una sal soluble en agua, que en el caso de una sal que contiene hidrógeno tiene un pK_a de más de 7 a 20°C , asociado con la ionización del primer hidrógeno disponible, y el anión de la sal del cual es capaz de formar sales de calcio insolubles en agua, también se proporciona.
- 50

La fuente de carbonato de calcio, por ejemplo, el "carbonato de calcio natural molido" (GNCC), se selecciona preferiblemente de minerales que contienen carbonato de calcio seleccionados del grupo que comprende mármol, tiza, piedra caliza y mezclas de los mismos. El carbonato de calcio natural puede comprender otros componentes naturales tales como carbonato de magnesio, silicato de aluminio, etc.

5 En general, la molienda del carbonato de calcio natural molido se puede realizar en un proceso de molienda seca o húmeda y se puede llevar a cabo con cualquier dispositivo de molienda convencional, por ejemplo, en condiciones tales que la trituración resulte predominantemente de los impactos con un cuerpo secundario, es decir, en uno o más de: un molino de bolas, un molino de barras, un molino vibratorio, una trituradora de rodillos, un molino de impacto centrífugo, un molino de bolas vertical, un molino de desgaste, un molino de pernos, un molino de martillos, un pulverizador, una trituradora, un descortezador, un cortador de cuchillos u otro equipo similar conocido por el experto. En caso de que el carbonato de calcio natural molido comprenda carbonato de calcio molido húmedo, la etapa de molienda se puede realizar en condiciones tales que tenga lugar una molienda autógena y/o mediante molienda de bolas horizontal, y/u otros procesos similares conocidos por el experto. El carbonato de calcio natural molido procesado en húmedo así obtenido puede lavarse y deshidratarse mediante procesos bien conocidos, por ejemplo, por floculación, filtración o evaporación forzada antes del secado. La siguiente etapa de secado (si es necesaria) se puede llevar a cabo en una sola etapa, tal como la deshidratación por aspersión, o en al menos dos etapas. También es común que un material mineral de este tipo se someta a una etapa de beneficio (tal como una etapa de flotación, blanqueamiento o separación magnética) para eliminar las impurezas.

20 Un "carbonato de calcio precipitado" (PCC) en el sentido de la presente invención es un material sintetizado, generalmente obtenido por precipitación después de una reacción de CO_2 e hidróxido de calcio en un ambiente acuoso o por precipitación de iones calcio y carbonato, por ejemplo CaCl_2 y Na_2CO_3 , fuera de la solución. Otras formas posibles de producir PCC son el proceso con cal y sosa o el proceso de Solvay en el que el PCC es un subproducto de la producción de amoníaco. El carbonato de calcio precipitado existe en tres formas cristalinas primarias: calcita, aragonita y vaterita, y hay muchos polimorfos diferentes (hábitos cristalinos) para cada una de estas formas cristalinas. La calcita tiene una estructura trigonal con hábitos cristalinos típicos, tales como escalenoédrica (S-PCC), romboédrica (R-PCC), prismática hexagonal, pinacoidal, coloidal (C-PCC), cúbica y prismática (P-PCC). La aragonita es una estructura ortorrómbica con hábitos cristalinos típicos de cristales prismáticos hexagonales gemelos, así como una variedad surtida de cristales con forma prismática alargada, de cuchilla curvada, piramidal empinada, en forma de cincel, de árbol ramificado y de coral o gusano. La vaterita pertenece al sistema de cristales hexagonales. La suspensión de PCC obtenida se puede deshidratar y secar mecánicamente.

Según una realización de la presente invención, el carbonato de calcio precipitado es carbonato de calcio precipitado, que comprende preferiblemente formas mineralógicas cristalinas aragoníticas, vateríticas o calcíticas o mezclas de las mismas.

35 El carbonato de calcio precipitado se puede moler antes del tratamiento con CO_2 y al menos un donante del ión H_3O^+ por los mismos medios que se usaron para moler carbonato de calcio natural y se describieron anteriormente.

40 Según una realización de la presente invención, el carbonato de calcio natural o precipitado está en forma de partículas que tienen un tamaño medio de partícula en peso d_{50} (peso) de 0,05 a 10,0 μm , preferiblemente de 0,2 a 5,0 μm , más preferiblemente de 0,4 a 3,0 μm , lo más preferiblemente de 0,6 a 1,2 μm , y especialmente 0,7 μm . De acuerdo con una realización adicional de la presente invención, el carbonato de calcio natural o precipitado está en forma de partículas que tienen un tamaño de partícula de corte superior d_{98} (peso) de 0,15 a 55 μm , preferiblemente de 1 a 40 μm , más preferiblemente de 2 a 25 μm , lo más preferiblemente de 3 a 15 μm , y especialmente de 4 μm .

45 El valor d_x representa el diámetro con respecto al cual x % de las partículas tienen diámetros menores a d_x . Esto significa que el valor d_{98} es el tamaño de partícula en el cual el 98% de todas las partículas son más pequeñas. El valor d_{98} también se designa como "corte superior". Los valores d_x se pueden dar en porcentaje de volumen o peso. El valor d_{50} (peso) es, por lo tanto, el "tamaño de partícula mediano en peso", es decir, el 50% en peso de todos los granos es más pequeño que este tamaño de partícula, y el valor d_{50} (vol) es el "tamaño de partícula mediano en volumen", es decir, 50% en vol de todos los granos son más pequeños que este tamaño de partícula.

50 El carbonato de calcio natural y/o precipitado se puede usar seco o suspendido en agua. Preferiblemente, una suspensión correspondiente tiene un contenido de carbonato de calcio natural o precipitado dentro del intervalo de 1 a 90% en peso, más preferiblemente de 3 a 60% en peso, incluso más preferiblemente de 5 a 40% en peso y lo más preferiblemente de 10 a 25% en peso, con base en el peso total de la suspensión.

55 Los uno o más donantes de iones H_3O^+ utilizados para la preparación del carbonato de calcio tratado en superficie pueden ser cualquier ácido fuerte, ácido de fuerza media o ácido débil, o mezclas de los mismos, generando iones H_3O^+ bajo las condiciones de la preparación. De acuerdo con la presente invención, al menos un donante del ión H_3O^+ también puede ser una sal de ácido, que genera iones H_3O^+ en las condiciones de la preparación.

Según una realización, al menos un donante del ión H_3O^+ es un ácido fuerte que tiene un pK_a de 0 o menos a 20°C.

Según otra realización, al menos un donante de iones H_3O^+ es un ácido de fuerza media que tiene un valor de pK_a de 0 a 2,5 a 20°C. Si el pK_a a 20°C es 0 o menos, el ácido se selecciona preferiblemente de ácido sulfúrico, ácido clorhídrico o mezclas de los mismos. Si el pK_a a 20°C es de 0 a 2,5, el donante del ión H_3O^+ se selecciona preferiblemente de H_2SO_3 , H_3PO_4 , ácido oxálico o mezclas de los mismos. Al menos un donante de iones H_3O^+ también puede ser una sal ácida, por ejemplo, HSO_4^- o H_2PO_4^- , que es neutralizado al menos parcialmente por un catión correspondiente como Li^+ , Na^+ o K^+ , o HPO_4^{2-} , al menos parcialmente neutralizado por un catión correspondiente tal como Li^+ , Na^+ , K^+ , Mg^{2+} o Ca^{2+} . Al menos un donante de iones H_3O^+ también puede ser una mezcla de uno o más ácidos y una o más sales ácidas.

De acuerdo con otra realización más, al menos un donante del ión H_3O^+ es un ácido débil que tiene un valor de pK_a mayor que 2,5 y menor o igual a 7, cuando se mide a 20°C, asociado con la ionización del primer hidrógeno disponible, y que tiene un anión correspondiente, que es capaz de formar sales de calcio solubles en agua. Posteriormente, al menos una sal soluble en agua, que en el caso de una sal que contiene hidrógeno tiene un pK_a mayor a 7, cuando se mide a 20°C, se asocia con la ionización del primer hidrógeno disponible, y el anión de la sal del cual es capaz de formar sales de calcio insolubles en agua, se proporciona adicionalmente. De acuerdo con una realización más preferida, el ácido débil tiene un valor de pK_a de más de 2,5 a 5 a 20°C, y más preferiblemente el ácido débil se selecciona del grupo que consiste en ácido acético, ácido fórmico, ácido propanoico y mezclas de los mismos. Los ejemplos de cationes de dicha sal soluble en agua se seleccionan del grupo que consiste en potasio, sodio, litio y mezclas de los mismos. En una realización más preferida, dicho catión es sodio o potasio. Ejemplos de aniones de dicha sal soluble en agua se seleccionan del grupo que consiste en fosfato, fosfato de dihidrógeno, fosfato de monohidrógeno, oxalato, silicato, mezclas de los mismos e hidratos de los mismos. En una realización más preferida, dicho anión se selecciona del grupo que consiste en fosfato, fosfato de dihidrógeno, fosfato de monohidrógeno, mezclas de los mismos y sus hidratos. En una realización más preferida, dicho anión se selecciona del grupo que consiste en fosfato de dihidrógeno, fosfato de monohidrógeno, mezclas de los mismos e hidratos de los mismos. La adición de sal soluble en agua se puede realizar gota a gota o en una sola etapa. En el caso de una adición por goteo, esta adición tiene lugar preferiblemente dentro de un período de tiempo de 10 minutos. Es más preferible agregar dicha sal en una sola etapa.

Según una realización de la presente invención, al menos un donante del ión H_3O^+ se selecciona del grupo que consiste en ácido clorhídrico, ácido sulfúrico, ácido sulfúrico, ácido fosfórico, ácido cítrico, ácido oxálico, ácido acético, ácido fórmico, y mezclas de los mismos. Preferiblemente, al menos un donante del ión H_3O^+ se selecciona del grupo que consiste en ácido clorhídrico, ácido sulfúrico, ácido sulfuroso, ácido fosfórico, ácido oxálico, H_2PO_4^- , siendo al menos parcialmente neutralizado por un catión correspondiente como Li^+ , Na^+ o K^+ , HPO_4^{2-} , al menos parcialmente neutralizado por un catión correspondiente como Li^+ , Na^+ , K^+ , Mg^{2+} , o Ca^{2+} y sus mezclas, más preferiblemente al menos un ácido se selecciona del grupo que consiste en ácido clorhídrico, ácido sulfúrico, ácido sulfuroso, ácido fosfórico, ácido oxálico, o mezclas de los mismos, y lo más preferiblemente, al menos un donante del ión H_3O^+ es ácido fosfórico.

Los uno o más donantes de iones H_3O^+ se pueden agregar a la suspensión como una solución concentrada o una solución más diluida. Preferiblemente, la relación molar del donante del ión H_3O^+ al carbonato de calcio natural o precipitado es de 0,01 a 4, más preferiblemente de 0,02 a 2, incluso más preferiblemente de 0,05 a 1 y lo más preferiblemente de 0,1 a 0,58.

Como alternativa, también es posible agregar el donante del ión H_3O^+ al agua antes de que se suspenda el carbonato de calcio natural o precipitado.

En una siguiente etapa, el carbonato de calcio natural o precipitado se trata con CO_2 . Si se usa un ácido fuerte como el ácido sulfúrico o el ácido clorhídrico para el tratamiento con donante de iones H_3O^+ del carbonato de calcio natural o precipitado, el CO_2 se forma automáticamente. De forma alternativa o adicional, el CO_2 puede suministrarse desde una fuente externa.

El tratamiento con el donante de iones H_3O^+ y el tratamiento con CO_2 pueden llevarse a cabo simultáneamente, lo que es el caso cuando se usa un ácido fuerte o de fuerza media. También es posible llevar a cabo primero el tratamiento con el donante de iones H_3O^+ , por ejemplo, con un ácido de fuerza media que tiene un valor pK_a en el intervalo de 0 a 2,5 a 20°C, en donde se forma CO_2 in situ, y por lo tanto, el tratamiento con CO_2 se llevará a cabo automáticamente simultáneamente con el tratamiento con el donante de iones H_3O^+ , seguido por el tratamiento adicional con CO_2 suministrado desde una fuente externa.

Preferiblemente, la concentración de CO_2 gaseoso en la suspensión es, en términos de volumen, tal que la relación (volumen de suspensión):(volumen de CO_2 gaseoso) es de 1:0,05 a 1:20, incluso más preferiblemente 1:0,05 a 1:5.

En una realización preferida, la etapa de tratamiento con el donante de iones H_3O^+ y/o la etapa de tratamiento con CO_2 se repiten al menos una vez, más preferiblemente varias veces. De acuerdo con una realización, al menos un donante del ión H_3O^+ se agrega durante un período de tiempo de al menos aproximadamente 5 minutos, preferiblemente al menos aproximadamente 10 minutos, típicamente de aproximadamente 10 a aproximadamente 20 minutos, más preferiblemente aproximadamente 30 minutos, incluso más preferiblemente aproximadamente 45 minutos, y algunas veces aproximadamente 1 hora o más.

Posterior al tratamiento con el donante de iones H_3O^+ y al tratamiento con CO_2 , el pH de la suspensión acuosa, medida a $20^\circ C$, alcanza naturalmente un valor mayor que 6,0, preferiblemente mayor que 6,5, más preferiblemente mayor que 7,0, incluso más preferiblemente mayor que 7,5, preparando así el carbonato de calcio natural o precipitado tratado en superficie como una suspensión acuosa que tiene un pH mayor que 6,0, preferiblemente mayor que 6,5, más preferiblemente mayor que 7,0, aún más preferiblemente mayor que 7,5.

Detalles adicionales sobre la preparación del carbonato de calcio natural tratado en superficie se divulgan en los documentos WO 00/39222 A1, WO 2004/083316 A1, WO 2005/121257 A2, WO 2009/074492 A1, EP 2 264 108 A1, EP 2 264 109 A1 y US 2004/0020410 A1, el contenido de estas referencias se incluye en la presente solicitud.

De manera similar, se puede obtener carbonato de calcio precipitado tratado en superficie. Como se puede ver en detalle en el documento WO 2009/074492 A1, el carbonato de calcio precipitado tratado en superficie se obtiene poniendo en contacto el carbonato de calcio precipitado con iones H_3O^+ y los aniones se solubilizan en un medio acuoso y pueden formar sales de calcio insoluble en agua, en un medio acuoso para formar una suspensión de carbonato de calcio precipitado tratado en superficie, en donde dicho carbonato de calcio precipitado tratado en superficie comprende una sal de calcio insoluble, al menos parcialmente cristalina de dicho anión formado en la superficie de al menos parte del precipitado carbonato de calcio.

