

20



443132

P.- 61.870

No. 19.690

Case D-3143

HL 41679

MEMORIA DESCRIPTIVA

PARA SOLICITAR

PATENTE DE INVENCION

a nombre de CPC INTERNATIONAL INC.

entidad norteamericana

establecida en International Plaza, Englewood Cliffs, Nueva
Jersey, Estados Unidos de América

por: "UN PROCEDIMIENTO DE FLUIDIFICACION PARA LA FLUIDIFICA-
CION DE SOLIDOS" .

Int. Cl.: BOAF

BOAF

200



La presente invención se refiere a un procedimiento para la fluidificación y, más en particular, a un procedimiento para la fluidificación de materiales que son difíciles de fluidificar.

5 Durante muchos años se han utilizado diversos tipos de procedimientos de fluidificación para cierto número de operaciones unitarias y/o procedimientos unitarios diferentes, incluidas las reacciones químicas y las operaciones de secado. En el sistema fluidificado usual, se suspende una
10 fase sólida en una corriente de fluido que se mueve hacia arriba, usualmente una corriente de gas, mediante lo cual la masa de partículas sólidas tiene el aspecto de un líquido en ebullición. La fase sólida puede ser un catalizador para favorecer una reacción química, estando los reaccionantes
15 contenidos en el gas fluidificante, o bien la fase sólida puede ser un material que es capaz de reaccionar con el gas fluidificante. Alternativamente, la fase sólida puede ser un material que se trata mediante el gas fluidificante, como en el caso del secado por fluidificación.

20 Una de las principales ventajas de los sistemas de lecho fluidificado reside en el hecho de que la gran turbulencia que existe en un lecho fluidificado proporciona unas elevadas características de transferencia de calor. Además, esta turbulencia en el lecho fluido origina un completo mez-
25 clado de los sólidos con el gas fluidificante para formar un

SECRET



sistema gas-sólido relativamente homogéneo .

Sin embargo, los sistemas de lecho fluidificado no carecen de algunas desventajas. Como es ahora bien sabido por los expertos en la técnica, el uso de sistemas fluidificados da como resultado, frecuentemente, la formación de canales en el lecho, un fenómeno que es causado por la formación de bolsas o cavidades en la fase sólida, que a su vez dan como resultado el paso de gas a través de los sólidos que forman el lecho sin entrar en un íntimo contacto con la fase sólida.

El problema de la formación de canales en un sistema de lecho fluidificado puede ser reducido a un mínimo, parcialmente, mediante el uso de una pluralidad de zonas tubulares, a través de las cuales el gas fluidificante pasa en contacto con la fase sólida. Cada tubo actúa, así, como un lecho fluidificado individual que tiene una superficie de sección transversal mucho más pequeña. Tales sistemas de lecho tubular poseen aún mayores características de transferencia de calor, debido a que la pluralidad de zonas tubulares aumenta la superficie disponible para la transferencia de calor.

Sin embargo, el uso de una pluralidad de zonas tubulares no ha encontrado aceptación en la fluidificación de materiales que, debido a sus características de cohesión o adherencia, tienden a formar agregados o aglomerados y,

040101433



caen dentro de las categorías de los grupos C y D como se han reseñado anteriormente. El almidón es un ejemplo de un material del grupo C, puesto que el almidón tiende a ser bastante adherente y, por lo tanto, tiende a obstruir los tubos de pequeño diámetro. Se han efectuado intentos en la técnica anterior para tratar almidones en un sistema de lecho fluidificado. Por ejemplo, en la patente de Estados Unidos número 2.845.368, se describe un procedimiento para la conversión de almidón en dextrina, en un sistema de lecho fluidificado, en el cual el reactor fluidificado incluye una pluralidad de tubos de transferencia de calor contenidos en el reactor para suministrar calor al almidón que está experimentando la conversión. Una de las principales dificultades con un sistema del tipo descrito en la patente precedente es que el almidón, cuando entra en contacto con un catalizador ácido, tiende a formar grumos o aglomerados dentro del reactor de lecho fluidificado hasta un grado aún mayor. De este modo, la adherencia inherente del almidón unida a la mayor tendencia del almidón a aglomerarse cuando entra en contacto con un catalizador, da como resultado una grave formación de canales. La formación de canales, a su vez, da como resultado una conversión incompleta del almidón en dextrina.

