



República Federativa do Brasil
Ministério da Economia
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(11) PI 0716663-0 B1



(22) Data do Depósito: 14/08/2007

(45) Data de Concessão: 27/08/2019

(54) Título: PROCESSO PARA PRODUZIR UM PRODUTO DE NANOPARTÍCULAS DE BIOPOLÍMERO

(51) Int.Cl.: C08L 3/02; B29B 9/06; B29B 9/08; B29C 47/60; C08B 31/00; (...).

(52) CPC: C08L 3/02; B29B 9/06; B29B 9/08; B29C 47/60; C08B 31/003; (...).

(30) Prioridade Unionista: 15/08/2006 US 60/837,669.

(73) Titular(es): ECOSYNTHETIX LTD..

(72) Inventor(es): ROBERT H. WILDI; EDWARD VAN EGDOM; STEVEN BLOEMBERGEN.

(86) Pedido PCT: PCT US2007075901 de 14/08/2007

(87) Publicação PCT: WO 2008/022127 de 21/02/2008

(85) Data do Início da Fase Nacional: 13/02/2009

(57) Resumo: "PROCESSO PARA PRODUZIR NANOPARTÍCULAS DE BIOPOLÍMERO" UM PRODUTO DE Um processo para produzir um produto de nanopartículas de biopolímero é descrito. No processo, carga de alimentação de biopolímero e um plastificante são alimentados em uma zona de alimentação de um extrusor tendo uma configuração de parafuso de modo que a carga de alimentação de biopolímero seja processada usando forças cisalhantes no extrusor, e um agente de reticulação é adicionado no extrusor a jusante da zona de alimentação. O processo tem uma taxa de produção de maior do que ou igual a 1 ,O tonelada métrica de produto por hora. A carga de alimentação de biopolímero e o plastificante são preferivelmente adicionados separadamente na zona de alimentação. O extrusor pode ter elementos de filete individuais na zona de alimentação. As temperaturas na seção intermediária do extrusor são preferivelmente mantidas acima de 1.000°C. A configuração de parafuso pode incluir duas ou mais seções de vedação de vapor. Forças cisalhantes em uma primeira seção do extrusor podem ser maiores do quantidade efetiva as forças cisalhantes em uma segunda seção adjacente do extrusor a jusante da primeira seção. Em uma seção de pós-reação localizada após um ponto no qual a reação de reticulação tem (...).

“PROCESSO PARA PRODUZIR UM PRODUTO DE NANOPARTÍCULAS DE BIOPOLÍMERO”

REFERÊNCIAS CRUZADAS AOS PEDIDOS RELACIONADOS

5 Este pedido reivindica prioridade do Pedido Provisório de Patente dos Estados Unidos de Nº 60/837.669 depositado aos 15 de Agosto de 2007.

DECLARAÇÃO RELACIONADA À PESQUISA FEDERALMENTE SUBSIDIADA

Não aplicável.

10 **FUNDAMENTOS DA INVENÇÃO**

1. Campo da Invenção

Esta invenção refere-se a um processo para produzir nanopartículas de biopolímero e em particular, nanopartículas de amido.

2. Descrição da Arte Relacionada

15 Patente U.S. de Nº 6.677.386 (que corresponde a WO 00/69916) descreve um processo para produzir nanopartículas de biopolímero, que em uma forma são nanopartículas de amido. No processo, o biopolímero é plastificado usando forças cisalhantes, e um agente de reticulação é adicionado durante o processamento. Após o processamento, as
20 nanopartículas de biopolímero podem ser dispersadas em um meio aquoso. Uma versão do processo resulta em nanopartículas de amido que são caracterizadas por um tamanho de partícula médio de menor do que 400 nanômetros.

25 Patente U.S. de Nº 6.677.386 observa que as nanopartículas podem ser usadas como um material de matriz sendo que o material de matriz pode ser um material formador de filme, um espessante, ou um modificador de reologia, ou um aditivo adesivo (agente de pegajosidade). As nanopartículas ou suas dispersões também podem ser usadas por suas propriedades de barreira, como um veículo, como um substituto de gordura,

ou como um medicamento para mitigar distúrbios dermais. Outros exemplos de aplicações para as nanopartículas ou suas dispersões estão na indústria de fabricação de papel e de embalagem, ou em agricultura e horticultura. As nanopartículas também podem ser usadas como excipientes ou veículos em medicamentos, onde podem ser complexadas com ou covalentemente copuladas em substâncias ativas tais como drogas de liberação. As nanopartículas também podem ser processadas em uma espuma em densidade relativamente alta.

Outros usos das nanopartículas de Patente U.S. de N° 6.677.386 podem ser encontrados em: (i) Publicação de Pedido de Patente U.S. de N° 2004/0011487 que descreve o uso de amidos como um aditivo da seção úmida na suspensão de polpa, ou aplicado na superfície do papel como um agente de encolamento de superfície; (ii) Patente U.S. de N° 6.825.252 que descreve o uso dos amidos em um agente aglutinante em uma composição de revestimento de papel pigmentada; (iii) Patente U.S. de N° 6.921.430 que descreve o uso dos amidos em adesivos ambientalmente benéficos; e (iv) Publicação de Pedido de Patente U.S. de N° 2004/0241382 que descreve o uso dos amidos em um adesivo para produzir papelão corrugado. As descrições destas patentes e pedidos, e todas as outras publicações aqui referidas, são aqui incorporadas como referências como se totalmente aqui mostradas.

Pode ser visto que as nanopartículas preparadas pelo processo de Patente U.S. de N° 6.677.386 têm numeroso usos. Ademais, usos adicionais serão provavelmente encontrados na literatura. Como um resultado, a demanda de quantidades grandes das nanopartículas de biopolímero continuará a aumentar. Contudo, há preocupações de que o processo descrito em Patente U.S. de N° 6.677.386 pode não ser capaz de manter-se com a demanda crescente de nanopartículas de biopolímero.

Portanto, há uma necessidade de um processo aperfeiçoado para produzir quantidades maiores de nanopartículas de biopolímero e em

particular, nanopartículas de amido.

SUMÁRIO DA INVENÇÃO

A necessidade precedente de um processo aperfeiçoado para produzir um produto de nanopartículas de biopolímero é atendida pela presente invenção. No processo, carga de alimentação de biopolímero e um plastificante são alimentados em uma zona de alimentação de um extrusor tendo uma configuração de parafuso de modo que a carga de alimentação de biopolímero seja processada usando forças cisalhantes no extrusor, e um agente de reticulação é adicionado no extrusor a jusante da zona de alimentação. Um extrusado é espumado através de uma matriz de extrusão.

Em um aspecto da invenção, a carga de alimentação de biopolímero e o plastificante são adicionados separadamente na zona de alimentação. Em outro aspecto da invenção, o extrusor tem elementos de filetes individuais na zona de alimentação. Em ainda outro aspecto da invenção, o extrusor tem uma seção a montante, uma seção a jusante, e uma seção intermediária entre a seção a montante e a seção a jusante, e as temperaturas na seção intermediária são mantidas acima de 100°C.

Em ainda outro aspecto da invenção, a configuração de parafuso inclui duas ou mais seções de vedação de vapor sendo que cada seção de vedação de vapor tem uma seção de geração de pressão a montante e uma seção de mistura a jusante adjacente. Cada seção de geração de pressão a montante tem um filete de transporte para frente, e cada seção de mistura a jusante tem um filete reverso. Em ainda outro aspecto da invenção, forças cisalhantes em uma primeira seção do extrusor são maiores do que forças cisalhantes em uma segunda seção adjacente do extrusor a jusante da primeira seção, e o agente de reticulação é adicionado na segunda seção do extrusor. Em ainda outro aspecto da invenção, forças cisalhantes em uma primeira seção do extrusor são maiores do que forças cisalhantes em uma seção de pós-reação do extrusor a jusante da primeira seção sendo que a seção

de pós-reação está localizada em uma posição na qual uma reação de reticulação tem sido completada, e sendo que água é adicionada na seção de pós-reação.

A carga de alimentação de biopolímero pode ser amido.

