

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2013-142155

(P2013-142155A)

(43) 公開日 平成25年7月22日 (2013.7.22)

(51) Int.Cl.
C08B 30/00 (2006.01)F I
C08B 30/00テーマコード (参考)
4C090

審査請求 未請求 請求項の数 13 O L 外国語出願 (全 23 頁)

(21) 出願番号	特願2013-149 (P2013-149)	(71) 出願人	512035620 コーンプロダクツ ディベロップメント インコーポレーテッド アメリカ合衆国, イリノイ 60154, ウエストチェスター, ウェストブルック コーポレート センター 5
(22) 出願日	平成25年1月4日 (2013.1.4)	(74) 代理人	100099759 弁理士 青木 篤
(31) 優先権主張番号	13/345, 237	(74) 代理人	100077517 弁理士 石田 敬
(32) 優先日	平成24年1月6日 (2012.1.6)	(74) 代理人	100087413 弁理士 古賀 哲次
(33) 優先権主張国	米国 (US)	(74) 代理人	100111903 弁理士 永坂 友康

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】疎水性デンプン製品の単一相調製

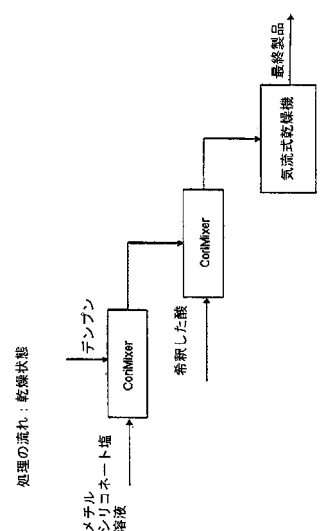
(57) 【要約】

【課題】撥水性（疎水性）を持たせるためのシリコネート塩を用いた水性混合工程でデンプンを処理するこれまでの試みにおける、望ましくない特性、及び／又は商業上の不利益を解決する。

【解決手段】シリコネートと酸を用いて単一相工程で処理されたデンプンを含む、自由流動性、疎水性デンプンの単一相調製が、本明細書で記載されている。

【選択図】図1

図1



【特許請求の範囲】**【請求項 1】**

シリコネート溶液とデンプンとを混合して、シリコネート溶液／デンプン混合物を形成するステップであって；

前記シリコネート溶液が、シリコネートを含み；

前記シリコネート溶液／デンプン混合物のシリコネート百分率が、少なくとも 0.5 % であり；

前記シリコネート溶液／デンプン混合物の全水分率が、少なくとも 5 %、且つ、50 % 以下である、ステップと、

十分に前記混合物を混合して、疎水性デンプン混合物をもたらすステップとを含む、方法。

10

【請求項 2】

水を、前記シリコネート溶液及び前記デンプンと混合して、シリコネート溶液／デンプン混合物を形成するステップをさらに含む、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】

前記シリコネート溶液／デンプン混合物の全水分率が、少なくとも 10 %、且つ、30 % 以下である、請求項 1 又は 2 に記載の方法。

【請求項 4】

前記疎水性デンプン混合物を乾燥させて、0～18 % (w/w) の残留水分率を有する乾燥疎水性デンプンを得るステップをさらに含む、請求項 1～3 のいずれか 1 項に記載の方法。

20

【請求項 5】

前記残留水分率が、7～14 % (w/w) である、請求項 4 に記載の方法。

【請求項 6】

前記疎水性デンプン混合物が、以下の試験：75 ml の水を Goetz 型遠沈管に加え；5 g の前記疎水性デンプン混合物を加え；遠沈管を液跳ねさせずに 10 回転倒させるが、「転倒する」とは、少なくとも 3 秒かけて、管を逆さまにし、そして元の位置に戻すことを意味するものであり；前記遠沈管を 30 分間放置し；前記遠沈管を液跳ねさせずにさらに 10 回ゆっくり転倒させ；前記遠沈管をさらに 30 分間放置し；そして前記遠沈管内の沈降したデンプンの体積を記録する、によって評価した場合に 3 ml 以下の疎水性を示す、請求項 1～5 のいずれか 1 項に記載の方法。

30

【請求項 7】

前記乾燥疎水性デンプンが、0.8 ml 以下の疎水性を示す、請求項 6 に記載の方法。

【請求項 8】

前記シリコネート溶液が、メチルシリコネート塩を含む、請求項 1～7 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 9】

前記疎水性デンプン混合物が、自由流動性である、請求項 1～8 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 10】

請求項 1～9 のいずれか 1 項に記載の方法に従って調製された、製品。

40

【請求項 11】

シリコネート溶液とデンプンとを混合して、シリコネート溶液／デンプン混合物を形成するステップであって；

前記シリコネート溶液が、シリコネートを含み；

前記シリコネート溶液／デンプン混合物のシリコネート百分率が、少なくとも 0.5 % であり；

前記シリコネート溶液／デンプン混合物の全水分率が、少なくとも 5 %、且つ、50 % 以下である、ステップと、

十分に前記混合物を混合して、自由流動性デンプン混合物をもたらすステップとを含む

50

、方法。

【請求項 1 2】

請求項 1 1 に記載の方法に従って調製された、製品。

【請求項 1 3】

得られたデンプン混合物が、実施例 4 に記載のとおり試験された際に、少なくとも 7 . 0 c m のデンプンパイル径を有する、請求項 9 又は 1 1 に記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【背景技術】

【0 0 0 1】

撥水性（疎水性）を持たせるためのシリコネート塩を用いた水性混合工程でデンプンを処理するこれまでの試みは、望ましくない特性、及び／又は商業上の不利益を招いていた。

【発明の概要】

【課題を解決するための手段】

【0 0 0 2】

以下の実施形態は、本発明をさらに例示及び解説するために提示されているので、いかなる点においても本発明を制限するものと解釈すべきではない。使用したすべての百分率は、別段の定めがない限り、重量／重量方式による。

1. シリコネート溶液とデンプンとを混合して、シリコネート溶液／デンプン混合物を形成するステップであって；

前記シリコネート溶液が、シリコネートを含み；

前記シリコネート溶液／デンプン混合物のシリコネート百分率が、少なくとも 0 . 5 % であり；

前記シリコネート溶液／デンプン混合物の全水分率が、少なくとも 5 % 、且つ、5 0 % 以下である、ステップと、

十分に前記混合物を混合して、疎水性デンプン混合物をもたらすステップとを含む、方法。

2. 水を、前記シリコネート溶液及び前記デンプンと混合して、シリコネート溶液／デンプン混合物を形成するステップをさらに含む、実施形態 1 に記載の方法。

3. 前記シリコネート溶液／デンプン混合物の全水分率が、少なくとも 1 0 % 、且つ、3 0 % 以下である、実施形態 1 又は 2 に記載の方法。

4. 前記疎水性デンプン混合物を乾燥させて、0 ～ 1 8 % (w / w) の残留水分率を有する乾燥疎水性デンプンを得るステップをさらに含む、実施形態 1 ～ 3 のいずれか 1 項に記載の方法。

5. 前記残留水分率が、7 ～ 1 4 % (w / w) である、実施形態 4 に記載の方法。

6. 前記疎水性デンプン混合物が、以下の試験：7 5 m l の水を G o e t z 型遠沈管に加え；5 g の前記疎水性デンプン混合物を加え；遠沈管を液跳ねさせずに 1 0 回転倒させるが、「転倒する」とは、少なくとも 3 秒かけて、管を逆さまにし、そして元の位置に戻すことを意味するものであり；前記遠沈管を 3 0 分間放置し；前記遠沈管を液跳ねさせずにさらに 1 0 回ゆっくり転倒させ；前記遠沈管をさらに 3 0 分間放置し；そして前記遠沈管内の沈降したデンプンの体積を記録する、によって評価した場合に 3 m l 以下の疎水性を示す、実施形態 1 ～ 5 のいずれか 1 項に記載の方法。

