

P.- 20.578

Chic. OL 52.226

U.S. Serial No 2160 Case 5925



263892

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se presenta para unir a la solicitud

de

P A T E N T E D E I N V E N C I O N

formulada el 10 de Enero de 1.961, con el Núm. 263.892

en

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de A.E. STALEY MANUFACTURING CO., entidad norteamericana, establecida en Decatur, Illinois, Estados Unidos de América, por:

"UN METODO DE FRACCIONAR ALMIDON"

Este invento se refiere a la separación de los componentes amiláceos del almidón, es decir, a la separación de amilosa y amilopectina.

Es sabido que el almidón ordinario está formado por dos tipos de polímeros de glucosa, el polímero lineal llamado amilosa (designado, a veces, como "fracción A") y el polímero de cadena ramificada llamado amilopectina (designado, a veces, como "fracción B"). El contenido relativo de amilosa y amilopectina varía con el origen del almidón. Por ejemplo, dependiendo, en parte, de la

263892



técnica analítica empleada, se ha encontrado que la tapioca contiene, aproximadamente, 17-21% de amilosa; la fécula de patata, 22-25%; el fécula de maiz, 22-30%, etc. La molécula de amilosa se considera que es una cadena lineal, larga, de unidades de anhidroglucosa. La molécula de amilopectina, por otra parte, se considera que es una cadena ramificada en forma compleja, mayor, de estructura arborescente, muchas de cuyas ramas se hallan ramificadas, etc.

10 Las dos fracciones poseen propiedades esencialmente diferentes. Según Kerr, Chemistry and Industry of Starch, Academic Press (1.950), la molécula de amilosa es de peso molecular bajo (unos centenares de unidades de anhidroglucosa con un solo grupo final no reductor por molécula). Por otra parte, la amilopectina es de elevado peso molecular (más de 1000 unidades de anhidroglucosa con un grupo final no reductor por cada 20 a 30 partes de glucosa). La amilosa posee una elevada viscosidad intrínseca y una reducida estabilidad de la solución en agua en las concentraciones ordinarias, mientras que la amilopectina posee una estabilidad de la solución bastante elevada, pero, aproximadamente, la misma viscosidad intrínseca.

25 El interés que tiene la separación de las fracciones de almidón tiene una larga historia como se deduce de la discusión y referencias citadas en la obra de Kerr, pp. 181 ff y del artículo de revista de Schoch en Advances in Carbohydrate Chemistry 1, 247-277 (1.945).

30 Inicialmente, según indica Schoch, se intentó fraccionar el almidón a partir de dispersiones en agua y du-

263892



rante muchos años se estudió el sistema agua-almidón. Las referencias que siguen son representativas de los diversos estudios realizados: Alsberg et al, Proceedings of the Society for Experimental Biology and Medicine 23, 5 728 - 30 (1.926); Beijerinck, Proceedings of the Royal Academy, Amsterdam, 18, 305 - 9 (1.915); Reychler, Bull. Soc. Chim. 29, 311 - 16 (1.921). Sin embargo, ni éstos ni los otros muchos estudios análogos descritos en la bibliografía a partir de 1900 dieron un método de utilidad 10 para el fraccionamiento del almidón. Schoch indica en su revista (1.945) que los intentos no han tenido éxito por estas razones: "Se han realizado numerosos intentos para efectuar un fraccionamiento por este medio, generalmente con almidón solubilidad por la acción hidrolítica. Di- 15 versos investigadores han descrito el depósito lento de agregados cristalinos a partir de los sales de almidón tratados en autoclave. En el mejor de los casos, dichos fraccionamientos son superficiales, ya que el efecto de coloide protector de la fracción B impide la precipitación de la fracción A. Asimismo, tiene lugar considera- 20 ble coprecipitación".

En época relativamente reciente, se han realizado diferentes intentos con objeto de producir las fracciones individuales. Uno de los intentos ha sido el desarrollo 25 genético de maíz cereo, cuya fécula está formada esencialmente por amilopectina. Actualmente, existe un vasto programa en desarrollo para producir una variedad de maíz cuya fécula sea rica en amilosa. Además, durante los últimos 20 años, se ha obtenido un número conside- 30 rable de patentes sobre métodos químicos para la sepa-

263892



ración de las dos fracciones.

Ninguno de los métodos utilizados para producir las fracciones de almidón separadas ha conseguido realmente un éxito, desde el punto de vista económico, y todos ellos tienen sus desventajas. La amilopectina derivada del maíz cereo es costosa a causa de los cuidados necesarios para el desarrollo y tratamiento de esta variedad híbrida. El programa genético para producir maíz cuya fécula esté formada esencialmente por amilosa no ha tenido éxito hasta ahora, aunque se sabe que se ha encontrado un mutante que tiene del orden de dos veces el contenido de amilosa del maíz normal. Por otra parte, los métodos químicos de separación se basan en la formación de un complejo químico de las fracciones, particularmente de la amilosa, o en un proceso de precipitación fraccionada, que puede emplear, asimismo, un agente formador de complejos. Por ejemplo, en uno de los métodos se utiliza un complejo de hidróxido de metal alcalinotérreo; en otro, se produce un complejo de un alcohol alcohílico (pentanol o butanol, por ejemplo); y, en otro, se utilizan soluciones de determinados sulfatos inorgánicos en una especie de cristalización fraccionada. Todos estos métodos químicos son poco satisfactorios a causa de los problemas de recuperación, separación o eliminación de los reactivos empleados.

El hecho de que ninguno de los métodos haya sido totalmente satisfactorio, da idea de la dificultad de encontrar un procedimiento que pueda competir económicamente y que produzca la amilosa y amilopectina, a partir de los almidones naturales usuales. Hemos descubier-

263892



to un método económico para efectuar la separación, -
produciendo amilopectina y amilosa de pureza elevada,
con buen rendimiento, sin añadir más reactivo que el
agua.

5 El objeto general de nuestro invento es propor-
cionar un método mejorado de separar las fracciones del
almidón a partir de la mezcla que existe en forma natu-
ral en el almidón.

10 Un objeto más es proporcionar un método para la
producción de amilosa esencialmente libre de amilopec-
tina. Un objeto más es proporcionar un método para la
producción de amilopectina esencialmente libre de ami-
losa.

15 Un objeto más es proporcionar un método, económi-
camente práctico, de separar las fracciones del almidón
de las variedades ordinarias disponibles actualmente en
grandes cantidades, en particular, de la fécula de maiz
ordinaria.

20 Otros objetos serán, en parte, evidentes y, en par-
te, se indicarán aquí en lo que sigue.

25 En esta memoria la palabra "almidón" se utiliza
en un sentido genérico para designar el almidón que con-
tenga una proporción considerable de amilosa. Según se
aclara aquí en lo que sigue, puede utilizarse cualquier
variedad de almidón o mezclas de almidones, incluyendo
el de maiz, arroz, trigo, tapioca, sagú, sorgo, patata,
etc., si bien, existe alguna variación en la realización
del procedimiento con algunas de estas variedades de al-
midón. Incluimos el almidón que haya sido pregelatiniza-
do de la manera usual y que haya sido secado por pulveri-
30

263892



zación o en tambor, es decir, el almidón designado frecuentemente como soluble en agua fría o hinchable en agua fría. En este procedimiento, podemos formar un engrudo de almidón de la manera usual, calentando por debajo del punto de ebullición de la suspensión de almidón y llevando el engrudo, sin enfriamiento, a través del procedimiento. Como el almidón derivado del maíz ceroso se halla esencialmente libre de amilosa, no es de utilidad, desde luego, en el presente procedimiento.

5

10 El almidón ligeramente modificado o ligeramente dextrinizado, o bien, el almidón que haya reaccionado para formar un derivado con una cantidad menor de sustitución, antes o después de la gelatinización, pueden sustituir al almidón, natural, siempre que sean esencialmente equivalentes al almidón natural en cuanto las propiedades de formación de engrudo. Sin embargo, dichos almidones son más costosos y, a medida que aumenta la extensión de la reacción del almidón, las fracciones de almidón son de pureza inferior o, bien, el rendimiento de la separación se reduce o tienen lugar ambas cosas.

