



(19)
Bundesrepublik Deutschland
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 602 20 599 T2** 2008.02.21

(12) **Übersetzung der europäischen Patentschrift**

(97) **EP 1 281 721 B1**

(21) Deutsches Aktenzeichen: **602 20 599.9**

(96) Europäisches Aktenzeichen: **02 016 934.8**

(96) Europäischer Anmeldetag: **01.08.2002**

(97) Erstveröffentlichung durch das EPA: **05.02.2003**

(97) Veröffentlichungstag

der Patenterteilung beim EPA: **13.06.2007**

(47) Veröffentlichungstag im Patentblatt: **21.02.2008**

(51) Int Cl.⁸: **C08B 30/00** (2006.01)

C08B 30/12 (2006.01)

C08B 30/18 (2006.01)

C08B 31/00 (2006.01)

A23L 1/0522 (2006.01)

(30) Unionspriorität:

922186 03.08.2001 US

(73) Patentinhaber:

**National Starch and Chemical Investment Holding
Corporation, New Castle, Del., US**

(74) Vertreter:

Meissner, Bolte & Partner GbR, 81679 München

(84) Benannte Vertragsstaaten:

**AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB,
GR, IE, IT, LI, LU, MC, NL, PT, SE, SK, TR**

(72) Erfinder:

**Altieri, Paul A., Belle Mead, New Jersey 08502, US;
Ricketts, Faith L., North Plainfield, New Jersey
07060, US; Solarek, Daniel B., Hillsborough, New
Jersey 08844, US**

(54) Bezeichnung: **Thermisch modifizierte Stärke und Verfahren zu deren Herstellung**

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99 (1) Europäisches Patentübereinkommen).

Die Übersetzung ist gemäß Artikel II § 3 Abs. 1 IntPatÜG 1991 vom Patentinhaber eingereicht worden. Sie wurde vom Deutschen Patent- und Markenamt inhaltlich nicht geprüft.

Beschreibung

[0001] Die vorliegende Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zum Konvertieren bzw. Umwandeln von Stärken. Die Erfindung bezieht sich insbesondere auf ein Verfahren zur Konversion durch Säure, wodurch Produkte erhalten werden können, die eine niedrige Viskosität und hohe Konzentrationen an Verbindungen mit niedrigerem Molekulargewicht haben.

[0002] Stärken haben aufgrund ihrer polymeren Komponenten mit hohem Molekulargewicht normalerweise gute Verdickungseigenschaften. Für Anwendungen, die typischerweise einen hohen Stärkegehalt (das heißt Feststoffe) verwenden, zum Beispiel Kleber, Süßigkeiten und Nahrungsmittelüberzüge, ist die gängige Praxis, Stärken zu verwenden, die konvertiert bzw. umgewandelt wurden. Das Konversionsverfahren resultiert in Stärkeprodukten, die Polymere mit reduziertem Molekulargewicht enthalten und eine verringerte Viskosität aufweisen.

[0003] Die gängigsten Konversionsverfahren, die in der Stärkeindustrie eingesetzt werden, umfassen Säurehydrolyse, Oxidation, Pyrokonversion und Enzymkonversion. Außer für die Enzymkonversion wird körnige Stärke zur Wiedergewinnungs-Einfachheit in den Modifikationsverfahren verwendet. Dieses Wiedergewinnungsverfahren involviert im Allgemeinen eine Suspension des endgültigen Stärkeprodukts in Wasser, Neutralisieren des pH, dann Abfiltrieren des Stärkeprodukts und Waschen des Stärkeprodukts mit Wasser. Ein derartiges Verfahren entfernt im Allgemeinen Salze und geladene Partikel, einschließlich der Nebenprodukte mit kleinerem Molekulargewicht, die während der Umwandlung erzeugt wurden.

[0004] Die Verwendung von wässrigen Verfahren, um Stärke zu konvertieren, welche das oben beschriebene Gewinnungsverfahren nutzen, sind gut bekannt und beschrieben, zum Beispiel in Publikationen wie "Starch: Chemistry and Technology", 2. Auflage, herausgegeben von Roy L. Whistler et al., Kapitel X; Starch Derivatives: Production and Uses, von M. W. Rutenberg et al., Academic Press, Inc., 1984.