7. 前記乾燥疎水性デンプンが、0 . 8 m l 以下の疎水性を示す、実施形態 6 に記載の方法。

8. 前記シリコネート溶液が、メチルシリコネート塩を含む、実施形態 1 ～ 7 のいずれか 1 項に記載の方法。

9. 前記疎水性デンプン混合物が、自由流動性 (free flowing) である、実施形態 1 ～ 8 のいずれか 1 項に記載の方法。

1 0. 実施形態 1 ～ 9 のいずれか 1 項に記載の方法に従って調製された、製品。

1 1. シリコネート溶液とデンプンとを混合して、シリコネート溶液／デンプン混合物

を形成するステップであって；

前記シリコネート溶液が、シリコネートを含み；

前記シリコネート溶液／デンプン混合物のシリコネート百分率が、少なくとも 0.5 % であり；

前記シリコネート溶液／デンプン混合物の全水分率が、少なくとも 5 %、且つ、50 % 以下である、ステップと、

十分に前記混合物を混合して、自由流動性デンプン混合物をもたらすステップとを含む、方法。

12. 実施形態 11 に記載の方法に従って調製された、製品。

13. 得られたデンプン混合物が、実施例 4 に記載のとおり試験された際に、少なくとも 7.0 cm のデンプンパイル径を有する、実施形態 9 又は 11 に記載の方法。

10

【0003】

図面のそれぞれの視点の簡単な説明

本発明を添付の図面に関してさらに説明するが、ここで、同種の構造はそれぞれの視点を通じて同種の数字によって言及される。示した図面は、必ずしも実寸である必要はなく、その代わりにほとんどの場合、本発明の本質を例示することに重点が置かれている。

【図面の簡単な説明】

【0004】

【図 1】本発明の工程のある実施形態に関して工程の流れを示す。

【発明を実施するための形態】

20

【0005】

発明の詳細な説明

本発明の詳細な実施形態は、本明細書中に開示されている。しかしながら、開示している実施形態は単なる例証にすぎず、そしてそれは、様々な形態で具体化され得ることを理解すべきである。加えて、本発明の様々な実施形態に関するそれぞれの所定の実施例は、説明に役立つように意図され、制限するように意図するものではない。さらに、図面は必ずしも実寸である必要はなく、特定の成分の詳細を示すために、いくつかの特徴が誇張され得る。加えて、図中に示されたあらゆる測定値、仕様などは、説明に役立つように意図され、制限することを意図するものではない。そのため、本明細書中に開示された特定の構造的及び機能的な詳細は、制限として解釈されるのではなく、単に当業者が本発明を様々に用いることを教示する代表的な基礎と解釈される。

30

【0006】

別段の定めがない限り、本明細書中に示されたすべての百分率は、重量／重量である。

【0007】

この特許出願における単位は、ほとんどの場合、英単位で示されており、それに続いて英単位を S I 単位に変換したものが（括弧内に）示されている。挿入的 S I 単位が英単位と矛盾した又は英単位から誤って変換された数を表す場合を除き、英単位は正確に読み取られるべきである。

【0008】

本発明を記載及び主張する目的のために、次の用語が規定される：

40

【0009】

用語「自由流動性」（free flowing）は、本出願の実施例 4 に従って試験された製品の特性を意味する。製品は、実施例 4 に規定されたとおりに試験された際に、少なくとも 7.0 cm のデンプンパイル径（starch pile diameter）を有する場合、自由流動性と見なされる。

【0010】

用語「疎水性」（hydrophobic）は、本出願の実施例 5 に従って試験された製品の特性を意味する。製品は、実施例 5 に規定されたとおりに試験された際に、1.0 ml 以下の体積測定値を有する場合、疎水性と見なされる。

【0011】

50

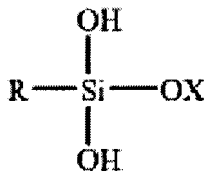
用語「残留水分率」(residual moisture content)は、加熱下での水分重量の減少に起因する物質の全質量百分率を意味し、CSC Mechanical Moisture Balanceを利用することで「乾燥減量」法によって評価される。約5グラムのデンプンが(そのまま)トレーに乗せられる。温度が95℃に設定される。工程の終了時に、モイスチャ・バランスがサンプルの残留水分率の測定値を提供する。

【0012】

用語「シリコネート」(siliconate)は、例えば、アルキルシリコネートやフェニルシリコネートなどの有機シリコネート、及びこれだけに限定されるものではないが、ナトリウム塩やカリウム塩などを含めたその塩を意味する。アルカリ金属アルキルシリコネートには、以下の一般式：

10

【化1】



{式中、Rが、1以上の炭素を含むアルキル基であり、そしてXが、アルカリ金属である。}で規定されたものが含まれる。

20

【0013】

用語「シリコネート溶液」(siliconate solution)は、溶媒中に溶解したシリコネートを意味し、そして任意に追加分、例えば苛性剤(caustic agent)を含んでもよい。

【0014】

用語「シリコネート添加圧力」(siliconate addition PSI)は、本願発明のある実施形態においてシリコネート溶液をデンプンに加える際にかける圧力を意味する。

【0015】

用語「シリコネート比」(siliconate ratio)は、重量/重量方式で表されるシリコネート溶液対追加水の比(追加水は、シリコネート溶液に追加される、及び/又は本発明のデンプンに別々に加えられる)を意味する。

30

【0016】

用語「シリコネート百分率」(siliconate percentage)は、重量/重量方式で算出されたシリコネート対デンプンの量を意味する。

【0017】

用語「シリコネート溶液百分率」(siliconate solution percentage)は、シリコネート溶液中のシリコネートの重量/重量比を意味する。シリコネート溶液は、溶媒中にシリコネートを含み、さらに例えば、苛性剤に含んでいてもよい。

【0018】

用語「単一相」(single phase)は、二相、すなわち、水相とデンプン相から成る「スラリー」と比較して、単一相の、高固体粉状混合物(high solid, powdered mixture)を意味する。

40

【0019】

用語「デンプン」(starch)は、自然又は天然型のデンプン、並びに物理的、化学的、酵素的工程によって変性されたデンプンも指し、そしてさらに、デンプンの平衡水も含む。

【0020】

本明細書中に使用される用語「全水分率」(total moisture)は、デンプンの水分、並びに加えられた水分を意味するように意図される。よって、例えば、デンプンに10%の水分率があり、10gの水が90gのデンプンに加えられたのであれば、全水分率は19

50

%になるであろう。

【0021】

本発明のための好適な材料は、あらゆる天然起源、そして一実施形態において、デンプンから得ることができる。本明細書中に使用される天然起源は、それが天然に見られるものである。異種交配、転座、反転、形質転換、又は遺伝子組み換え生物（GMO）と通常呼ばれるその変異体を含むためのその他の遺伝子若しくは染色体工学を含めた標準的な繁殖方法によって入手された植物から得られたデンプンもまた、好適である。公知の突然変異育種の標準的な方法によって作出され得る、人為的突然変異体から栽培した植物や先の一般的な組成物の変形形態から得られたデンプンもまた、本明細書では好適である。

【0022】

デンプンの典型的な起源は、穀草類（穀物）、種子、塊茎、根茎、マメ及び果実である。天然起源は、トウモロコシ（corn (maize)）、エンドウマメ、ジャガイモ、サツマイモ、バナナ、オオムギ、コムギ、コメ、オートムギ、サゴ、アマランス、タピオカ（キャッサバ）、クズウコン、カンナ、及びソルガム、並びにそのワキシー（waxy）又は高アミロース変種である。範囲内で実施される発明は、アミロース含量にかかわらずすべてのデンプンに関連するので、天然のもの、遺伝子操作されているもの又は雑種交配育種から得られたものを含めたすべてのデンプン起源を含むように意図される。一実施形態において、デンプンはタピオカデンプンであり、別の実施形態において、デンプンはデントコーンデンプンである。