Además, los reactores utilizados en la conversión de almidón en dextrina se caracterizan, frecuentemente, por una "zona muerta" en la porción superior del



reactor, en la que el almidón puede asentarse y ser sometido a elevadas temperaturas durante periodos prolongados. Puede tener lugar la autoignición, causando incendios y/o explosiones. Este problema puede ser particularmente agravado en un aparato del tipo concebido en la patente precedente, puesto que las superficies de transferencia de calor presentes en el reactor de lecho fluidificado, cuando están presentes en un área superficial suficiente para proporcionar el necesario intercambio de calor, interrumpen el flujo del fluido dentro del reactor provocando la formación de tales "zonas muertas".

Por consiguiente, un objeto de esta invención es proporcionar un procedimiento para la fluidificación de sólidos difíciles de fluidificar, que supera las desventajas anteriores.

Un objeto más específico de la invención es proporcionar un procedimiento para la fluidificación de sólidos difíciles de fluidificar, que se caracteriza por la ausencia de "zonas muertas", homogeneidad mejorada y características mejoradas de transferencia de calor.

Un objeto adicional de la invención es proporcionar un procedimiento para la fluidificación de almidones en la producción de productos de conversión de almidón mediante procedimientos en los que los almidones se convierten eficazmente con tiempos de permanencia rela-

620101100



tivamente cortos, al tiempo que se reduce a un mínimo la degradación térmica y los riesgos de explosión y/o incendio.

Estos y otros objetos y ventajas de la invención se harán evidentes más completamente en lo que sigue y, con fines de ilustración, pero no de limitación, se muestra una realización de la invención en los dibujos que se acompañan, como se describe en lo que sigue.

La presente invención va encaminada a un procedimiento para la fluidificación de materiales sólidos difíciles de fluidificar, en particular materiales sólidos en partículas, que tienen una tendencia a adherirse o a aglomerarse para formar masas cohesivas. La presente invención considera los procedimientos químicos y/o físicos, en los que tales materiales en partículas son fluidificados y sometidos a transferencia de calor durante la fluidificación, usualmente para suministrarles calor.

De acuerdo con la práctica de la invención, se hace uso de un sistema de fluidificación que incluye una zona superior fluidificada y agitada, y una zona inferior fluidificada y agitada, con una zona intermedia fluidificada constituida por una pluralidad de zonas tubulares que se comunican con cada una de las zonas fluidificadas superior e inferior, pasando así el gas fluidi-

12.12.75



a lo largo de las líneas 2-2 de la figura 1; y que ilustra un mayor número de tubos que en la figura 1, en la que solamente se eligen cuatro tubos con fines de sencillez de ilustración.

5 La figura 3 es una ilustración esquemática del procedimiento de la invención.

De acuerdo con una realización, los conceptos de la presente invención se aplican a la conversión de almidón en dextrina, en una reacción catalizada por ácido, a una temperatura elevada, en la que el almidón se introduce en una zona fluidificada, que es agitada continuamente. Desde dicha zona fluidificada, se hace pasar el almidón, bien sea en corriente coincidente o, preferiblemente, en contracorriente con el gas fluidificante, a través de una pluralidad de zonas fluidificadas tubulares y por otra zona fluidificada que está igualmente sometida a agitación.

10

15

En la práctica preferida de la invención, el almidón se introduce en una zona superior fluidificada y se agita continuamente en esta zona superior fluidificada. Desde la zona superior fluidificada se hace pasar el almidón, hacia abajo, en contracorriente con el gas fluidificante, a través de la pluralidad de zonas fluidificadas tubulares, por una zona fluidificada inferior que está igualmente agitada. El producto formado se retira desde la zona fluidificada inferior.

20

25

9



Una de las importantes características del procedimiento de esta invención es que tanto las zonas fluidificadas inferiores como superiores están vigorosamente agitadas para asegurar un completo mezclado, tanto en las zonas superiores como en las inferiores. Esta agitación sirve no sólo para evitar la formación de canales y, por lo tanto, para evitar una incompleta conversión del almidón, sino que actúa también de manera que impide la formación de las llamadas "zonas muertas" en el recipiente de reacción y, de este modo, evita la carbonización y la indeseable degradación térmica del almidón.

Como es bien sabido por los expertos en la técnica, las dextrinas son los productos de la degradación del almidón obtenidos por calentamiento del almidón en un estado relativamente seco, en presencia o en ausencia de un ácido. Normalmente, el almidón de maíz contiene desde aproximadamente un 10% hasta aproximadamente un 12% en peso de humedad; durante el calentamiento en seco del almidón naturalmente seco, se elimina esta humedad, después de lo cual comienza la conversión en dextrina y la ramificación. Durante la reacción de conversión en dextrina se efectúan tanto la hidrólisis como la condensación. La ramificación tiene lugar como resultado de la nueva polimerización del almidón parcialmente hidrolizado, cuando la humedad del almidón es inferior a un 3% en peso, aproximadamente.