15

20

Puesto que el almidón pregelatinizado o hinchable en agua fría no ofrece ninguna ventaja en este proceso (y, en realidad, no es conveniente cuando se desee un producto de elevado peso molecular) preferimos partir de almidón natural granular y hacerlo pasar directamente a través del proceso. Además, las suspensiones de almidón natural granular se manejan más fácilmente. Sin embargo, lo más importante al utilizar el almidón natural granular es el hecho de que el peso molecular de las fracciones tendrá su valor máximo, ya que el almidón no

25

30

263892



ha sido tratado anteriormente de ningún modo que pueda rebajar el peso molecular.

En pocas palabras, los objetos de este invento se consiguen mediante la siguiente serie de fases: (1) formación de una solución fluida calentando una mezcla formada esencialmente por almidón y agua a una temperatura por encima de unos 120° C, pero no lo bastante elevada para degradar esencialmente el almidón; (2) enfriamiento de la solución fluida por debajo del punto de ebullición a la presión atmosférica, siendo la concentración de la solución enfriada, preferentemente, mayor de un 2,5% de almidón, referido a sustancia seca, en peso; (3) mantenimiento de la solución fluida enfriada por encima de unos 48° C durante un período de tiempo para estabilizarla y precipitar de la misma un sólido rico en amilosa; y (4) separación de una fracción sólida enriquecida en amilosa y una fracción fluida enriquecida en amilopeptina. La viscosidad de la solución, durante el enfriamiento por debajo del punto de ebullición a la presión atmosférica, se mantiene por debajo de 1500 centipoises, aproximadamente. Nuestros resultados indican que, con objeto de estabilizar la solución y precipitar y desarrollar las partículas ricas en amilosa, la fase (3) exige, por lo menos, unas 8 horas. Además, hemos descubierto que se facilita grandemente una separación eficaz cuando las partículas ricas en amilosa se han desarrollado hasta que por lo menos un 50% en peso, tienen un tamaño superior a 20 micras de diámetro.

Los dibujos adjuntos ilustran diversos aspectos de nuestro invento. En los dibujos: la Figura 1 es un esque-



33892
ma del método de este invento; y la Figura 2 es una gráfica que ilustra las velocidades de enfriamiento utilizadas en varios de los ejemplos que se describen aquí en lo que sigue.

5 Hemos descubierto que, siguiendo el método esquematizado en el penúltimo párrafo, hemos sido capaces de preparar una solución de almidón no solidificable y de precipitar la amilosa de la misma en forma de fase sólida que se separa, de un modo relativamente fácil, de la solución. Estos resultados se consiguen mediante un ciclo cuidadosamente controlado de calefacción y enfriamiento del almidón y agua solamente. Con objeto de conseguir una compresión clara del invento, es conveniente, en este momento, describir algunos de los cambios en la mezcla almidón-agua durante el proceso, y comparar éstos con el comportamiento conocido de los engrudos de almidón.

10 En el procedimiento, el almidón en agua se calienta inicialmente por encima de unos 121° C. A medida que se aumenta la temperatura de la mezcla de almidón y agua, inicialmente hay un aumento muy grande de la viscosidad, de modo que el engrudo de almidón es apenas fluido. Este estado apenas fluido persiste incluso por encima del punto de ebullición hasta que la temperatura ha sido aumentada hasta un valor particular, que está determinado por el tipo de almidón, la velocidad de calefacción, etc. Entonces, de un modo totalmente brusco, a una temperatura por encima de unos 121° C, hay un cambio dando un líquido fluido móvil y, en general, totalmente transparente al que hemos denominado "solución". Hemos observado, que si



283892

no tiene lugar esta transformación, no es posible la separación de la amilosa y, la solución, es apta para coagularse por enfriamiento. Debe tenerse en cuenta que la formación de la solución, tal como se describió anteriormente, tiene lugar a temperaturas muy superiores a la temperatura usualmente de formación del engrudo de almidón. La dispersión de almidón, a la que nosotros denominamos solución, puede ser o no una solución verdadera. Dicho nombre lo aplicamos para contrastar con el engrudo de almidón usual que se prepara calentando una suspensión acuosa de almidón en agua por debajo del punto de ebullición a la presión atmosférica.

Cuando se enfría la solución, de acuerdo con este invento, se estabiliza y no se coagula, aún cuando se enfría finalmente a temperatura ambiente. Las características de viscosidad se estabilizan de tal manera que la solución fluida puede calentarse repetidas veces por debajo de su punto de ebullición a la presión atmosférica, siendo siempre su viscosidad esencialmente la misma a cualquiera temperatura determinada y no se forma nada de gel de almidón, aunque esto pudiera esperarse del tipo del almidón empleado. Por otra parte, si la solución fluida no se mantiene por encima de unos 49° C, durante el periodo de tiempo necesario, la solución al igual que los engrudos de almidón usuales de la variedad de almidón de que se trate, sufre una "retrogradación" por enfriamiento, es decir, forma un gel. La coagulación se nota inicialmente por el aumento en la determinación de viscosidad; a medida que pasa el tiempo, la viscosidad aparente aumenta y la solución se hace más y más opa-



063892

lescente. El material toma una consistencia apelmazada, después se vuelve pastoso y, finalmente, puede hacerse rígido. Este proceso no es reversible, esto es, el gel no puede volverse fluido volviendo a calentar por debajo de unos 121° C. Una vez que ha comenzado la formación de gel, no es posible separar la amilosa.

La formación de gel o retrogradación, no es simplemente un aumento de la viscosidad; un gel de este tipo es de una especie diferente de la mayoría de los líquidos viscosos. Un gel de almidón posee muchas propiedades que son comparables a las de un sólido. A menudo, es rígido y puede tener una forma definida. Su rigidez o "resistencia del gel" se mide mediante una determinación de la fuerza necesaria para romper el gel en determinadas condiciones, medida que se dice que comprende el límite elástico. Esta característica peculiar de las soluciones de almidón o engrudos de almidón ha sido atribuida a la formación de un retículo entrelazado de moléculas lineales orientadas al azar. La formación de dicho gel tiene lugar, progresivamente, durante un periodo de tiempo, de manera que, al enfriar rápidamente, solo puede haberse coagulado una fracción de una solución o engrudo. A continuación, se coagula el resto durante un determinado periodo de tiempo, hasta que toda la masa es rígida. Durante la coagulación, tiene lugar el proceso designado como retrogradación y se forman pequeñas partículas que, normalmente, son submicroscópicas y, en su mayoría, son del orden de 5 micras. Estas partículas no se desarrollan en la estructura de gel ni pueden separarse de la estructura de gel en la que están empotradas.

263892



Al llevar a cabo el método de este invento, la solución de almidón se modifica de tal modo que no se retrograda ni forma un gel por enfriamiento, y en las mismas fases, se favorece el desarrollo del precipitado rico en amilosa, haciendo más fácil la separación.

Volviendo a las fases del proceso, cuando éste se inicia con un almidón seco, el almidón se mezcla primeramente con agua, empleando cualquier medio apropiado para ponerlo en suspensión. Este puede ser simplemente un tanque con un agitador, con objeto de asegurar que el almidón se ponga totalmente en suspensión y se halle disperso uniformemente cuando se emplee. La mezcla de almidón y agua se calienta entonces por encima de unos 121° C.

La suspensión de almidón es conveniente llevarla rápidamente a la temperatura deseada y nosotros preferimos utilizar el tipo de aparato descrito en la solicitud de patente americana Núm. 790.487, presentada el 13 de Febrero de 1.959, por O.R. Etheridge. En este aparato, el vapor, a una presión superior a la atmosférica, se mezcla continuamente con la suspensión de almidón en la garganta de un inyector de vapor. De este modo, la suspensión se lleva, de un modo virtualmente instantáneo, a la temperatura deseada y el almidón se hierve, dando una solución fluida al cabo de pocos segundos. En el aparato de la patente indicada, la suspensión calentada con vapor descendente a través de una zona de detención, en la que la suspensión caliente se mantiene a temperatura elevada durante un periodo de tiempo a elección. Este aparato se halla dispuesto y construido de tal manera que, prácticamente,

263892



no existe mezclado en la zona de detención, con objeto de que la solución de almidón, que se separa por la parte inferior de la zona de detención, se mantenga a temperatura uniforme durante un periodo de tiempo uniforme.