【0023】

一実施形態において、デンプンは、デンプンをシリコネート溶液と混合する前、その最中、又はその後のいずれかにいろいろな実行可能な処理によって変性される。

【0024】

本発明の一実施形態において、デンプンは、デンプンをシリコネート溶液と混合する前、その最中、又はその後のいずれかに転換によって変性される。

【0025】

本発明の別の実施形態において、デンプンは、デンプンをシリコネート溶液と混合する前、その最中、又はその後のいずれかに化学的に変性される。化学的に変性されたデンプンには、これだけに限定されるものではないが、架橋されたデンプン、アセチル化及び有機的にエステル化されたデンプン、ヒドロキシエチル化及びヒドロキシプロピル化されたデンプン、リン酸化及び無機的にエステル化されたデンプン、カチオン性、アニオン性、非イオン性、双性イオン性のデンプン、並びにデンプンのスクシナート及び置換スクシナート誘導体を含むように意図される。

【0026】

本発明の別の実施形態において、デンプンは、デンプンをシリコネート溶液と混合する前、その最中、又はその後のいずれかに物理的に変性される。物理的に変性されたデンプン、例えば、熱的に阻害されたデンプンなどもまた、本明細書における使用に好適であり得る。物理的に変性されたデンプンには、高いパーセンテージのアミロースが存在する分画されたデンプン、又は研磨又は剪断によって変性されたデンプンを含むように意図される。物理的に変性されたデンプンには、これだけに限定されるものではないが、温熱阻害、塊状集積、及びデンプン粒度又は形態の操作が含まれる。

【0027】

本発明の別の実施形態において、デンプンは、デンプンをシリコネート溶液と混合する前、その最中、又はその後のいずれかに酵素的に変性される。

【0028】

デンプン本来のものであるか、加工中に作り出された、風味、臭い、又は色をデンプンから取り除くために当該技術分野で知られているいずれかの方法により、あらゆる変性の前又はその後のいずれかに、本明細書における使用に好適な特性を有するあらゆるデンプン又はデンプン混合物を精製することができる。デンプンは、これだけに限定されるものではないが、洗浄、透析、濾過、イオン交換工程、水蒸気ストリッピング、例えば亜塩素

10

20

30

40

50

酸塩による漂白、酵素変性、及び／又は遠心分離を含めて当該技術分野で知られている方法によって不純物、副産物、異臭、及び色を取り除くために精製されてもよい。こうした精製は、工程内のどの時点でおこなってもよい。

【0029】

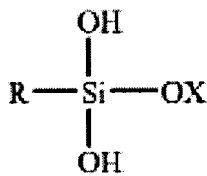
好適な材料にはまた、本発明を得るのに十分なほどシリコネート溶液と混合し得る、あらゆる好適な小麦粉、又は生物ベースの適当な粒子若しくは顆粒が含まれてもよい。一実施形態において、好適な材料は、トウモロコシの穂軸 (cob) の粉末である。

【0030】

シリコネートには、アルキルシリコネートやフェニルシリコネートなどの有機シリコネート、及びその塩が含まれる。一実施形態において、塩には、ナトリウム塩及びカリウム塩が含まれる。アルカリ金属アルキルシリコネートには、以下の一般式：

10

【化2】



20

{式中、Rが、1以上の炭素を含むアルキル基であり、そしてXが、アルカリ金属である。}に規定されるものが含まれる。一実施形態において、アルカリ金属アルキルシリコネートは、メチルシリコネートナトリウム {式中、Rが、メチル基であり、そしてXが、ナトリウムである。}である。アルカリ金属有機シリコネートの代表的な種には、メチルシリコネートナトリウム、エチルシリコネートナトリウム、プロピルシリコネートナトリウム、メチルシリコネートカリウム、エチルシリコネートカリウム、及びプロピルシリコネートカリウムが含まれる。

【0031】

別の実施形態において、メチルシリコネートのナトリウム又はカリウム塩 (例えば、これだけに限定されるものではないが、X I A M E T E R (登録商標) O F S - 0 7 7 2 S i l i c o n a t e 又はX I A M E T E R (登録商標) O F S 0 7 7 7 S i l i c o n a t e) が利用される。

30

【0032】

好適な酸には、水素供与性酸、例えば、塩酸、硫酸、硝酸、リン酸、及び酢酸が含まれる。一実施形態において、酸は塩酸である。

【0033】

一実施形態において、本発明の方法に関する十分混合する態様は、ミキサーとフィーダーで構成されるC o r i M i x (登録商標) 装置 (Lodige Process Technology, Paderborn, Germany www.loedige.de) を利用することで実施される。C o r i M i x (登録商標) 装置には、液体を乾燥デンプンと混合する能力、すなわち、水分率及び／又はpHを調整するために酸などの液体化学試薬及び／又は水を加える能力がある。フィーダーホッパーは、最大約100lbs. (45.35kg) の乾燥デンプンを保持することができ、且つ、最速で1時間に約210lbs. (95.25kg) の乾燥デンプンをミキサー内に投入する能力がある。ミキサーとフィーダーの側面には液体添加タンクもある。

40

【0034】

一実施形態において、C o r i M i x (登録商標) のスピードは、疎水性デンプンをもたらすデンプンとシリコネート溶液の十分な混合につながるいずれかのスピードである。

【0035】

別の実施形態において、C o r i M i x (登録商標) のスピードは、約3000RPMである。

50

【0036】

一実施形態において、デンプンへのシリコネート、シリコネート溶液、水、及び／又は酸の添加前に、C o r i M i x（登録商標）及びデンプン・フィードのスイッチを入れる。

【0037】

別の実施形態において、結果として疎水性デンプンを得るのに十分なデンプンとシリコネート溶液の混合をもたらす限り、添加順序、バッチサイズ、及び混合装置のどのような組み合わせが利用されてもよい。

【0038】

シリコネート溶液がデンプンに加えられて、混合物を形成する。シリコネート溶液は、それ自体がデンプンと組み合わせられることも、あるいは、酸及び／又は水と組み合わせられることもできる。一実施形態において、シリコネート溶液と酸が、デンプンに加えられる。別の実施形態において、シリコネート溶液と水が、デンプンに加えられる。さらに他の実施形態において、シリコネート溶液と水が、デンプンに加えられ、次いで、十分な混合の後に、酸が加えられる。さらに別の実施形態において、シリコネート溶液、水、及び酸が、混合され、次いで、デンプンに加えられる。

【0039】

一実施形態において、シリコネート溶液は、Dow Corning Corporation (Midland, MI) から市販されているX I A M E T E R（登録商標）O F S - 0 7 7 2 S I L I C O N A T E又はX I A M E T E R（登録商標）O F S - 0 7 7 7 S I L I C O N A T Eであり、そしてそれは、約13のpHで提供され得る。

【0040】

シリコネートは、任意の好適な溶剤中に懸濁されて、シリコネート溶液を形成し得る。好適な溶剤には、これだけに限定されるものではないが、水、苛性剤、及び水と苛性剤の組み合わせが含まれる。

【0041】

一実施形態において、シリコネート溶液自体のシリコネートの量を変更することもできる。

【0042】

一実施形態において、シリコネート溶液は、約32%のメチルシリコネートナトリウム又はメチルシリコネートカリウムのシリコネート溶液百分率（任意に約28%以上のシリコネート又はメチルシリコネートカリウム）を有し、最大0.9%の残留メタノール、3%以下の塩化ナトリウム、及び残りの水を含む。