5 Exemplos não limitantes do amido incluem amido de batata, amido de trigo, amido de tapioca, amido de mandioca, amido de arroz, amido de milho, amido de milho ceroso, e quaisquer outros amidos. Em um exemplo, as nanopartículas são formadas de um amido com alto teor de amilopectina (>95% amilopectina, <5% amilose).

10 O plastificante pode ser selecionado do grupo consistindo de água, alcoóis, e misturas dos mesmos. O plastificante pode ser selecionado do grupo consistindo de água, polióis, e misturas dos mesmos.

O agente de reticulação pode ser selecionado de dialdeídos e polialdeídos, anidridos de ácido e anidridos mistos (e.g. anidrido succínico e
15 anidrido acético) e semelhante. Dialdeídos e polialdeídos adequados são glutaraldeído, glioxal, carboidratos oxidados por periodato, e semelhante. O agente de reticulação também pode ser selecionado de agentes de reticulação convencionais tais como epicloroidrina e outros epóxidos, trifosfatos, e divinil-sulfona. A reação de reticulação pode ser catalisada por base ou
20 catalisada por ácido.

Um processo de acordo com a invenção pode alcançar gelatinização completa ou quase completa da carga de alimentação de biopolímero. Vantajosamente, o processo alcança remoção de virtualmente total de qualquer estrutura cristalina de biopolímero nativo (e.g. amido) antes
25 da reação de reticulação de tal modo que estrutura cristalina não é detectável usando técnicas padrão ((e.g. microscopia de polarização cruzada). Um processo de acordo com a invenção atende ao desafio de remoção de estrutura cristalina de biopolímero nativo (e.g. amido) em taxas de produção mais altas tal como de 1 tonelada métrica por hora.

Um processo de acordo com a invenção também aumenta o controle sobre a viscosidade de uma dispersão coloidal das nanopartículas. As nanopartículas de biopolímero formam um colóide de polímero sob dispersão em água, e as condições de extrusão da presente invenção têm um efeito sobre a viscosidade destas dispersões coloidais.

Colóides de polímero são impressionantes em termos de sua capacidade para formarem dispersões de alto teor de sólidos em água de um polímero de peso molecular relativamente alto, tipicamente de 40 a 65% de sólidos (o máximo teórico sendo 72%, que tem na verdade sido alcançado em emulsões especiais com distribuições de tamanhos de partícula grandes). Ainda estas dispersões ainda têm uma viscosidade moderadamente baixa (e.g. 500-2500 cps; observar que cps = mPa.s). O mesmo polímero dissolvido em um solvente tipicamente teria uma viscosidade muito alta a 10-15% de sólidos (acima de 5.000 cps).

Visto que a viscosidade de um polímero em solução é diretamente proporcional ao peso molecular daquele polímero, a viscosidade de emulsões coloidais não é. Ela é independente do peso molecular, e é determinada basicamente pelo número de partículas, pelo tamanho das partículas, e pela distribuição de tamanho de partícula.

A relação entre as condições de extrusão da presente invenção e a viscosidade da dispersão coloidal das nanopartículas de biopolímero (e.g. amido) não é intuitiva. As nanopartículas reticuladas produzidas pelo processo de extrusão da invenção contêm uma fração pequena ($< \sim 1\%$) de biopolímero não reticulado (e.g. amido) que atua como um estabilizador estérico para as nanopartículas. Um tal estabilizador estérico é comumente conhecido como um "colóide protetor", por aqueles pessoas experientes na arte. Os fragmentos de polímero de biopolímero (e.g. amido) que servem como o colóide protetor para as dispersões de nanopartículas de biopolímero (e.g. amido) são formados como um resultado do processo de extrusão

reativo, e são responsáveis pelas propriedades reológicas redutoras de cisalhamento das dispersões aquosas de nanopartículas bem como pela estabilidade surpreendente em cisalhamento extremamente alto observada para este sistema. A taxa de cisalhamento no acunhamento de um rolo corrugado é cerca de 20.000 s^{-1} (cisalhamento muito alto), enquanto que é
5 vários milhões s^{-1} (cisalhamento extremamente alto) em aplicações de revestimento de papel de velocidade alta. Dispersões de nanopartículas de amido produzidas de acordo com a invenção são portanto muito adequadas como colóides de alto teor de sólidos em aplicações de revestimento de papel
10 e corrugação.

Embora condições de extrusão diferentes levem a viscosidades diferentes, todas contêm nanopartículas reticuladas de tamanho similar que têm peso molecular alto (devido às reticulações), mas em adição contêm o colóide protetor que pode ter peso molecular menor ou maior dependendo da
15 agressividade das condições de extrusão. Um processo de acordo com a invenção pode manipular o peso molecular do colóide protetor formado in-situ com as nanopartículas de amido.

Estas e outras características, aspectos, e vantagens da presente invenção se tornarão melhor entendidas sob consideração da seguinte
20 descrição detalhada, desenhos e reivindicações anexadas.

BREVE DESCRIÇÃO DOS DESENHOS

Figura 1 é um esquemático de uma aparelhagem adequada para uso no processo da invenção.

Figura 2 é um esquemático de um sistema de embalagem
25 adequado para uso no processo da invenção.

Figura 3 mostra várias configurações de parafuso usadas nos Exemplos abaixo que servem para ilustrar a invenção.

DESCRIÇÃO DETALHADA DA INVENÇÃO

Figura 1 mostra uma aparelhagem 20 adequada para uso no

processo da invenção. A aparelhagem 20 pode ser usada para produzir as nanopartículas de biopolímero de Patente U.S. de Nº 6.677.386. A aparelhagem 20 inclui um extrusor de parafuso duplo 22 tendo onze canhões extrusores 1 a 11 com flanges de extremidade pelos quais os canhões 1 a 11
5 são separavelmente unidos uns nos outros para criarem duas perfurações sobrepostas para recebimento dos dois parafusos de extrusor. A aparelhagem 20 também inclui uma matriz de extrusor 23 com uma coifa de exaustão associada 23h.

Cilindro 1 tem uma abertura 24 para receber um biopolímero
10 (amido em Figura 1) e plastificante (glicerol em Figura 1). A entrada 24 recebe amido seco de um depósito alimentador 26 por meio de um conduto de alimentação 28. A entrada 24 recebe glicerol de um tanque de plastificante 32 por meio de um conduto de alimentação 34 que inclui uma bomba de alimentação 36 e um medidor de fluxo de massa da marca Micro-Motion 38.
15 Outros exemplos não limitantes de biopolímeros que podem ser processados na aparelhagem 20 incluem outros polissacarídeos tais como celulose e gomas, bem como proteínas (e.g. gelatina, proteína de soro de leite). Os biopolímeros podem ser previamente modificados, e.g. com grupos catiônicos, grupos carbóxi-metila, por acilação, fosforilação,
20 hidroxialquilação, oxidação e semelhante. Outros exemplos não limitantes de plastificantes que podem ser usados na aparelhagem 20 incluem água e em adição ao glicerol outros polióis tais como etileno-glicol, propileno-glicol, poliglicóis, alcoóis de açúcar, uréia, ésteres de ácido cítrico, etc.

Cilindro 3 tem uma entrada 42 para receber água. A entrada 42
25 recebe água de uma fonte de água 44 por meio de um conduto de alimentação 46 e um conduto de alimentação 47 que inclui uma bomba de alimentação 48 e um medidor de fluxo de massa da marca Micro-Motion.

Um cilindro de ligação 50 entre canhões 7 e 8 tem uma entrada 52 para receber um agente de reticulação (glioxal em Figura 1) e água de

purga. Entrada 52 recebe glioxal de um tanque de agente de reticulação 53 por meio de um conduto de alimentação 54 e um conduto de alimentação 55 que inclui uma bomba de alimentação 56 e um medidor de fluxo de massa da marca Micro-Motion 57. Entrada 52 recebe água de purga da fonte de água 44 por meio do conduto de alimentação 46 e um conduto de alimentação 58 que inclui uma bomba de alimentação 59 e um medidor de fluxo de massa da marca Micro-Motion 61. Cilindro 10 também pode receber água do conduto de alimentação 58. Outros exemplos não limitantes de agentes de reticulação que podem ser usados na aparelhagem 20 incluem dialdeídos e polialdeídos, anidridos de ácido e anidridos mistos (e.g. anidrido succínico e anidrido acético), carboidratos oxidados por periodato, e semelhante. Dialdeídos adequados são glutaraldeído e glioxal. O agente de reticulação também pode ser selecionado de agentes de reticulação convencionais tais como epícloroidrina e outros epóxidos, trifosfatos, e divinil-sulfona. A reação de reticulação pode ser catalisada por base ou catalisada por ácido.