Dichos iones de calcio solubilizados corresponden a un exceso de iones de calcio solubilizados en relación con los iones de calcio solubilizados generados naturalmente en la disolución del carbonato de calcio precipitado por los iones H_3O^+ , donde dichos iones H_3O^+ se proporcionan únicamente en forma de un contraión al anión, es decir, mediante la adición del anión en forma de una sal ácida o ácida no cálcica, y en ausencia de cualquier otra fuente generadora de calcio o de ion calcio.

Dicho exceso de iones de calcio solubilizados se proporciona preferiblemente mediante la adición de una sal de calcio neutra o ácida soluble, o mediante la adición de una sal ácida o una sal de calcio neutra o ácida que genera una sal de calcio neutra o ácida soluble in situ.

Dichos iones H_3O^+ pueden proporcionarse mediante la adición de un ácido o una sal ácida de dicho anión, o la adición de un ácido o una sal ácida que sirve simultáneamente para proporcionar todo o parte de dicho exceso de iones de calcio solubilizados.

En una realización preferida adicional de la preparación del carbonato de calcio natural o precipitado tratado en superficie, el carbonato de calcio natural o precipitado se hace reaccionar con el ácido y/o el CO_2 en presencia de al menos un compuesto seleccionado del grupo que consiste en silicato, sílice, hidróxido de aluminio, aluminato alcalinotérreo tal como aluminato de sodio o potasio, óxido de magnesio, sulfato de aluminio o mezclas de los mismos. Preferiblemente, al menos un silicato se selecciona de un silicato de aluminio, un silicato de calcio o un silicato de metal alcalinotérreo. Estos componentes se pueden agregar a una suspensión acuosa que comprende el carbonato de calcio natural o precipitado antes de agregar el ácido y/o el CO_2 .

Alternativamente, el componente o componentes de silicato y/o sílice y/o hidróxido de aluminio y/o aluminato alcalinotérreo y/o de óxido de magnesio se pueden agregar a la suspensión acuosa de carbonato de calcio natural o precipitado mientras que la reacción de carbonato de calcio natural o precipitado con un ácido y CO_2 ya ha comenzado. Detalles adicionales sobre la preparación del carbonato de calcio natural o precipitado tratado en superficie en presencia de al menos un componente o componentes de silicato y/o sílice y/o hidróxido de aluminio y/o de aluminato alcalinotérreo se divulgan en el documento WO 2004/083316 A1, el contenido de esta referencia adjunta se incluye en la presente solicitud.

El carbonato de calcio tratado en superficie se puede mantener en suspensión, opcionalmente estabilizado adicionalmente por un dispersante. Se pueden usar dispersantes convencionales conocidos por los expertos. Un dispersante preferido comprende ácidos poliacrílicos y/o carboximetilcelulosas.

Como alternativa, la suspensión acuosa descrita anteriormente se puede secar, obteniendo así el carbonato de calcio sólido natural o precipitado tratado en superficie (es decir, seco o que contiene tan poca agua que no está en forma líquida) en forma de gránulos o polvo.

El carbonato de calcio tratado en superficie puede tener diferentes formas de partículas, tales como, por ejemplo, la forma de rosas, pelotas de golf y/o cerebros.

En una realización preferida, el adyuvante de extrusión tiene un área superficial específica de 15 a $200 \text{ m}^2/\text{g}$, preferiblemente de 27 a $180 \text{ m}^2/\text{g}$, más preferiblemente de 30 a $160 \text{ m}^2/\text{g}$, incluso más preferiblemente de 45 a $150 \text{ m}^2/\text{g}$, y lo más preferiblemente de 48 a $140 \text{ m}^2/\text{g}$, medido usando nitrógeno y el método BET de acuerdo con la norma ISO 9277:1995. En una realización adicional, el adyuvante de extrusión tiene un área superficial específica de $120 \text{ m}^2/\text{g}$ o menos, más preferiblemente de 60 a $120 \text{ m}^2/\text{g}$, y lo más preferiblemente de 70 a $105 \text{ m}^2/\text{g}$, medido utilizando nitrógeno y el método BET de acuerdo con la norma ISO 9277:1995. Por ejemplo, el adyuvante de extrusión puede tener una superficie específica de 75 a $100 \text{ m}^2/\text{g}$, medida con nitrógeno y el método BET de acuerdo con la norma ISO 9277:1995.

Además, se prefiere que el adyuvante de extrusión tenga un diámetro medio de grano en volumen $d_{50}(\text{vol})$ de 1 a 75 μm , preferiblemente de 2 a 50 μm , más preferiblemente de 3 a 40 μm , incluso más preferiblemente de 4 a 30 μm , y lo más preferiblemente de 5 a 15 μm . De acuerdo con otra realización preferida, el adyuvante de extrusión tiene un diámetro de grano mediano en volumen $d_{50}(\text{vol})$ de 1,5 a 12 μm , preferiblemente de 2 a 5 μm o de 6 a 10 μm .

- 5 Además, se puede preferir que el adyuvante de extrusión tenga un diámetro de grano de $d_{98}(\text{vol})$ de 2 a 150 μm , preferiblemente de 4 a 100 μm , más preferiblemente de 6 a 80 μm , incluso más preferiblemente de 8 a 60 μm , y lo más preferiblemente de 10 a 30 μm . De acuerdo con otra realización preferida, el adyuvante de extrusión tiene un diámetro de grano en volumen $d_{98}(\text{vol})$ de 5 a 20 μm , preferiblemente de 8 a 12 μm o de 13 a 18 μm .

- 10 De acuerdo con una realización particularmente preferida, el adyuvante de extrusión es, por lo tanto, un carbonato de calcio natural molido tratado en superficie (GNCC) que tiene: (i) un diámetro de grano mediano en volumen $d_{50}(\text{vol})$ de 1,5 a 12 μm , preferiblemente de 2 a 5 μm o de 6 a 10 μm ; y/o (ii) un diámetro de grano en volumen $d_{98}(\text{vol})$ de 5 a 20 μm , preferiblemente de 8 a 12 μm o de 13 a 18 μm . De acuerdo con otra realización particularmente preferida, el adyuvante de extrusión es un carbonato de calcio natural molido tratado en superficie (GNCC) que tiene: (i) un diámetro de grano en volumen $d_{50}(\text{vol})$ de 1,5 a 12 μm , preferiblemente de 2 a 5 μm o de 6 a 10 μm ; y/o (ii) un diámetro de grano en volumen $d_{98}(\text{vol})$ de 5 a 20 μm , preferiblemente de 8 a 12 μm o de 13 a 18 μm ; y/o (iii) un área superficial específica de 120 m^2/g o menos, más preferiblemente de 60 a 120 m^2/g , y lo más preferiblemente de 70 a 105 m^2/g , medida usando nitrógeno y el método BET de acuerdo con la norma ISO 9277:1995. En las realizaciones anteriores, se puede preferir además que el material molido que contiene polisacárido se seleccione de sémola, semolina o harina de los siguientes cereales adecuados: cebada, cereal (maíz), avena, arroz, centeno, espelta y trigo, preferiblemente harina de cereal (maíz) o harina de trigo.

Los procesos e instrumentos utilizados para determinar el tamaño de grano de los rellenos y pigmentos son conocidos comúnmente por el experto y se divulgan con más detalle en la sección experimental.

- 25 Según otra realización preferida, el adyuvante de extrusión tiene un volumen de poro específico medido dentro de las partículas en el intervalo de 0,1 a 2,3 cm^3/g , más preferiblemente de 0,2 a 2,0 cm^3/g , especialmente preferiblemente de 0,4 a 1,8 cm^3/g y más preferiblemente de 0,6 a 1,6 cm^3/g , calculado a partir de la medición por porosimetría de mercurio.

- 30 El tamaño de poro entre partículas del adyuvante de extrusión está preferiblemente en un intervalo de 0,004 a 1,6 μm , más preferiblemente en un intervalo de entre 0,005 a 1,3 μm , especialmente de 0,006 a 1,15 μm y más preferiblemente de 0,007 a 1,0 μm , por ejemplo 0,004 a 0,50 μm determinados por medición por porosimetría de mercurio.

El volumen de poro específico puede medirse utilizando una medición de porosimetría de intrusión de mercurio utilizando un porosímetro de mercurio Micromeritics Autopore V 9620.

- 35 El volumen de poro total visto en los datos de intrusión acumulativos se puede separar en dos regiones con los datos de intrusión desde 214 μm hasta aproximadamente 1 a 4 μm , lo que muestra el empaquetamiento grueso de la muestra entre cualquier estructura de aglomerado que contribuya fuertemente. Debajo de estos diámetros se encuentra el empaquetamiento fino entre partículas de las propias partículas. Si también tienen poros entre las partículas, entonces esta región parece bimodal, y al tomar el volumen de poro específico introducido por el mercurio en los poros más finos que el punto de giro modal, es decir, más fino que el punto de inflexión bimodal, se definieron entonces el volumen específico de poros entre las partículas. La suma de estas tres regiones proporciona el volumen total de poros del polvo, pero depende en gran medida de la compactación/sedimentación original de la muestra del polvo en el extremo de poros gruesos de la distribución.

- 40 Al tomar la primera derivada de la curva de intrusión acumulada, se revelan las distribuciones de tamaño de poro basadas en el diámetro equivalente de Laplace, que inevitablemente incluye el blindaje de los poros. Las curvas diferenciales muestran claramente la región de la estructura de los poros de aglomerados gruesos, la región de los poros entre partículas y la región de los poros dentro de las partículas, si están presentes. Conociendo el intervalo de diámetros de poros entre las partículas, es posible restar el volumen restante de poros entre las partículas y entre los aglomerados del volumen de poros total para entregar el volumen de poros deseado de los poros internos solos en términos del volumen de poros por unidad de masa (volumen específico de poros). El mismo principio de resta, por supuesto, se aplica para aislar cualquiera de las otras regiones de tamaño de poro de interés.

- 50 (c) Mezcla

En la etapa (c) del proceso de acuerdo con la presente invención, el material molido que contiene polisacárido proporcionado en la etapa (a) y el adyuvante de extrusión proporcionado en la etapa (b) se combinan para obtener una mezcla extrudible. Como se indicó anteriormente, de acuerdo con la presente invención, el material molido que contiene polisacárido proporcionado en la etapa (a) excluye los materiales que contienen celulosa fibrilada.

- 55 En principio, existen dos formas de preparar la mezcla de la etapa (c), a saber, la alimentación separada a la extrusora y la premezcla.

Según una primera realización, el material molido que contiene polisacárido proporcionado en la etapa (a) y el adyuvante de extrusión proporcionado en la etapa (b) se alimentan por separado a la entrada de la extrusora, lo que significa que la mezcla bruta de la etapa (c) comprende el material molido que contiene polisacárido y el adyuvante de extrusión se forman dentro de la extrusora.

5 Según una realización preferida, el material molido que contiene polisacárido proporcionado en la etapa (a) y el adyuvante de extrusión proporcionado en la etapa (b) se mezclan previamente para obtener la mezcla de la etapa (c) que luego se alimenta a la entrada de la extrusora. Para este propósito, se puede usar cualquier dispositivo de mezcla adecuado conocido en la técnica, por ejemplo, un amasador en espiral o un mezclador de rejilla.

10 Según otra realización más, se puede usar una combinación de alimentación separada y premezcla para obtener la mezcla de la etapa (c) que comprende el material molido que contiene polisacárido y el adyuvante de extrusión.

15 En un proceso típico de acuerdo con la presente invención, el componente principal de la mezcla obtenida en la etapa (c), en peso seco, es el material molido que contiene polisacárido. En una realización, la mezcla obtenida en la etapa (c) comprende al menos 70% en peso, preferiblemente al menos 80% en peso, y lo más preferiblemente al menos 85% en peso de material molido que contiene polisacárido, basado en el peso seco total de dicha mezcla. De acuerdo con otra realización, la mezcla obtenida en la etapa (c) comprende de 60 a 99,5% en peso, más preferiblemente de 70 a 98,5% en peso, y lo más preferiblemente de 75 a 98% en peso de material molido que contiene polisacárido, basado en el peso seco total de dicha mezcla.

20 El segundo componente importante en la mezcla bruta de la etapa (c) es el adyuvante de extrusión que es un carbonato de calcio tratado en superficie. De acuerdo con una realización de la presente invención, la mezcla obtenida en la etapa (c) comprende de 0,01 a 10% en peso, preferiblemente de 0,05 a 5% en peso, más preferiblemente de 0,1 a 2% en peso, y lo más preferiblemente de 0,2 a 1,8% en peso de dicho adyuvante de extrusión proporcionado en la etapa (b), basado en el peso seco total de dicha mezcla. De acuerdo con otra realización de la presente invención, la mezcla obtenida en la etapa (c) comprende de 0,3 a 0,7% en peso o de 1,2 a 2,2% en peso de dicho adyuvante de extrusión proporcionado en la etapa (b), basado en el total peso en seco de dicha mezcla. Preferiblemente, el adyuvante de extrusión de las realizaciones anteriores es un carbonato de calcio natural molido tratado en superficie (GNCC) que tiene: (i) un diámetro de grano mediano en volumen $d_{50}(\text{vol})$ de 1,5 a 12 μm , preferiblemente de 2 a 5 μm o de 6 a 10 μm ; y/o (ii) un diámetro de grano en volumen $d_{98}(\text{vol})$ de 5 a 20 μm , preferiblemente de 8 a 12 μm o de 13 a 18 μm ; y/o (iii) un área superficial específica de 120 m^2/g o menos, más preferiblemente de 60 a 120 m^2/g , y lo más preferiblemente de 70 a 105 m^2/g , medida usando nitrógeno y el método BET de acuerdo con la norma ISO 9277:1995.

30 Además del material molido que contiene polisacárido proporcionado en la etapa (a) y el adyuvante de extrusión proporcionado en la etapa (b), la mezcla obtenida en la etapa (c) puede contener uno o más aditivos adecuados como, por ejemplo, rellenos, dispersantes, lubricantes, esponjantes, agentes nucleantes, colorantes, vitaminas, antioxidantes, grasas, micronutrientes o saborizantes. Algunos aditivos preferidos se discuten a continuación.