【0043】

シリコネート百分率は、変更することもでき、一実施形態において、約0.5重量%～約5重量%、あるいは約1.0重量%～約2.0重量%、あるいは約1.3重量%になる。

【0044】

シリコネート溶液と水は、ともにデンプンと組み合わせられて、混合物を形成し得る。一実施形態において、シリコネート溶液／デンプン混合物は、二相、すなわち、水相とデンプン相から成るスラリーと比較して、単一相の高固体粉状混合物である。

【0045】

一実施形態において、全水分率は、少なくとも約5%である。別の実施形態において、全水分率は、少なくとも約10%である。さらに別の実施形態において、全水分率は、少なくとも約15%である。一実施形態において、全水分率は、約50%以下である。別の実施形態において、全水分率は、約45%以下である。さらに別の実施形態において、全水分率は、約40%以下である。さらなる実施形態において、全水分率は、約30%以下である。より一層さらに別の実施形態において、全水分率は、約20%以下である。一実施形態において、全水分率は、約19.5%である。

【0046】

シリコネート溶液はまた、様々な圧力にて混合室に導入されて、混合物を形成し得る。

【0047】

別の実施形態において、本発明の工程のシリコネート添加圧力は、少なくとも3PSI (20.68kPa)である。

【0048】

別の実施形態において、本発明の工程のシリコネート添加圧力は、少なくとも6PSI (41.37kPa)である。

【0049】

別の実施形態において、本発明の工程のシリコネート添加圧力は、15PSI (103.32kPa)以下である。

【0050】

別の実施形態において、本発明の工程のシリコネート添加圧力は、約3PSI (20.68kPa)～約15 (103.32kPa)である。

【0051】

デンプンはまた、様々な速度で混合室に導入されて、混合物を形成し得る。

【0052】

別の実施形態において、デンプンの速度は、約3lb (1.36kg) /分である。

【0053】

別の実施形態において、結果として疎水性デンプンを得るのに十分なデンプンとシリコネート溶液の混合をもたらす限り、デンプンの速度は、添加順序、バッチサイズ、及び混合装置と組み合わせた任意の速度を利用できる。

【0054】

別の実施形態において、結果として疎水性デンプンを得るのに十分なデンプンとシリコネート溶液の混合をもたらす限り、混合時間は、添加順序、バッチサイズ、及び混合装置と組み合わせた任意の持続時間を利用できる。

【0055】

一実施形態において、混合工程は、バッチ工程として進められ得る。

【0056】

別の実施形態において、混合工程は、連続工程として進められ得る。

【0057】

別の実施形態において、結果として疎水性デンプンを得るのに十分なデンプンとシリコネート溶液の混合をもたらす限り、混合時間は、添加順序、バッチサイズ、及び混合装置と組み合わせたバッチ又は連続工程のいずれかの任意の持続時間を利用できる。

【0058】

さらに、デンプンは、本明細書に記載の疎水性デンプンを得るのに十分な混合ステップをもたらすのに有効な圧力にて、シリコネートと組み合わせてC o r i M i x (登録商標)に加えられる。

【0059】

一実施形態において、デンプンとシリコネートを含む混合物は、本発明の疎水性デンプンを得るのに好適な期間、混合される。

【0060】

一実施形態において、デンプン／シリコネート溶液混合物の混合は、混合したデンプンが本明細書中に記載のとおり評価される疎水性に達するまで進められる。

【0061】

一実施形態において、デンプン／シリコネート溶液混合物の混合は、混合したデンプンが本明細書中に記載のとおり評価される自由流動性状態に達するまで進められる。

【0062】

一実施形態において、混合した疎水性デンプンは、アルカリ性のpH、即ち一実施形態において、約10～12のpHを有する。

【0063】

10

20

30

40

50

シリコネート溶液の酸性調節は、溶液からのシリコネートの好ましくない沈殿をもたらすこともある。従って、酸性調整されたシリコネート溶液のデンプンとの組み合わせ前に、シリコネート溶液自体が酸性調整されるのであれば、そのようなpH調節は、(1)その溶液からのシリコネートの望ましくない沈殿を避ける程度の範囲内で、及び／又は(2)酸性調整されたシリコネート溶液のデンプンとの組み合わせの直前に、おこなわれる。

【0064】

一実施形態において、シリコネート溶液のpHは、シリコネート溶液をデンプンに加えて、シリコネート溶液／デンプン混合物を形成する前及び／又はそのときに調整される。

【0065】

別の実施形態において、シリコネート溶液／デンプン混合物のpHは、混合中に調整される。

10

【0066】

別の実施形態において、疎水性シリコネート溶液／デンプン混合物のpHは、混合後に調整される。

【0067】

別の実施形態において、疎水性デンプン混合物のpHは、酸を加えることによって所望のpHに調整される。pHは、中性付近のpH(6~8)に調整されることができる。pHは、所望のpHを生じるように十分に水中に溶解した酸を使用して、4超、且つ、約11.5未満に、あるいは約5~約9に、あるいは約6~約8に、あるいは約6.5~約7.5に、あるいは約6.8~約6.9に調整されることができる。

20

【0068】

デンプン、シリコネート、及び酸は、疎水性デンプン組成物を作製するために以下の方法で使用できる。デンプン、シリコネート溶液、及び酸の混合物は、あらゆる好適な様式で調製される。例えば、デンプンは、様々な天然のデンプンのうちのいずれかから調製されることができ、そしてシリコネート溶液は、任意に追加の水とともに、デンプンと組み合わせられて、デンプンとシリコネートを含む疎水性デンプン混合物を形成することができる。疎水性デンプン混合物は、好適な量の酸の添加によって所望の中性付近のpHに調整されることができる。あるいは、疎水性デンプン混合物は、溶液をデンプン、及び任意に追加の水と組み合わせる前に、シリコネート溶液を溶液の形で酸と組み合わせて、疎水性デンプン混合物を形成する方法によって作製されることができる。言い換えれば、溶液はシリコネートと酸から作製されることができ、そしてその溶液は、好適な量の酸を用いて、所望の中性付近のpHに調整されるが、シリコネート及び任意の水に加えられた酸の量により、続いて調製された疎水性デンプン混合物のpHが決定する。

30

【0069】

一実施形態において、デンプン、シリコネート、及び酸は、自由流動性デンプン混合物を作製するために以下の方法で使用できる。デンプン、シリコネート溶液、及び酸の混合物は、あらゆる好適な様式で調製される。例えば、デンプンは、様々な天然のデンプンのうちのいずれかから調製されることができ、そしてシリコネート溶液は、任意に追加の水とともに、デンプンと組み合わせられて、デンプンとシリコネートを含む自由流動性デンプン混合物を形成することができる。自由流動性デンプン混合物は、好適な量の酸の添加によって所望の中性付近のpHに調整されることができる。あるいは、自由流動性デンプン混合物は、溶液をデンプン、及び任意に追加の水と組み合わせる前に、シリコネート溶液を溶液の形で酸と組み合わせて、自由流動性デンプン混合物を形成する方法によって作製されることができる。言い換えれば、溶液はシリコネートと酸から作製されることができ、そしてその溶液は、好適な量の酸を用いて、所望の中性付近のpHに調整されるが、シリコネート及び任意の水に加えられた酸の量により、続いて調製された自由流動性デンプン混合物のpHが決定する。