Referindo-se agora à Figura 2, é mostrado um sistema de embalagem 70 da aparelhagem 20. O sistema de embalagem 70 inclui uma correia transportadora 72 que recebe o extrusado da matriz do extrusor 23. Um sistema de respiro de transportador apropriado 73 também é proporcionado. A correia transportadora 72 transfere o extrusado para um moinho de martelos 74 para moer o extrusado em partículas de tamanho menor. O extrusado moído é então embalado em caixas 78 (ou sacas ou supersacos ou caminhões de granel ou vagões de granel como pode ser exigido). Um sistema de respiro de moinho apropriado 82 também é proporcionado para capturar matéria particulada fina do moinho de martelos 74. Como uma alternativa à correia transportadora ou de fita, um cortador de fase quente seca e transportador pneumático têm sido usados para esfriar e transportar o produto para um moinho.

A presente invenção proporciona um processo que tem uma

seqüência única de operações unitárias e um esquema de processo único que permite a manufatura das nanopartículas de biopolímero de Patente U.S. de N° 6.677.386 em taxas de produção maiores do que ou iguais a 1,0 tonelada métrica de produto seco por hora em um misturador ZSK-92 Mega modificado. (Um misturador ZSK-92 Mega de parafuso duplo co-rotativo está disponível na Coperion Werner & Pfleiderer GmbH & Co., Stuttgart, Alemanha.) Baseado no aumento de escala volumétrica, taxas de 3 toneladas métricas/hora são antecipadas em um ZSK-133 a 500 rpm. Contudo, resultados similares podem ser obtidos com outras marcas e modelos de extrusores pelo projeto de suas configurações de parafuso.

É a combinação de operações unitárias usadas em um processo de acordo com a invenção que proporciona vantagens sobre os processos anteriores. Em Exemplos 1 a 10 de Patente U.S. de N° 6.677.386, taxas de alimentação foram de 8,4 a 8.8 kg/h de pré-mistura incluindo amido, água e glicerol. Isto compara com uma taxa de produção normal de 110 a 160 kg/h para um extrusor comercialmente disponível vendido sob a designação Berstorff ZE-40 (que foi usado nos exemplos de Patente U.S. de N° 6.677.386). Retorno de vapor não foi um problema nos exemplos de Patente U.S. de N° 6.677.386 por causa das temperaturas baixas e da área para volume relativamente alta que são ambos como um resultado da escala dos exemplos de Patente U.S. de N° 6.677.386.

Com máquinas geometricamente similares, as escalas de área de superfície são baseadas no diâmetro quadrado e o volume de processo é baseado no diâmetro cúbico. Isto significa que à medida que o processo é aumentado em escala a razão de área para volume diminui proporcionalmente ao diâmetro; e que o processo precisa ser operável independente das temperaturas de cilindro. Em adição à escala relativa, o extrusor Berstorff ZE-40 tem um volume baixo para seu tamanho como um resultado de uma configuração de parafuso baixo. Volume de máquina relativo é comparado

pela razão do diâmetro de parafuso para o diâmetro da raiz ou diâmetro externo/diâmetro interno (DE/DI). No extrusor Berstorff ZE-40, a razão de DE/DI é apenas 1,24:1. Máquinas de produção mais correntes têm uma razão de DE/DI de 1,46:1 e maior. O misturador ZSK-58, -92, e -133 tem uma razão
5 volumar de 1,55:1. Isto é importante por causa da capacidade de resistência à inundação do amido resultando em densidade volumar efetiva relativamente baixa. Com o objetivo de se alcançarem taxas de produção viáveis, extrusados de volume mais alto são desejáveis. Por exemplo, um misturador ZSK-133 pode aumentar a taxa para a faixa de 3 toneladas métricas por hora.

10

A. Alimentação

15

Amido é um pó fino que é propenso à inundação em velocidades de parafuso altas e taxas específicas (kg/h/rpm ou massa de produto por hora em rpm dada). Dada a natureza competitiva de custo da indústria, taxas viáveis para a produção das nanopartículas são cridas em
15 serem de pelo menos 1 tonelada métrica por hora. Nos exemplos de Patente U.S. de N° 6.677.386, pré-misturação e pré-condicionamento do amido foram usadas, o que tornam o amido mais fácil de alimentar e reduziu sua tendência para inundar o extrusor. É desejável eliminar a pré-misturação como uma operação de processo e alimentar os ingredientes diretamente ao extrusor
20 (como em condutos de alimentação 28 e 34 da aparelhagem 20 de Figura 1).

20

Elementos rebaixados 2D de volume maior têm sido usados para maximizar a capacidade de transporte de sólidos. Tem sido verificado que pelo uso de elementos de filete único (SF) (veja Robert H. Wildi e Christian Maier, "Understanding Compounding", Hanser Gardner
25 Publications, 1998, páginas 97-98), e pela injeção quer de água quer de glicerol (plastificante) a entrada de alimentação 24, taxas muito mais altas podem ser alcançadas do que com os elementos rebaixados.

25

Alguns detalhes vantajosos de processo na zona de alimentação de extrusor incluem, sem limitação: (i) a alimentação de amido

puro, (ii) a alimentação de glicerol e/ou água no centro da abertura de entrada de alimentação para ajudar o transporte de sólidos e alcançar um efeito similar como pré-condicionamento do amido, e (iii) o uso de elementos de filete único que é bom para pós inundáveis e minimiza o retorno de vapor que causa obstrução da zona de alimentação.

B. Vedação de vapor

O processo precisa operar com temperaturas altas com o propósito de alcançar gelatinização completa do amido em taxas de produção viáveis onde o tempo de retenção é da ordem de 10 segundos ou menos.

10 Temperaturas altas também são usadas para controlar a viscosidade do produto de nanopartículas de biopolímero quando dispersado em água. Estas temperaturas estão acima do ponto de ebulição da água na pressão atmosférica; portanto, pressão precisa ser mantida dentro do extrusor 22 para evitar que a água vaporize rapidamente a vapor. Devido ao fato de o vapor ser

15 uma fase separada, ele pode prontamente fluir para frente e para trás na entrada de alimentação 24. Uma vez no sistema de alimentação, ele se condensará e umedecerá o amido, causando bloqueios de fluxo devido à pasta de amido parcialmente cozida em um ambiente de fluxo por gravidade.

Tem sido verificado que uma vedação de vapor precisa ser

20 formada com uma série de restrições relativamente brandas como no projeto de parafuso mostrado em Parafuso # 92-6 de Figura 3. (Um dos dois parafusos é mostrado para ilustração em toda a Figura 3 como é normal na indústria.) Parafuso # 92-1 de Figura 3 tinha retorno de vapor em cerca de 45 minutos e Parafuso # 92-3 de Figura 3 com uma restrição mais forte era operável por

25 menos de 15 minutos. É necessário balancear estas restrições de modo que a capacidade de desenvolvimento de pressão do parafuso é maior do que o aumento na pressão de vapor da água devido à temperatura crescente. Parafuso # 92-1 de Figura 3 usou restrições relativamente brandas: blocos de amassamento neutros, enquanto que em Parafuso # 92-3 de Figura 3 usou

restrição muito forte: um elemento de transporte reverso. Com o Parafuso # 92-6 bem sucedido de Figura 3, um balanço foi alcançado pelo uso de uma série de restrições moderadas, cada uma procedida por bombeamento e misturação suficientes para encher os filetes e suplantam a restrição.