35 En una realización, la mezcla obtenida en la etapa (c) comprende además agua añadida, preferiblemente en una cantidad de 0,01 a 15% en peso, más preferiblemente de 0,1 a 10% en peso, y lo más preferiblemente de 0,2 a 5% en peso, basado en el peso seco total de dicha mezcla. Debe observarse que la cantidad total de agua en la mezcla obtenida en la etapa (c) puede ser mayor que la cantidad de agua agregada, ya que el material molido que contiene polisacárido proporcionado en la etapa (a) y el adyuvante de extrusión proporcionado en la etapa (b) ya puede contener agua. En una realización preferida, el contenido total de agua de la mezcla obtenida en la etapa (c) se ajusta por lo tanto de 0,5 a 70% en peso, preferiblemente de 1 a 50% en peso, más preferiblemente de 2 a 40% en peso, y lo más preferiblemente de 5 a 30% en peso, basado en el peso total de dicha mezcla.

45 Según otra realización de la presente invención, la mezcla obtenida en la etapa (c) comprende además granos enteros agregados, preferiblemente en una cantidad de 0,1 a 30% en peso, más preferiblemente de 0,5 a 20% en peso, y lo más preferiblemente de 1 a 15% en peso, basado en el peso seco total de dicha mezcla.

Según otra realización más de la presente invención, la mezcla obtenida en la etapa (c) comprende además sacarosa añadida, preferiblemente en una cantidad de 0,01 a 20% en peso, más preferiblemente de 0,1 a 10% en peso, y lo más preferiblemente de 0,2 a 5% en peso, basado en el peso seco total de dicha mezcla.

50 De acuerdo con otra realización más de la presente invención, la mezcla obtenida en la etapa (c) comprende además cloruro de sodio, preferiblemente en una cantidad de 0,001 a 5% en peso, más preferiblemente de 0,01 a 2% en peso, y lo más preferiblemente de 0,1 a 1% en peso, basado en el peso seco total de dicha mezcla.

55 La mezcla obtenida en la etapa (c) también puede contener aditivos GNCC o PCC no modificados, es decir, carbonatos de calcio no tratados en superficie. Además, la adición de GNCC o PCC sin modificar puede servir como agente de refuerzo y puede tener un impacto positivo en el producto extrudido si se utiliza como material de embalaje. Según otra realización preferida, la mezcla obtenida en la etapa (c) comprende, por lo tanto, de 0,01 a 10% en peso, preferiblemente de 0,05 a 5% en peso, más preferiblemente de 0,1 a 2% en peso, y lo más preferiblemente de 0,2 a 1,8% en peso de GNCC o PCC sin modificar, basado en el peso seco total de dicha mezcla. Preferiblemente, dicho GNCC o PCC no modificado es un GNCC o PCC de grado alimentario.

De acuerdo con una realización preferida de la presente invención, dicho carbonato de calcio natural o precipitado molido no modificado está en forma de partículas que tienen un tamaño de partícula mediano en peso d_{50} (peso) de 0,05 a 10,0 μm , preferiblemente de 0,2 a 5,0 μm , más preferiblemente de 0,4 a 3,0 μm , lo más preferiblemente de 0,6 a 1,2 μm , y especialmente de 0,7 μm . De acuerdo con una realización adicional de la presente invención, el carbonato de calcio natural o precipitado molido no modificado está en forma de partículas que tienen un tamaño de partícula de corte superior d_{98} (peso) de 0,15 a 55 μm , preferiblemente de 1 a 40 μm , más preferiblemente de 2 a 25 μm , lo más preferiblemente de 3 a 15 μm , y especialmente 4 μm .

Además, la mezcla obtenida en la etapa (c) puede contener almidón y/o celulosa modificados añadidos, excluyendo celulosa fibrilada, que puede servir, por ejemplo, como estabilizadores, dispersantes, espesantes o modificadores de textura. En una realización de acuerdo con la presente invención, la mezcla obtenida en la etapa (c), por lo tanto, contiene almidón modificado agregado, preferiblemente en una cantidad de 0,01 a 20% en peso, más preferiblemente de 0,1 a 10% en peso, y lo más preferiblemente de 0,2 a 5% en peso, basado en el peso seco total de dicha mezcla.

En principio, existen también dos formas de combinar los aditivos anteriores con la mezcla de la etapa (c), a saber, alimentación separada a la extrusora y premezcla.

Según una primera realización, los aditivos se alimentan por separado a la entrada de la extrusora, lo que significa que la mezcla bruta de la etapa (c) que comprende el material molido que contiene polisacárido, el adyuvante de extrusión y otros aditivos se forma dentro de la extrusora. También puede aplicarse alimentación lateral de aditivos.

Según una realización preferida, el material molido que contiene polisacárido proporcionado en la etapa (a), el adyuvante de extrusión proporcionado en la etapa (b) y los aditivos adicionales se mezclan previamente para obtener la mezcla de la etapa (c) que luego se alimenta a la entrada de la extrusora. Los métodos de mezcla adecuados son los mismos que se divulgan anteriormente en este documento.

Según otra realización más, puede usarse una combinación de alimentación separada y premezcla para obtener la mezcla de la etapa (c) que comprende el material molido que contiene polisacárido, el adyuvante de extrusión y otros aditivos.

(d) Soplado

En la etapa (d) del proceso de acuerdo con la presente invención, la mezcla obtenida en la etapa (c) se sopla por medio de una extrusora para obtener un extrudido basado en polisacárido soplado.

Como ya se definió anteriormente en este documento, un material soplado en el sentido de la presente invención proporciona la construcción esquelética de una estructura porosa o espumosa obtenida a través de la expansión porosa de una formulación de partida adecuada. Preferiblemente, la expansión se logra mediante la evaporación de un líquido (por ejemplo, agua) embebido en dicha formulación de partida utilizando temperaturas elevadas y/o una rápida disminución de la presión.

En el proceso inventivo actualmente descrito, se usa una extrusora para convertir la mezcla obtenida en la etapa (c) en un material soplado. Para este propósito, se puede usar cualquier tipo de extrusora conocido. Por lo tanto, la extrusora puede ser una extrusora de tornillo simple o doble. En una realización preferida, la extrusora es una extrusora de doble tornillo, lo más preferiblemente una extrusora de doble tornillo de rotación conjunta.

La extrusora puede tener varias configuraciones. De acuerdo con una realización de la presente invención, la extrusora tiene un diámetro de tornillo que varía de 35 a 55 mm, preferiblemente de 40 a 50 mm, por ejemplo 44 mm.

En una realización más preferida, la extrusora se opera a una velocidad de tornillo de 60 a 450 rpm con tornillos gemelos que giran conjuntamente que tienen la siguiente configuración de tornillo. Los símbolos "/" y "\" se utilizan para indicar la dirección de transporte y el número de los elementos de tornillo:

| Número/Dir. | Alimentador | | Mezcla | Conv. | Presión | Temp. | Zona de corte | | | |
|------------------|-------------|----|--------|-------|---------|-------|---------------|----|-----|-----|
| | /// | / | | | | | \\ | / | /// | /// |
| Gradiente [°] | 66 | 44 | poli | 66 | 44 | 33 | 44 | 44 | 44 | 33 |
| Longitud [mm] | 66 | 44 | 20 | 66 | 44 | 33 | 15 | 15 | 15 | 33 |
| Compensación [°] | - | - | - | - | 0 | 0 | 90 | 90 | 90 | 90 |

45

En la realización anterior, la zona de alimentación consta de 3 elementos de DNDL 66/R66 y 1 elemento de DNDL 44/R44, la zona de mezcla consta de 2 elementos de DNDL P45-4/L20, la zona de transporte consta de 1 elemento de DNDL 66/R66, la zona de presión consta de 6 elementos de DNDL 44/R44e, la zona de temperatura consta de 4 elementos de DNDL 33/R33 y la zona de corte consta de 6 elementos: 1 elemento de DNDL 44/L14.7, 1 elemento de DNDL 44/R14.7, 1 elemento de DNDL 44/L14.7 y 3 elementos de DNDL 33/L33.

Las características del producto extrudido también pueden verse influidas por parámetros del proceso, como la humedad, la temperatura o la presión.

Por lo tanto, en una realización del proceso de la invención, la etapa (d) se caracteriza porque la mezcla obtenida en la etapa (c) se calienta a una temperatura de 100°C a 150°C, preferiblemente de 105°C a 140°C, más preferiblemente de 110°C a 135°C, y más preferiblemente de 115°C a 130°C.

De acuerdo con otra realización del proceso de la invención, la etapa (d) se caracteriza porque la extrusora funciona a una presión mínima de 0,5 MPa, preferiblemente 2,5 MPa, más preferiblemente 3,5 MPa, incluso más preferiblemente 5 MPa, aún más preferiblemente 5,5 MPa, y lo más preferiblemente 6 MPa. Adicional o alternativamente, la extrusora funciona a una presión máxima de 10 MPa, preferiblemente 8 MPa, más preferiblemente 7,5 MPa, incluso más preferiblemente 6 MPa, y lo más preferiblemente 5 MPa.

Según otra realización, las formas de boquilla y las combinaciones de boquilla adecuadas utilizadas en la salida de la extrusora incluyen (diámetro del orificio entre paréntesis): 2 × boquilla de 1 orificio (3,3 mm), 2 × boquilla de 1 orificio (5,0 mm), 2 × boquilla de 6 orificios (3,0 mm), 2 × boquilla de 10 orificios (2,0 mm), 2 × boquilla de 12 orificios (1,0 mm), 1 × boquilla de 2 orificios (3,0 mm), 1 × boquilla de 2 orificios (con forma de estrella), 1 × boquilla de 2 orificios (tubo, 3,0 y 2,0 mm). Las formas y combinaciones de boquilla preferidas se seleccionan entre 2 × boquilla de 1 orificio (3,3 mm) y 1 × boquilla de 2 orificios (3,0 mm).

En combinación con cualquiera de los parámetros y configuraciones de proceso anteriores, el área de la sección transversal de las boquillas puede variar de 2 a 100 mm², más preferiblemente de 5 a 50 mm², y lo más preferiblemente de 10 a 20 mm².

En principio, el extrudido a base de polisacárido soplado obtenido en la etapa (d) puede tener cualquier forma concebible (astillas, escamas, esferas, cilindros, etc.) dependiendo de la configuración de la extrusora (forma de boquilla, dispositivo de corte, esfuerzo de torsión, velocidad de la cuchilla, etc.).

(e) El material a base de polisacárido soplado

El producto que se puede obtener de acuerdo con el proceso de la presente invención es un material a base de polisacárido soplado que excluye los materiales que contienen celulosa fibrilada (es decir, materiales que contienen celulosa microfibrilada, materiales que contienen celulosa nanofibrilada, materiales que contienen celulosa nanocristalina y/o materiales celulósicos fraccionados a los que se hace referencia como noil o crill), lo que significa que se produce a partir de un material que contiene polisacáridos, excluyendo los que contienen celulosa fibrilada.

Como se indicó anteriormente en la presente memoria, el término soplado indica que el material de partida correspondiente se ha sometido a una etapa de expansión, que se logra preferiblemente mediante la evaporación de un líquido (por ejemplo, agua) embebido en dicho material de partida utilizando temperaturas elevadas y/o una rápida disminución de la presión. En el presente caso, se aplica la cocción por extrusión.

Normalmente, el material de partida no experimenta ninguna conversión o solo una pequeña conversión química durante el proceso de expansión, de modo que, de acuerdo con una realización preferida, el material a base de polisacárido soplado que se puede obtener de acuerdo con la presente invención es un material que contiene polisacárido soplado. El producto que se puede obtener de acuerdo con el proceso de la invención contiene, por lo tanto, al menos un polisacárido (excluyendo celulosa fibrilada), al menos un adyuvante de extrusión y, opcionalmente, uno o más aditivos seleccionados de rellenos, dispersantes, lubricantes, esponjantes, agentes de nucleación, colorantes, saborizantes, y similares.

De acuerdo con otra realización de la presente invención, el producto que se puede obtener de acuerdo con el procedimiento de la invención comprende además granos enteros, preferiblemente en una cantidad de 0,1 a 30% en peso, más preferiblemente de 0,5 a 20% en peso, y lo más preferiblemente de 1 a 15% en peso, basado en el peso seco total de dicho producto.

Según otra realización más de la presente invención, el producto que se puede obtener de acuerdo con el procedimiento de la invención comprende además sacarosa, preferiblemente en una cantidad de 0,01 a 20% en peso, más preferiblemente de 0,1 a 10% en peso, y lo más preferiblemente de 0,2 a 5% en peso, basado en el peso seco total de dicho producto.

Según otra realización más de la presente invención, el producto que se puede obtener de acuerdo con el procedimiento de la invención comprende además cloruro de sodio, preferiblemente en una cantidad de 0,001 a 5%

en peso, más preferiblemente de 0,01 a 2% en peso, y lo más preferiblemente de 0,1 a 1% en peso, basado en el peso seco total de dicho producto.

5 El producto que se puede obtener de acuerdo con el proceso de la invención también puede contener GNCC o PCC sin modificar. Según otra realización preferida, la mezcla obtenida en la etapa (c) comprende, por lo tanto, de 0,01 a 10% en peso, preferiblemente de 0,05 a 5% en peso, más preferiblemente de 0,1 a 2% en peso, y lo más preferiblemente de 0,2 a 1,8% en peso de GNCC o PCC sin modificar, basado en el peso seco total de dicho producto. Preferiblemente, dicho GNCC o PCC no modificado es un GNCC o PCC de grado alimentario.

10 El material a base de polisacárido soplado de acuerdo con la presente invención proporciona características mejoradas en comparación con los materiales soplados cocidos por extrusión convencionales, tales como el material preparado sin ayuda de extrusión o con GNCC o PCC sin modificar.

Por ejemplo, el material cocido por extrusión soplado de la invención proporciona un índice de expansión incrementado que se asocia con una densidad más baja. Según una realización preferida, el material a base de polisacárido soplado proporciona un índice de expansión de 5 a 30, preferiblemente de 8 a 25, más preferiblemente de 10 a 20, y lo más preferiblemente de 12 a 18.