5 Pueden utilizarse, asimismo, otras formas de este tipo de aparato para la calefacción, por ejemplo, de los tipos descritos en las patentes de los EE.UU. 2.871.146; 2.582.198 y 2.805.966 (Etheridge).

10 Pueden utilizarse otros métodos para calentar la mezcla de almidón y agua. Según se describe más adelante, nosotros hemos calentado una mezcla almidón-agua en un autoclave y hemos impulsado dicha mezcla con una bomba a través de un cambiador de calor, que comprende un serpentín de tubería en un ambiente a temperatura constante y se obtienen resultados análogos mediante la calefacción de este modo.

15 Es conveniente agitar la suspensión de almidón cuando se calienta hasta la temperatura deseada, con objeto de asegurar la calefacción uniforme y la rápida transmisión del calor. Esto se consigue fácilmente en el tipo de aparato de inyector de vapor ya descrito.

20 La temperatura final superior a 121° C, a la que se calienta la solución, y el periodo de tiempo a dicha temperatura, tienen influencia sobre los resultados obtenidos. Dentro de ciertos límites, las temperaturas relativamente elevadas y los tiempos prolongados parecen tener un efecto ventajoso sobre la viscosidad y estabilidad de la solución después del enfriamiento y sobre la facilidad de separación. Sin embargo, cuanto mayor sea
25
30 la temperatura o más prolongado el periodo de tiempo a

263892



dicha temperatura, tanto mayor es la tendencia del almidón a degradarse, esto es, a tener un peso molecular inferior. Como mínimo, la solución de almidón debe mantenerse por encima de 121° C, hasta que todo el almidón se halla tratado uniformemente. Por consiguiente, a medida que se aumenta la temperatura, o se aumenta el tiempo por encima de 121° C, debe disminuirse el otro factor. Como solución de compromiso entre la facilidad de separación y estabilidad de la solución, por una parte, y peso molecular de las fracciones, por otra, pueden utilizarse temperaturas en el intervalo de 121° C a 177° C, cuando la suspensión se caliente hasta esta temperatura en menos de 5 minutos y se mantenga, a dicha temperatura hasta unos 30 minutos más. Los resultados óptimos se han obtenido calentando el almidón y agua hasta una temperatura de 138 a 160° C, de modo prácticamente instantáneo, en una forma continua, y manteniéndolos a dicha temperatura durante 0,5 a 15 minutos. Deben evitarse temperaturas superiores a unos 177° C, ya que en este momento la degradación es demasiado rápida, si bien, este límite de temperatura variará 9 ó 17° C, dependiendo de la variedad de almidón.

En la primera fase de enfriamiento desde una temperatura superior a 121° C, la solución puede enfriarse a cualquier velocidad apropiada hasta el punto de ebullición a la presión atmosférica. De preferencia, se enfría rápidamente hasta el punto de ebullición a la presión atmosférica, por ejemplo, llevando bruscamente la solución a la presión atmosférica cuando se utiliza el aparato de Etheridge o por enfriamiento rápido. Aunque es

263892



5 posible el enfriamiento lento hasta el punto de ebullición a la presión atmosférica, dejando que la temperatura de la solución y el aparato que la contiene desciendan sin un enfriamiento forzado, esto, de preferencia, se evita para impedir la degradación o hidrólisis del almidón. El enfriamiento rápido, hasta el punto de ebullición de la solución, produce amilosa de peso molecular superior y se prefiere esto.

10 La segunda parte del ciclo de enfriamiento es decisiva. Con objeto de estabilizar la solución y formar y desarrollar las partículas de amilosa, hemos descubierto que la solución debe mantenerse durante un cierto tiempo entre 49° C y el punto de ebullición a la presión atmosférica. De preferencia, se enfría lentamente entre
15 esas temperaturas.

Las dos clases principales de almidón, el de raíces o tubérculos y el de cereales, reaccionan de modo totalmente diferente en esta fase del proceso. Los almidones de raíces, de los que sirven de ejemplo la tapioca
20 y la fécula de patata, no se coagulan tan fácilmente como los almidones de cereales. Los últimos, de los que sirven de ejemplo la fécula de maíz, arroz y almidón trigo, son propensos a retrogradarse haciéndolo rápidamente. Utilizando fécula de patata o tapioca en este proceso, hemos
25 descubierto que hay poca coagulación, aún cuando la solución se enfríe rápidamente desde su punto de ebullición a temperatura ambiente, por ejemplo, en una hora y media. En contraste con ello, la fécula de maíz, arroz o almidón de trigo, si se enfría a la misma velocidad (o, incluso,
30 algo más lentamente) a la misma temperatura, se coagulará

263892



invariablemente, haciendo la separación imposible. Aunque las soluciones de almidón de raíces no se coagulan cuando se enfrían rápidamente, las partículas de amilosa no se desarrollan hasta un tamaño que permita la separación, y las partículas, en las soluciones de almidón de raíces enfriadas rápidamente, no exceden de unas 5 micras de diámetro por término medio. Sin embargo, si las soluciones de almidón de raíces se enfrían de acuerdo con este invento, del modo necesario para evitar la coagulación con los almidones de cereales, el periodo de tiempo necesario para que las partículas de amilosa del almidón de raíces se desarrollan hasta un tamaño separable, es, aproximadamente, el mismo que es necesario para el desarrollo de las partículas de amilosa del almidón de cereales.

Hemos descubierto que un almidón de cereales no puede enfriarse desde el punto de ebullición a la presión atmosférica hasta una temperatura por debajo de unos 49° C en menos de 8 horas, si ha de evitarse la coagulación. En estas condiciones mínimas, las partículas ricas en amilosa se forman y se desarrollan en una cierta extensión. Sin embargo, es preferible utilizar un periodo de tiempo mayor para aumentar más el tamaño de partículas. Para una separación eficaz, las partículas de amilosa deben dejarse crecer hasta que, por lo menos, el 50% en peso sean mayores de 20 micras de diámetro; esto ocurrirá en el mínimo de tiempo especificado cuando se utilice fécula de maíz, y la solución se enfría lentamente hasta 49° C. Debe hacerse observar que, después del enfriamiento lento a 49° C, las partículas se continúan.



263892

formando (si no han precipitado por completo antes) y desarrollándose, aún cuando se enfríe por debajo de 49° C.

5 Hemos descubierto que la solución puede enfriarse rápidamente desde el punto de ebullición hasta la temperatura de 49° C ó superior, y mantenerse a esta temperatura durante el tiempo necesario para estabilizar la solución y formar y desarrollar las partículas de amilosa. Sin embargo, por razones, desconocidas la velocidad a

10 la que esto tiene lugar a una temperatura constante es muchos menor que cuando la solución se enfría lentamente en este intervalo y, por otra parte, las partículas tienen tendencia a ser menores y más difíciles de separar.

15 Existe una variación considerable de mantener la temperatura en el periodo de tiempo necesario para estabilizar una solución cuando se enfría rápidamente a una temperatura por lo menos de unos 49° C y se mantiene así: el tiempo es menor cuanto más elevada es la temperatura

20 y, a 49° C, el periodo de tiempo necesario puede exceder de 48 horas por el fécula de maiz. Por otra parte, una gran proporción de las partículas de amilosa no parecen desarrollarse tan rápidamente a temperaturas superiores como lo hacen a las principales inferiores, y existe un

25 peligro mucho mayor de hidrolizar el almidón cuando se mantiene la temperatura elevada. Por estas varias razones, preferimos enfriar la solución lentamente en el intervalo desde el punto de ebullición a la presión atmosférica, hasta la temperatura crítica de, aproximadamente

30 49° C, tardando, por lo menos, 8 horas. Una vez que la

263892



solución se ha estabilizado mediante un enfriamiento lento, continuo (o mediante un enfriamiento rápido, manteniéndola, a continuación, a temperaturas constantes), - puede enfriarse más si se desea.

5 El tamaño de partícula de la amilosa, obtenido en el mismo período de tiempo con este método, no es el mismo para todas las variedades de almidón. Por razones que no se conocen, el tamaño de partícula varía con la variedad de almidón cuando se utilizan las mismas condiciones.