5 Quando as temperaturas no processo ultrapassam 100°C, vedações de vapor são necessárias para evitar que água vaporize rapidamente para vapor e retorno para a abertura de alimentação. Isto é feito por aumento gradual de pressão dentro do extrusor mais rápido do que o aumento da pressão de vapor da água devido à temperatura crescente usada para cozinhar e degradar o milho para controlar a viscosidade. For exemplo, a 200°C, a 10 pressão de vapor absoluta da água pura é 1,57 megapascals (i.e. 1,47 megapascals manométricos ou 213 psig (1,5MPa man.)). Vedações são formadas pelo uso de uma restrição que precisa ser suplantada por uma ação de bombeamento para frente. Vedações são influenciadas pelo enchimento do 15 filete no extrusor com taxas específicas mais altas normalmente resultando em uma vedação mais robusta em um ponto onde os filetes se tornam muito cheias para geração de pressão.

Tem sido verificado que se uma série de vedações moderadas é usada, a pressão no extrusor pode ser gradualmente aumentada. O efeito de 20 vedações progressivas é cumulativo. Se for usada uma vedação muito forte de tal modo que a energia e o aumento de pressão/temperatura resultante necessário para suplantá-la for maior do que a pressão dentro do extrusor antes dela, vapor formará e retornará. As vedações são formadas por uma combinação de uma restrição procedida por elementos dianteiros suficientes para mais suplantá-la. No exemplo bem sucedido, três Blocos de 25 Amassamento em Mão Esquerda (reversos) (KLB) são usados para gerar a vedação de vapor. Quando pressão está sendo gerada, os filetes ou os blocos de amassamento estarão cheios. É importante que o bombeamento para frente seja suficiente para suplantar o aumento de pressão de vapor devido aos

aumentos de temperatura em cada seção de misturação. Cada seção de misturação é procedida pelo transporte para garantir que haja geração de pressão adequada. Pelo uso de uma série de seções de geração de misturação e de pressão, o amido pode ser aquecido para aumentar a taxa de gelatinização e para controlar a viscosidade de produto sem retorno de vapor. É preferido que isto seja feito com seções de misturação tais como blocos de amassamento para manter o amido bem misturado e eliminar regiões pequenas de amido não umedecido que são semelhantes à preparação de caldo com caroços dentro dele. Se estes forem permitidos se formarem, não se tornarão gelatinizados nem subsequente reagentes com o agente de reticulação e afetarão adversamente a viscosidade de dispersão e a estabilidade de longa duração de dispersões aquosas do produto.

O projeto da primeira vedação/seção de misturação é muito crucial porque pressão significativa não pode ser gerada nos sólidos transportando precedendo-a. Precisa ser suficientemente forte para iniciar a gelatinização (i.e., transição de sólido para massa fundida termoplástica) da carga de alimentação sem geração de excessiva pressão de vapor. Isto pode ser feito com combinações tradicionais de KB direto e reverso ou com blocos de amassamento de tri-lobo excêntricos.

Alguns detalhes vantajosos de processo relacionados com a vedação de vapor incluem, sem limitação: (i) o uso de vedações progressivas para eliminar o retorno de vapor porque uma restrição forte causa retorno; (ii) o desenvolvimento de pressão mais rápido do que a pressão de vapor de água para interromper o retorno; desenvolvimento de pressão mais rápido do que a pressão de vapor de água para interromper o retorno; e (iii) a capacidade para ir para taxas de produção mais altas.

C. Gelatinização

Tem sido demonstrado que gelatinização completa de amido é necessária para a estabilidade de viscosidade de dispersões aquosas do

produto de nanopartículas de biopolímero. Amido não gelatinizado residual incluindo "fantasmas" (fragmentos de grânulos de amido e amido parcialmente gelatinizado) causará uma dispersão no gel durante a noite ou em uma questão de dias sobre a prateleira. O grau de gelatinização pode ser

5 analisado com microscopia de polarização cruzada. Em taxas altas típicas de operações de extrusão modernas, isto é muito difícil por causa do tempo de residência relativamente curto na zona de mistura inicial ante da zona de reação de reticulação.

Tem sido verificado que pelo uso de uma seção de mistura inicial de cisalhamento alto, relativamente forte com mínimo contra-fluxo, gelatinização completa pode ser alcançada em taxas altas. Após esta seção de cisalhamento alto, uma série de seções de mistura de cisalhamento menor é usada para proporcionar mistura, aquecimento adicional, e tempo de residência para o "cozimento" do amido. Como discutido acima, estas

10 também são chamadas de uma vedação de vapor.

Alguns detalhes vantajosos do processo para alcançar gelatinização completa incluem, sem limitação: (i) injeção de água em entrada de alimentação para plastificar o amido e controlar a viscosidade de produto, (ii) o uso de zona de amassamento inicial forte para evitar amido não

15 gelatinizado residual incluindo "fantasmas", e (iii) o uso de vedações progressivas para eliminar o retorno de vapor.

D. Reação

O reagente de reticulação (e.g. glioxal) é injetado no extrusor

22 em uma zona de mistura de cisalhamento baixo a moderado projetada para proporcionar uma mistura distributiva boa do líquido de viscosidade baixa na pasta de amido de viscosidade extremamente alta. Isto é feito para eliminar acúmulo de reagente de reticulação como uma fase separada e alcançar distribuição na pasta de amido tão rapidamente quanto possível para uma reação consistente. Embora isto seja extremo em extrusores, isto é um

25

pouco análogo à adição de água em uma massa de pão, ou adição de leite em uma massa de panqueca muito espessa.

5 Após a misturação inicial, uma série de seções de misturação e transporte é usada para permitir tempo e misturação para completitude da reação.

Tem sido verificado que o reagente de reticulação do processo de Patente U.S. de N° 6.677.386 deve ser adicionado após as zonas de cisalhamento muito alto usadas para gelatinização do amido.

10 Alguns detalhes vantajosos do processo para alcançar reação homogênea incluem, sem limitação: (i) injeção de glioxal sobre elemento de misturação para eliminar "acúmulo", e (ii) o uso de zonas de misturação em etapas com misturação branda após injeção de glioxal, i.e., divisão e combinação, sem cisalhamento, com bom tempo de retenção.

E. Condicionamento de Pós-Reação

15 Tem sido verificado que por causa das temperaturas relativamente altas da fase fundida no processo de extrusão (até 210°C) usada para controlar a viscosidade do produto final quando dispersado em água, vapor soprado para fora da matriz de extrusor 23 pode ser um problema significativo afetando ambas a operabilidade do processo e a consistência da
20 qualidade do produto. Sem o processo apropriado, pressão e temperatura no extrusor aumentam até que ultrapassa a restrição da matriz e então literalmente esvazia a extremidade do extrusor em um impulso ou sopro para fora. Esta vaporização rápida esfria a extremidade do extrusor; e como um resultado tem um efeito sobre a viscosidade de dispersão de produto. O
25 resultado final é um ciclo na viscosidade da descarga instantânea e o produto final se torna uma mistura de uma produção variável.

Este problema é suplantado pela adição de uma vedação muito forte na extremidade da zona de reação para obter um estrangulamento controlado da pressão de vapor seguida por uma zona de condicionamento de

pós-reação onde água adicional pode ser adicionada no produto para controlar o comportamento do extrusado e as propriedades a granel do produto sem efeitos descontrolados sobre a viscosidade da dispersão. A vedação forte elimina esfriamento na zona de reação. Como com o agente de reticulação (e.g., glioxal), a água de pós-reação é injetada no extrusor 22 em uma zona de

5 misturação de cisalhamento moderado a baixo projetada para proporcionar misturação distributiva boa do líquido de viscosidade baixa na pasta de viscosidade muito alta.

A zona de pós-reação também é usada para gerar a pressão

10 necessária para bombear o produto através da matriz 23.

Alguns detalhes vantajosos do processo na zona de pós-reação incluem, sem limitação: (i) o uso de uma vedação forte para controlar vaporização rápida e eliminar esfriamento na zona de reação, (ii) o uso de injeção de água sobre elementos de misturação para eliminar acúmulo, (iii) o

15 uso de injeção de água para controlar o manuseio do transportador, e para controlar as propriedades a granel do produto, e (iv) a aplicação de pressão suficiente para suplantar a restrição da matriz do extrusor para garantir bombeamento contínuo para a matriz do extrusor.