15 Según otra realización, el material a base de polisacárido soplado proporciona una textura crujiente de 25 a 50 N, preferiblemente de 30 a 48 N, más preferiblemente de 32 a 45 N, y lo más preferiblemente de 35 a 40 N, medido en un analizador de texturas TA.HDplus de Stable Micro Systems equipado con una celda de corte Kramer con 10 cuchillas.

20 En vista del aumento del índice de expansión y la crujencia mejorada, también se mejora la sensación en la boca de los productos alimenticios correspondientes. De acuerdo con una realización adicional, el proceso de la invención, por lo tanto, comprende la etapa (e) de procesar el producto extrudido a base de polisacárido soplado obtenido en la etapa (d) en:

(i) un producto alimenticio para el consumo humano, preferiblemente cereales para el desayuno y/o tentempiés; o

25 (ii) un producto alimenticio para el consumo animal, preferiblemente alimentos para mascotas, y más preferiblemente alimentos para peces, aves, perros y/o gatos.

Los productos alimenticios para consumo animal pueden incluir además productos alimenticios para animales de granja tales como ganado, vaca, caballo, cerdo y pollo.

Las etapas de procesamiento típicas de la realización anterior incluyen freír, así como la adición de colorantes o aromatizantes.

30 Sin embargo, como un índice de expansión incrementado no solo está asociado con una sensación en la boca mejorada sino también con una densidad más baja, el material a base de polisacárido soplado también se puede usar o procesar en un material de empaque, por ejemplo, en forma de chips, hojuelas, esferas, cilindros, etc. De acuerdo con otra realización, el proceso de la invención comprende, por lo tanto, la etapa (e) de procesar el producto extrudido a base de polisacárido soplado obtenido en la etapa (d) en un material de embalaje. Los materiales de
35 embalaje de acuerdo con la presente invención pueden ser biodegradables.

Vale la pena señalar que el adyuvante de extrusión contenido en el material a base de polisacárido soplado de acuerdo con la presente invención es una sal de calcio y, por lo tanto, también puede servir como una fuente de calcio para fines dietéticos.

Descripción de las figuras:

40 Figura 1: Diámetro del extrudido (tentempiés)

Figura 2: Diámetro del extrudido (cereales)

Figura 3: Índice de expansión (tentempiés)

Figura 4: Índice de expansión (cereales)

Figura 5: Crujencia (tentempiés)

45 Figura 6: Fotografía de extrudido (cereal estándar)

Figura 7: Fotografía de extrudido (cereales preparados con 0,5% de SRCC2)

Figura 8: imagen de estereomicroscopio (SM) de la sección transversal del producto extrudido (tentempié estándar)

Figura 9: imagen de estereomicroscopio (SM) de la sección transversal del producto extrudido (cereales preparados con 0,5% de SRCC3)

Ejemplos

El alcance y el interés de la invención se pueden entender mejor sobre la base de los siguientes ejemplos que pretenden ilustrar realizaciones de la presente invención. Sin embargo, no deben interpretarse como limitantes del alcance de las reivindicaciones de ninguna manera.

5 (a) Métodos de medición

A continuación, se describen los métodos de medición para los parámetros definidos en la presente solicitud y utilizados en los siguientes ejemplos.

Distribución de tamaño de partícula

10 El tamaño de partícula mediano determinado en volumen $d_{50}(\text{vol})$ y el tamaño de partícula de corte superior determinado en volumen $d_{98}(\text{vol})$ se evaluaron utilizando un sistema de difracción láser Malvern Mastersizer 2000 (Malvern Instruments Plc., Gran Bretaña). Los datos en bruto obtenidos por la medición se analizaron utilizando la teoría de Fraunhofer sin un índice de refracción específico, con un índice de absorción de 0,005. Los expertos en la técnica conocen los métodos e instrumentos y se utilizan comúnmente para determinar la distribución del tamaño de partícula de los rellenos y pigmentos.

15 Distribución de tamaño de partícula

20 El tamaño de partícula mediano determinado en peso $d_{50}(\text{wt})$ se midió mediante el método de sedimentación, que es un análisis del comportamiento de la sedimentación en un campo gravimétrico. La medición se realizó con un Sedigraph^{MR} 5120 de Micromeritics Instrument Corporation, EE. UU. El experto en la técnica conoce el método y el instrumento y se usan comúnmente para determinar la distribución del tamaño de partícula de los rellenos y pigmentos. La medición se llevó a cabo en una solución acuosa de 0,1% en peso de $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$. Las muestras se dispersaron usando un agitador de alta velocidad y se sonicaron.

Área de superficie específica (SSA)

25 El área de superficie específica se midió mediante el método BET de acuerdo con la norma ISO 9277:1995 utilizando nitrógeno, luego del acondicionamiento de la muestra calentando a 250°C durante un período de 30 minutos. Antes de tales mediciones, la muestra se filtró dentro de un embudo Büchner, se enjuagó con agua desionizada y se secó durante la noche a una temperatura de 90 a 100°C en un horno. Posteriormente, la torta seca se trituró muy bien en un mortero y el polvo resultante se colocó en un balance de humedad a 130°C hasta que se alcanzó un peso constante.

Volumen de poro específico medido entre las partículas (en cm^3/g)

30 El volumen de poro específico se midió usando una medición de porosimetría de intrusión de mercurio usando un porosímetro de mercurio Micromeritics Autopore V 9620 que tiene una presión máxima aplicada de mercurio de 414 MPa (60.000 psi), equivalente a un diámetro de garganta de Laplace de 0,004 μm . El tiempo de equilibrio utilizado en cada etapa de presión fue de 20 segundos. El material de la muestra se selló en un penetrómetro de polvo de cámara de 5 cm^3 para análisis. Los datos se corrigieron para la compresión de mercurio, la expansión del penetrómetro y la compresión del material de muestra utilizando el software Pore-Comp (Gane, PAC, Kettle, JP, Matthews, GP y Ridgway, CJ, "Void Space Structure of Compressible Polymer Spheres and Consolidated Calcium Carbonate Paper-Coating Formulations", Industrial and Engineering Chemistry Research, 35 (5), 1996, páginas 1753-1764).

Índice de expansión

40 El índice de expansión F es una medida para describir la expansión en sección transversal de un extrudido después de pasar la salida de una extrusora. El índice de expansión utilizado aquí se define como:

$$F = (D_E/D_D)^2$$

45 en la que D_E denota el diámetro del extrudido y D_D denota el diámetro de la boquilla o el diámetro correspondiente del orificio de la boquilla en la salida de la extrusora. Los diámetros de los extrudidos se midieron utilizando un calibrador. Un alto índice de expansión indica por lo tanto una mayor porosidad y una menor densidad del extrudido.

Crujencia (Analizador de textura TA.HDplus)

50 Las muestras se pesan de modo que se obtengan porciones igualmente definidas. La cantidad debe ser tal que al menos la mitad de la celda de corte de Kramer se llene volumétricamente. La celda de corte de Kramer simula un solo bocado en una muestra y, por lo tanto, proporciona información sobre el comportamiento, la crujencia y la consistencia del bocado. Las 10 cuchillas se mueven con velocidad constante a través de la muestra, comprimiendo, cortando y extruyendo la muestra a través de la placa base ranurada. La medición de múltiples cuchillas al mismo

ES 2 697 908 T3

tiempo resulta en mediciones en diferentes lugares de la muestra (resistencia en Newtons) para nivelar las diferencias estructurales locales. Los parámetros de medición se exponen en la siguiente tabla.

| Ajustes y parámetros de TA |
|--|
| Tipo de prueba: presión |
| Velocidad para: 10,00 mm/s |
| Prueba de velocidad: 8,00 mm/s |
| Velocidad de retroceso: 10,00 mm/s |
| Parámetro objetivo: tensión |
| Fuerza: 100,0 g |
| Trayectoria: 5,000 mm |
| Tensión: 105,0 % |
| Liberación: AUTO (fuerza) |
| Fuerza de liberación: 5,0 g |
| Herramienta: HDP/KS 10; CELDA DE CORTE DE KRAMER DE 10 CUCHILLAS |
| Carga: C-DP-0749-0,5 % |
| Puntos de medición por segundo: 500 |

5 (b) Adyuvantes de extrusión

Los siguientes materiales minerales se utilizan como adyuvantes de extrusión o como materiales de referencia correspondientes.

Carbonato de calcio tratado en superficie 1 (SRCC1)

10 SRCC1 tenía un $d_{50}(\text{vol}) = 6,6 \mu\text{m}$, $d_{98}(\text{vol}) = 15,1 \mu\text{m}$, $\text{SSA} = 144 \text{ m}^2/\text{g}$ con un volumen de poro específico medido entre las partículas de $0,811 \text{ cm}^3/\text{g}$ (para el rango de diámetro de poro de $0,004$ a $0,23 \mu\text{m}$).

15 Se obtuvo SRCC1 preparando 450 litros de una suspensión acuosa de carbonato de calcio molido en un recipiente de mezcla ajustando el contenido de sólidos de un carbonato de calcio de mármol molido de Hustadmarmor, Noruega, que tiene una distribución de tamaño de partícula mediana basada en masa de 90% menos de $2 \mu\text{m}$, según lo determinado por la sedimentación, de modo que se obtenga un contenido de sólidos de 16% en peso, basado en el peso total de la suspensión acuosa.

Mientras se mezclaba la suspensión, se añadieron 47,1 kg de ácido fosfórico en forma de una solución acuosa que contenía 30% en peso de ácido fosfórico a dicha suspensión durante un período de 15 minutos a una temperatura de 70°C . Después de la adición del ácido, la suspensión se agitó durante 5 minutos adicionales, antes de retirarla del recipiente y secarla.

20 Carbonato de calcio tratado en superficie 2 (SRCC2)

SRCC2 tenía un $d_{50}(\text{vol}) = 2,98 \mu\text{m}$, $d_{98}(\text{vol}) = 10,64 \mu\text{m}$, $\text{SSA} = 97,55 \text{ m}^2/\text{g}$ con un volumen de poro específico medido entre las partículas de $0,723 \text{ cm}^3/\text{g}$ (para el rango de diámetro de poro de $0,004$ a $0,18 \mu\text{m}$).

25 Se obtuvo SRCC2 preparando 10 litros de una suspensión acuosa de carbonato de calcio molido en un recipiente de mezcla ajustando el contenido de sólidos de un carbonato de calcio de piedra caliza molida de Omya SAS, Orgon, que tiene una distribución de tamaño de partícula mediana basada en masa del 90% menor a $1 \mu\text{m}$, según lo determinado por la sedimentación, de manera que se obtenga un contenido de sólidos del 10% en peso, basado en el peso total de la suspensión acuosa.

Mientras se mezclaba la suspensión, se añadieron 2,7 kg de ácido fosfórico en forma de una solución acuosa que contenía 20% en peso de ácido fosfórico a dicha suspensión durante un período de 44 minutos a una temperatura de 70°C. Después de la adición del ácido, la suspensión se agitó durante 5 minutos adicionales, antes de retirarla del recipiente y secarla.

5 Carbonato de calcio tratado en superficie 3 (SRCC3)

SRCC3 tenía un $d_{50}(\text{vol}) = 6,13 \mu\text{m}$, $d_{98}(\text{vol}) = 15 \mu\text{m}$, $\text{SSA} = 55,5 \text{ m}^2/\text{g}$ con un volumen de poro específico medido entre las partículas de $0,739 \text{ cm}^3/\text{g}$ (para el rango de diámetro de poro de $0,004$ a $0,41 \mu\text{m}$).

Material de partida: Caliza

10 Se prepara una suspensión de carbonato de calcio agregando agua y piedra caliza no dispersada (molida en condiciones húmedas en agua, opcionalmente en presencia de un auxiliar de dispersión o molienda aprobado para alimentos, tal como monopropilenglicol (MPG)) con un $d_{50}(\text{peso})$ de $3 \mu\text{m}$, en la que 33% en peso de partículas tienen un diámetro inferior a $2 \mu\text{m}$ en un reactor de acero inoxidable de 20 L, de manera que la suspensión acuosa obtenida tiene un contenido de sólidos correspondiente al 16% en peso, por peso seco en relación con el peso total de la suspensión. La temperatura de esta suspensión se lleva a continuación y se mantiene a 70°C. Bajo agitación a aproximadamente 1.000 rpm, de manera que se establezca un flujo laminar esencial, se agrega ácido fosfórico en forma de una solución al 30% a la suspensión de carbonato de calcio a través de un embudo separado durante un período de 10 minutos en una cantidad correspondiente al 30% en peso, en peso de carbonato de calcio seco. Después de esta adición, la suspensión se agita durante 5 minutos adicionales. La suspensión resultante se dejó sedimentar durante la noche, y el SRCC tenía un área superficial específica de $36 \text{ m}^2/\text{g}$, un $d_{50}(\text{vol})$ de $9,3 \mu\text{m}$ (Malvern) y $d_{98}(\text{vol})$ de $23,5 \mu\text{m}$ (Malvern).

Material de partida: Mármol

25 Se prepara una suspensión de carbonato de calcio agregando agua y mármol no dispersado (molidos en condiciones húmedas en agua, opcionalmente en presencia de un adyuvante de dispersión o molienda aprobado para alimentos como el monopropilenglicol (MPG)) que tiene un $d_{50}(\text{peso})$ de $3,5 \mu\text{m}$, en el que 33% en peso de partículas tienen un diámetro inferior a $2 \mu\text{m}$ en un reactor de acero inoxidable de 20 L, de manera que la suspensión acuosa obtenida tiene un contenido de sólidos correspondiente al 16% en peso por peso seco en relación con la suspensión total peso. La temperatura de esta suspensión se lleva a continuación y se mantiene a 70°C. Bajo agitación a aproximadamente 1.000 rpm, de manera que se establezca un flujo laminar esencial, se agrega ácido fosfórico en forma de una solución al 30% a la suspensión de carbonato de calcio a través de un embudo separado durante un período de 10 minutos en una cantidad correspondiente al 30% en peso de carbonato de calcio seco. Después de esta adición, la suspensión se agita durante 5 minutos adicionales. La suspensión resultante se dejó sedimentar durante la noche, y el SRCC tenía un área superficial específica de $46 \text{ m}^2/\text{g}$, un $d_{50}(\text{vol})$ de $9,5 \mu\text{m}$ (Malvern) y $d_{98}(\text{vol})$ de $18,9 \mu\text{m}$ (Malvern).