[0005] EP-A-0 953 579 offenbart ein Verfahren zum Konvertieren von Stärken, umfassend die Schritte des Ansäuerns der Stärke mit gasförmigen Säuren (im Wesentlichen wasserfrei), Dehydratisieren der angesäuerten Stärke auf weniger als etwa 0,1% und Erhitzen. US-A-3 967 975 bezieht sich auf eine Fluidisierungsapparatur und insbesondere auf eine Wirbelschichtapparatur zur Durchführung von chemischen Reaktionen und/oder Einheitsvorgängen. US-A-2 845 368 beschreibt die Herstellung von Dextrin aus Stärke, wenn sie in einem fluidisierten Zustand ist. DD 157 347 A zeigt die Produktion von Dextrin aus stärkehaltigem Material in einer Wirbelschicht, umfassend Trocknen von angesäuertem Material von 20% auf unter 10% Feuchtigkeit durch Erhitzen von 20 auf 160–170 °C, während es fluidisiert ist, und zwar in einer Apparatur mit Zonen mit unterschiedlichen Vakuumgeschwindigkeiten. GB 853 828 A beschreibt ein Verfahren zur Behandlung von Stärke, das Einführen einer Schicht aus fluidisierbarem Stärkepulver in ein Gefäß, Aufrechterhalten eines Aufwärtstroms aus fluidisierendem Gas durch die Schicht durch Einführen des Gases von unterhalb dieser Schicht und Abziehen desselben aus einer Auslassöffnung oberhalb der Oberseite dieser Schicht, wobei die Aufwärtsgeschwindigkeit des Gasstroms ausreichend ist, um die Stärkepartikel innerhalb der Schicht zu suspendieren und kräftig zu bewegen, aber nicht ausreichend ist, um einen wesentlichen Teil der Stärke aus dem oberen Auslass zu befördern, Erhitzen der Stärkeschicht in dem bewegten Zustand auf Dextrinierungstemperatur, Halten der Dextrinierungstemperatur, bis der gewünschte Dextrinierungsgrad erreicht ist, und Einführen von Dampf in den Gasstrom während wenigstens eines Teils des Dextrinierungszyklus umfasst. US-A-4 510 166 bezieht sich auf die Verwendung von konvertierten Stärken, die zur Gelbildung fähig sind, als Fett- und/oder Öl-Ersatzmittel in verschiedenen Nahrungsmitteln. US-A-5 380 717 ist auf ein Verfahren zur Regulierung der Dickdarmfunktion gerichtet, umfassend die Schritte a) Bereitstellen eines unverdaulichen Dextrins, das durch Erhitzen von Stärke in Gegenwart einer Mineralsäure unter Herstellung von Pyrodextrin, Hydrolysieren von Pyrodextrin mit α -Amylase und Raffinieren des hydrolysierten Pyrodextrins erhalten wird, und b) Verabreichen einer wirksamen Menge des unverdaulichen Dextrins an ein Tier. US-A-5 410 035 zeigt ein Verfahren zur Behandlung von Bluthochdruck, umfassend die Schritte a) Bereitstellen eines unverdaulichen Dextrins, das durch Hydrolysieren von Pyrodextrin mit α -Amylase und Raffinieren des hydrolysierten Pyrodextrins erhalten wird und b) Verabreichen einer wirksamen Menge des unverdaulichen Dextrins an ein Tier. EP 0 485 304 beschreibt ein Verfahren zur Herstellung eines Dextrins mit niedrigem Kaloriengehalt, dessen Kalorienwert nicht mehr als 305 Kcal/100 g ist, bei dem ein Pyrodextrin, hergestellt durch Erhitzen einer Stärke, der Mineralsäure zugesetzt wurde, verwendet wird. Das Verfahren umfasst die Schritte des Lösens eines Pyrodextrins in Wasser und Einwirkenlassen von α -Amylase auf das Dextrin.