El término valor equivalente de dextrosa (D.E.) se utiliza aquí para hacer referencia al contenido de azúcares reductores de los sólidos disueltos en un hidrolizado de almidón o dextrina, expresado como porcentajes de dextrosa tal como se mide por el método de Schoorl (Encyclopedia of Industrial Chemical Analysis, volumen 11, páginas 41 a 42). Las dextrinas de almidón tienen, generalmente, un valor equivalente de dextrosa inferior a aproximadamente 7 y, con la mayor frecuencia, comprendido en el margen de aproximadamente 1 a 7.

El almidón no tratado tiene, normalmente, un grado de ramificación de un 3,6% aproximadamente. En cambio, las dextrinas tienen usualmente un grado de ramificación de 7% por lo menos, generalmente de 7 a 16%.

El grado de ramificación de una dextrina se determina mediante tres tipos de análisis, es decir, el valor equivalente de dextrosa (el D.E. de Schoorl indicado en lo que antecede), contenido de sustancia seca, y cantidad de ácido fórmico formado por oxidación con peryodato. Este último análisis, conocido también como el valor o índice de ácido fórmico (FAV), expresado como miliequivalentes de ácido fórmico por gramo de sustancia seca, se determina mediante oxidación a baja temperatura (2°C) con metaperyodato sódico, en condiciones rígidamente controladas. Este método es descrito con mayor detalle por R.W. Kerr y F.C. Cleveland, J.

001451400



Am. Chem. Sec., 74, 4036-4039 (1952) y por los mismos autores en Die Stärke, 5, 261-266 (1953), cuya exposición se incorpora aquí como referencia.

La oxidación con peryodato produce una molécula de ácido fórmico a partir de cada unidad de glucosa terminal no reductora y dos moléculas de ácido fórmico a partir de cada unidad de glucosa terminal reductora. Por lo tanto, las variaciones del FAV cuando se calculan con relación a un mol, indican el grado de ramificación de la dextrina. A partir de los tres (3) análisis precedentes, se calcula el grado de ramificación de la manera siguiente:

1. Cálculo del peso molecular número medio

(\bar{M}_n):

$$\bar{M}_n = \frac{20,500}{D.E.}$$

Nota: Se desprecia la corrección del D.E. para la dextrosa en la dextrina, debido a que la cantidad de dextrosa presente en las dextrinas es despreciable.

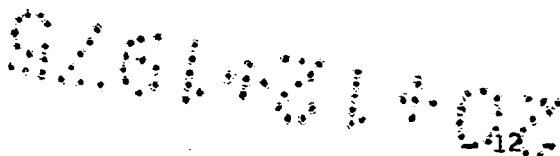
2. Conversión del índice de ácido fórmico

(FAV) desde miliequivalentes por gramo de sustancia seca (g.s.s.) a equivalentes por mol:

$$FAV, \text{ eq/mole} = FAV, \text{ meq/g.s.s.} \times \frac{\bar{M}_n}{1,000}$$

3. Cálculo del número de ramificaciones por

mol:





$$\text{Ramificaciones/mol} = \frac{\text{FAV, eq/mol} - 3}{1}$$

5 Nota: La oxidación con peryodato produce una molécula de ácido fórmico a partir de cada grupo terminal no reductor, y dos moléculas de ácido fórmico a partir de cada grupo terminal reductor.

4. Cálculo del total de enlaces por mol:

$$\text{Enlaces/mol} = \frac{M_n - 18}{162} - 1$$

10

5. Cálculo del grado de ramificación:

$$\text{Ramificación, \%} = \frac{\text{Ramificaciones/mol}}{\text{Enlaces/mol}} \times 100$$

15

La fórmula para la dextrina de almidón se puede describir como $(C_6H_{10}O_5)_n$, en la que n es una variable (en lugar de una constante matemática) e inferior al valor de n en el almidón. Las dextrinas se obtienen en varias calidades diferentes mediante calentamiento del almidón durante espacios de tiempo variables, a temperaturas que alcanzan hasta los 240°C aproximadamente. La amilodextrina, eritrodextrina, acrodextrina, etc., producidas por este medio, deben ser clasificadas de un modo aproximado en cuanto a su tamaño molecular, mediante el ensayo de yodo normalizado.