Material de partida: Mármol

35 Se prepara una suspensión de carbonato de calcio agregando agua y mármol no disperso (molido en condiciones húmedas en agua, opcionalmente en presencia de un producto de dispersión o molienda aprobado para alimentos, como monopropilenglicol (MPG)) que tiene un $d_{50}(\text{peso})$ de $2 \mu\text{m}$ en un reactor de acero inoxidable de 20 L, de modo que la suspensión acuosa obtenida tenga un contenido de sólidos correspondiente al 16% en peso en peso seco con respecto al peso total de la suspensión. La temperatura de esta suspensión se lleva a continuación y se mantiene a 70°C. Bajo agitación a aproximadamente 1.000 rpm, de tal manera que se establezca un flujo laminar esencial, se agrega ácido fosfórico en forma de una solución al 30% a la suspensión de carbonato de calcio a través de un embudo separado durante un período de 10 minutos en una cantidad correspondiente al 50% en peso sobre peso seco de carbonato de calcio. Después de esta adición, la suspensión se agita durante 5 minutos adicionales. La suspensión resultante se dejó sedimentar durante la noche, y el SRCC tenía un área superficial específica de $71 \text{ m}^2/\text{g}$, un $d_{50}(\text{vol})$ de $10,6 \mu\text{m}$ (Malvern) y $d_{98}(\text{vol})$ de $21,8 \mu\text{m}$ (Malvern).

Carbonato de calcio natural molido (GNCC1)

GNCC1 era un carbonato de calcio natural de alta pureza de grado alimentario, disponible comercialmente en Omya International AG, Suiza, $d_{50}(\text{peso}) = 5,5 \mu\text{m}$.

(c) Ejemplos: Extrusión de tentempiés y cereales.

50 Para los fines de los siguientes ejemplos, se adquirió harina de maíz estándar disponible comercialmente de Bako eG, Alemania. Se usaron Roland Mehl Typ 550 y Grüner Roland Typ 1050 como cereales de trigo y se adquirieron de Bremer Rolandmühle Erling GmbH & Co. KG, Alemania.

(i) Equipo

Extrusora de doble tornillo DNDL-44, de Bühler AG, Uzwil, Suiza, con las siguientes partes:

ES 2 697 908 T3

Bastidor:

- Número de bastidores: 5 (donde 4 D = 0,176 m)
 - Bastidores que pueden ser calentados o enfriados por separado o conectados
 - Medio de calentamiento: vapor
- 5
- Medio de enfriamiento: agua
 - Longitud de procesamiento: 20 D (1 D = 0,044 m)

Tornillo:

- Doble tornillo
 - Eje del engranaje helicoidal girando en la misma dirección
- 10
- Diámetro de doble tornillo: 44 mm
 - Longitud de doble tornillo (sin acoplamiento): 0,88 m (corresponde a 20 D)
 - Velocidad del tornillo: 60 a 450 rpm
 - Configuración del tornillo estándar:

| | Alimentador | | Mezcla | Conv. | Presión | Temp. | Zona de corte | | | |
|------------------|-------------|----|--------|-------|---------|-------|---------------|----|----|-----|
| | /// | / | \\ | / | /// /// | // // | \ | / | \ | /// |
| Cantidad/Dir. | /// | / | \\ | / | /// /// | // // | \ | / | \ | /// |
| Gradiente [°] | 66 | 44 | poli | 66 | 44 | 33 | 44 | 44 | 44 | 33 |
| Longitud [mm] | 66 | 44 | 20 | 66 | 44 | 33 | 15 | 15 | 15 | 33 |
| Compensación [°] | - | - | - | - | 0 | 0 | 90 | 90 | 90 | 90 |

- 15 La zona de alimentación consistió en 3 elementos de DNDL 66/R66 y 1 elemento de DNDL 44/R44, la zona de mezcla consistió en 2 elementos de DNDL P45-4/L20, la zona de transporte consistía de 1 elemento de DNDL 66/R66, la zona de presión consistía de 6 elementos de DNDL 44/R44e, la zona de temperatura consistía de 4 elementos de DNDL 33/R33, y la zona de corte consistía de 6 elementos: 1 elemento de DNDL 44 /L14.7, 1 elemento de DNDL 44/R14.7, 1 elemento de DNDL 44/L14.7 y 3 elementos de DNDL 33/L33.

20 Dispositivo de corte:

- Móvil
- Cabezal de corte con 4 cuchillas.

Boquillas de extrusión:

| Forma de la boquilla | Diámetro del orificio | Área de sección transversal | Forma de la boquilla | Diámetro del orificio | Área de sección transversal |
|----------------------|-----------------------|-----------------------------|------------------------|-----------------------|-----------------------------|
| 2 x 1 orificio | 3,3 mm | 17,1 mm ² | 1 x 2 orificios | 3,0 mm | 14,1mm ² |
| 2 x 1 orificio | 5,0 mm | 39,2 mm ² | 1 x 2 orificios | Forma de estrella | Aprox. 60 mm ² |
| 2 x 6 orificios | 3,0 mm | 84,8 mm ² | | | |
| 2 x 10 orificios | 2,0 mm | 62,8 mm ² | 1 x 2 orificios (tubo) | 3,0 mm | 3,9 mm ² |
| 2 x 12 orificios | 1,0 mm | 18,8 mm ² | | 2,0 mm | |

25 Alimentación (alimentación de producto):

ES 2 697 908 T3

- Dispositivo de alimentación de doble tornillo
- Alimentación volumétrica (unidad dosificadora con contenedor).

(ii) Parámetros de proceso y producto: tentempiés

- Producto: tentempiés

- 5
- Tornillo final: en forma de cono
 - Boquilla: 1 × 2 orificios (diámetro: 3 mm)
 - Receta:

| Ingredientes | | Harina de cereal | Azúcar | Sal | SRCC | Total |
|--------------|-------------|------------------|--------|------|-------|--------|
| Estándar | Cantidad % | 98,00 | 1,00 | 1,00 | 0,00 | 100,00 |
| | Cantidad kg | 29,40 | 0,30 | 0,30 | 0,00 | 30,00 |
| SRCC 0,5 % | Cantidad % | 97,50 | 1,00 | 1,00 | 0,50 | 100,00 |
| | Cantidad kg | 14,63 | 0,15 | 0,15 | 0,08 | 15,00 |
| SRCC 1,5 % | Cantidad % | 96,50 | 1,00 | 1,00 | 1,50 | 100,00 |
| | Cantidad kg | 14,48 | 0,15 | 0,15 | 0,23 | 15,00 |
| SRCC 2,0 % | Cantidad % | 96,00 | 1,00 | 1,00 | 2,00 | 100,00 |
| | Cantidad kg | 14,40 | 0,15 | 0,15 | 0,30 | 15,00 |
| SRCC 5,0 % | Cantidad % | 93,00 | 1,00 | 1,00 | 5,00 | 100,00 |
| | Cantidad kg | 13,95 | 0,15 | 0,15 | 0,75 | 15,00 |
| SRCC 10,0 % | Cantidad % | 88,00 | 1,00 | 1,00 | 10,00 | 100,00 |
| | Cantidad kg | 13,20 | 0,15 | 0,15 | 1,50 | 15,00 |

- 10
- Parámetros del proceso:

| Muestra No. | Estándar | SRCC1 0,5% | SRCC1 1,5% | SRCC2 0,5% | SRCC2 1,5% |
|------------------------------------|----------|------------|------------|------------|------------|
| Esfuerzo de torsión [%] | 44 | 46 | 52 | 47 | 47 |
| Velocidad [%] | 50 | 50 | 50 | 50 | 50 |
| Velocidad de la cuchilla [%] | 33 | 33 | 33 | 33 | 33 |
| Adición de H ₂ O [kg/h] | 3.9 | 3.9 | 3.9 | 3.9 | 3.9 |
| Dosificación del producto [kg/h] | 33 | 33 | 33 | 33 | 33 |
| Presión [bar] | 45-50 | 45-50 | 50 | 45-50 | 45-50 |
| Temperatura módulo 2 [°C] | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 |
| Temperatura módulo 3 [°C] | 110 | 110 | 110 | 110 | 110 |
| Temperatura módulo 4 [°C] | 125 | 125 | 125 | 125 | 125 |

ES 2 697 908 T3

| | | | | | |
|------------------------------------|------------|-------------|-------------|-------------|--------------|
| Temperatura módulo 5 [°C] | 125 | 125 | 125 | 125 | 125 |
| Muestra No. | SRCC3 0,5% | SRCC3 1,5 % | SRCC3 2,0 % | SRCC3 5,0 % | SRCC3 10,0 % |
| Esfuerzo de torsión [%] | 46 | 49 | 50 | 54 | 67 |
| Velocidad [%] | 50 | 50 | 50 | 50 | 50 |
| Velocidad de la cuchilla [%] | 33 | 33 | 33 | 33 | 33 |
| Adición de H ₂ O [kg/h] | 3,9 | 3,9 | 3,9 | 3,9 | 3,9 |
| Dosificación del producto [kg/h] | 33 | 33 | 33 | 33 | 33 |
| Presión [bar] | 45-50 | 50 | 51 | 51-55 | 30 |
| Temperatura módulo 2 [°C] | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 |
| Temperatura módulo 3 [°C] | 110 | 110 | 110 | 110 | 110 |
| Temperatura módulo 4 [°C] | 125 | 125 | 125 | 125 | 125 |
| Temperatura módulo 5 [°C] | 125 | 125 | 125 | 125 | 125 |

(iii) Parámetros de proceso y de producto: cereales.

▪ Producto: cereales.

▪ Tornillo final: en forma de cono

5 ▪ Boquilla: 1 × 2 orificios (diámetro: 3 mm)

▪ Receta:

| Ingredientes | | Harina de trigo | Grano entero de trigo | Azúcar | Sal | SRCC | Total |
|--------------|-------------|-----------------|-----------------------|--------|------|-------|--------|
| Estándar | Cantidad % | 82,50 | 10,00 | 7,00 | 0,50 | 0,00 | 100,00 |
| | Cantidad kg | 24,75 | 3,00 | 2,10 | 0,15 | 0,00 | 30,00 |
| SRCC 0,5 % | Cantidad % | 82,00 | 10,00 | 7,00 | 0,50 | 0,50 | 100,00 |
| | Cantidad kg | 12,30 | 1,50 | 1,05 | 0,08 | 0,08 | 15,00 |
| SRCC 1,5 % | Cantidad % | 81,00 | 10,00 | 7,00 | 0,50 | 1,50 | 100,00 |
| | Cantidad kg | 12,15 | 1,50 | 1,05 | 0,08 | 0,23 | 15,00 |
| SRCC 2,0% | Cantidad % | 80,50 | 10,00 | 7,00 | 0,50 | 2,00 | 100,00 |
| | Cantidad kg | 12,08 | 1,50 | 1,05 | 0,08 | 0,30 | 15,00 |
| SRCC 5,0 % | Cantidad % | 78,50 | 10,00 | 7,00 | 0,50 | 5,00 | 100,00 |
| | Cantidad kg | 11,78 | 1,50 | 1,05 | 0,08 | 0,75 | 15,00 |
| SRCC 10,0 % | Cantidad % | 72,78 | 10,00 | 7,00 | 0,50 | 10,00 | 100,00 |
| | Cantidad kg | 10,88 | 1,50 | 1,05 | 0,08 | 1,50 | 15,00 |

▪ Parámetros del proceso:

ES 2 697 908 T3

| Muestra No. | Estándar | SRCC1 0,5 % | SRCC1 1,5 % | SRCC2 0,5 % | SRCC2 1,5 % |
|------------------------------------|----------|-------------|-------------|-------------|-------------|
| Esfuerzo de torsión [%] | 40 | 55 | 57 | 54 | 53 |
| Velocidad [%] | 52 | 52 | 52 | 52 | 52 |
| Velocidad de la cuchilla [%] | 34 | 34 | 34 | 34 | 34 |
| Adición de H ₂ O [kg/h] | 1,2 | 1,2 | 1,2 | 1,2 | 1,2 |
| Dosificación del producto [kg/h] | 35 | 35 | 35 | 35 | 35 |
| Presión [bar] | 41 | 53 | 55-60 | 55 | 55 |
| Temperatura módulo 2 [°C] | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 |
| Temperatura módulo 3 [°C] | 110 | 110 | 110 | 110 | 110 |
| Temperatura módulo 4 [°C] | 125 | 125 | 125 | 125 | 125 |
| Temperatura módulo 5 [°C] | 135 | 135 | 135 | 135 | 135 |

| Muestra No. | SRCC3 0,5% | SRCC3 1,5 % | SRCC3 2,0% | SRCC3 5,0% | SRCC3 10,0 % |
|------------------------------------|------------|-------------|------------|------------|--------------|
| Esfuerzo de torsión [%] | 46 | 51 | 54 | 56 | 54 |
| Velocidad [%] | 52 | 52 | 52 | 52 | 52 |
| Velocidad de la cuchilla [%] | 34 | 34 | 34 | 34 | 34 |
| Adición de H ₂ O [kg/h] | 1,2 | 1,2 | 1,2 | 1,2 | 1,2 |
| Dosificación del producto [kg/h] | 35 | 35 | 35 | 35 | 35 |
| Presión [bar] | 48 | 42 | 53 | 54 | 38 |
| Temperatura módulo 2 [°C] | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 |
| Temperatura módulo 3 [°C] | 110 | 110 | 110 | 110 | 110 |
| Temperatura módulo 4 [°C] | 125 | 125 | 125 | 125 | 125 |
| Temperatura módulo 5 [°C] | 135 | 135 | 135 | 135 | 135 |

5 (d) Resultados

Las Figuras 1 a 5 muestran los resultados para el diámetro del extrudido (Figura 1: tentempiés, Figura 2: cereales), el índice de expansión (Figura 3: tentempiés, Figura 4: cereales) y la crujencia de los tentempiés (Figura 5).

Las Figuras 6 y 7 muestran fotografías de cereales estándar (Figura 6) y de cereales preparados en presencia de SRCC2 0,5% (Figura 7).