[0006] Es gibt einen anhaltenden Bedarf für ein alternatives Konversionsverfahren bzw. Umwandlungsverfahren.

[0007] Die vorliegende Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zum Konvertieren einer Basisstärke, die weniger als 18% Feuchtigkeit hat, in eine konvertierte Stärke, umfassend die Schritte: Mischen der Basisstärke mit einer Säure, Trocknen des Gemisches auf einen Feuchtigkeitsgehalt von weniger als 1% und Erwärmen des getrockneten Gemisches auf eine Temperatur und für eine Zeit, die ausreichend sind, um die konvertierte Stärke mit einer Trichterfließviskosität von 5 bis 50 Sekunden zu produzieren, wobei die Basisstärke in einen Reaktor gegeben wird, der eine konvektive und konduktive Energiequelle hat, dann ein fluidisierendes Gas mit einer Rate eingeführt wird, bei der die Stärke in dem Reaktorbett suspendiert wird, wasserfreie Säure und ein Trägergas direkt in das fluidisierende Gas des Wirbelschichtreaktors injiziert werden, um das Mischen der Stärke und der Säure durchzuführen, wobei die Temperatur des Betts bzw. der Schicht auf eine Temperatur im Bereich von 50 bis 135 °C für 3 Minuten bis eine Stunde erhöht wird.

[0008] Die trockenen, konvertierten Stärken, die über die vorstehend genannten Verfahren hergestellt werden, haben eine höhere Konzentration an Verbindungen mit niedrigem Molekulargewicht als entsprechende trockene, konvertierte Stärken, die über herkömmliche wässrige Säurekonversionsverfahren hergestellt werden. Die konvertierten Stärken der vorliegenden Erfindung zeigen einzigartige Eigenschaften und sind dementsprechend in einer Reihe von Produkten, einschließlich Kleber, Verkapselungsmatrices, Süßwaren bzw. Backwaren bzw. Konfekt und Papieroberflächenleimprodukten, einsetzbar.

[0009] Die vorliegende Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zum Konvertieren von Stärken mit Säure unter Erhalt von Produkten, die geringe Viskosität und hohe Konzentrationen an Verbindungen mit niedrigerem Molekulargewicht haben.

[0010] Alle Stärken und Mehle (im Folgenden "Stärke") können zur Verwendung als Basisstärke hierin geeignet sein und können aus einer beliebigen nativen Quelle stammen. Eine native Stärke, wie der Ausdruck hierin verwendet wird, ist eine, wie sie in der Natur gefunden wird. Geeignet sind auch Stärken, die von einer Pflanze stammen, die durch Standardzüchtungstechniken, einschließlich Kreuzzüchtung, Translokation, Inversion, Transformation oder ein anderes Verfahren der Gen- oder Chromosomen-Manipulation zur Einführung von Variationen davon erhalten wurde. Außerdem können Stärken, die aus einer Pflanze stammen, die aus künstlichen Mutationen und Variationen der obigen generischen Zusammensetzung, welche durch bekannte Standardverfahren der Mutationszüchtung produziert sein kann, gewachsen ist, zur Verwendung als die Basisstärke hier geeignet sein.

[0011] Typische Quellen für die Basisstärken sind Cerealien, Knollen, Wurzeln, Leguminosen und Früchte. Die native Quelle kann Mais, Erbse, Kartoffel, Süßkartoffel, Banane, Gerste, Weizen, Reis, Sago, Amaranth, Tapioka, Pfeilwurz, Canna, Sorghum sowie Wachs-Varietäten oder Varietäten mit hohem Amylosegehalt derselben sein. Der Ausdruck "Wachs-", wie er hier verwendet wird, soll eine Stärke oder ein Mehl umfassen, die/das wenigstens etwa 95 Gew.-% Amylopektin enthält, und der Ausdruck "mit hohem Amylosegehalt" soll eine Stärke oder ein Mehl umfassen, die/das wenigstens etwa 40 Gew.-% Amylose enthält.