40

【0070】

別の実施形態において、疎水性デンプン混合物は、酸性のpHを有する。

【0071】

50

別の実施形態において、疎水性デンプン混合物は、実質的に中性のpHを有する。

【0072】

別の実施形態において、疎水性デンプン混合物は、アルカリ性のpHを有する。

【0073】

別の実施形態において、疎水性デンプン混合物は、乾燥により酸性のpHを有する。

【0074】

別の実施形態において、疎水性デンプン混合物は、乾燥により実質的に中性のpHを有する。

【0075】

別の実施形態において、疎水性デンプン混合物は、乾燥によりアルカリ性のpHを有する。

10

【0076】

一実施形態において、疎水性デンプン混合物を、pH調節前又は後のいずれかに乾燥させる。一例において、デンプン固体は、無水であっても、実質的に無水であってもよく（1%以下の最小限の含水率まで乾燥させる）；2%以下の残留水分率；3%以下の残留水分率；4%以下の残留水分率；5%以下の残留水分率；6%以下の残留水分率；7%以下の残留水分率；8%以下の残留水分率；9%以下の残留水分率；10%以下の残留水分率；11%以下の残留水分率；12%以下の残留水分率；13%以下の残留水分率；14%以下の残留水分率；15%以下の残留水分率；16%以下の残留水分率；17%以下の残留水分率；又は18%以下の残留水分率であってもよい。前記の最大含水率は、範囲を形成するように組み合わせられてもよい。

20

【0077】

一実施形態において、乾燥疎水性デンプンの残留水分率は、約7～約14%である。

【0078】

一実施形態において、乾燥疎水性デンプン混合物は、実施例4に規定される基準に基づき自由流動性である。別の実施形態において、乾燥疎水性デンプン混合物は、少なくとも7.0cmのデンプンパイル径を形成するくらいに自由流動性である。別の実施形態において、乾燥疎水性デンプン混合物は、少なくとも7.5cmのデンプンパイル径を形成するくらいに自由流動性である。別の実施形態において、乾燥疎水性デンプン混合物は、少なくとも8.0cmのデンプンパイル径を形成するくらいに自由流動性である。別の実施形態において、乾燥疎水性デンプン混合物は、少なくとも9.0cmのデンプンパイル径を形成するくらいに自由流動性である。別の実施形態において、乾燥疎水性デンプン混合物は、少なくとも10.0cmのデンプンパイル径を形成するくらいに自由流動性である。

30

【0079】

一実施形態において、疎水性デンプン混合物は、実施例5に規定される基準に基づき疎水性である。一実施形態において、疎水性デンプン混合物は、遠沈管の底へのデンプン沈降が3ml以下であるくらいに疎水性である。別の実施形態において、疎水性デンプン混合物は、遠沈管の底への沈降が1.5ml以下であるくらいに疎水性である。さらに別の実施形態において、疎水性デンプン混合物は、沈降が0.8ml以下であるくらいに疎水性である。一実施形態において、疎水性デンプン混合物は、沈降が0.6ml以下であるくらいに疎水性である。一実施形態において、疎水性デンプン混合物は、沈降が0.4ml以下であるくらいに疎水性である。

40

【実施例】

【0080】

以下の実施形態は、本発明をさらに例示及び解説するために提示されているので、いかなる点においても本発明を制限するものと解釈すべきではない。使用したすべての百分率は、重量／重量方式による。

【0081】

実施例1：疎水性デンプン混合物の生成

50

この実施例は、十分混合されたデンプンの生成のある実施形態を例示する。一実施形態において、C o r i M i x（登録商標）を、本明細書中の表1に開示したトウモロコシデンプン及び／又はタピオカデンプン、又はその他の好適なデンプン若しくは他の好適な生物ベースの材料を混合するのに利用する。C o r i M i x（登録商標）は、ミキサー及びフィーダーの2つの構成要素で構成されている。ミキサーは、3500rpmの最高速度を有し、メインパネル表示により制御される。それには、材料を混合し、混合した材料のpH、水分、及び酸処理を調整する能力がある。フィーダーホッパーは最大100lbs（45.36kg）の乾燥デンプンを保持し、そして最速で1時間以内に210lbs（95.25kg）の乾燥デンプンをミキサー内に投入する能力を有する。フィーダーはまた、液体添加又は射出（shot）タンクを持ち、そしてそれは、圧力下、ミキサー内に液体を添加するのに利用することもできる。C o r i M i x（登録商標）は、以下のとおり利用され得る：

10

【0082】

大量の主材料デンプンを得、そしてフィーダーホッパー内に特定量の主材料デンプンを入れる。

【0083】

フィーダーホッパーからミキサー内に添加されるデンプンの速度（lbs／分として示される）を設定する。

【0084】

射出タンクに添加するのに使用される化学試薬を調製する。ドラフト（chemical hood）内で、5ガロン（18.9L）のバケツ中に4.2lbs（1.90kg）のシリコネートを計り取る。5ガロン（18.9L）のバケツ中に8.4lbs（3.80kg）の水道水を加える。手作業で混合する。シリコネート溶液のpHを計測し、記録する。

20

【0085】

材料をC o r i M i x（登録商標）装置の清潔な射出タンク内に移す。ミキサーの試薬添加弁を閉じ、そしてタンクの空気圧を調整することによって、液体流速／圧力を設定する。射出タンクの最大圧力は60psi（413.69kPa）である。圧力は、試薬の総重量、デンプンの添加速度、酸の濃度、及び材料の所望のpHによって、4～35psi（27.58～103.42kPa）（約0.15～0.51lb／分〔0.07～0.23kg／分〕）で変更してもよい。全体的に見て、速度は、およそ、30分以内に100lbs（45.36kg）のデンプンにシリコネートを添加を完了するように設定され得る。酸添加の圧力は、所望の最終生成物のpHに基づいて設定され得る。

30

【0086】

主電源スイッチとフィーダー電源スイッチを入れる。

【0087】

攪拌機のスピードを3000rpmに調整する。スピードを設定した時点で、ミキサーを始動する。C o r i M i x（登録商標）のデンプン流速を3lb（1.36kg）／分に設定する。デンプンの制御フィーダーを始動し、すぐに液体制御弁を開ける。一実施形態において、デンプンの制御フィーダーを介してミキサーに加えられた大量のデンプンは、射出タンクからシリコネート及び／又は酸を加える前に混合されてもよい。シリコネート添加中に、デンプン／シリコネート混合物のサンプルを採取する。水中、20％のサンプルから得たデンプンで作られたスラリーのpHを計測し、記録する。

40

【0088】

ミキサーから取り出したデンプン／シリコネートサンプルが本明細書中に規定されるように疎水性になるように十分混合されているか確認する。

【0089】

デンプンへのシリコネート及び／又は酸の添加が完了した時点で、ミキサーとフィーダーを止める。射出タンクと添加経路を水で洗い流す。制御弁を開いて、射出タンクに水道水を加える。圧力を20psi（137.90kPa）に調整する。ノズルから空の容器内に水を集め、そして捨てる。

50

【0090】

実施例2：疎水性デンプン混合物のpH調整

ミキサーから疎水性及び／又は自由流動性デンプンを取り出し、そしてバッチ又は連続加工疎水性デンプンをフィードホッパーに再び入れる。

【0091】

フィードホッパーからミキサーに添加されるデンプンの速度（I b s．／分で示される）を設定する。

【0092】

酸溶液を調製する。ドラフト内で、8 I b s．（3．63 k g）の水を好適なコンテナ中に加える。1 I b（0．45 k g）の塩酸を前記コンテナに加える。手作業で混合する。希塩酸を、C o r i M i x（登録商標）装置の清潔な射出タンク中に移す。ミキサーの試薬添加弁を閉じる。タンクの空気圧を調整することによって、液体流速／圧力を設定する。

10

【0093】

攪拌機のスピードを3000 r p mに調整する。スピードを設定した時点で、ミキサーを始動する。フィーダーを始動して、すぐに、液体制御弁を開ける。2分後にサンプルを採取し、フィーダーとミキサーを止め、そして液体制御弁を閉じる。サンプルから得た20％のデンプンで作ったスラリーのpHを計測する。5．5～7．5のpHを目標として必要に応じて圧力を調整する。圧力とデンプンの速度を設定した時点で、酸溶液を用いたpH調節を完了する。pHを調整した材料のサンプルを採取する。サンプルから得た20％のデンプンで作られたスラリーを作製し、そしてスラリーのpHを計測する。所望の終点に達していて、且つ、すべての疎水性デンプンがpH調整されたとき、ミキサーを止める。