10 Frecuentemente, se precisan más de las 8 horas mínimas para obtener el tamaño de partícula deseado de un 50% en peso superior a 20 micras. Con la fécula de maíz, obtenemos fácilmente una distribución del tamaño de partícula tal, que el diámetro medio se halla en el intervalo

15 de 25 - 30 micras, con menos del 20% en peso inferior a 20 micras. En condiciones óptimas, se han obtenido partículas de amilosa de maíz del orden de 70 a 80 micras de diámetro y mayores. En contraste con ello, el diámetro medio de partícula del almidón de maíz granular

20 es de unas 10 micras.

Durante el período de enfriamiento, la agitación de la solución debe mantenerse en un mínimo, ya que la agitación puede conducir a la formación de un gel rígido o a la producción de partículas pequeñas, difícilmente separables, o ambas cosas. La solución puede sembrarse

25 con amilosa, una vez que la temperatura ha sido reducida por debajo del punto de ebullición, por ejemplo, por adición a una suspensión acuosa de amilosa.

30 Durante la calefacción, la concentración del almidón en agua puede ser elevada, siempre que pueda ma-

33892



- nejarse convenientemente en la instalación empleada.

La concentración no debe ser menor de un 2,5% en peso de almidón, espresado en sustancia seca, para un funcionamiento económico. Durante el periodo de enfriamiento entre el punto de ebullición a la presión atmosférica y 49° C, aproximadamente, la concentración es más rápidamente crítica. La concentración de la solución en esta fase del proceso tiene una influencia importante en el desarrollo de las partículas y en la estabilidad de la solución. Hemos descubierto que, después que la solución se ha enfriado hasta el punto de ebullición a la presión atmosférica, la viscosidad de la solución, que en este proceso está determinada en una considerable extensión por el contenido en sólidos para una determinada variedad de almidón, debe mantenerse por debajo de unos 1500 centipoises. El contenido en sólidos se indica con referencia a la viscosidad porque la viscosidad de dichas soluciones de almidón no sólo varía con el contenido en sólidos, sino también con la variedad de almidón, con su tratamiento previo, con la velocidad de calefacción y la temperatura final, etc. La viscosidad afecta al desarrollo de partículas, ya que la velocidad de crecimiento de las partículas está regulada, por lo menos en parte, por la difusión, y la difusión de un compuesto de peso molecular elevado, en un medio viscoso, - será lenta, ordinariamente. Hemos observado, por ejemplo, que, durante esta fase del proceso, el límite superior práctico para el almidón de maíz natural de calidad comercial es, aproximadamente, el 15% en peso de sólidos, referido a sustancia seca. Es posible, sin embargo, lle-

263892



var a cabo la fase de calefacción a concentraciones elevadas y, después de enfriar por debajo del punto de ebullición a la presión atmosférica, diluir la solución con agua para mantener la viscosidad por debajo de 1500 centipoises.

Como la viscosidad de la solución durante el enfriamiento afecta a la velocidad de crecimiento de las partículas de amilosa, es conveniente mantener la viscosidad lo más baja posible. Sin embargo, el agua adicional necesaria para mantener una baja viscosidad debe eliminarse después tanto de la fracción de amilosa como de amilopectina y el secado de la fracción de amilopectina es una operación relativamente costosa. Teniendo en cuenta todo esto, el intervalo óptimo de sólidos es de un 7% a un 13% de almidón como sustancia seca en peso. Nosotros no excluimos pequeñas cantidades de sustancias en las soluciones de almidón que son inactivas en el proceso, si bien, no son necesarios para el mismo otros ingredientes activos, aparte de almidón y agua. Por ejemplo, puede añadirse una pequeña cantidad de un agente de conservación, por ejemplo, 0,05 g. de acetato de fenilmercurio por litro.

La fase sólida rica en amilosa puede separarse de cualquier forma apropiada. Por ejemplo, puede utilizarse una centrífuga muy revolucionada del tipo de las empleadas para la trituración húmeda del almidón de maíz, para separar el almidón granular del gluten. El aparato utilizado en la separación dependerá, desde luego, del tamaño de partícula y de la viscosidad del líquido, entre otros factores. Cuando se ha obtenido un desarrollo de partícula suficiente, puede utilizarse un separador por grave-

263892



dad, por ejemplo, actuando en la forma de un espesador de Dorr. Después de la separación, la torta húmeda de amilosa se lava. Esto puede llevarse a cabo poniendo en suspensión la torta en una cantidad relativamente pequeña de agua y separando los sólidos de las aguas de lavado por centrifugación. La torta final se seca a continuación, por ejemplo, por pulverización, por secado en tambor, secado a vacío u otros métodos de eliminar rápidamente el agua. Nuestras observaciones indican que, cuando la amilosa húmeda se seca lentamente al aire, se vuelve dura y córnea y es relativamente difícil de triturar. Sin embargo, cuando las características de las partículas de amilosa seca tengan poca importancia, puede utilizarse un secado al aire relativamente lento. La fracción de amilopectina puede secarse por los mismos métodos o puede utilizarse sin secado, por ejemplo, en la fabricación de jarabe.

Hemos descubierto que se consiguen separaciones satisfactorias de la fracción sólida, a temperatura ambiente (aproximadamente, 30° C), con viscosidades en el intervalo de 400 a 600 centipoises, si bien, dichas separaciones con centrifugas muy revolucionadas pueden realizarse con 1500 centipoises. Sin embargo, la viscosidad disminuye al aumentar la temperatura y, como las características de viscosidad de la solución han sido estabilizadas, de acuerdo con este invento, es posible facilitar la separación de la fracción sólida centrifugando la solución todavía caliente.

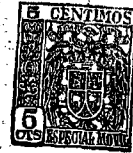
Las determinaciones de viscosidad a que se hace aquí referencia se llevan a cabo en un viscosímetro de



Brookfield utilizando una velocidad del árbol de 20 rpm. Para viscosidades hasta 500 centipoises se utiliza un árbol número 1 y para viscosidades superiores a 500 centipoises se utiliza un árbol número 2. Este instrumento se describe en la pág. 127 de la obra de Kerr, citada anteriormente.

Hemos descrito la solución calentada y enfriada, de acuerdo con este invento, como "estable". Se ha ideado en ensayo muy sencillo para caracterizar la solución producida, determinando si es estable y si la amilosa puede separarse de la misma. Una muestra de la solución se enfría rápidamente con agitación en un baño de hielo a 30° C ó cualquier temperatura conveniente próxima a la temperatura ambiente. A continuación, se determina la viscosidad inmediatamente con el viscosímetro de Brookfield, según se describió. La solución se mantiene a una temperatura constante y la determinación de viscosidad se repite periódicamente durante un periodo por lo menos de 5 horas. Si la solución es estable, prácticamente no habrá ningún aumento en el valor de la viscosidad. Si no es estable, el valor de la viscosidad aumentará rápida y marcadamente y continuará aumentando. Si la solución es inestable, habrá, por lo menos, un aumento del 25% de la viscosidad en 5 horas y, normalmente, existe dicho incremento al cabo de dos horas. Si, de acuerdo con este ensayo, la solución es inestable, será posible separar la fracción de amilosa con una pureza y rendimiento satisfactorios. Para los almidones de cereales, este simple ensayo determina el tiempo mínimo durante el que debe mantenerse la solución entre, aproximada-

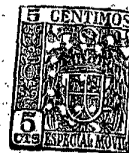
203852



mente, 49° C y el punto de ebullición. Para los almidones de tubérculos, en los que la estabilidad de la solución no es un problema tan grande, es mejor determinar del tiempo mínimo por la extensión en la que crecen las partículas. Para una separación efectiva, el crecimiento de partículas debe ser suficiente para que, por lo menos, el 50% en peso sea mayor de 20 micras.

La amilosa separada puede moldearse a partir de la solución en forma de película, útil para el envasado, particularmente de alimentos (por ejemplo, como envolturas para embutidas), ya que la amilosa es digerible por el hombre. La estructura de la amilosa se parece a la celulosa y, análogamente, muchos de sus derivados son termoplásticos. Por consiguiente, la amilosa y sus derivados (por ejemplo, los acetatos) son de utilidad en la fabricación de fibras y productos moldeados del tipo de los productos celulósicos. La fracción de amilopectina es de utilidad del mismo modo que el almidón derivado de la variedad céroza del maíz. La amilopectina se utiliza en la fabricación de adhesivos, en el estampado y acabado de productos textiles, en el espesamiento y estabilización de rellenos de pasteles, aderezos de ensalada y amilosa en conserva.