[0012] Als die Basisstärke können auch chemisch modifizierte Stärken eingesetzt werden. Solche chemische Modifikationen sollen, ohne Beschränkung, umfassen: vernetzte Stärken, acetylierte und organisch veresterte Stärken, hydroxyethylierte und hydroxypropylierte Stärken, phosphorylierte und anorganisch veresterte Stärken, kationische, anionische, nichtionische und zwitterionische Stärken, und Succinat- und substituierte Succinatderivate von Stärke. Verfahren zum Modifizieren von Stärken sind gut bekannt und zum Beispiel in *Modified Starches: Properties and Uses*, Herausgeber Wurzburg, CRC Press, Inc., Florida (1986), beschrieben.

[0013] Als die Basisstärke können auch physikalisch modifizierte Stärken verwendet werden, einschließlich, ohne Beschränkung, thermisch inhibierte oder vorgelatinierte Stärken. Verfahren zur Herstellung thermisch inhibierter Stärken werden zum Beispiel in US-A-6 221 420 und darin offenbarten Referenzen, deren Offenbarung hier durch Bezugnahme als aufgenommen gilt, offenbart. Beispiele für Verfahren zur Herstellung von vorgelatinierten, körnigen Stärken sind in US-A-4 280 851, US-A-4 465 702, US-A-5 037 929 und US-A-5 149 799 offenbart.

[0014] Während mit Säure konvertierte Stärken über herkömmliche Verfahren produziert werden, indem die körnige Stärke in Wasser dispergiert wird und Säure dem Gemisch zugegeben wird, wurde jetzt entdeckt, dass ein Vermischen einer Basisstärke mit Säure, Trocknen des Gemisches zu einem im Wesentlichen wasserfreien Zustand und Erwärmen des getrockneten Gemisches für eine ausreichende Zeit, um eine konvertierte Stärke mit einer Trichterfließviskosität von 5 bis 50 Sekunden zu produzieren, eine Stärke mit einzigartigen Eigenschaften produziert.

[0015] Mit im Wesentlichen wasserfreiem Zustand ist gemeint, dass das Stärkegemisch auf einen Feuchtigkeitsgehalt von weniger als 1% getrocknet wird.

[0016] Eine Basisstärke, die weniger als 18% Feuchtigkeit hat, wird in einen Reaktor gegeben, der eine konvektive und konduktive Energiequelle hat. Solche Reaktoren umfassen, ohne Beschränkung, eine Wirbelschicht, einen Dünnschichtwärmereaktor oder einen unter Druck stehenden Mischer, ausgestattet mit Vakuum und einem Heizmantel. Dann wird ein fluidisierendes Gas (z.B. Luft) mit einer Rate eingeführt, bei der die Stärke im Reaktorbett suspendiert wird. Wasserfreie Säure (z.B. Salzsäure) und ein Trägergas (z.B. Stickstoff) werden direkt in das fluidisierende Gas des Wärmeschichtreaktors injiziert, um das Mischen der Stärke und der Säure durchzuführen.

[0017] Die Temperatur des Betts bzw. der Schicht wird auf eine Temperatur im Bereich von 50 bis 135 °C erhöht. Die Erhöhung der Temperatur kann durch Mittel erreicht werden, die auf dem Fachgebiet gut bekannt sind, einschließlich, ohne Beschränkung, eine Ummantelung mit erhitztem Öl oder über eine Heißluftquelle oder Kombinationen davon. Die Reaktion ist innerhalb von 3 Minuten bis eine Stunde beendet. Wenn das Verfahren kontinuierlich ist, nimmt das Verfahren typischerweise 3 Minuten bis 30 Minuten in Anspruch. Ein Chargenverfahren ist typischerweise in 30 Minuten bis einer Stunde beendet. Während die Reaktion im Wesentlichen in weniger als etwa einer Stunde vollständig ist, können längere Erwärmungszeiträume, beispielsweise von 6 bis zu 8 Stunden oder mehr, ohne wesentliche Verschlechterung des fertigen konvertierten Produkts verwendet werden. Nachdem das Verfahren beendet ist, wird der Reaktor gekühlt und die Stärke entnommen und verwendet, ohne dass die Notwendigkeit für eine weitere Reinigung besteht.