20

【0094】

実施例3：疎水及び／又は自由流動性デンプンの環状乾燥（ring-drying）

一実施形態において、以下の手順を、B a r r - R o s i n 276 P i l o t R i n g D r y e r (Barr-Rosin Inc., Boisbriand, Quebec)を利用した、一実施形態において、10～14％の残留水分率までの自由流動性及び／又は疎水性デンプンの環状乾燥に利用する。

【0095】

環状乾燥機のスイッチを入れて、ユニットを起動させ、ユニットに起動モードが完了したことが示されるのを待つ。

30

【0096】

制御盤上で：

【0097】

注入口コントローラーをA u t oにセットし、そして温度が設定点に達するまで待つ。

【0098】

排出口コントローラーをM a n u a lにセットし、そして注入口コントローラーの温度と同じ温度に設定する。

【0099】

注入口コントローラーをC a s c a d eモードにセットする。

40

【0100】

排出口コントローラーをA u t oモードに戻す。

【0101】

排出口コントローラーの設定点を所望の温度に設定する。

【0102】

環状乾燥機のフィードホッパーに疎水及び／又は自由流動性デンプンを充填する。

【0103】

環状乾燥機を始動する。混合物が乾燥機内に送り出され始める。制御盤上でベルト速度を所望の運転速度／注入口温度に調整する。注入口温度が高くなり過ぎた場合には、乾燥

50

機の送り出しを止める。

【0104】

必要に応じてフィードホッパーに再び充填する。

【0105】

所望の製品水分率を達成するように排出口温度設定点を調整する。

【0106】

それが適当な保存用コンテナ内に満ちたときには、収集ポットを空にする。

【0107】

乾燥が完了した後に、制御盤上の S t o p ボタンを押して、ユニットを停止する。

【0108】

10

実施例 4：自由流動性の評価

デンプン／シリコネート混合物の「自由流動性」性質は、一実施形態において、以下のとおりに評価され得る。

【0109】

以下のものを調達する：（１）（摩擦による最小限の抵抗を得るための）平滑表面 30 c m × 30 c m を有するガラス板；（２）デンプンの流動距離の直径を計測するための定規；（３）内径 1 インチ（2. 54 c m）、長さ 5 インチ（12. 7 c m）の P V C 管；（４）50 m L のメスシリンダー。

【0110】

一端をプレート上にしっかり静止させて、ガラス板上に管を垂直にセットする。管がプレートで中心で静止していることを確認する。

20

【0111】

通常より密に集まったデンプンを計測することがないように、数秒間、デンプンが入ったコンテナを振盪する。20 m L のサンプルをメスシリンダーに計り取る。

【0112】

管の側面へのデンプンの過度な蓄積を避けながら、前もって計っておいたデンプンサンプルを管に慎重に移す。デンプンが確実に管の底にあるようにするために、管自体が動いていないことを確認しながら、P V C 管とメスシリンダーを軽くたたく。

【0113】

管の外側をつかみ、管が横方向に動くのを最小限にするように確認しながら、管を慎重、且つ、素早く垂直方向に持ち上げる。

30

【0114】

定規を用いて、4つの異なった角度：上部～底部、左～右、左上部～右底部、及び右上部～左底部、からデンプンの円形パイルの径（c m 単位）を計測する。

【0115】

4つの測定値すべてを平均して、平均の直径計測値を得る。

【0116】

残留水分率が 9～13% の場合、パイル径が 7 c m 超であれば、デンプンは十分な自由流動性特性を有している。より低い平衡水分率を有するデンプンは、より高い水分率を有するデンプンに比べてわずかに大きい径を有する。

40

【0117】

実施例 5：疎水性の評価

デンプン粉末の撥水性（疎水性）の比較は、一実施形態において、以下のとおりに、量的に測定されることができる：

【0118】

G o e t z 型遠沈管に 75 m l の水を入れる。試験すべき製品 5 g を加える。遠沈管を、液跳ねさせずに 10 回転倒する。「転倒する」とは、少なくとも 3 秒かけて、管を逆さまにし、そして元の位置に戻すことを意味するものである。30 分間放置する。遠沈管を液跳ねさせずにもう 10 回転倒する。もう 30 分間放置し、そして沈降した粒子の体積を記録する。

50

【0119】

シリコネートで処理した製品は、3 ml 以下、好ましくは 1 ml 以下の体積測定値の疎水性であると見なされる。

【0120】

実施例 6：疎水性トウモロコシデンプン（P A P-37 M E L O J E L（登録商標）デンプン）の生成

この実施例では、M E L O J E L（登録商標）デンプンを使用した本発明の製品の生成を実証する。

【0121】

100 I b s.（45.35 kg）の主材料デンプンを得、そしてフィードホッパー内に一定量の主材料デンプンを入れる。

10

【0122】

フィードホッパーからミキサー内に添加されるデンプンの速度（3.25 I b s.（1.47 kg）／分と示される）を設定する。

【0123】

射出タンクに添加するのに使用される化学試薬を調製する。ドラフト内で、12.6 I b s.（5.71 kg）の X l A M E T E（登録商標）O F S-0772 S I L I C O N A T E（水中、30 パーセントの固体濃度にて供給され、Dow Corning, Midland, MI. から市販されている）を計り取る。

20

【0124】

化学試薬を、5 ガロン（18.9 L）のバケツ中で手作業で混合する。シリコネート溶液の pH を計測し、記録する。

【0125】

混合した化学試薬材料を C o r i M i x（登録商標）装置の清潔な射出タンク内に移す。ミキサーの試薬添加弁を閉じ、そしてタンクの空気圧を調整することによって、15 p s i（103.42 k P a）の液体流速に設定する。

【0126】

攪拌機のスピードを 3000 r p m に調整する。スピードを設定した時点で、制御盤上でミキサーを始動する。C o r i M i x（登録商標）のデンプン流速を 3.25 I b（1.47 kg）／分に設定する。デンプンの制御フィーダーを始動し、すぐに液体制御弁を開ける。一実施形態において、デンプンの制御フィーダーを介してミキサーに加えられた大量のデンプンは、射出タンクからシリコネート及び／又は酸を加える前に混合されてもよい。シリコネート添加中に、デンプン／シリコネート混合物のサンプルを採取する。20% のサンプルから得たデンプンで作られたスラリーの pH を計測し、記録する。

30

【0127】

ミキサーから取り出したデンプン／シリコネートサンプルが自由流動性となるように十分混合されているか確認する。試験手順で述べられているように、デンプンが、まず 9 ～ 13% の残留水分率まで乾燥されていることに留意する。

【0128】

ミキサーから取り出したデンプン／シリコネートサンプルが疎水性となるように十分混合されているか確認する。

40

【0129】

デンプンへのシリコネート及び／又は酸の添加が完了し、そしてデンプン／シリコネート混合物が十分に混合された時点で、ミキサーとフィーダーを止める。射出タンクと添加経路を水で洗い流す。制御弁を開いて、射出タンクに水道水を加える。圧力を 20 p s i（137.90 k P a）に調整する。ノズルから空の容器内に水を集め、そして捨てる。

【0130】

pH 調節のために、疎水性及び／又は自由流動性デンプンをフィードホッパーに入れる。フィードホッパーからミキサーに添加されるデンプンの速度（3.5 I b s.（1.47 kg）／分で示される）を設定する。