Los resultados obtenidos con el presente procedimiento son más sorprendentes cuando el almidón deriva del maíz ordinario. De estas variedades de almidón, el almidón de maíz está especialmente dispuesto para retrogradarse por enfriamiento, después de que se ha calentado en agua, hasta la temperatura de formación de engrudo o por encima de ella. Manteniendo una solución de almi-



20332

dón de maiz en agua, de acuerdo con este invento, por encima de unos 49° C, por lo menos durante 8 horas, se evita la retrogradación. Esto es una ventaja especial, ya que el maiz es una de las principales fuentes del almidón.

La figura 1 ilustra el método de este invento. En la figura 1, el número de referencia 10 indica un tanque abierto de mezclado, que tiene un agitador 12, en el que se mezclan en el agua y el almidón granular formando una suspensión. El tanque es de un tipo usual con una base cónica que tienen un conducto de salida 14 en el vértice del cono y una válvula de salida 15 para regular la velocidad de paso. El conducto 14 se conecta con la entrada de una bomba 16 que descarga por el conducto de alimentación 18. El conducto 18 está unido a una disposición de calefacción de la suspensión del tipo descrito en la patente de Etheridge, citada anteriormente, que se indica, generalmente, mediante el número de referencia 20.

El dispositivo de calefacción de la suspensión de almidón a temperatura elevada 20 comprende un inyector de vapor 22, montado en un recipiente de presión 26, designado como tanque de retención. El inyector de vapor 22 se conecta a un conducto de vapor 24 y al conducto de salida 18 de la bomba. En el inyector, la suspensión de almidón entra axialmente bajo presión, mientras que el vapor entra en el estrechamiento del inyector por una tobera periférica, calentando, con ello, total y rápidamente, la suspensión de almidón hasta una temperatura que se controla fácilmente mediante la presión del vapor

263892



y la velocidad de entrada. El invento de vapor 22 desemboca directamente en el tanque de retención 26, según se describió en la patente de Etheridge. El tanque está provisto de un conducto de salida 28 con un regulador de presión 30, para regular la presión en el tanque. Puede añadirse más vapor al espacio por encima del líquido del tanque, para compensar las pérdidas de calor. En la base del tanque 26 existe un conducto de salida 32 para el engrudo de almidón y el conducto 32 tiene una válvula 33 para controlar el tiempo de permanencia en el tanque. El conducto de salida 32 está conectado a un recipiente de precipitación 34, que simplemente puede ser un tanque a la presión atmosférica. El recipiente de precipitación posee una camisa 36 por la que pueden hacerse circular fluidos de calefacción o enfriamiento por medio de los conductos 38 y 40, con objeto de regular la velocidad de enfriamiento de la solución de almidón.

El recipiente 34 posee un conducto de descarga 42 por la parte inferior que está conectado a la boca de entrada de una centrífuga 44. En el conducto 42 puede incluirse una bomba, o, bien, puede disponerse el aparato para flujo por gravedad. La centrífuga produce una solución acuosa rica en amilopectina y una torta de sólidos húmedos, rica en amilosa. La solución de amilopectina se hace pasar por el conducto 46 a un dispositivo de secado por pulverización 48, produciendo un material seco rico en amilopectina. Este secador es del tipo en el líquido se pulveriza en una corriente ascendente de aire caliente, de manera que el líquido pulverizado, al descender, se seca, si bien, pueden utilizarse otros ti-



263892

pos que son usuales en la industria del almidón. Con objeto de reducir la carga en el secador, la solución de amilopectina debe ser concentrada en un evaporador usual antes del secado.

5 La torta húmeda de la centrifuga se traslada a un tratamiento de lavado. El aparato para el lavado comprende un tanque mezclador simple 52, provisto de un agitador 54 y una entrada de agua 56. El tanque 52 se representa en el esquema conectado por un conducto 50

10 a la centrifuga 44. Sin embargo, el método de transporte la torta de sólidos húmedos al tratamiento de lavado dependerá del contenido en líquido de los sólidos. En algunos casos, puede ser conveniente lavar los sólidos fuera de la centrifuga o, bien, hacer que la centrifuga

15 funcione de modo que se produzca una fase sólida impulsable por una bomba. En cualquier caso, la fase de sólidos se mezcla con agua en el tanque 52 y, a continuación, se elimina el agua parcialmente en una segunda centrifuga 60. El tanque de mezclado 52 está conectado

20 a través del conducto 58 a la boca de alimentación de la segunda centrifuga.

La centrifuga 60 está conectada, por medio del conducto 62, al tanque de mezclado 10 para permitir el reciclado de las aguas de lavado, evitando pérdidas de

25 partículas finas de amilosa o de amilopectina en el agua de lavado. La torta de sólidos húmeda de la centrifuga 60 se seca, a continuación, conectándose la centrifuga con el secador 66 a través del conducto 64. Aquí, nuevamente, puede utilizarse cualquier método apropiado para

30 transportar la torta de la centrifuga al secador. El

263 892



5 secador puede ser un secador por pulverización o, bien,
puede comprender una serie de tanques y filtros, segui-
dos de un secador apropiado, en el que la amilosa se des-
hidrata y seca por tratamiento con metanol (u otro di-
solvente orgánico) para sustituir al agua, según se des-
cribe aquí en lo que sigue. En este último caso, el di-
solvente orgánico se eliminará por los métodos de seca-
do usuales más sencillos. El disolvente orgánico puede
recuperarse, para su empleo posterior, mediante los mé-
10 todos que son bien conocidos en la práctica.

Los ejemplos que siguen aclaran el método de este
invento, pero debe tenerse presente que estos ejemplos
solamente son ilustrativos y no deben considerarse como
una limitación del invento. En los ejemplos se utilizan
solamente calidades comerciales de almidón.

15 En los ejemplos se hace referencia al "índice azul"
de las fracciones separadas. El "índice azul" es una de-
terminación analítica que permite distinguir entre ami-
losa y amilopectina. La amilosa tiene un índice azul ele-
vado y sabemos que la amilosa de maíz de calidad comer-
20 cial tiene un índice azul por encima de 0,7. Índices -
tan elevados como 1,34 se han indicado para la amilosa
de patata de peso molecular elevado. El almidón de maíz
desengrasado se ha descrito que tiene índice azul de,
25 aproximadamente, 0,37. La amilopectina tiene un índice
azul de 0,20 ó menos. En general, el índice azul de
la amilosa depende de su peso molecular y el valor dis-
minuye al disminuir el peso molecular, aunque no neces-
ariamente en una proporción directa. Para el almidón de
30 maíz y sus fracciones, el índice azul aumenta un 10 ó

263892



15% por desengrasado. Los índices azules, indicados en esta memoria, se determinaron del siguiente modo: Una muestra de 0,1 g. (pesada con una exactitud de 0,1 mg.) se transvasa a un matraz volumétrico de 100 ml. La muestra se mezcla con 1 ml. de etanol, 10 ml. de agua y 2 ml. de hidróxido sódico al 10%. La muestra se calienta, a continuación, hasta que quede transparente, se enfría y se añade una nueva cantidad de agua hasta completar el volumen de 100 ml. Cinco mililitros de esta solución se transvasan a un matraz de 500 ml., al que se añaden 100 ml. de agua, seguidos por 3 gotas de ácido clorhídrico 6N. Se mezcla por agitación y se añaden, a continuación, 5 ml. de solución de yodo (0,2% de yodo y 2% de yoduro potásico) y el conjunto se completa hasta el volumen de 500 ml. La densidad óptica de esta solución a 680 m μ se determina mediante un espectrofotómetro Beckman, utilizando una cubeta de 2 cm. frente a un ensayo de control obtenido del mismo modo sin hidrato de carbono. El índice azul representa entonces la densidad óptica obtenida multiplicada por 0,2 y dividida por el peso de la muestra. En lugar de la mezcla etanol-hidróxido sódico, la muestra puede disolverse en 5 ml. de hidróxido sódico 1N sin calefacción.