F. Restrição da matriz

A matriz 23 precisa ser projetada para gerar contra-pressão adequada para controlar vaporização rápida/esfriamento na zona de pós-reação e para minimizar impulso. Também é usado para permitir espumação controlada do extrusado devido à vaporização rápida de água para vapor.

Controle de espumação é muito importante para o produto.

25 Espumação muito alta e a densidade volumar é baixa resultando em custos de transporte extras. Se houver espumação inadequada, é difícil esfriar rapidamente e secar velozmente o produto, e os grânulos duros que são formados são difíceis de dispersar em água para a aplicação final.

Assim, alguns detalhes vantajosos do processo para a matriz

- do extrusor incluem, sem limitação: (i) o uso de contra-pressão para controlar vaporização rápida/esfriamento na zona de pós-reação e para minimizar impulso, e (ii) geração de boa área de superfície por espumação de filetes extrusados, esfriamento e secagem efetivos por vapor de vaporização rápida, e
- 5 "dispensabilidade" melhorada em água por causa da espumação.

Controle de Processo

- Amido é uma carga de alimentação bio-baseada e pode variar de lote para lote. Controle de processo é necessário para manipular a viscosidade das nanopartículas de produto de biopolímero em uma dispersão
- 10 para um produto consistente. Também é desejável produzir produtos de viscosidades diferentes para várias aplicações. Tem sido verificado que a quantidade de água adicionada no extrusor pode ser usada para tais propósitos. No processo da invenção, água é injetada em duas localizações: (1) a montante, antes da gelatinização; e (2) a jusante, após reação de
- 15 reticulação estar completa.

A. Água a Montante e Mecanismo de Viscosidade

- A primeira injeção de água é usada como o agente de controle de viscosidade primário. O mecanismo principal que afeta a viscosidade da dispersão é degradação do amido do processo de produção como
- 20 nanopartículas de biopolímero. Isto pode ser devido às formas cisalhantes/mecânicas e/ou devido à degradação térmica do amido. Evidência de numerosos estudos indica que os efeitos térmicos são mais significativos. Em avaliações de aumento de escala sem condicionamento de pós-reação, uma correlação excelente foi encontrada entre a temperatura do extrusado e a
- 25 viscosidade de dispersão. Em avaliações subseqüentes em um extrusor de parafuso duplo em escala de bancada ZSK-25 mm onde a área de superfície e a transferência de calor podem ser usadas para permitir energia mecânica muito específica (SME) e portanto entradas de cisalhamento no produto independente da temperatura da pasta, o fator de controle foi temperatura, não

cisalhamento. Em outras palavras, temperaturas de cilindro mais altas causaram SMEs menores e temperaturas em-processo maiores resultaram em viscosidades de dispersão mais baixas.

B. Água a Jusante

5 A segunda água (a jusante) é usada predominantemente para controlar as características de manuseio do produto na matriz 23 e no sistema de embalagem/manuseio de pós-extrusor 70 por esfriamento, aumentando o teor de umidade e reduzindo a espumação do extrusado. Água a jusante tem um efeito pequeno sobre a viscosidade; contudo, é muito menor do que aquele
10 da água a montante e pode ser compensado por ajustes menores da quantidade a montante.

Assim, alguns detalhes vantajosos do processo para melhorar a viscosidade da dispersão incluem, sem limitação: (i) aumento da água a montante para diminuir a viscosidade do produto em uma dispersão (e vice
15 versa) porque água é um plastificante no extrusor e é usada para controlar a quantidade de entrada de trabalho pelos parafusos, e após o extrusor, a água evapora e portanto seus efeitos plastificantes estão apenas dentro do extrusor, (ii) aumento da água a jusante para menos sopro e impulso na matriz do extrusor, um fio mais borrachoso/menos friável, e teor de umidade de produto
20 mais alto (e vice versa), (iii) reconhecimento que água a jusante tem muito menos de um efeito sobre a viscosidade do que a água a montante e portanto quando se muda para água a jusante, uma mudança oposta, muito menor, em água a montante deve ser feita para manter a viscosidade, (iv) aumento da velocidade de parafuso para diminuir a viscosidade de produto em uma
25 dispersão (e vice versa), e (v) aumento da temperatura do cilindro para diminuir a viscosidade do produto em uma dispersão (e vice versa).

Exemplos

Os seguintes exemplos servem para ilustrar a invenção e não são intencionados para limitar a em nenhuma maneira.

Condições de corrida e de alimentação específicas são listadas em Tabela A e Tabela B.

Exemplos 1 e 2

Exemplos 1 e 2 representam o aumento de escala inicial de um extrusor ZSK-58 para um extrusor de parafuso duplo ZSK-92. Veja Parafuso # 58-1 e 92-1 em Figura 3. Um cilindro extra de transporte de sólidos foi usado no extrusor de 92 mm porque uma configuração de oito canhões não estava disponível. Devido ao fato de o Parafuso # 58-1 de Figura 3 ter sido considerado muito forte (significando que este projeto de parafuso adiciona energia excessiva no produto), três blocos de amassamento em mão esquerda foram removidos da zona de gelatinização e um da zona de reação para Parafuso # 92-1 de Figura 3. Também, uma injeção de água extra foi adicionada juntamente com a adição de solução de glioxal (agente de reticulação) para permitir avaliação dos efeitos de sua concentração. Como recebida, a solução de glioxal é 40% de agente ativo em água. Em duas partes de glioxal, isto é equivalente a uma base ou mínimo de 3 partes de água com ela se nenhuma água adicional for usada. (Veja Tabela A.)

Na partida, um experimento de gelatinização preliminar sem uma matriz foi realizado a 726 kg/h e 300 rpm para uma taxa específica de 2,42 kg/h/rpm sem inundação da alimentação. Isto compara a uma taxa específica equivalente de 1,26 kg/h/rpm para extrusor ZSK-58 realizada a 92 mm. A razão de se ser capaz para operar com um enchimento de filete mais alto é o fato de que o amido foi pré-condicionado em Exemplo 2 por sua mistura com o glicerol separado em um misturador de fita: melhorando assim as características de mistura. Baseado nos resultados subseqüentes com este parafuso, uma tal taxa específica alta não é sustentável por causa do enchimento acumulado no rebaixo, diminuindo assim ambos o volume e a eficiência de transporte dos elementos rebaixados de diâmetro duplo (SKs). Para comparação do extrusor ZSK-58 com o extrusor ZSK-92, um fator de

aumento de escala volumétrica de 3,99:1 é usado. Portanto, uma taxa específica de 0,316 no extrusor ZSK58 em Exemplo 1 seria equivalente a 1,26 no extrusor ZSK-92.

Parafuso # 92-1 de Figura 3 foi operado em um fator de enchimento de filete de 1,34 a 1,40 kg/h/rpm e em uma velocidade de parafuso ligeiramente mais baixa do que a do Parafuso # 58-1 de Figura 3. Não houve retorno de vapor no extrusor ZSK-58; contudo, com Parafuso # 92-1 de Figura 3, ele pararia a linha após apenas cerca de 15 minutos de operação contínua.

Exemplo 3

Exemplo 3 é similar ao Exemplo 2 mas representa uma redução na quantidade de água adicionada a jusante com o glioxal (agente de reticulação) para determinar o efeito sobre a viscosidade de produto. A água extra foi reduzida de 3,0 para 2,1 partes. A velocidade do parafuso para Exemplo 3 foi 5% mais alta do que aquela para Exemplo 2. Não houve um efeito significativo sobre a viscosidade de produto final (medida como uma dispersão aquosa de 25% de sólidos padrão a 25°C e 100 rpm em um viscosímetro Brookfield). Mais notavelmente, viscosidade foi ligeiramente maior embora a SME fosse cerca de 10% mais alta em Exemplo 3 devido às diferenças da água e de rpm do extrusor. Em trabalho prévio, taxas de cisalhamento mais altas têm resultado em viscosidades de dispersão mais baixas. Isto é contrário daquilo e demonstra que há outros fatores de controle que afetam a viscosidade. Como com Exemplo 2, retorno de vapor parou a linha após um tempo curto.