50

【0131】

酸溶液を調製する。ドラフト内で、水と塩酸の5：1混合物を作成する。材料を、C o r i M i x（登録商標）装置の清潔な射出タンク中に移す。ミキサーの試薬添加弁を閉じる。タンクの空気圧を調整することによって、20 p s i（137.90 k P a）に液体流速を設定する。

【0132】

攪拌機のスピードを3000 r p mに調整する。スピードを設定した時点で、制御盤上でミキサーを始動する。フィーダーを始動して、すぐに、液体制御弁を開ける。2分後にサンプルを採取し、フィーダーを止め、液体制御弁を閉じ、そしてミキサーを止める。サンプルから得た20%のデンプンで作ったスラリーのp Hを計測する。6.5の最終p Hに達するように必要に応じて圧力を調整し、そして所望のp H終点に達するように十分な酸溶液を加える。所望の終点に達していて、且つ、すべての疎水性デンプンがp H調整されたとき、ミキサーを止める。

10

【0133】

実施例6のデンプン混合物を利用した結果を、表1に示す。表1には、さらに、本発明の疎水性デンプン混合物を得るために、様々なシリコネート処理百分率やシリコネート比を利用して、市販のデントコーンデンプンであるM E L O J E L（登録商標）から作製された、いくつかの疎水性混合物を記載する。注目すべきは、機械的不具合（例えば、ノズルの目詰り）を調整し、8.4及び12.6のシリコネート処理にて実施したすべてのサンプルが、本明細書中に主張したとおり疎水性を示したのに対し、少なくとも2：1の水：シリコネート比で4.2のシリコネート処理にて実施したサンプルもまた、本明細書中に主張したとおり疎水性を示す。すべての疎水性デンプンが自由流動性であるのに対し、すべての自由流動性デンプンが疎水性であるわけではない。

20

【0134】

【表 1】

バッチ	主材料	CoriMix (登録商標) のスปีド (RPM)	バッチ サイズ (kg)	シリコネート溶液処理				酸添加によるpH調節				燃水性 (ml)	易流動性 直径 (cm)
				シリコ ネート 溶液百分 率 (%)	比率 (水:シリコ ネート溶液)	デンブ ン 供給速度 (kg/分)	シリコ ネート の添加 (kPa)	HCl比 (水:酸)	デンブ ン 供給速度 (kg/分)	HCl 添加 (kPa)	pH		
—	MELOJEL®	未処理				未処理			未処理			11.1	5.3
—	タピオカ デンブ ン	未処理				未処理			未処理			12.3	5.5
DKP 43	MELOJEL®	3000	N/A	4.2	0:1	1.47	20.7	5:1	1.47	13.8	8.5	9.5	6.4
EKP 9	MELOJEL®	3000	N/A	12.6	0:1	1.47	103.4	4:1	1.47	82.7	8.6	0.4	9.3
DAP 36	MELOJEL®	3000	45.4	12.6	0:1	1.47	103.4	3:1	1.47	75.8	6.5	0.9	8.6
DAP 37	MELOJEL®	3000	45.4	12.6	0:1	1.47	103.4	5:1	1.47	137.9	6.5	0.8	8.8
EAP 8	MELOJEL®	3000	41.0	8.4	0:1	1.47	55.2	4:1	ノズルの目詰り		11.5	0.9 (シリコネ ートの後)	8.8
EAP 9	MELOJEL®	3000	45.4	8.4	0:1	1.63	103.4	4:1	ノズルの目詰り		10.5	1.8	8.2
EAP 12	タピオカ デンブ ン	3000	45.4	8.4	0:1	1.47	69.0	4:01	1.47	82.7	6.2	0.2	9.9
HAP 17	MELOJEL®	3000	45.4	4.2	0:1	1.59	27.6	8:1	—	—	—	2.0	9.9
HAP 18	MELOJEL®	3000	45.4	4.2	2:1	N/A	N/A	8:1	—	—	—	0.4	10.4
HAP 19	MELOJEL®	3000	45.4	4.2	2:1	1.48	82.7	8:1	1.50	69.0	5.5	0.5	11.3
HAP 22	MELOJEL®	3000	45.4	4.2	1:1	1.54	34.5	8:1	1.36	55.2	5.3	10.0	7.8
JAP 13	MELOJEL®	3000	45.4	4.2	2:1	1.36	69.0	8:1	1.50	27.6	10.5	0.3	10.3
JAP 14	MELOJEL®	3000	45.36	4.2	2:1	1.36	68.95	8:1	1.45	27.56	10.2	0.3	11.8

【0135】

実施例 7：疎水性タピオカデンブ (EAP-12) の生成

この実施例では、市販のタピオカデンブであるNational Starch Tapioca Starch No. 52-2016からの本発明の製品の生成を実証する。

10

20

30

40

50

100 I b s. (45.35 k g) の主材料デンプンを得、そしてフィードホッパー内に特定量の主材料デンプンを入れる。

【0136】

フィードホッパーからミキサー内に添加されるデンプンの速度 (3.25 I b s. (1.47 k g) / 分と示される) を設定する。

【0137】

射出タンクに添加するのに使用される化学試薬を調製する。ドラフト内で、5 ガロン (18.9 L) のバケツ中に 8.4 I b s. (3.81 k g) のシリコネート溶液を計り取る。手作業で混合する。シリコネート溶液の p H を計測し、記録する。

【0138】

化学試薬材料を C o r i M i x (登録商標) 装置の清潔な射出タンク内に移す。ミキサーの試薬添加弁を閉じ、そしてタンクの空気圧を調整することによって、10 p s i (68.95 k P a) の液体流速に設定する。

【0139】

攪拌機のスピードを 3000 r p m に調整する。スピードを設定した時点で、制御盤上でミキサーを始動する。C o r i M i x (登録商標) のデンプン流速を 3.25 I b (1.47 k g) / 分に設定する。デンプンの制御フィーダーを始動し、すぐに液体制御弁を開ける。一実施形態において、デンプンの制御フィーダーを介してミキサーに加えられた大量のデンプンは、射出タンクからシリコネート及び／又は酸を加える前に混合されてもよい。シリコネート添加中に、デンプン／シリコネート混合物のサンプルを採取する。20 % のサンプルから得たデンプンで作られたスラリーの p H を計測し、記録する。

【0140】

ミキサーから取り出したデンプン／シリコネートサンプルが自由流動性となるように十分混合されているか確認する。

【0141】

ミキサーから取り出したデンプン／シリコネートサンプルが疎水性となるように十分混合されているか確認する。

【0142】

デンプンへのシリコネート及び／又は酸の添加が完了し、そしてデンプン／シリコネート混合物が十分に混合された時点で、ミキサーとフィーダーを止める。射出タンクと添加経路を水で洗い流す。制御弁を開いて、射出タンクに水道水を加える。圧力を 12 p s i (82.74 k P a) に調整する。ノズルから空の容器内に水を集め、そして捨てる。

【0143】

p H 調節のために、疎水性及び／又は自由流動性デンプンをフィードホッパーに入れる。フィードホッパーからミキサーに添加されるデンプンの速度 (3.5 I b s. (1.47 k g) / 分で示される) を設定する。

【0144】

酸溶液を調製する。ドラフト内で、水と塩酸の 5 : 1 混合物を作成する。材料を、C o r i M i x (登録商標) 装置の清潔な射出タンク中に移す。ミキサーの試薬添加弁を閉じる。タンクの空気圧を調整することによって、20 p s i (137.90 k P a) に液体流速を設定する。

【0145】

制御盤上で、攪拌機のスピードを 3000 r p m に調整する。スピードを設定した時点で、制御盤上でミキサーを始動する。フィーダーを始動して、すぐに、液体制御弁を開ける。2 分後にサンプルを採取し、フィーダーを止め、弁を閉じ、そしてミキサーを止める。サンプルから得た 20 % のデンプンで作ったスラリーの p H を計測する。6.5 の最終 p H に達するように必要に応じて p H を調整する。所望の p H 終点に達したとき、ミキサーを止める。