Debido a que el índice azul varía con el peso molecular de la amilosa y con el contenido en amilosa y se afecta, asimismo, por el contenido de ácido graso del almidón, en algunos casos, se realizaron determinaciones de la viscosidad intrínseca de las fracciones separadas como medida del peso molecular. Estas determinaciones se llevaron a cabo a 35 $^{\circ}$ C. utilizando como disol-



5 vente hidróxido potásico IN. Un esquema de esta determinación se encuentra en la página 675 de la obra de Kerr a que se ha hecho referencia anteriormente. Para un determinado sistema disolvente-polímero, la viscosidad intrínseca disminuye a medida que disminuye el peso molecular.

Ejemplo 1

10 Una suspensión de fécula de maíz natural granular en agua, que tenía una densidad de 5,6^o Bé. y un pH de 6,5, se convirtió en una solución fluida calentándola en un aparato del tipo descrito en la patente de Etheridge, citada anteriormente. La muestra se mantuvo en el tanque de retención durante 6 minutos. La presión monométrica del vapor en el inyector mezclador fué de 15 5,4 kg/cm² y la suspensión de almidón se introdujo en el inyector mezclador a unos 6,7 kg/cm² man. En el tanque de retención, la presión se mantuvo a 4 kg/cm² man., mientras que la temperatura real medida en el tanque 20 fué de 147^o C.

La solución de almidón, cuando se separó del tanque de retención, tenía el aspecto de una solución transparente. Al separarla a la presión atmosférica, la temperatura de la muestra descendió por debajo del punto de 25 ebullición del agua (alrededor de 98^o C). Se determinó la viscosidad en un viscosímetro Brookfield y, a 98^o C, el valor obtenido fué de 102 centipoises, mientras que una segunda muestra a 97^o C tenía una viscosidad de 105 centipoises. El pH del engrudo fué de 6,7.

30 La muestra se dividió en tres fracciones para en-

263892



friarlas a diferentes velocidades. Las velocidades se representan gráficamente en la figura 2. Para obtener las diferentes velocidades de enfriamiento, se dejó - que las fracciones de la muestra se enfriarán en tres
5 recipientes, cada uno con un aislamiento diferente de los otros. Los recipientes eran, respectivamente, un vaso de acero inoxidable sin aislamiento, un jarro ca- sero aislado con una forma fibrosa de aislamiento y un vaso Dewar.

10 Las velocidades de enfriamiento obtenidas por la pérdidas de calor en el aire ambiente se designan, respectivamente, como 1, 2 y 3, en la figura 2. Se observará que la solución enfriada con la velocidad 1 descen- dió por debajo de 49°C en un poco más de 4 horas. Para
15 las velocidades 2 y 3, esta temperatura se alcanzó a las 11 y 32 horas, respectivamente. Se observó que la solución enfriada, de acuerdo con la primera curva de enfriamiento, había formado un gel rígido, mientras que
20 las otras dos muestras, enfriadas de acuerdo con las curvas 2 y 3, se convirtieron estables. En cada caso, se había separado de la solución una fase sólida en forma de partículas, y el sólido separado se separó de la so- lución centrifugándolo a 9000 R.C.F. El gel rígido (pro- ducción en el vaso de acero inoxidable) hubo de ser tri-
25 turado en agua por medio de un mezclador muy revoluciona- do hasta que pudo recuperarse el sólido. El sólido de cada muestra se dispersó en agua, con agitación enérgi- ca, se centrifugó de nuevo y se repitió este ciclo de - lavado.

30 La fase sólida lavada se deshidrató, agitando en

263892



metanol y lavando, a continuación, dos veces en metanol y dos veces en acetona. Finalmente, el sólido deshidratado se secó a fondo, calentándolo a 110° C. El producto era un polvo blanco. Se determinaron los valores del índice azul y los resultados obtenidos se indican en la tabla 1. A pesar del lavado a fondo, el sólido separado del gel rígido (curva de enfriamiento 1) contenía una gran cantidad de amilopectina, y hemos encontrado que esto es siempre cierto.

10

Tabla 1

<u>Velocidad de enfriamiento</u>	<u>Fracción de amilosa índice azul</u>	<u>Fracción de amilopectina, índice azul.</u>
2	1000+	0,122++
3	0,896	0,320

15

+ Viscosidad intrínseca - 1,45

++ Viscosidad intrínseca - 1,47

Ejemplo 2

20

Se repitió el procedimiento del ejemplo 1, excepto que la solución se mantuvo a 149° C durante 12 minutos en el tanque de retención. La solución, enfriada nuevamente de acuerdo con la curva 1 de la figura 2, formó un gel rígido, mientras que las otras continuaron estables. Los resultados obtenidos se indican en la tabla 2. La viscosidad de la solución fué de 80 centipoises a 98° C; una muestra duplicada dió un valor de 90 centipoises a 97° C. El pH de la solución fué de 6,7.

25

30



263892

Tabla 2

<u>Velocidad de enfriamiento</u>	<u>Tracción de amilosa índice azul</u>	<u>Fracción de amilopectina índice azul</u>
----------------------------------	--	---

5	2	1020+	0,140++
	3	0,944	0,314

+ Viscosidad intrínseca - 1,46

++ Viscosidad intrínseca - 1,48

Ejemplo 3

10

Se repitió el procedimiento del ejemplo 1 con un tiempo de permanencia de 9 minutos. La solución tenía una viscosidad, según Brookfield, de 88 centipoises a 97° C y un pH de 7,0. Se enfrió de acuerdo con la curva número 2 de la figura 2 y la fase sólida se separó de la solución, aún fluida, después de un reposo durante la noche. El índice azul de la fase sólida rica en amilosa fue de 1,040, mientras que el índice azul de la fase rica en amilopectina fue de 0,208.

15

20

Ejemplo 4

Se repitió el procedimiento del ejemplo 2 en todos los detalles esenciales y la solución producida tenía una viscosidad de 74 centipoises a 98° C y un pH de 6,8. La solución se dividió en tres partes que se enfriaron durante la noche, de acuerdo con las curvas 1, 2 y 3 de la figura 2; las temperaturas finales alcanzadas fueron de 30° C, 39° C y 61° C, respectivamente. Las fracciones sólidas se separaron por centrifugación, según se describió. Los valores del índice azul obtenidos se

25

30



indican en la tabla 3. La solución enfriada, de acuerdo con la curva 1, había formado un gel rígido análogo al de los ejemplos 1 y 2; las otras fueron estables.

Tabla 3

<u>Velocidad de enfriamiento</u>	<u>Fracción de amilosa índice azul</u>	<u>Fracción de amilopectina índice azul</u>
2	1,043	0,208
3	0,999	0,344

En los ejemplos 1, 2 y 4, las muestras para los análisis se separaron de los vasos Dewar en una fase anterior, cuando la temperatura había descendido solamente a alrededor de 60° C. Sin embargo, si se enfría más hasta 49° C, como nosotros preferimos, los resultados son, aproximadamente, los mismos o ligeramente mejores que cuando se enfría de acuerdo con la velocidad 2.

Ejemplo 5

Se repitió el procedimiento del ejemplo 3 en todos sus detalles esenciales, excepto que la fécula de maíz natural se substituyó por almidón natural procedente de otras fuentes. Las velocidades de enfriamiento fueron de acuerdo con la curva 2 de la figura 2. Los resultados obtenidos se representan en la tabla 4. Debe hacerse notar que el rendimiento está referido al peso del almidón empleado, en vez de al contenido en amilosa del almidón natural. En todo caso, la solución final fué estable.



263892

Tabla 4

	Almidón	Viscosidad de la solución centi poises aprox. a 97° C	% rendimiento fracción amilosa.	Índice azul de la fracción amilosa.	Índice azul de la fracción amilopectina
5	Patata	157	18.5	1,38	0,111
	Tapioca	87	16.3	1,38	0,026
	Sagú	82	27.7	1,13	0,056
	Arroz	103	20,8	1,13	0,117
10	Trigo	119	32,24	1,05	-----
	Arrurruz	162	17,2	1,20	-----

+ Este es muy superior al contenido en amilosa descrito para el almidón de trigo; sin embargo, el índice azul indica que la fracción de amilosa tiene pureza elevada.

15

Ejemplo 6

Una mezcla 3:1 de fécula granular natural de maíz y de patata se calentó en agua, según se describió en el ejemplo 1, y se mantuvo a la temperatura indicada durante 8,5 minutos. La suspensión tenía un pH de 6,0. Después de enfriar, de acuerdo con la curva 2 de la figura 2, la solución era estable y se separaron 21,8 g. de amilosa por 100 g. de almidón. La amilosa tenía un índice azul por encima de 1,1. Se obtuvieron resultados análogos con mezclas de féculas de maíz y patata 1:1, 7:1 y 1:9.