Exemplo 4

Exemplo 4 foi realizado em Parafuso # 92-2 de Figura 3. As diferenças com este parafuso vs. 92-1 de Figura 3 foram a substituição do SK passo 2D (elementos rebaixados) na zona de alimentação com elementos normais 1,5D; a substituição de um bloco de amassamento neutro por um

bloco de amassamento esquerdo próximo da extremidade de Cilindro 6; a substituição da restrição de mão esquerda em Cilindro 7 por misturação distributiva de cisalhamento mais baixo; uma modificação da misturação distributiva para adição de glioxal (agente de reticulação); e um ajuste da
5 misturação na zona de reação.

A mudança em Cilindro 6 foi uma tentativa para ajudar a evitar o retorno do vapor. Os SKs foram substituídos porque os rebaixos ficaram cheios com amido duro tornando-os efetivamente elementos transportadores 2D normais. As modificações na misturação glioxal e
10 misturação de reação foram porque foi verificado que as ranhuras não limpas no elemento de misturação ranhurado ficaram cheias de amido e se tornaram ineficazes. Foram substituídas por blocos de amassamento para frente de disco estreito.

Na operação inicial com este parafuso em Exemplo 4, o limite
15 de alimentação de inundação determinado foi de 1,35 kg/h/rpm. Quando comparado com Exemplo 2 que foi operado com a mesma formulação e uma velocidade de parafuso mais alta mas taxa específica equivalente, a SME resultante foi mais alta e a viscosidade da dispersão foi menor como um resultado da misturação extra.

20

Exemplo 5

Exemplo 5 foi conduzido em Parafuso 92-2 de Figura 3 em uma velocidade de parafuso mais alta vs. Exemplo 4 para remover para longe do ponto de impedimento inundação de alimentação. O resultado foi um aumento na SME e uma redução na viscosidade da dispersão de 25% de
25 sólidos padrão. A linha foi operada nestas condições por 40 minutos antes de ser parada devido ao retorno de vapor.

Exemplo 6

Exemplo 6 foi conduzido em Parafuso 92-3 de Figura 3. Este parafuso teve elementos de transporte em mão esquerda substituindo os

primeiros dois blocos de amassamento em mão esquerda em Parafuso 92-2 de Figura 3. Esta foi uma tentativa para alcançar uma vedação de vapor mais efetiva. A vedação foi muito forte, forçando o vapor para trás da primeira seção de amassamento resultando em obstrução da seção de alimentação. A
5 linha não pôde ser operada no tempo suficiente até o fim e para obter uma amostra representativa.

[0070] Todos os exemplos subseqüentes (Exemplos 7-10) foram realizados em Parafuso 92-6 de Figura 3.

Exemplos 7 e 8

10 Exemplos 7 e 8 são exemplos de controle de processo. Parafuso 92-6 teve uma vedação de vapor equilibrada e efetiva na zona de gelatinização e teve a adição de uma vedação de pós-reação seguida por uma zona de condicionamento para controlar o comportamento de produto na matriz independentemente da reação. Também, para eliminar a necessidade
15 de pré-misturação separada, ele usou elementos de filete único e adição de glicerol no centro da abertura de alimentação imediatamente acima dos parafusos.

Todo o trabalho sobre esta configuração tem sido consistentemente realizado em taxas específicas de ~ 2 kg/h/rpm;
20 representando uma melhoria maior sobre os projetos de parafusos anteriores. Quando comparado com Exemplo 5, a taxa em uma dada velocidade de parafuso é virtualmente dobrada. Isto é por causa do efeito combinado de ponto de injeção de glicerol e os elementos de filete único.

As diferenças entre Exemplos 7 e 8 são as quantidades de água
25 injetada antes da gelatinização e na zona de pós-reação. Isto foi feito para produzir dois produtos de viscosidade de dispersão diferentes, Exemplo 7 a 125 mPa.s e Exemplo 8 a 200 mPa.s. A viscosidade mais alta foi preparada pelo aumento da água a montante de 0,8 para 11,4 partes. No carregamento de água a montante mais alto no Exemplo 8, a água de pós-reação não foi

necessária para controlar a descarga.

Sucesso no parafuso 92-6 foi baseado nas mudanças de projeto, e em adição a isto, a adição de elementos de filete único para permitir adição de glicerol na zona de alimentação.

5

Exemplo 9

O efeito da operação em taxas mais altas com velocidades de parafuso proporcionalmente mais elevadas para uma taxa específica constante é demonstrado em Exemplo 9 vs. Exemplo 8. A taxa foi quase dobrada para 1,1 toneladas métricas por hora sem mudanças diferentes da velocidade do parafuso. A viscosidade de dispersão de produto foi ligeiramente mais baixa o que pode ser compensado por um decréscimo ligeiro no carregamento de água. Baseado na exploração destes dados, 733 rpm seriam necessários para 1,5 toneladas métricas por hora. O misturador Mega que tem sido usado neste trabalho pode ser operado naquela velocidade.

15

Exemplo 10

Exemplo 10 demonstra a melhoria da captação da alimentação de amido pela adição de glicerol (plastificante) no centro da abertura de alimentação do cilindro imediatamente acima dos parafusos. O extrusor foi desligado da linha nas mesmas condições como no Exemplo 7 e então o glicerol foi desligado. Inundação da alimentação ocorreu quase imediatamente e uma amostra representativa não foi obtida. A diferença em taxas de para Exemplos 7 e 10 é o glicerol.

Este efeito foi repetido em algum trabalho independente em um extrusor ZSK-58 usando um parafuso que é geometricamente similar ao Parafuso # 92-6 de Figura 3. Inundação foi quase imediata quando foi interrompido o glicerol para a abertura de alimentação. Contudo, quando água foi adicionada na abertura de alimentação no lugar do glicerol, as taxas foram sustentáveis.

25

Os dados para Exemplos 1-10 são mostrados em Tabelas A e

B abaixo. Com respeito aos perfis de temperatura de cilindro apresentados em Tabela B, temperaturas mais altas foram usadas em Exemplo 1 no 58 com o objetivo de operar mais de um sistema adiabático para melhor escalabilidade. Em Exemplo 6 com Parafuso 92-3, um ponto de ajuste mais baixo foi usado para Cilindro 5 em uma tentativa de ter um efeito sobre a vedação de vapor. Com Parafuso 92-6, Exemplos 7-10, os dois últimos canhões para a zona de condicionamento de pós-reação foram mais frias para auxiliar no processo.

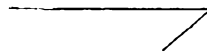


TABLE A

Número do Exemplo	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Parafuso Usado (Veja Fig. 3)	58-1	92-1	92-1	92-2	92-2	92-3	92-6	92-6	92-6	92-6
Formulação (Partes por 100 de Amido Seco)										
Glicerol	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0	10,7	9,9	9,6	Nenhum
Glioxal	2,0	2,0	2,0	1,9	1,9	1,9	2,0	2,0	2,0	2,0
Água a Montante	0,0	1,1	1,0	1,2	1,2	1,2	0,8	11,4	11,8	0,8
Água com Glioxal	3,0	6,0	5,1	6,1	6,3	6,3	3,1	3,1	3,0	3,1
Água de Pós-Reação	NA	NA	NA	NA	NA	NA	9,0	0,0	0,0	9,0
Adição de Glicerol	Cilindro 2	Pré-Mistura	Pré-Mistura	Pré-Mistura	Pré-Mistura	Pré-Mistura	Cilindro 1	Cilindro 1	Cilindro 1	Nenhum
Taxa de Alimentação de Agente Ativo (kg/h)	178	698	698	410	410	410	617	617	1117	562
rpm do Extrusor	564	500	523	303	398	398	310	303	543	303
Taxa específica ((kg/h)/rpm)	0,316	1,40	1,34	1,35	1,03	1,03	1,99	2,04	2,06	1,85
SME (J/g)	1172	794	886	846	1040	1075	1053	944	863	NA
Tempo de Operação re Vapor	Sem Limite	15 min.	22 min.	Inundado	40 min.	15 min.	Sem Limite	Sem Limite	Sem Limite	Inundado
Viscosidade da Dispersão [mPa.s]	125	147	156	113	101	Sem Amostra	123	200	176	Sem Amostra

TABELA B
Perfis de Temperatura de Cilindro

Número do Exemplo	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Parafuso Usado (Veja Fig. 3)	58-1	92-1	92-1	92-2	92-2	92-3	92-6	92-6	92-6	92-6
Pontos de Ajuste de Temperatura (°C)										
Cilindro 1										
Cilindro 2	50	10	10	10	10	10	10	10	10	10
Cilindro 3	120	10	10	10	10	10	10	10	10	10
Cilindro 4	120	71	71	49	49	49	49	49	49	49
Cilindro 5	140	121	121	121	121	49	121	121	121	121
Cilindro 6	180	121	121	121	121	121	121	121	121	121
Cilindro 7	180	121	121	121	121	121	121	121	121	121
Cilindro 8	180	121	121	121	121	121	121	121	121	121
Cilindro 9		160	160	160	160	160	121	121	121	121
Cilindro 10							93	93	93	93
Cilindro 11							93	93	93	93
Matriz	180	124	124	149	149	149	149	149	149	149

Portanto, pode ser visto que a invenção proporciona um processo aperfeiçoado para produzir nanopartículas de biopolímero.