[0018] Ein herkömmliches wässriges Verfahren der Säurekonversion erfordert dagegen typischerweise etwa 12 bis etwa 20 Stunden und vergleichsweise mehr Säure, um die Konversion bzw. Umwandlung der Stärke durchzuführen, sowie eine zusätzliche Reinigung und Bearbeitung in Form von Neutralisation, Filtration und Trocknung. Da das Reinigungsverfahren Komponenten mit niedrigem Molekulargewicht auswäscht, zeigen die konvertierten Stärken der vorliegenden Erfindung, die keine Reinigung erfordern, eine höhere Konzentration an Komponenten mit niedrigem Molekulargewicht als die entsprechenden konvertierten Stärken, die über ein herkömmliches wässriges Verfahren hergestellt wurden.

[0019] Durch Einstellen des Feuchtigkeitsgehalts, des Aziditätsgrads und der Reaktionsbedingungen kann das effiziente Verfahren der vorliegenden Erfindung so maßgeschneidert werden, dass es eine konvertierte Stärke produziert, die unterschiedliche Konzentrationen an Komponenten mit niedrigerem Molekulargewicht enthält. Zusätzlich ermöglicht das wasserfreie Verfahren der vorliegenden Erfindung die Herstellung von hochkonvertierten Stärken in einer in hohem Maße kontrollierten und reproduzierbaren Art, die eine Zusammensetzung haben, die bei Umsetzung in Gegenwart von Wasser (das heißt traditionelle wässrige Chargenverarbeitung) nicht gewonnen werden könnte. Produkte mit einem höheren Konversionsgrad, die nicht leicht aus Wasser gewonnen bzw. isoliert werden können, können zum Beispiel durch Herstellung der Stärke gemäß dem Verfahren der vorliegenden Erfindung erhalten werden.

[0020] Die durch dieses Verfahren produzierten Stärkezusammensetzungen zeigen einzigartige Leistungsfähigkeit in bestimmten Produkten. Kleber und Verkapselungsmatrices beispielsweise erfordern oft den Zusatz von Oligosacchariden oder Zuckern mit niedrigem Molekulargewicht, die der Formulierung für eine optimale Leistungsfähigkeit zuzusetzen sind. Die Stärkezusammensetzungen der vorliegenden Erfindung stellen vorteilhafterweise, ohne die Notwendigkeit für den Zusatz von Komponenten mit niedrigerem Molekulargewicht, wünschenswerte Produkte bereit. Außerdem sind die Stärken der vorliegenden Erfindung bei Produkten einsetzbar, die einzigartige Gele und Texturen erfordern, einschließlich zum Beispiel Süßigkeiten und Papieroberflächenleimanwendungen.

[0021] Die folgenden Verfahren und Beispiele werden zur weiteren Veranschaulichung und Erläuterung der vorliegenden Erfindung angeführt. Alle Teile und Prozentangaben sind Gewichtsteile und Gewichtsprozent und alle Temperatur sind in Grad Celsius (°C) angegeben, wenn nichts anderes angemerkt ist.

BEISPIELE

[0022] In den Beispielen wurden die folgenden Testverfahren eingesetzt.

Messung der Fließviskosität

[0023] Fließviskosität, die hierin auch als Trichterfließviskosität bezeichnet wird, kann wie folgt gemessen

werden. Zuerst muss die Stärke gesammelt und in einem Ofen auf unter 12% Feuchtigkeit getrocknet werden. Nachdem der Feuchtigkeitsgehalt bestimmt ist, werden ein Edelstahlbecher und ein Thermometer tariert. 19% Stärke werden zu destilliertem Wasser für insgesamt 300 g Stärke und Wasser gegeben. Das Gemisch wird in einem siedenden Wasserbad für 15 Minuten gekocht, wobei die ersten 5 Minuten gerührt wird. Der Edelstahlbecher wird für die restlichen 10 Minuten abgedeckt. Nach Beendigung des Kochens wird der Becher aus dem siedenden Wasserbad genommen und auf 80 °F gekühlt. Der Becher wird mit destilliertem Wasser auf das ursprüngliche Gewicht vor dem Kochen gebracht und es wird weiter auf 72 °F gekühlt. Die Inhalte des Bechers werden in einen 100 ml-Zylinder überführt.