25

Ejemplo 7

En el aparato de la figura 1, empleando esencialmente las mismas condiciones que en el ejemplo 1, pero

30

203892



con un tiempo de permanencia de 10 minutos, se produ-
jeron 380 kg. de solución de fécula de maiz natural con
9,4% de sólidos. La solución se enfrió desde 100° C a
30° C. durante 40 horas, y se conservó estable. A con-
5 tinuación, se separó la fase sólida por centrifugación
a 30° C, utilizando una supercentrífuga Sharples, que
tenía un tambor de 10 cm. de diámetro, girando a 15.000
rpm. La torta de la centrifugación se lavó poniéndola
en suspensión en 2 kg. de agua por kg. de torta húme-
10 da y volviendo a centrifugar. La torta de la centrífuga
contenía 16,6% de sólidos. El agua de lavado no se vol-
vió a hacer circular, de manera que hubo alguna pérdida
de pequeñas partículas. El rendimiento fué, aproximada-
mente, del 17% del almidón de partida o, aproximadamen-
15 te, el 70% del contenido en amilosa calculado del almi-
dón de partida. La fracción de amilopectina se recuperó
de la solución mediante secado por pulverización.

Aunque todos los ejemplos anteriores incluyen la
calefacción por medio de un inyector de vapor, la fase
20 de calefacción puede realizarse de otro modo. Los ejem-
plos que siguen ilustran los resultados obtenidos cuan-
do la fase de calefacción se realiza en otros tipos de
instalación.

Ejemplo 8

25 Una suspensión de almidón natural granular del maiz,
con 9,5% de sólidos, aproximadamente, se hizo pasar me-
diante una bomba, a temperatura ambiente y a velocidad
constante, a través de un tubo en forma de serpentín,
30 sumergido en un baño de temperatura constante, manteni-

263892



do a unos 150° C. Se eligió la velocidad de hombres, con objeto de mantener el almidón y agua en el baño durante 2 minutos. La solución formada en estas condiciones se hizo salir, a la presión atmosférica, a un
5 recipiente aislado diseñado para proporcionar una velocidad de enfriamiento algo más lenta que la de la curva 2 de la figura 2. Después que la solución se hubo enfriado por debajo de 49° C, fué estable y se obtuvieron 27,7 g. de amilosa, con un índice azul de 0,96,
10 por 100 g. de almidón introducido. Se repitió este procedimiento, aumentando gradualmente la temperatura. Por encima de unos 177° C, la degradación del almidón fué tan rápida que la viscosidad específica reducida del almidón, que mide el peso molecular del almidón, se redujo casi un 60%.
15

Ejemplo 9

Este ejemplo ilustra el empleo de un autoclave en el método de este invento. 200 g. de almidón de maiz se pusieron en suspensión en 2 litros de agua. La mezcla
20 se calentó durante 45 minutos, con agitación, utilizando un baño de vapor y un calentador de inmersión. La temperatura fué, aproximadamente, de 96° C, aunque había alguna ebullición superficial en el calentador de inmersión.
25

Aproximadamente, 1,5 litros del engrudo de almidón transparente que se formó, se vertieron en un autoclave y éste se cerró herméticamente y se calentó eléctricamente. Al cabo de media hora, la temperatura se había elevado a unos 152° C; se dejó entonces enfriar el autoclave;
30

263892



al cabo de otros 65 minutos, cuando la temperatura había descendido, aproximadamente, al punto de ebullición a la presión atmosférica, el autoclave se abrió. Una porción de la solución de almidón se vertió en un vaso de Dewar, tapado holgadamente, para que se enfriara. La solución alcanzó la temperatura ambiente al cabo de unos dos días y se conservó estable. La solución se examinó microscópicamente y se observó que había presentes partículas grandes, ricas en amilosa. Una fracción considerable de estas partículas de amilosa eran de 50 - 75 micras de diámetro. El material rico en amilosa se separó fácilmente por centrifugación de la fase líquida, rica en amilopectina.

Otra porción de la solución tratada en autoclave se enfrió en un vaso sin aislar y a las 24 horas se había solidificado, dando un gel opaco muy rígido. En el gel rígido, se observaron algunos particulares, pero éstas eran, aproximadamente, de 5 micras de diámetro, es decir, considerablemente menores que el tamaño medio de los gránulos de almidón de maíz. Esto es típico de las partículas formadas cuando se retrograda un engrudo de almidón.

Ejemplo 10

Siguiendo el procedimiento del ejemplo 7, se produjo un gran volumen de solución y, la separación de la fracción de amilosa, se siguió cuidadosamente durante el enfriamiento desde el punto de ebullición. La velocidad de enfriamiento fué tal que se tardó unas 36 horas en alcanzar 49° C. Se separaron muestras pequeñas mientras

263892



se enfriaba la solución. Cada una de las muestras se centrifugó en las mismas condiciones y se determinó el volumen de la torta sólida en relación con el volumen de líquido. Aproximadamente, un tercio de los sólidos ricos en amilosa habían precipitado en las primeras 10 horas (aproximadamente, a 69° C). Después, al aproximarse a 50° C, hubo un aumento grande y repentino en la fase sólida rica en amilosa, hasta que más del 25% de los sólidos del almidón habían precipitado como amilosa.

Ejemplo 11

Se preparó una carga de solución de almidón de maíz esencialmente según se describió en el ejemplo 1, y se dividió en 7 partes. Seis partes, se colocaron inmediatamente, en recipientes cubiertos, en estufas separadas de temperatura constante, mantenidas a 70° C, 60° C, 55° C, 50° C, 47° C y 36° C. La otra parte, se dejó enfriar, de modo natural, hasta la temperatura ambiente. Después de reposar durante la noche, las muestras a 47°, 38° y temperatura ambiente, se cuajaron. La muestra de 70°, después de reposar durante la noche, y todas las otras muestras al cabo de las 48 horas, contenían partículas de amilosa, que se separaron fácilmente por centrifugación. Las muestras solidificadas, no contenían partículas de amilosa de tamaño separable.

En la descripción anterior y en las reivindicaciones adjuntas, las temperaturas indicadas son aproximadas. Muchos de los fenómenos que hemos observado, no tienen lugar a temperaturas claramente definidas. Por otra parte, los fenómenos, por ejemplo, de iniciación y termina-

233892



ción de la separación de la fracción sólida, son difíciles de observar.

5 Puesto que pueden llevarse a cabo muchas formas de realización de este invento y pueden efectuarse muchos cambios en las formas de realización descritas, la descripción anterior debe interpretarse sólo como ilustrativa y el invento se define en las reivindicaciones adjuntas.

10 Esta solicitud que corresponde a la presentada en E.U.A., con fecha 13 de Enero de 1.960, bajo el número 2.160, se escoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

15

- N O T A -

20 Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

25 1ª. - Un método de fraccionar almidón, que comprende formar una solución fluida de almidón en agua, calentándola por encima de unos 121º C, enfriar dicha solución por debajo del punto de ebullición atmosférico y por encima de unos 49º C, siendo la concentración de la sustancia seca del almidón en dicha solución enfriada mayor de aproximadamente 2,5% en peso, mantener dicha solución dentro de la gama de temperatura entre unos 49º C y el punto de ebullición atmosférico durante un periodo de tiempo tal
30 que se estabilice dicha solución y se forme y desarrolle

263892



una fracción separable sólida rica en amilosa en la misma, y separar dicha fracción de la solución estable.

5 2º. - El método del punto 1º, en el cual dicha solución se mantiene dentro de dicha gama de temperaturas durante más de 8 horas.

10 3º. - El método de los puntos 1º o 2º, en el cual la concentración de la sustancia seca del almidón en dicha solución enfriada es menor que la requerida para comunicar una viscosidad de más de 1500 centipoises a dicha solución enfriada.

4º. - El método de cualquiera de los puntos 1º a 3º, en el cual el almidón es un almidón o fécula de cereales.

15 5º. - El método de cualquiera de los puntos 1º a 4º, en el cual la solución fluida de almidón en agua se calienta inicialmente a entre 121 y 177º C.