Embora a invenção tenha sido descrita em detalhe considerável com referência a certas modalidades, uma pessoa experiente na arte apreciará que a presente invenção pode ser praticada por modalidades diferentes das descritas, que têm sido apresentadas para propósitos de ilustração e não de limitação. Por exemplo, é possível realizar a mesma operação unitária aqui descrita com configurações de elemento diferentes e modelos e marcas diferentes de extrusores de parafuso duplo. Portanto, o escopo das reivindicações anexadas não deve ser limitado à descrição das modalidades aqui contidas.

REIVINDICAÇÕES

1. Processo para produzir um produto de nanopartículas de biopolímero, caracterizado pelo fato de compreender:

alimentar carga de alimentação de biopolímero e um plastificante, o plastificante compreendendo um ou mais de água e glicerol, a zona de alimentação (24, 42) de uma extrusora (22) tendo uma configuração de parafuso de modo que a carga de alimentação de biopolímero seja processada usando forças cisalhantes na extrusora (22); e

adicionar um agente de reticulação na extrusora (22) a jusante da zona de alimentação (24, 42),

em que a configuração do parafuso inclui duas ou mais seções de vedação de vapor, cada seção de vedação de vapor tendo uma seção de geração de pressão a montante e uma seção de mistura a jusante adjacente para evitar o retorno do vapor para a zona de alimentação.

2. Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que:

o processo tem uma taxa de produção maior do que ou igual a 1,0 tonelada métrica de produto por hora.

3. Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que:

o processo tem uma taxa de produção maior do que ou igual a 3,0 toneladas métricas de produto por hora.

4. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 3, caracterizado pelo fato de que:

a carga de alimentação de biopolímero e pelo menos uma parte do plastificante são adicionados separadamente em uma entrada única (24) da zona de alimentação (24, 42).

5. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 4, caracterizado pelo fato de que:

a extrusora (22) tem elemento de filete único na zona de alimentação (24, 22).

6. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 5, caracterizado pelo fato de que:

a extrusora (22) tem uma zona de alimentação (24, 42), uma seção a jusante, e uma seção intermediária entre a seção a montante e a seção a jusante, e

temperaturas na seção intermediária são mantidas acima de 100°C.

7. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 6, caracterizado pelo fato de que:

cada seção de geração de pressão a montante tem um filete de transporte para frente, e

cada seção de misturação a jusante tem um filete reverso.

8. Processo de acordo com a reivindicação 6, caracterizado pelo fato de que:

forças cisalhantes na seção intermediária da extrusora (22) são maiores do que forças cisalhantes na seção a jusante da extrusora (22).

9. Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que:

forças cisalhantes em uma primeira seção da extrusora são maiores do que forças cisalhantes em uma seção pós-reação da extrusora a jusante da primeira seção, a seção da pós-reação estando localizada em uma posição na qual uma reação de reticulação tenha ocorrido, e

água é adicionada na seção de pós-reação.

10. Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que:

imediatamente antes de adicionar o agente de reticulação,

estrutura cristalina de qualquer biopolímero nativo amostrado da extrusora (22) não é detectável usando microscopia de polarização cruzada.

11. Processo de acordo com a reivindicação 6, caracterizado pelo fato de que:

uma porção da configuração de parafuso na seção intermediária compreende as duas ou mais seções de vedação de vapor para evitar que a água vaporize para vapor e retorne para a zona de alimentação (24, 42).

12. Processo de acordo com a reivindicação 11, caracterizado pelo fato de que:

a seção de mistura a jusante adjacente é um bloco de amassamento.

13. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 12, caracterizado pelo fato de que:

o processamento é conduzido em uma zona de gelatinização da extrusora (22) em temperaturas acima do ponto de ebulição da água em pressão atmosférica, a zona de gelatinização tendo uma configuração de parafuso de modo que a carga de alimentação de biopolímero seja processada usando forças cisalhantes na extrusora (22).

14. Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que:

forças cisalhantes em uma primeira seção da extrusora (22) são maiores do que forças cisalhantes em uma segunda seção adjacente da extrusora (22) a jusante da primeira seção.

15. Processo de acordo com a reivindicação 14, caracterizado pelo fato de que:

o agente de reticulação é adicionado na segunda seção da extrusora (22).

16. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1

a 15, caracterizado pelo fato de adicionalmente compreender:

espumar um extrusado através de uma matriz de extrusão (23).

17. Processo de acordo com a reivindicação 16, caracterizado pelo fato de que:

o extrusado compreende nanopartículas de biopolímero aglomeradas.

18. Processo de acordo com a reivindicação 17, caracterizado pelo fato de adicionalmente compreender:

dispersar o extrusado em um meio aquoso.

19. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 18, caracterizado pelo fato de que a extrusora (22) ainda compreende uma zona de reação e uma zona de pós-reação, em que a configuração de parafuso inclui uma série de pelo menos duas seções de vedação de vapor na zona de reação, em que a temperatura na zona de reação está acima do ponto de ebulição da água, o processo compreendendo adicionar um agente de reticulação na extrusora (22) a jusante da zona de alimentação, e antes da zona de pós-reação.

20. Processo de acordo com a reivindicação 16, caracterizado pelo fato de adicionalmente compreender adicionar água a uma zona de pós-reação da extrusora a montante da matriz (23).

21. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 20, caracterizado pelo fato de que:

a carga de alimentação de biopolímero é alimentada na zona de alimentação (24, 42) sem pré-misturação ou pré-condicionamento.

22. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes, caracterizado pelo fato de que:

o produto de nanopartículas de biopolímero forma um colóide de polímero sob dispersão em água.

23. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações

precedentes, caracterizado pelo fato de que:

o produto de nanopartículas de biopolímero inclui um colóide protetor.

24. Processo de acordo com a reivindicação 23, caracterizado pelo fato de que:

o colóide protetor é biopolímero não reticulado.

25. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes, caracterizado pelo fato de que:

o produto de nanopartículas de biopolímero inclui menos do que cerca de 1% de biopolímero não reticulado.

26. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes, caracterizado pelo fato de que:

a carga de alimentação de biopolímero é amido.

27. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes, caracterizado pelo fato de que:

o plastificante é selecionado do grupo consistindo de água, alcoóis, e misturas dos mesmos.

28. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes, caracterizado pelo fato de que:

o plastificante é selecionado do grupo consistindo de água, polióis, e misturas dos mesmos.

29. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes, caracterizado pelo fato de que:

o plastificante é selecionado do grupo consistindo de água, glicerol, etileno-glicol, propileno-glicol, poliglicóis, alcoóis de açúcar, uréia, ésteres de ácido cítrico, e misturas dos mesmos.

30. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes, caracterizado pelo fato de que:

o agente de reticulação é selecionado do grupo consistindo de

dialdeídos e polialdeídos.

31. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes, caracterizado pelo fato de que:

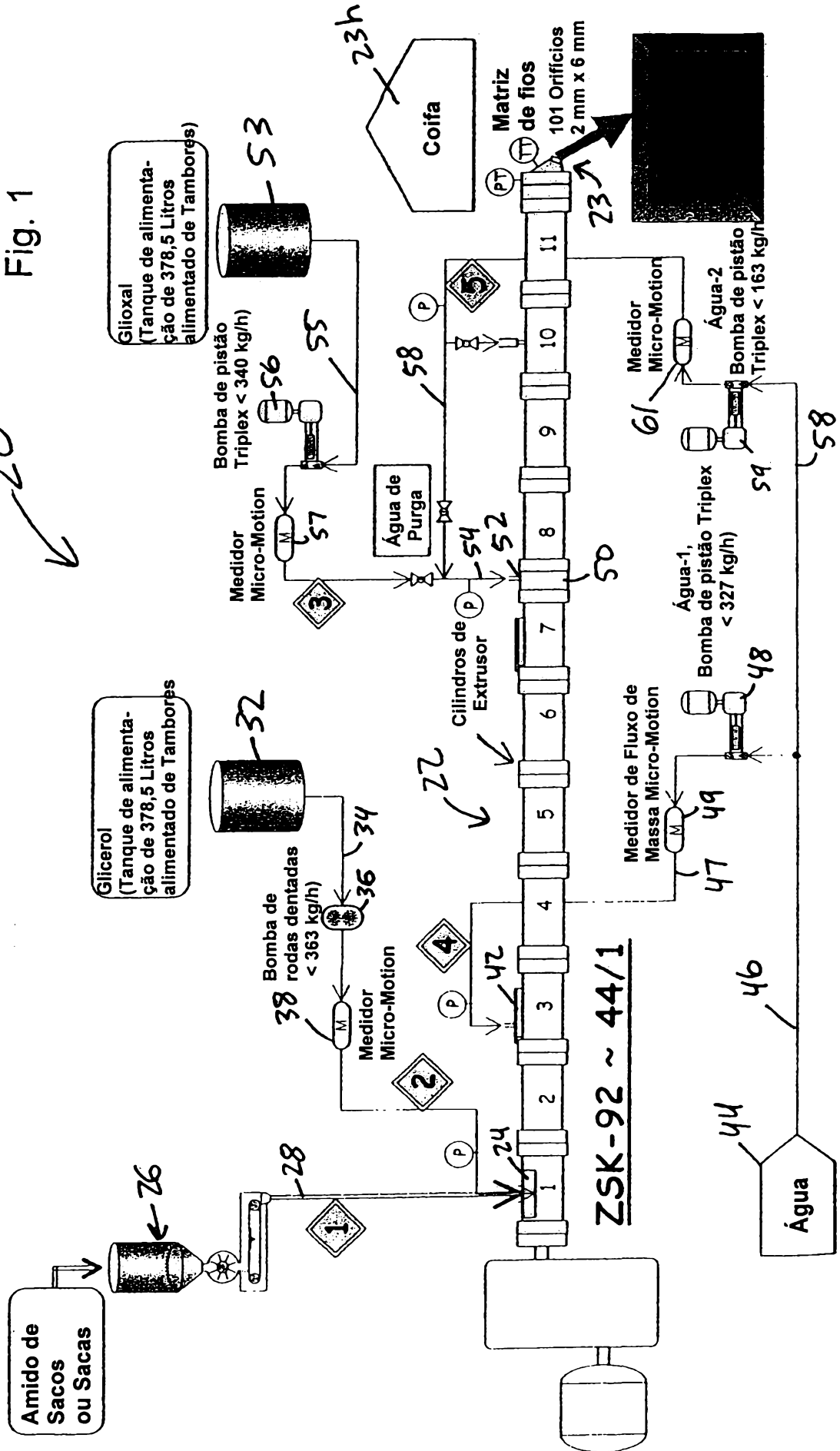
o agente de reticulação é selecionado do grupo consistindo de anidridos de ácido, anidridos mistos, glutaraldeído, glioxal, carboidratos oxidados por periodato, epicloroidrina, epóxidos, trifosfatos, e divinil-sulfona.

32. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes, caracterizado pelo fato de que:

a carga de alimentação de biopolímero é selecionada do grupo consistindo de amido de batata, amido de trigo, amido de tapioca, amido de mandioca, amido de arroz, amido de milho, amido de milho ceroso, e misturas dos mesmos.

33. Processo de acordo com a reivindicação 32, caracterizado pelo fato de que amido é amido com alto teor de amilopectina.

Fig. 1



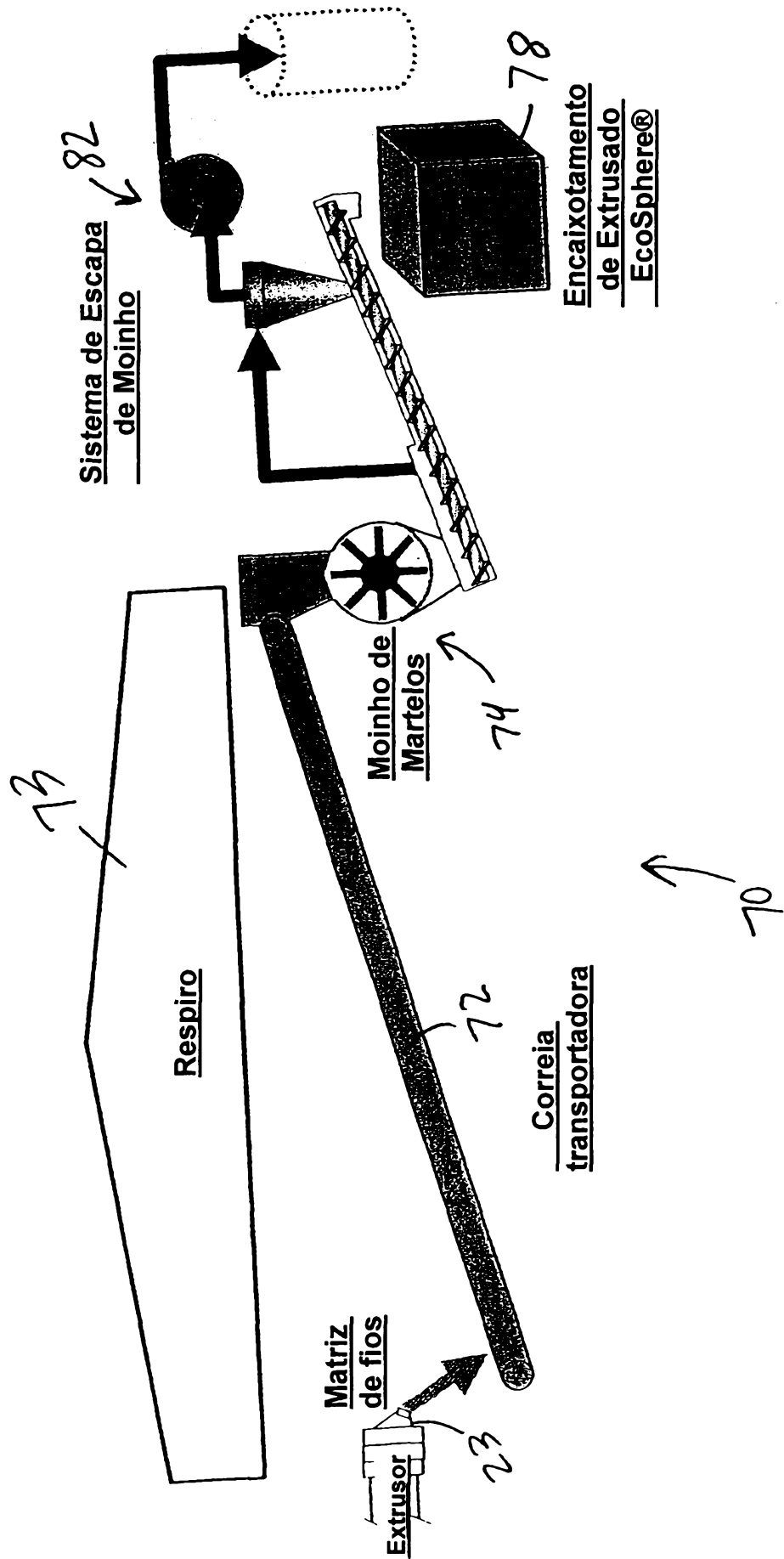


Fig. 2