【0146】

実施例 7 のデンプン混合物を利用した結果を、表 1 に示す。表 1 には、さらに、本発明

10

20

30

40

50

の疎水性デンプン混合物を得るために、様々なシリコネート処理百分率やシリコネート比を利用して、市販のデントコーンデンプンから作製された、いくつかの疎水性デンプン混合物を記載する。注目すべきは、機械的不具合（例えば、ノズルの目詰り）を調整し、8.4及び12.6のシリコネート処理にて実施したすべてのサンプルが、本明細書中に主張したとおり疎水性を示したのに対し、少なくとも2:1の水:シリコネート比で4.2のシリコネート処理にて実施したサンプルもまた、本明細書中に主張したとおり疎水性を示す。すべての疎水性デンプンが自由流動性であるのに対し、すべての自由流動性デンプンが疎水性であるわけではない。

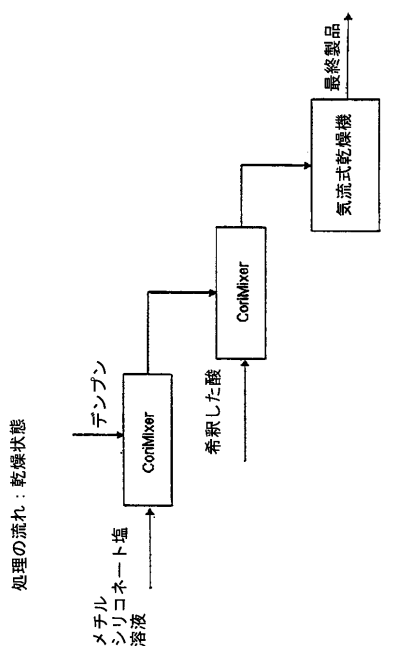
【0147】

本発明の多くの実施形態を説明したが、これらの実施形態は、説明のためだけのものなので、本発明を限定するものではなく、そして多くの修飾及び／又は代替実施形態を当業者に明らかにし得ることが理解されている。例えば、任意のステップは、いずれの所望の順序で実施されてもよい（そして任意の所望のステップが追加されてもよく、及び／又は任意の所望のステップが削除されてもよい）。そのため、添付の請求項が、本発明の要旨と範囲の中に含まれるそうしたすべての修飾及び実施形態に及ぶように意図されることは理解される。

10

【図1】

図1



【手続補正書】

【提出日】平成25年3月14日(2013.3.14)

【手続補正 1】

【補正対象書類名】特許請求の範囲

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

シリコネート溶液とデンプンとを混合して、シリコネート溶液／デンプン混合物を形成するステップであって；

前記シリコネート溶液が、シリコネートを含み；

前記シリコネート溶液／デンプン混合物のシリコネート百分率が、少なくとも 0.5 % であり；

前記シリコネート溶液／デンプン混合物の全水分率が、少なくとも 5 %、且つ、50 % 以下である、ステップと、

十分に前記混合物を混合して、疎水性デンプン混合物をもたらすステップとを含む、方法。

【請求項 2】

水を、前記シリコネート溶液及び前記デンプンと混合して、シリコネート溶液／デンプン混合物を形成するステップをさらに含む、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】

前記シリコネート溶液／デンプン混合物の全水分率が、少なくとも 10 %、且つ、30 % 以下である、請求項 1 又は 2 に記載の方法。

【請求項 4】

前記疎水性デンプン混合物を乾燥させて、0～18 % (w/w) の残留水分率を有する乾燥疎水性デンプンを得るステップをさらに含む、請求項 1～3 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 5】

前記残留水分率が、7～14 % (w/w) である、請求項 4 に記載の方法。

【請求項 6】

前記疎水性デンプン混合物が、以下の試験：75 ml の水を G o e t z 型遠沈管に加える；5 g の前記疎水性デンプン混合物を加える；遠沈管を液跳ねさせずに 10 回転倒させるが、「転倒する」とは、少なくとも 3 秒かけて、管を逆さまにし、そして元の位置に戻すことを意味するものであり；前記遠沈管を 30 分間放置し；前記遠沈管を液跳ねさせずにさらに 10 回ゆっくり転倒させ；前記遠沈管をさらに 30 分間放置し；そして前記遠沈管内の沈降したデンプンの体積を記録する、によって評価した場合に 3 ml 以下の疎水性を示す、請求項 1～5 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 7】

前記乾燥疎水性デンプンが、0.8 ml 以下の疎水性を示す、請求項 6 に記載の方法。

【請求項 8】

前記シリコネート溶液が、メチルシリコネート塩を含む、請求項 1～7 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 9】

前記疎水性デンプン混合物が、自由流動性である、請求項 1～8 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 10】

請求項 1～9 のいずれか 1 項に記載の方法に従って調製された、製品。

【請求項 11】

シリコネート溶液とデンプンとを混合して、シリコネート溶液／デンプン混合物を形成

するステップであって；

前記シリコネート溶液が、シリコネートを含み；

前記シリコネート溶液／デンプン混合物のシリコネート百分率が、少なくとも0.5%であり；

前記シリコネート溶液／デンプン混合物の全水分率が、少なくとも5%、且つ、50%以下である、ステップと、

十分に前記混合物を混合して、自由流動性デンプン混合物をもたらすステップとを含む、方法。

【請求項12】

請求項11に記載の方法に従って調製された、製品。

【請求項13】

得られたデンプン混合物が、下記の試験方法のとおり試験された際に、少なくとも7.0 cmのデンプンパイルの径を有する、請求項9又は11に記載の方法：

試験方法

(a) 以下のものを調達する：

(1) (摩擦による最小限の抵抗を得るための) 平滑表面30 cm×30 cmを有するガラス板；

(2) デンプンの流動距離の直径を計測するための定規；

(3) 内径1インチ(2.54 cm)、長さ5インチ(12.7 cm)のPVC管；

(4) 50 mLのメスシリンダー；

(b) 一端をプレート上にしっかり静止させて、ガラス板上に管を垂直にセットする；

(c) 管がプレートの中心で静止していることを確認する；

(d) 通常より密に集まったデンプンを計測することがないように、数秒間、デンプンが入ったコンテナを振盪する；

(e) 20 mLのサンプルをメスシリンダーに計り取る；

(f) 管の側面へのデンプンの過度な蓄積を避けながら、前もって計っておいたデンプンサンプルを管に慎重に移す；

(g) デンプンが確実に管の底にあるようにするために、管自体が動いていないことを確認しながら、PVC管とメスシリンダーを軽くたたく；

(h) 管の外側をつかみ、管が横方向に動くのを最小限にするように確認しながら、管を慎重、且つ、素早く垂直方向に持ち上げる；

(i) 定規を用いて、4つの異なった角度：上部～底部、左～右、左上部～右底部、及び右上部～左底部、からデンプンの円形パイルの径(cm単位)を計測する；そして

(j) 4つの測定値すべてを平均して、平均の直径計測値を得る。

フロントページの続き

(74)代理人 100146466

弁理士 高橋 正俊

(74)代理人 100098486

弁理士 加藤 憲一

(72)発明者 シャウン アール. ブラニング

アメリカ合衆国, ペンシルベニア 18064, ナザレス, アッシュ ドライブ 4659

(72)発明者 ジョン エム. トレイシー

アメリカ合衆国, ニュージャージー 08873, サマーセット, ジョナサン プレイス 187

(72)発明者 カムレッシュ ケー. シャー

アメリカ合衆国, ニュージャージー 08852, モンマス ジャンクション, ファルコンゲート
ドライブ 401

Fターム(参考) 4C090 AA02 AA05 BA13 BB68 BC01 BD04 CA07

【外国語明細書】
2013142155000001.pdf