20 6º. - El método de cualquiera de los puntos 1º a 5º, para separar amilopectina de almidón, en el cual dicha solución enfriada se estabiliza para producir y desarrollar en ella una fracción sólida separable deficiente en amilopectina, la fracción líquida de dicha solución estabilizada se recoge por separado y se elimina agua de ella para producir una fracción sólida rica en amilopectina.

25 7º. - El método de fraccionar almidón, que comprende formar una solución fluida de almidón en agua, calentándola entre 121 y 177º C, enfriar primero dicha solución hasta aproximadamente el punto de ebullición a la presión atmosférica y luego, lentamente, desde aproximadamente el punto de ebullición a la presión atmosférica.

30

263892



a una velocidad para alcanzar los 49° C en más de 8 horas, estando la solución por encima de 49° C durante un periodo suficiente para estabilizarla y para formar y desarrollar una fracción sólida separable rica en amilosa en ella, siendo la concentración de la sustancia seca del almidón durante dicho enfriamiento lento mayor de aproximadamente 2,5% en peso y menor de la requerida para comunicar a dicha solución una viscosidad de más de 1500 centipoises, y separar dicha fracción de la solución estable.

8°. - El método del punto 7°, en el cual dicha solución se enfría primero hasta aproximadamente el punto de ebullición a la presión atmosférica y luego, lentamente, desde aproximadamente el punto de ebullición a la presión atmosférica hasta unos 49° C a una velocidad tal que se alcancen los 49° C en más de 8 horas.

9°. - El método de los puntos 7° u 8°, en el cual la solución fluida se calienta inicialmente a entre 138 y 160° C.

10°. - El método de cualquiera de los puntos 7° a 9°, en el cual la solución se mantiene entre 49° C y el punto de ebullición a la presión atmosférica durante un periodo suficiente para estabilizarla y para formar y desarrollar en ella la fracción sólida separable rica en amilosa.

11°. - El método de cualquiera de los puntos 7° a 10°, en el cual la solución se calienta inicialmente entre 121° C y 177° C durante hasta 30 minutos aproximadamente.

12°. - El método de cualquiera de los puntos 7° a

263 892



11º, en el cual la solución fluida se calienta inicialmente con vapor de agua a presión superatmosférica para llevar la temperatura rápidamente a entre 121 y 177º C.

5 13º. - El método de cualquiera de los puntos 7º a 11º, en el cual la solución fluida se calienta inicialmente con vapor de agua a presión superatmosférica para elevar su temperatura sustancialmente de modo instantáneo a 121 - 177º C.

10 14º. - El método de cualquiera de los puntos 7º a 13º, en el cual la fracción sólida rica en amilosa se separa después de que por lo menos el 50% de las partículas de la misma son mayores de 20 micras.

15 15º. - El método de cualquiera de los puntos 7º a 14º, en el cual el almidón es un almidón de cereales, - tal como fécula de maíz.

16º. - Un método de fraccionar almidón.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en los dibujos que se acompañan y con los fines que se han especificado.

20 Esta Memoria consta de cuarenta y una hojas escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid,

P. A.

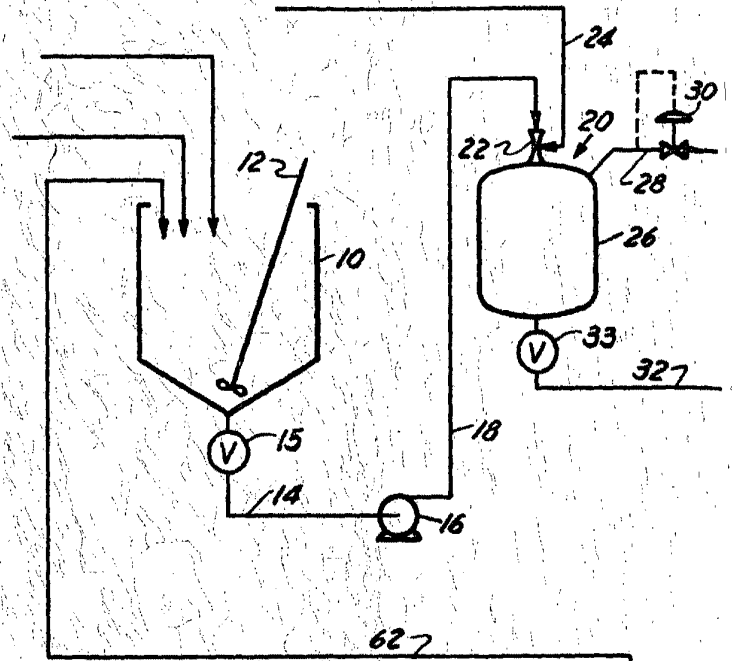


FIG. 1

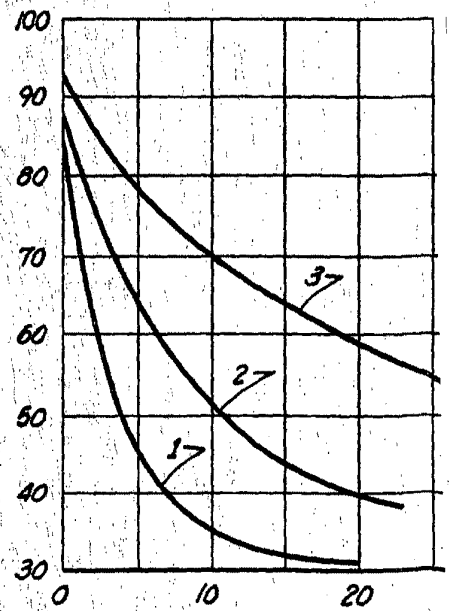
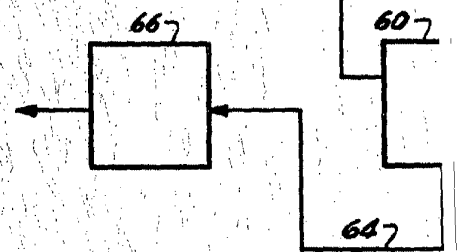
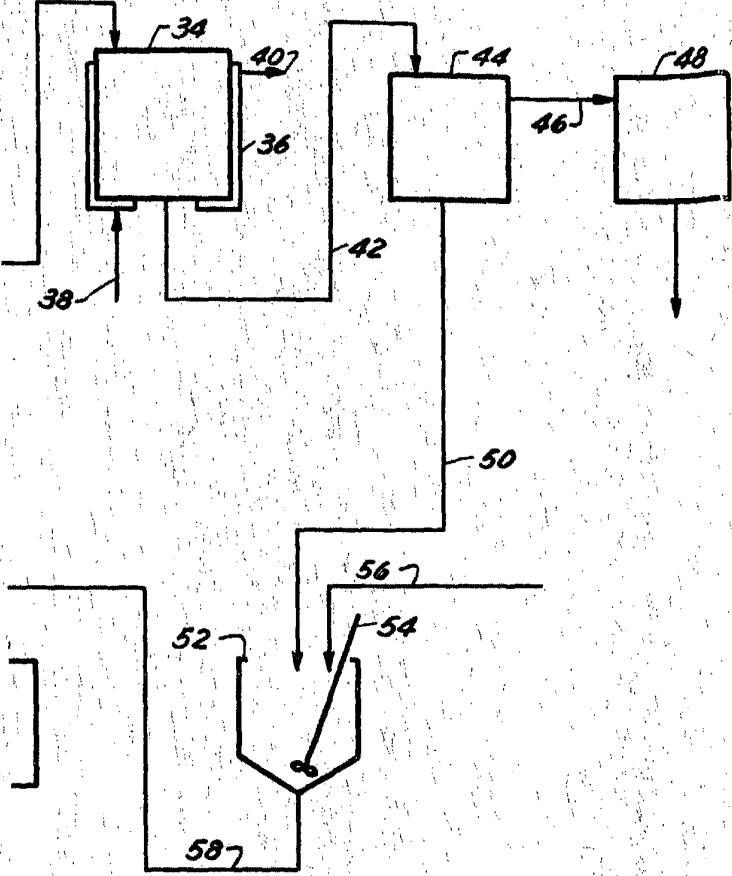
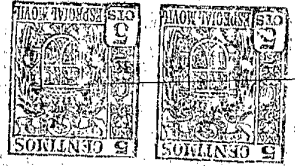


FIG. 2



263892