[0024] Fließviskosität, die hierin auch als Trichterviskosität bezeichnet wird, wird gemessen, indem ein Viskositätstrichter mit fixierter Öffnung verwendet wird, und ist eine Messung der Zeit, die benötigt wird, damit 100 ml der Kochung durch die Öffnung gehen. Der Trichter, der verwendet wird, um die Fließviskosität zu messen, ist ein dickwandiger, hitzebeständiger 58 Grad-Glasstandardtrichter, dessen oberer Durchmesser etwa 9 bis etwa 10 cm ist und dessen innerer Durchmesser des Stiels etwa 0,381 cm ist. Der Glasstiel des Trichters wird auf eine ungefähre Länge von 2,86 cm ab dem Apex geschnitten, sorgfältig feuerpoliert und dann mit einer langen Edelstahlspitze versehen, die etwa 5,08 cm lang ist und einen äußeren Durchmesser von etwa 0,9525 cm hat. Der innere Durchmesser der Stahlspitze ist am oberen Ende, wo sie an dem Glasstiel befestigt ist, etwa 0,5952 cm und am Ausflusende etwa 0,4445 cm, und zwar mit einer Verengung in der Weite, die bei etwa 2,54 cm ab den Enden auftritt. Die Stahlspitze wird mit einem Teflon-Schlauch am Glastrichter befestigt. Der Trichter wird kalibriert, so dass 100 ml Wasser in sechs Sekunden unter Verwendung des unten beschriebenen Verfahrens durchgehen.

[0025] Ein Finger wird über die Öffnung des Trichters gehalten und die Inhalte werden aus dem Zylinder in den Trichter gegossen. Eine kleine Menge wird zurück in den Zylinder fließen gelassen, um eingeschlossene Luft zu entfernen. Der Rest wird zurück in den Trichter gegossen und der Zylinder wird über dem Trichter umgekehrt und die Inhalte werden aus dem Zylinder in den Trichter tropfen gelassen. Der Finger wird von der Öffnung des Trichters entfernt und die Zeit, die benötigt wird, damit 100 ml der Probe durch den Apex des Trichters fließen, wird aufgezeichnet. Die Zeit ist die Fließviskosität der Stärkeprobe.

Messung der Wasserfluidität

[0026] Wasserfluidität (WF), wie der Ausdruck hierin verwendet wird, ist ein empirischer Test auf Viskosität, gemessen an einer Skala von 0–90, wobei die Fluidität umgekehrt proportional zur Viskosität ist. Wasserfluidität von Stärken wird typischerweise unter Verwendung eines Thomas-Viskometers vom Rotationsschertyp (im Handel erhältlich von Arthur A. Thomas Co., Philadelphia, PA), das bei 30 °C mit einem Standardöl mit einer Viskosität von 24,73 mPa·s (cps) standardisiert wird, wobei das Öl $23,12 \pm 0,05$ s für 100 Umdrehungen benötigt, gemessen. Genaue und reproduzierbare Messungen der Wasserfluidität werden erhalten, indem die Zeit bestimmt wird, die für 100 Umdrehungen bei unterschiedlichen Feststoffkonzentrationen in Abhängigkeit vom Konversionsgrad der Stärke vergeht: Wenn die Konversion zunimmt, nimmt die Viskosität ab und die WF-Werte nehmen zu.

Messung von zurückgehaltenen Feststoffen in konvertierten Stärken

[0027] Stärke (5 g) wird zu 95 g Wasser gegeben und es wird für 20 Minuten gerührt. Die Aufschlämmung wird durch gefaltetes Filterpapier filtriert. Das Filtrat wird auf der Linse eines kalibrierten Stärkerefraktometers gesammelt (kalibriert unter Verwendung von Wasser auf Null) indem dem Prozentwert an löslichen Substanzen gemessen wird.