- 10 Las Figuras 8 y 9 muestran imágenes de microscopio estereoscópico (SM) de la sección transversal de un tentempié estándar (Figura 8) y de un tentempié que se preparó en presencia de SRCC3 - 0,5% (Figura 9). Las imágenes se realizaron con un microscopio estereoscópico Leica MZ16A y una cámara Leica DFC 320 y una iluminación de luz en ángulo para mostrar la estructura de las muestras.

ES 2 697 908 T3

Se llevaron a cabo pruebas de panel organoléptico para los tentempiés producidos así como para los cereales producidos. El panel organoléptico estaba compuesto por 6 personas, todas entrenadas de acuerdo con la norma DIN 10961. Las Tablas 1 y 2 muestran los resultados obtenidos para tentempiés y cereales, respectivamente.

Tabla 1: resultados de la prueba de panel organoléptico para tentempiés

| | Color | Superficie | Crujencia | Mordida |
|----------------|-----------------|------------------|-----------------|---------------------------|
| Estándar | amarillo | dura | muy crujiente | blanda, borde afilado |
| SRCC1 0,5% | amarillo | un poco más fina | crujiente | blanda, borde afilado |
| SRCC1 1,5% | amarillo | más fina | crujiente | blanda, borde afilado |
| SRCC2 0,5% | amarillo | más gruesa | crujiente | blanda, borde afilado |
| SRCC2 1,5% | amarillo | más fina | crujiente | blanda |
| SRCC3 0,5% | amarillo | más gruesa | crujiente | blanda |
| SRCC3 1,5% | amarillo | más gruesa | crujiente | blanda |
| SRCC3 2,0% | más claro | más fina | menos crujiente | borde menos afilado |
| SRCC3 5,0% | más claro | muy fina | más fino | desaparece rápidamente |
| SRCC3 10,0% | mucho más claro | muy fina | muy fino | pegajosa, adherente |

Tabla 1 (continuación)

| | Sensación en boca | Impresión por masticación | Gusto | Olor |
|---------------|-------------------|-----------------------------------|-------|--------------|
| Estándar | pegajoso | primero ligera, luego pegajosa | maíz | maíz, neutro |
| SRCC1 0,5% | más pegajoso | pegajosa | maíz | maíz, neutro |
| SRCC1 1,5% | más pegajoso | pegajosa | maíz | maíz, neutro |
| SRCC2 0,5% | más pegajoso | pegajosa | maíz | maíz, neutro |
| SRCC2 1,5% | menos pegajoso | pegajosa, espesa | maíz | maíz, neutro |
| SRCC3 0,5% | pegajoso | muy ligera | maíz | maíz, neutro |

ES 2 697 908 T3

| | | | | |
|----------------|------------|------------------------|-----------------------|--------------|
| SRCC3 1,5% | pegajoso | ligera, pegajosa | maíz | maíz, neutro |
| SRCC3 2,0% | pegajoso | menos ligera | ligeramente salado | maíz, neutro |
| SRCC3 5,0% | pegajoso | harinosa | maíz | maíz, neutro |
| SRCC3 10,0% | penetrante | pegajosa como pasta | neutro | dulce |

Tabla 2: Resultados de la prueba organoléptica para cereales

| | Color | Superficie | Crujencia | Mordida |
|----------------|--|--|---|-------------------------------|
| Estándar | ligeramente marrón | desigual | crujiente, desaparece rápidamente | desaparece rápidamente |
| SRCC1 0,5% | mas claro | más uniforme | más crujiente | desaparece más rápidamente |
| SRCC1 1,5% | mas claro | más uniforme | más crujiente | desaparece más rápidamente |
| SRCC2 0,5% | estándar | ligeramente desigual | crujiente, desaparece rápidamente | más crujiente |
| SRCC2 1,5% | mas claro | relativamente fina | más crujiente | 3 a 4 veces para masticar |
| SRCC3 0,5% | estándar | desigual | estándar | estándar |
| SRCC3 1,5% | mas claro | más uniforme | crujiente, desaparece rápidamente | 1 a 2 veces para masticar |
| SRCC3 2,0% | mas claro | más uniforme | ninguna diferencia | ninguna diferencia |
| SRCC3 5,0% | mas claro | uniformemente áspera | crujiente, desaparece muy rápidamente | desaparece rápidamente |
| SRCC3 10,0% | muy claro | poros muy finos | crujiente | desaparece rápidamente |
| | Sensación en boca | Impresión por masticación | Gusto | Olor |
| Estándar | pegajosa, desaparece rápidamente | pegajosa, desaparece rápidamente | grano entero | tostado |
| SRCC1 0,5% | se pega en los dientes | se pega en los dientes | grano entero | ninguna diferencia |
| SRCC1 1,5% | muy seca | muy seca | grano entero | ninguna diferencia |

ES 2 697 908 T3

| | | | | |
|----------------|---------------------------|--|---------------------------|--------------------|
| SRCC2 0,5% | estándar | más crujiente | grano entero | ninguna diferencia |
| SRCC2 1,5% | higroscópica | higroscópica | sin mal sabor | ninguna diferencia |
| SRCC3 0,5% | estándar | pegajosa, desaparece rápidamente | sin mal sabor | ninguna diferencia |
| SRCC3 1,5% | ligeramente pegajosa | 1 a 2 veces para masticar | sin mal sabor | ninguna diferencia |
| SRCC3 2,0% | ninguna diferencia | desaparece rápidamente | sin mal sabor | ninguna diferencia |
| SRCC3 5,0% | desaparece rápidamente | desaparece rápidamente | sin mal sabor | ninguna diferencia |
| SRCC3 10,0% | muy pegajosa, dura | muy pegajosa, dura | como palomitas de maíz | ninguna diferencia |

5 Los resultados de los presentes ejemplos indican un aumento del índice de expansión (F) y una mejor crujencia (analizador de textura TA.HDplus) para los productos preparados según el proceso de la invención en comparación con las muestras preparadas a partir de carbonato de calcio estándar (GNCC1) que se prepararon de forma análoga (véanse las Figuras 1 a 5). Además, la prueba del panel organoléptico reveló texturas de superficie y crujencia mejoradas (véanse las tablas anteriores).

REIVINDICACIONES

1. Un proceso para la producción de un material a base de polisacáridos soplados, comprendiendo el proceso las siguientes etapas:
- 5 (a) proporcionar al menos un material molido que contiene polisacárido, excluyendo los materiales que contienen celulosa fibrilada;
- (b) proporcionar al menos un adyuvante de extrusión;
- (c) combinar el material molido que contiene polisacárido proporcionado en la etapa (a) y el adyuvante de extrusión proporcionado en la etapa (b) para obtener una mezcla; y
- 10 (d) soplar la mezcla obtenida en la etapa (c) por medio de una extrusora para obtener un extrudido a base de polisacárido soplado;
- caracterizado porque dicho adyuvante de extrusión proporcionado en la etapa (b) es un carbonato de calcio tratado en superficie, en el que el carbonato de calcio tratado en superficie es un producto de reacción de carbonato de calcio natural molido (GNCC) o carbonato de calcio precipitado (PCC) tratado con CO₂ y uno o más donantes de iones H₃O⁺ y en el que el CO₂ se forma in situ por el tratamiento con los donantes de iones H₃O⁺ y/o se suministra a partir de una fuente externa.
- 15 2. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque:
- (i) el polisacárido es un homopolisacárido y preferiblemente es almidón; y/o
- (ii) el material molido que contiene polisacárido proporcionado en la etapa (a) comprende cebada, cereal (maíz), avena, arroz, centeno, espelta, trigo, amaranto, quínoa, mijo o mezclas de los mismos, preferiblemente el polisacárido que contiene el material molido se selecciona de sémola, semolina o harina de cebada, cereal (maíz), 20 avena, arroz, centeno, espelta, trigo, amaranto, quínoa, mijo o mezclas de los mismos, y más preferiblemente el material molido que contiene polisacárido es harina de cereal (maíz), harina de trigo, harina de nueces o una mezcla de ellas.
3. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 2, caracterizado porque uno o más donantes de iones H₃O⁺ se seleccionan de:
- 25 (i) ácidos fuertes que tienen un pK_a de 0 o menos a 20°C; y/o
- (ii) ácidos de fuerza media que tienen un valor de pK_a de 0 a 2,5 a 20°C; y/o
- (iii) ácidos débiles que tienen un pK_a mayor a 2,5 y menor o igual a 7 a 20°C, asociado con la ionización de su primer hidrógeno disponible, en los que se forma un anión correspondiente con la pérdida de este primer hidrógeno disponible capaz de formar una sal de calcio soluble en agua, y en los que al menos una sal soluble en agua, que en el caso de una sal que contiene hidrógeno tiene un pK_a mayor a 7 a 20°C, asociada con la ionización del primer hidrógeno disponible, y el anión de la sal que es capaz de formar sales de calcio insolubles en agua, se proporciona 30 adicionalmente.
4. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 2, caracterizado porque el carbonato de calcio tratado en superficie se obtiene mediante un proceso que comprende las siguientes etapas:
- 35 (a) proporcionar una suspensión de carbonato de calcio natural molido (GNCC) o carbonato de calcio precipitado (PCC);
- (b) agregar al menos un ácido que tenga un valor de pK_a de 0 o menos a 20°C, o que tenga un valor de pK_a de 0 a 2,5 a 20°C a la suspensión proporcionada en la etapa (a); y
- 40 (c) tratar la suspensión proporcionada en la etapa (a) con CO₂ antes, durante o después de la etapa (b).
5. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 2, caracterizado porque el carbonato de calcio tratado en superficie se obtiene mediante un proceso que comprende las siguientes etapas:
- (a) proporcionar carbonato de calcio natural molido (GNCC) o carbonato de calcio precipitado (PCC);
- (b) proporcionar al menos un ácido soluble en agua;
- 45 (c) proporcionar CO₂ gaseoso; y
- (d) poner en contacto dicho GNCC o PCC proporcionado en la etapa (a), al menos un ácido proporcionado en la etapa (b) y el CO₂ gaseoso proporcionado en la etapa (c);

- 5 caracterizado porque (i) al menos un ácido proporcionado en la etapa (b) tiene un pK_a mayor a 2,5 y menor o igual a 7 a 20°C, asociado con la ionización de su primer hidrógeno disponible, y se forma un anión correspondiente con la pérdida de este primer hidrógeno disponible capaz de formar una sal de calcio soluble en agua; y (ii) después de poner en contacto al menos un ácido soluble en agua proporcionado en la etapa (b) y el GNCC o PCC proporcionado en la etapa (a), al menos una sal soluble en agua, que en el caso de una sal que contiene hidrógeno tiene un pK_a de más de 7 a 20°C, asociado con la ionización del primer hidrógeno disponible, y el anión de la sal a partir del cual es capaz de formar sales de calcio insolubles en agua, también se proporciona.
6. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque:
- 10 (i) el carbonato de calcio natural se selecciona del grupo que consiste en mármol, tiza, dolomita, piedra caliza y mezclas de los mismos; y/o
- (ii) el carbonato de calcio precipitado comprende formas cristalinas mineralógicas aragoníticas, vateríticas o calcíticas o mezclas de las mismas.
7. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado porque el auxiliar de extrusión tiene:
- 15 (i) un diámetro de grano mediano en volumen $d_{50}(\text{vol})$ de 1 a 75 μm , preferiblemente de 1,5 a 50 μm , más preferiblemente de 2 a 40 μm , y lo más preferiblemente de 2,5 a 7,0 μm ; y/o
- (ii) un diámetro de grano en volumen $d_{98}(\text{vol})$ de 2 a 150 μm , preferiblemente de 4 a 100 μm , más preferiblemente de 6 a 80 μm , aún más preferiblemente de 8 a 60 μm , y lo más preferiblemente de 10 a 30 μm .
- 20 8. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado porque el adyuvante de extrusión tiene un área superficial específica de 15 a 200 m^2/g , preferiblemente de 27 a 180 m^2/g , más preferiblemente de 30 a 160 m^2/g , incluso más preferiblemente de 45 a 150 m^2/g , y lo más preferiblemente de 48 a 140 m^2/g , medida utilizando nitrógeno y el método BET de acuerdo con la norma ISO 9277:1995.
- 25 9. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, caracterizado porque la mezcla obtenida en la etapa (c) comprende de 0,01 a 10% en peso, preferiblemente de 0,05 a 5% en peso, más preferiblemente de 0,1 a 2 % en peso, y lo más preferiblemente de 0,2 a 1,8% en peso del adyuvante de extrusión proporcionado en la etapa (b), de la reivindicación 1, basado en el peso seco total de dicha mezcla.
10. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, caracterizado porque en la etapa (d) de la reivindicación 1:
- 30 (i) la mezcla obtenida en la etapa (c) de la reivindicación 1 se calienta de 100°C a 150°C, preferiblemente de 105°C a 140°C, más preferiblemente de 110°C a 135°C, y lo más preferiblemente de 115°C a 130°C; y/o
- (ii) la extrusora funciona a una presión mínima de 0,5 MPa, preferiblemente 2,5 MPa, más preferiblemente 3,5 MPa, aún más preferiblemente 5 MPa, aún más preferiblemente 5,5 MPa, y lo más preferiblemente 6 MPa; y/o
- (iii) la extrusora funciona a una presión máxima de 10 MPa, preferiblemente 8 MPa, más preferiblemente 7,5 MPa, incluso más preferiblemente 6 MPa, y lo más preferiblemente 5 MPa.
- 35 11. El procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, caracterizado porque la mezcla obtenida en la etapa (c) comprende además los siguientes aditivos:
- (i) agua, preferiblemente en una cantidad de 0,01 a 15% en peso, más preferiblemente de 0,1 a 10% en peso, y lo más preferiblemente de 0,2 a 5% en peso; y/o
- 40 (ii) granos enteros, preferiblemente en una cantidad de 0,1 a 30% en peso, más preferiblemente de 0,5 a 20% en peso, y lo más preferiblemente de 1 a 15% en peso; y/o
- (iii) sacarosa, preferiblemente en una cantidad de 0,01 a 20% en peso, más preferiblemente de 0,1 a 10% en peso, y lo más preferiblemente de 0,2 a 5% en peso; y/o
- (iv) cloruro de sodio, preferiblemente en una cantidad de 0,001 a 5% en peso, más preferiblemente de 0,01 a 2% en peso, y lo más preferiblemente de 0,1 a 1% en peso;
- 45 cada uno basado en el peso seco total de dicha mezcla.
12. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, caracterizado porque el proceso comprende además la etapa (e) de procesamiento del producto extrudido a base de polisacárido soplado obtenido en la etapa (d) de la reivindicación 1 en:
- (i) un producto alimenticio para el consumo humano, preferiblemente cereales para el desayuno y/o tentempiés; o

ES 2 697 908 T3

(ii) un producto alimenticio para el consumo animal, preferiblemente alimentos para mascotas, y más preferiblemente alimentos para peces, aves, perros y/o gatos; o

(iii) un material de embalaje.