20

25

La reacción de conversión en dextrina puede ser catalizada por tratamiento del almidón seco naturalmente, con



un ácido, bien sea antes o durante el calentamiento del almidón. A este fin se puede utilizar cualquier ácido, tal como ácido sulfúrico, ácido sulfuroso, ácido clorhídrico, y similares. Preferiblemente, el ácido clorhídrico diluido acuoso o el gas de cloruro de hidrógeno anhidro, se pulverizan sobre las partículas de almidón, antes o durante la operación de calentamiento. También se pueden incorporar al almidón durante el procedimiento de conversión en dextrina, otros productos químicos tales como bórax.

Haciendo referencia ahora a la práctica de esta invención, en la figura 1 se muestra con detalle una vista en sección transversal del aparato de fluidificación utilizado preferiblemente en la práctica de esta invención. El aparato incluye una envolvente vertical alargada, designada por 10, que define en su porción superior, una cámara superior 12 que tiene medios de entrada 14 para el suministro de almidón. La envolvente 10 define, también, una cámara inferior 16, situada sustancialmente en la parte inferior. Tanto la cámara superior 12 como la cámara inferior 16, incluyen medios agitadores 18 y 20, respectivamente. Los medios agitadores 18 incluyen un eje 22 montado de manera que pueda girar dentro de la cámara superior 12. Montados en el eje 22 de manera que giren con él, hay una pluralidad de impulsores 24, que pueden ser de forma de



paletas planas que giran con el eje 22. Los medios agitadores 20 de la cámara inferior 16 incluyen, similarmente, un eje giratorio 26 que tiene impulsores 28 montados para que giren con él.

5

En la práctica preferida de esta invención, los medios agitadores 18 están formados por impulsores 24 de empuje ascendente, provistos de múltiples hojas, en posiciones escalonadas, estando montados impulsores 30 adicionales formando un ángulo de 90° entre cada uno de los impulsores 24 cuando se utilizan impulsores de dos hojas. Los medios agitadores 20 de la cámara inferior 16 tienen, preferiblemente, una configuración similar. Si se desea, alguno de los impulsores, o todos ellos, pueden ser dispuestos en ángulo con respecto a los ilustrados, dependiendo del número de hojas por impulsor.

10

15

Situados en la envolvente 10, en una sección intermedia 32, hay una pluralidad de tubos 34 que tienen un extremo superior 36, que comunica con la cámara superior 12, y un extremo inferior 38 que comunica con la cámara inferior 16. De esta manera, el almidón introducido hasta la entrada 14 fluye por gravedad, hacia abajo, a través de la cámara superior 12, a través de la pluralidad de tubos 34, y por la cámara inferior 16. La cámara inferior 16 incluye, también, medios de salida 40 para extraer de ella la dextrina de almidón.

20

25



Situada por debajo de la cámara inferior 16, hay una envolvente 42 que define una cámara de presión 44. Se introduce gas fluidificante en la cámara de presión, a través de unos medios 46 de entrada de gas fluidificante, y se hace pasar a través de una abertura 48 al interior de la cámara inferior 16.

La disposición de los tubos en la sección intermedia 32 puede variarse considerablemente. Una disposición adecuada para los tubos 34 en la sección 32, se muestra en la figura 2 del dibujo. Como se muestra en esta figura, los tubos 34 están dispuestos en una disposición alrededor del centro de la sección 32.

Por lo menos la sección tubular está provista con medios para suministrar y/o retirar calor de ella. Para este fin, la sección 32 define preferiblemente una camisa para los medios de intercambio de calor, los cuales pueden ser suministrados a la sección 32 mediante los medios 49 de entrada, y retirados de la sección o camisa 32 mediante los medios 50 de salida, como se muestra en la figura 1. En muchos casos es también deseable emplear medios de intercambio de calor con las cámaras superior e inferior. Para este fin, es suficiente, generalmente, proporcionar una camisa 52 que rodea la cámara superior 12, incluyendo la camisa 52 unos medios 54 de entrada, para suministrar medios de intercambio de calor a la camisa 52,



y unos medios 56 de salida, para retirar los medios de intercambio de calor desde la camisa 52.