Messung der Stärkefarbe (L-Wert)

[0028] Es wird ein Hunter ColorQUEST-Spektrocolorimeter, Modell Sphere (im Handel erhältlich von Hunter Associates Laborstory, Inc., Reston, Va), ausgestattet mit einer NIR-Kompressionszelle mit Quarzfenster (im Handel erhältlich von Bran-Luebbe, Inc., Buffalo Grove, Ill.), verwendet, um die Farbe entsprechend den Anweisungen des Herstellers zu messen, wobei die folgenden Parameter verwendet werden: Skala = L, Betrachtwinkel = 10, Leuchtmittel = D65, Reflexionseinstellung = RSIN, Größe des Sichtbereichs = LAV und Ultravioletfilter = Aus.

BEISPIEL 1

Herstellung einer thermisch konvertierten Stärke

[0029] Maisstärke (4000 Gramm, erhalten von National Starch and Chemical Co.), substituiert mit 5% Propylenoxid, wurde in einen Wirbelschichttrockner als Labormodell mit einem Durchmesser von 15,2 cm (6 inch) und einer Höhe von 38,1 cm (15 inch) (Procedyne Corporation, New Brunswick, NJ) gegeben. Die Stärke wurde mit Luft fluidisiert, um die Stärke in dem Bett zu suspendieren.

[0030] Wasserfreies HCl-Gas (3,1 Gramm) wird durch die Verteilerplatter in das Bett bzw. die Schicht dosiert. Dies produzierte eine Stärke mit einem pH von 2,9. Die zugesetzte Menge an HCl wurde bestimmt, indem der Gewichtsverlust des Gaszylinders vor und nach der Abgabe des Gases in den Reaktor bestimmt wurde. Stickstoffgas wurde eingesetzt, um alle Leitungen vor und nach der Zugabe der Säure zu spülen, um sicherzustellen, dass die tatsächliche Menge an Säure mit der Stärke in Kontakt gekommen war.

[0031] Die Temperatur der Luft, die in die Schicht bzw. das Bett strömt, und die Temperatur der Ummantelung des Betts oder der Schicht wurde dann auf eine Temperatur von 104 °C erhöht. Nach 1 Stunde wurde die Stärke aus dem Bett bzw. der Schicht entnommen. Das resultierende Produkt hatte eine Trichterviskosität von 15,2 Sekunden und eine weiße Farbe ähnlich der des Ausgangsmaterials.

BEISPIEL 2

Vergleich der relativen Wirksamkeit und der Produkte von wässriger und thermischer Konversion bzw. Umwandlung

[0032] Dieses Beispiel veranschaulicht die Wirksamkeit des thermischen Konversionsverfahrens wie auch die Natur der Produkte im Vergleich zu dem Verfahren und den Produkten eines herkömmlichen wässrigen Konversionsverfahrens.

[0033] Eine durch Säure umgewandelte Stärke wurde nach herkömmlichen Techniken unter Verwendung einer wässrigen Stärkeaufschlammung produziert. Kurz ausgedrückt, eine gerührte Aufschlammung mit 40% Feststoffen nativer Tapiokastärke wurde auf eine Temperatur von 52 °C in einem Wasserbad eingestellt. Konzentrierte Salzsäure wurde direkt der Aufschlammung zugesetzt und das Reaktionsgemisch wurde für 14 Stunden gerührt. Das Reaktionsgemisch wurde unter Verwendung von Natriumcarbonat auf einen pH von 4,5 eingestellt und dann auf einen End-pH von 5,5 mit verdünntem Natriumhydroxid eingestellt. Die resultierende konvertierte Stärke wurde mit Wasser gewaschen, aus der Lösung abfiltriert und an der Luft trocknen gelassen. Es wurden drei verschiedene Versuche an Tapiokastärke mit diesem "wässrigen" Verfahren durchgeführt, wobei verschiedene Mengen an Säure eingesetzt wurden, um drei konvertierte Stärken mit unterschiedlichen Wasserfluiditäten zu erhalten (Proben A, B und C).