5 13. El uso de un carbonato de calcio tratado en superficie como auxiliar de extrusión para la producción de un material a base de polisacárido soplado, excluyendo los materiales que contienen celulosa fibrilada, en donde el carbonato de calcio tratado en superficie es un producto de reacción del carbonato de calcio natural molido (GNCC) o carbonato de calcio precipitado (PCC) tratado con CO_2 y uno o más donantes de iones H_3O^+ y en donde el CO_2 se forma in situ por el tratamiento de los donantes de iones H_3O^+ y/o se suministra de una fuente externa.

14. El uso de acuerdo con la reivindicación 13, caracterizado porque el adyuvante de extrusión tiene:

10 (i) un diámetro de grano mediano en volumen $d_{50}(\text{vol})$ de 1 a 75 μm , preferiblemente de 1,5 a 50 μm , más preferiblemente de 2 a 40 μm , y lo más preferiblemente de 2,5 a 7,0 μm ; y/o

(ii) un diámetro de grano en volumen $d_{98}(\text{vol})$ de 2 a 150 μm , preferiblemente de 4 a 100 μm , más preferiblemente de 6 a 80 μm , aún más preferiblemente de 8 a 60 μm , y lo más preferiblemente de 10 a 30 μm .

15 15. El uso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 13 a 14, caracterizado porque el adyuvante de extrusión tiene un área superficial específica de 15 a 200 m^2/g , preferiblemente de 27 a 180 m^2/g , más preferiblemente de 30 a 160 m^2/g , incluso más preferiblemente de 45 a 150 m^2/g , y lo más preferiblemente de 48 a 140 m^2/g , medida utilizando nitrógeno y el método BET de acuerdo con la norma ISO 9277:1995.

16. Un material a base de polisacárido soplado que excluye los materiales que contienen celulosa fibrilada, que puede ser obtenido de acuerdo con el proceso definido en cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12.

20 17. El material a base de polisacárido soplado de acuerdo con la reivindicación 16, caracterizado porque dicho material proporciona:

(i) un índice de expansión F de 5 a 30, preferiblemente de 8 a 25, más preferiblemente de 10 a 20, y lo más preferiblemente de 12 a 18; y/o

25 (ii) una crujencia de 25 a 50 N, preferiblemente de 30 a 48 N, más preferiblemente de 32 a 45 N, y lo más preferiblemente de 35 a 40 N, medida en un analizador de textura TA.HDplus de Stable Micro Systems equipado con una celda de corte Kramer con 10 cuchillas.

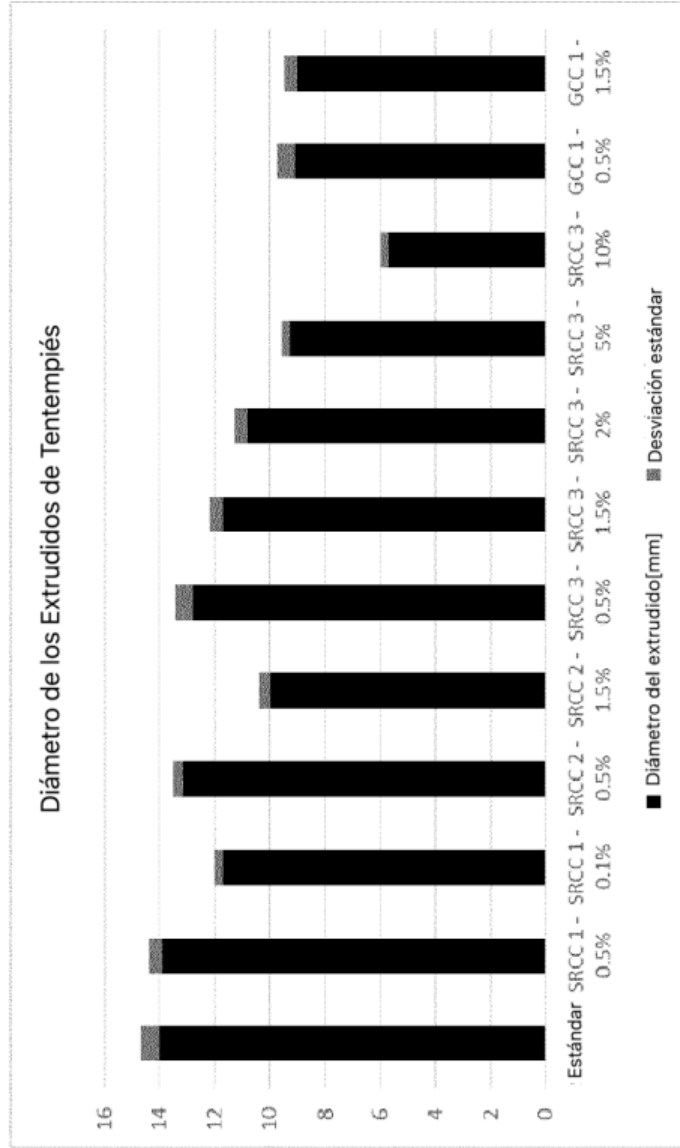


Fig. 1

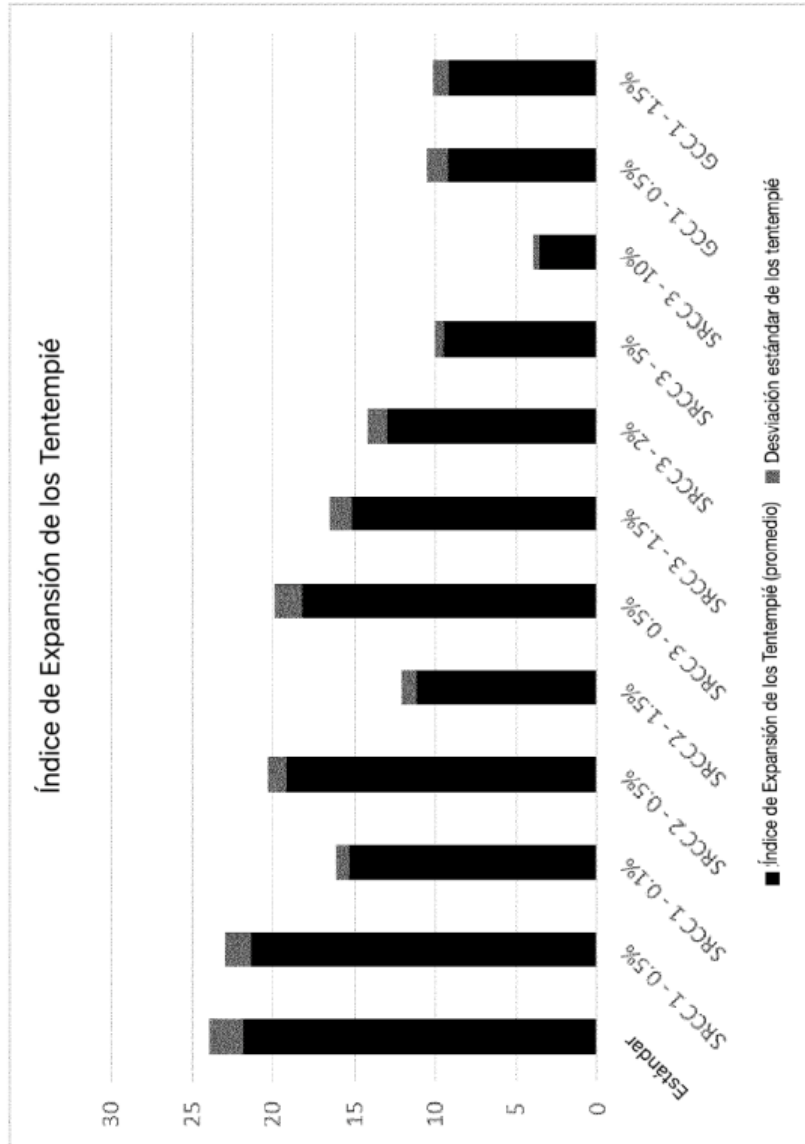


Fig. 3

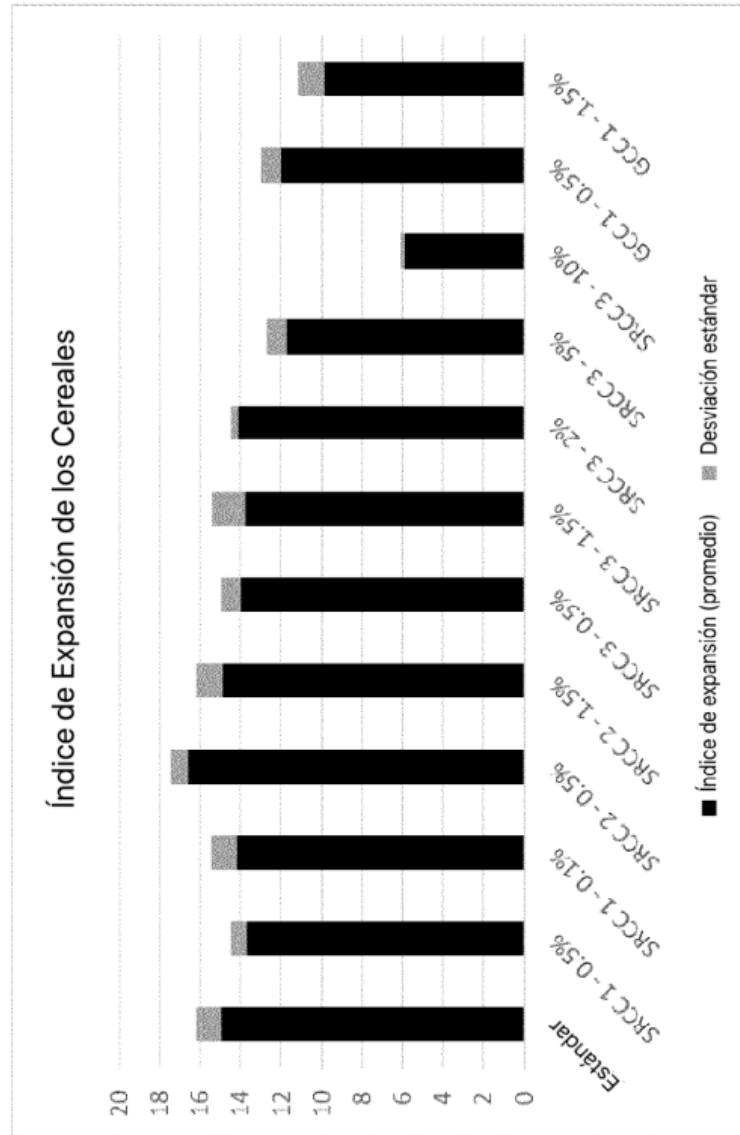


Fig. 4

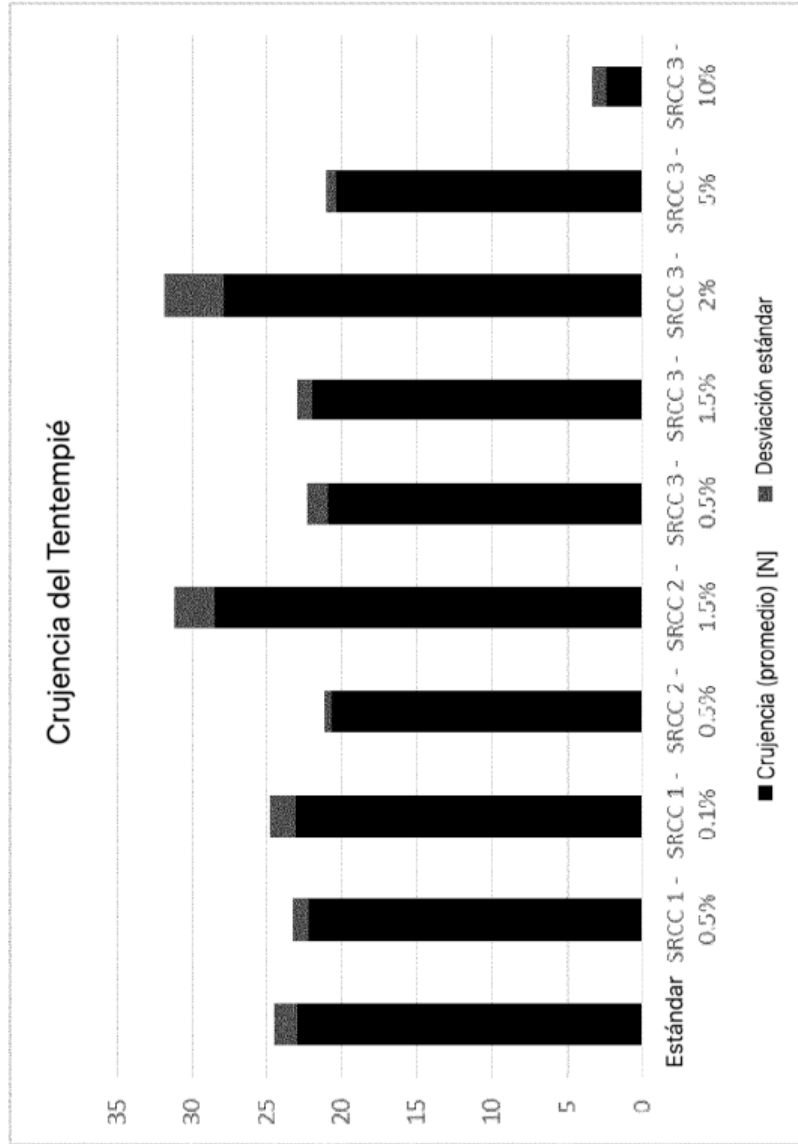


Fig. 5

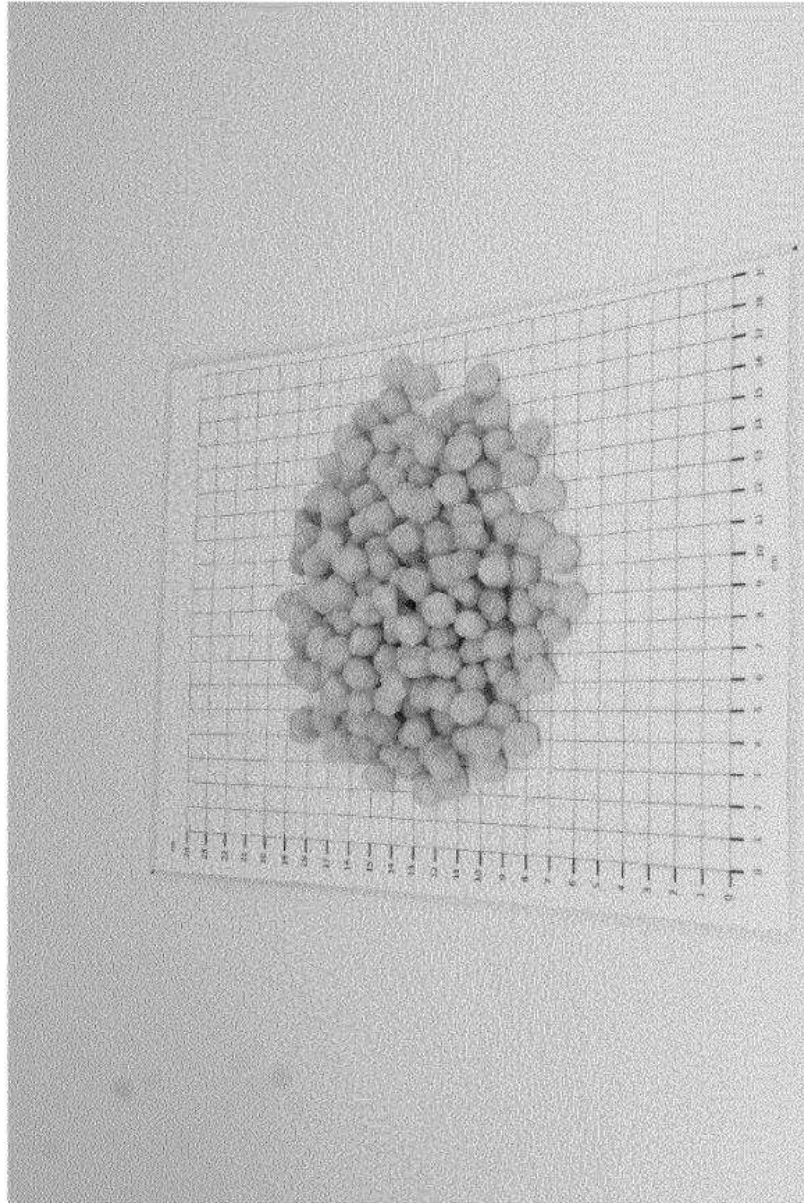


Fig. 6

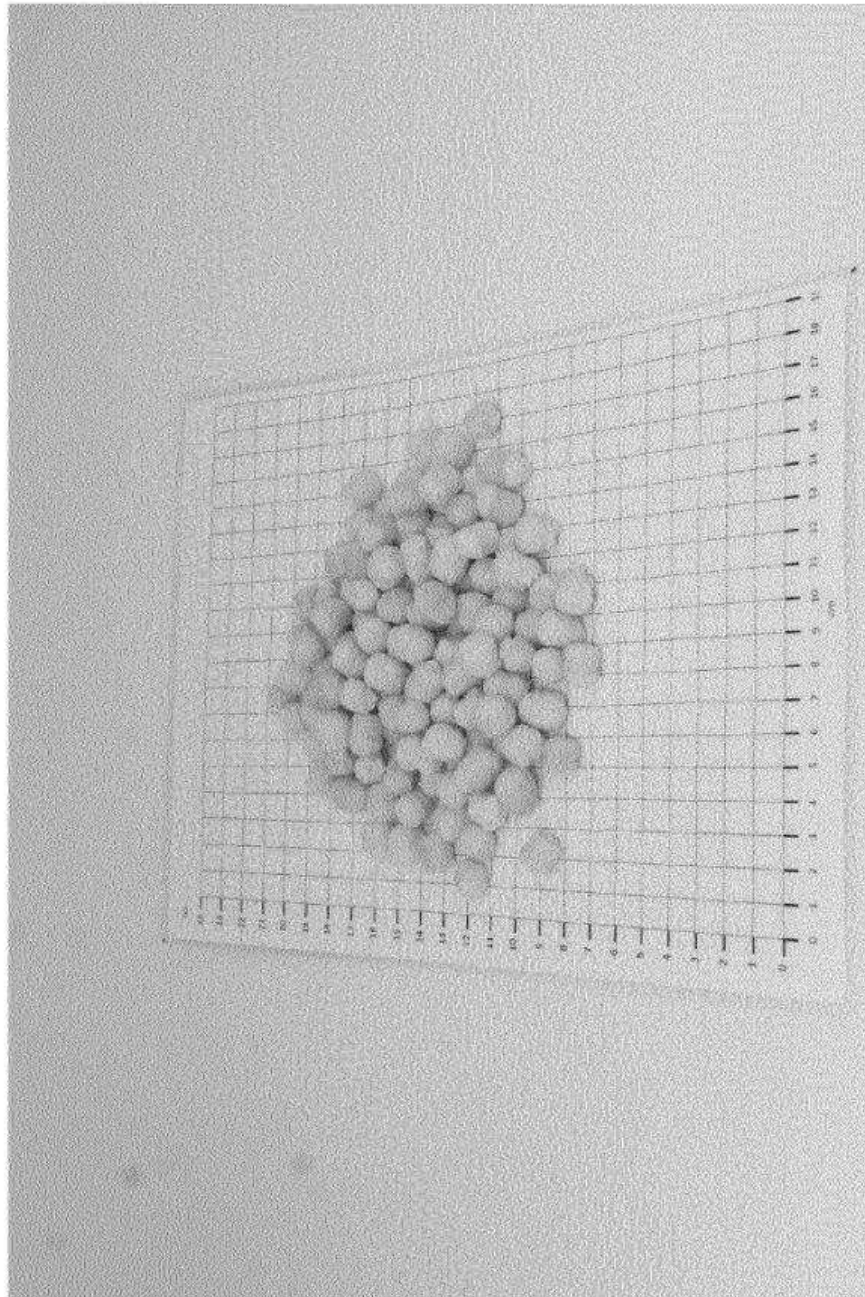


Fig. 7

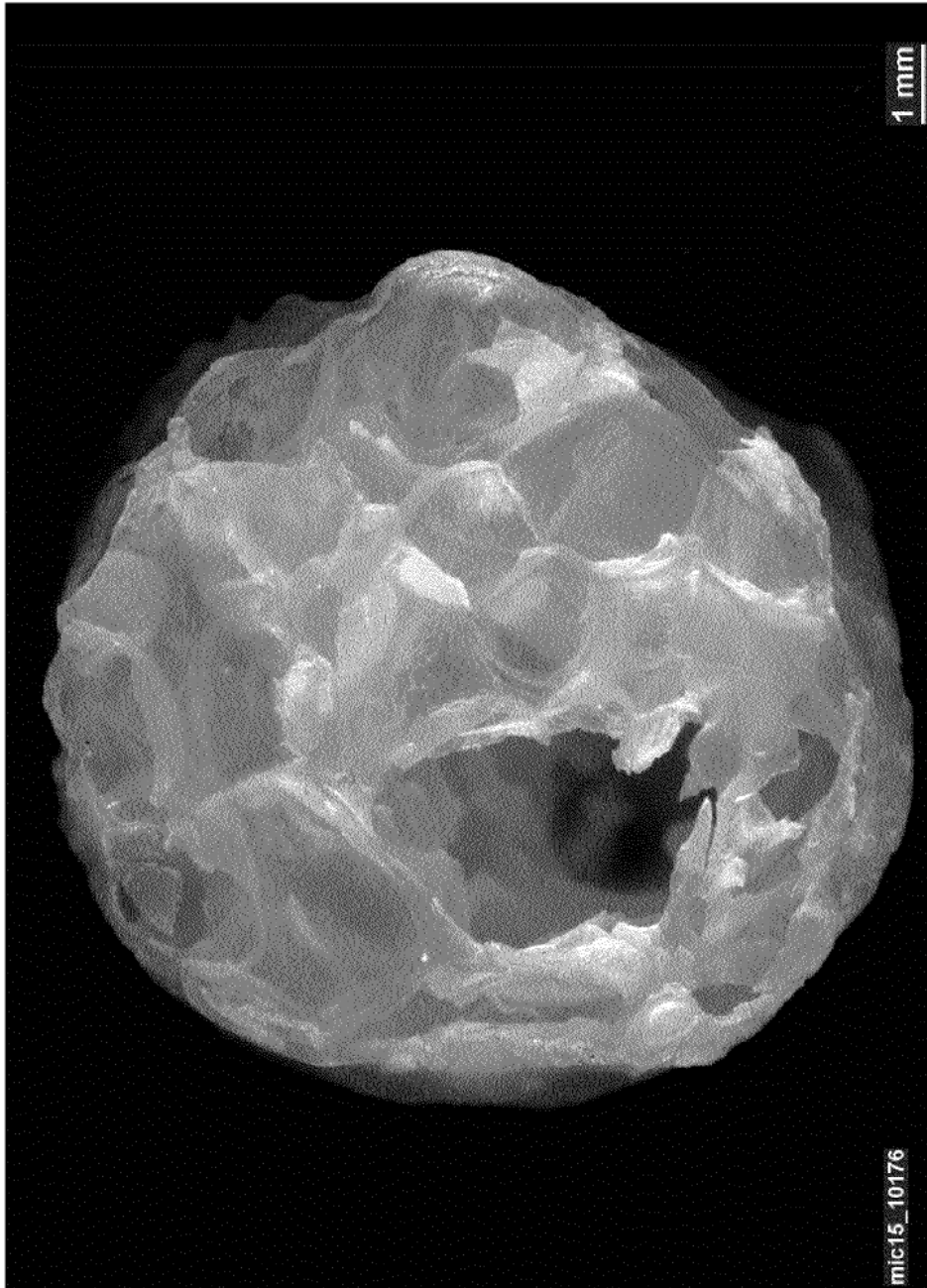


Fig. 8

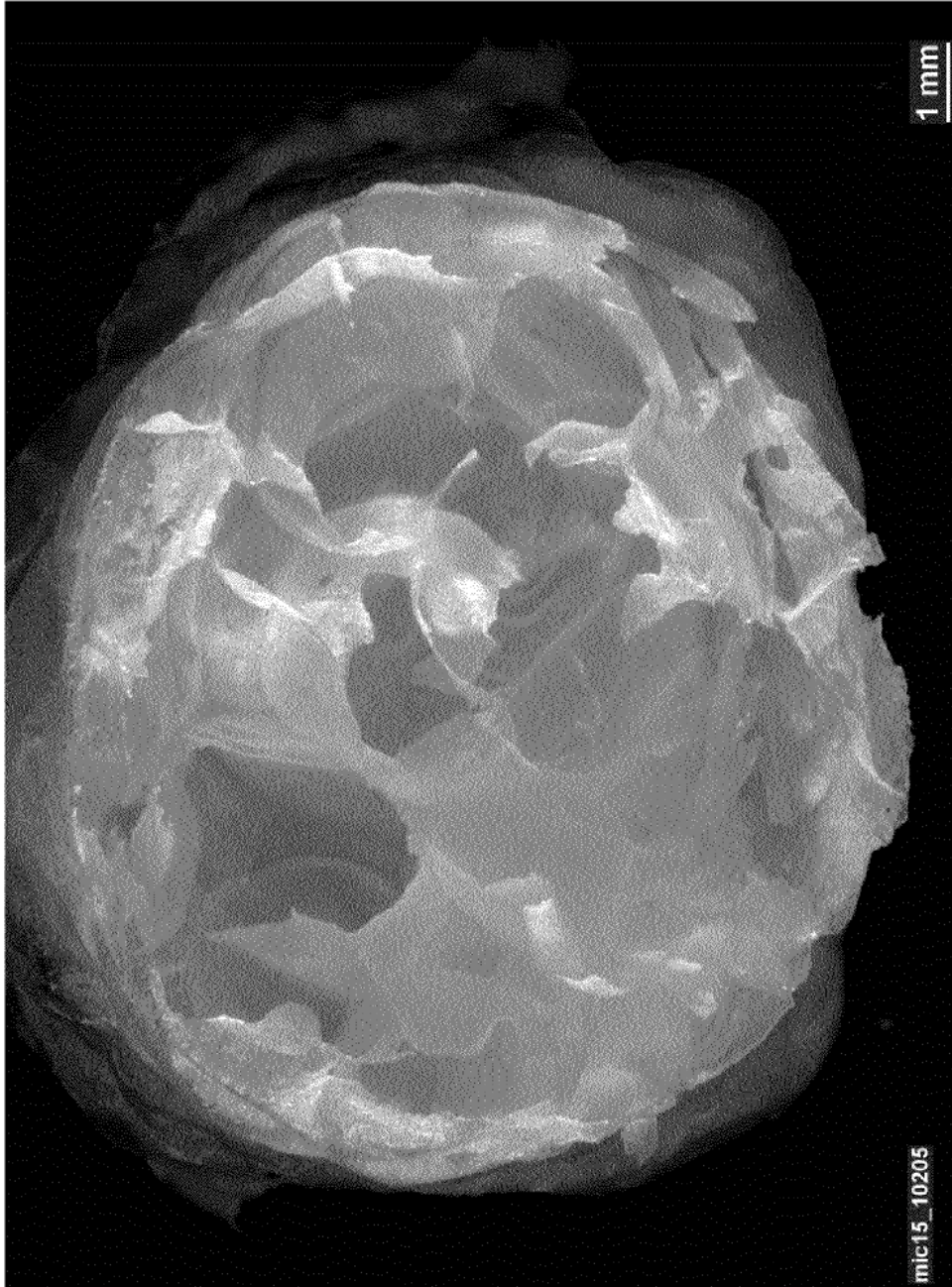


Fig. 9