[0034] Zum Vergleich wurden drei Proben der nativen Tapiokastärke konvertiert (Proben D, E und F), und zwar nach dem Verfahren von Beispiel 1 zu verschiedenen Wasserfluiditäten. Dies erforderte keine unterschiedlichen Säuremengen.

[0035] Ihre Wasserfluiditäten ("WF"), die Menge an zurückgehaltenen Feststoffen und die Farbwerte der Proben A-F wurden nach den oben beschriebenen Verfahren gemessen. Die erhaltenen Daten sind in Tabelle 1 aufgezeichnet.

Probe #	Konversionsverfahren	% verwendete Säure (bezogen auf das Gewicht von trockener Stärke)	WF	Zurückgehaltene lösliche Bestandteile (%)	Farbe (Hunter "L"-Wert)
A	wässriges	0,7	67	0,52	92,9
B	wässriges	1,15	77	0,79	92,4
C	wässriges	2,00	80	1,57	92,5
D	trockenes	0,38	78	4,10	93,0
E	trockenes	0,38	83	30,1	93,7
F	trockenes	0,38	90	79,8	
D	trockenes (gewaschen)			0,5	
E	trockenes (gewaschen)			4,9	
F	trockenes (gewaschen)			16,9	

[0036] Wie aus den in der Tabelle präsentierten Daten zu sehen ist, erreichen die thermisch konvertierten Stärken der vorliegenden Erfindung (hergestellt nach dem "trockenen" Verfahren) höhere Konversionsgrade bzw. Umwandlungsgrade, wie es durch die relativen Wasserfluiditäten ausgedrückt wird, als mit dem wässrigen Konversionsverfahren bzw. Umwandlungsverfahren ("wässriges") während weniger Säure verwendet wird, was beweist, dass das trockene Konversionsverfahren ein wirksameres Verfahren ist.

[0037] Der Unterschied bei den Verfahren beeinträchtigt die Farbe der konvertierten Stärken nicht nachteilig, wie es durch die vergleichbaren Farbwerte der Endprodukte bewiesen wird. Darüber hinaus können die Produkte der thermischen Konversion ohne Waschen verwendet werden und behalten dementsprechend vorteilhafterweise eine viel höhere Konzentration an Feststoffen mit niedrigem Molekulargewicht bei. Alternativ können die thermisch konvertierten Stärken gewaschen werden, um den Grad des Gehalts an löslichen Komponenten zu manipulieren.

Patentansprüche

1. Verfahren zum Konvertieren einer Basisstärke, die weniger als 18% Feuchtigkeit hat, in eine konvertierte Stärke, umfassend die Schritte:

- Mischen der Basisstärke mit einer Säure,
- Trocknen des Gemisches auf einen Feuchtigkeitsgehalt von weniger als 1% und
- Wärmen des getrockneten Gemisches auf eine Temperatur und für eine Zeit, die ausreichend sind, um die konvertierte Stärke mit einer Trichterfließviskosität von 5 bis 50 Sekunden zu produzieren,
- wobei die Basisstärke in einen Reaktor gegeben wird, der eine konvektive und konduktive Energiequelle hat, dann ein fluidisierendes Gas mit einer Rate eingeführt wird, bei der die Stärke in dem Reaktorbett suspendiert wird, wasserfreie Säure und ein Trägergas direkt in das fluidisierende Gas des Wirbelschichtreaktors injiziert werden, um das Mischen der Stärke und der Säure durchzuführen, wobei die Temperatur des Betts auf eine Temperatur im Bereich von 50 bis 135°C für 3 Minuten bis eine Stunde erhöht wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1, wobei das Verfahren mittels Fließbettbedingungen durchgeführt wird.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, wobei das getrocknete Gemisch für weniger als eine Stunde erwärmt wird.

4. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, wobei das Verfahren als ein Chargenverfahren durchgeführt wird.

5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, wobei das Verfahren als kontinuierliches Verfahren durch-

geführt wird.

Es folgt kein Blatt Zeichnungen