5 Como se muestra en la figura 1 del dibujo, puede ser suficiente con que la camisa 52 de intercambio de calor de la cámara superior 12, se extienda solamente hasta los medios 14 de entrada, o puede ser conveniente encamisar la totalidad de la sección superior, para evitar la condensación. Sin embargo, se prefiere, generalmente, que la cámara superior 12 incluya una porción 58 de cúpula, formando parte integrante de ella, desde la cual se puede retirar el gas fluidificante desde el reactor, mediante los medios 60 de salida. Como será apreciado por los expertos en la técnica, no solamente se retira el gas fluidificante desde los medios 60 de salida, sino que cualesquiera "finos" arrastrados en el gas fluidificante son transportados con él a través de los medios 60 de salida. Como será apreciado por los expertos en la técnica, es posible y algunas veces deseable, formar la cámara superior de manera que tenga un área de mayor sección, para reducir la velocidad lineal del gas fluidificante y contribuir, de este modo, a la separación de las partículas arrastradas de la fase sólida. Se puede aumentar el área de la sección transversal de la cúpula propiamente dicha o bien, para este fin, se puede aumentar el área de la sección transversal de la totalidad de la cámara 12.

10

15

20

25

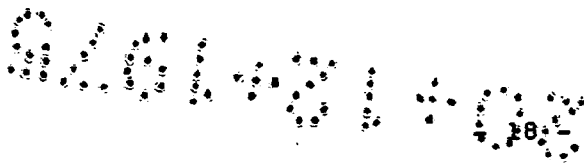
001731 1700



La cámara inferior 16 puede ser provista, igualmente, de medios de intercambio de calor, preferiblemente en forma de una camisa 62, a la cual se suministran medios de intercambio de calor a través de unos medios 64 de entrada, y desde la cual se pueden retirar los medios de intercambio de calor desde los medios 66 de salida.

El procedimiento para la conversión de almidones en dextrina se ilustra en la figura 3 del dibujo. Como se muestra en esta figura, el suministro de almidón, conteniendo preferiblemente un catalizador ácido, se alimenta desde una tolva 70 a los medios 14 de entrada para la introducción en la cámara superior 12. En la práctica preferida de la invención, se introduce vapor de agua a través de las conducciones 72 y 74, en la camisa 52 de intercambio de calor, para suministrar calor a la cámara superior. El eje 22 de los medios agitadores 18 puede ser accionado mediante medios 76 adecuados, como se muestra en la figura 3.

El almidón que contiene el catalizador se fluidifica mediante aire húmedo introducido en la cámara de presión 44, a través de los medios 46 de entrada, y se hace pasar hacia arriba, a través de la cámara inferior 16, a través de los tubos 34 de la sección intermedia 32, y por la cámara superior 12. El vapor de agua como medio de intercambio de calor, se suministra también a través de las conducciones 78 a la camisa de la sección 32 y, asimismo, a través de la con-





ducción 80, a la camisa 62 que rodea la cámara inferior 16. De esta manera, las cámaras superior e inferior, así como la sección tubular, son abastecidas con vapor de agua para calentar el almidón que pasa a través de ellas.

5 De este modo, el almidón acidificado suministrado a los medios 14 de entrada, se fluidifica inmediatamente en la cámara superior 12, mientras que la cámara superior 12 es agitada continuamente contra la acción del medio fluidificante, hacia abajo, a través de la cámara superior mientras está sometida a agitación. El almidón acidificado continúa su trayectoria descendente por gravedad, contra la acción suspensora del aire, a través de los tubos 34, en los que no hay agitación, a excepción de la que se produce naturalmente como consecuencia de la turbulencia inherente existente en los tubos que contienen el almidón fluidificado. 10 Después de descender a través de los tubos 34, el almidón, convertido en dextrina, por lo menos parcialmente, continúa su descenso por la cámara inferior 16, contra la acción del gas fluidificante, y éste es eliminado de la cámara inferior 16, a través de los medios 40 de salida. 15 20

En una realización de la práctica de esta invención, el producto retirado a través de la conducción 40, se hace pasar a través de un exclusiva de aire giratoria 82, al interior de un tubo de enfriamiento neumático, en el que la temperatura del producto se rebaja hasta menos de 65°C. Con 25



este fin, el producto se descarga a través de la exclusiva de
aire giratoria 82, dentro del tubo de enfriamiento 84, y, a
través de la conducción 86, al equipo de recogida. El polvo
o los finos descargados a través de los medios 60 de descar-
5 ga, se eliminan por medio de un ciclón 88 y son transportados,
de este modo, mediante la conducción 90 de descarga de polvo,
al equipo de recogida, a través de la conducción 86.

El almidón que es convertido en dextrina de
acuerdo con el procedimiento de la invención, puede derivar-
10 se de una diversidad de materiales feculentos, incluidos los
almidones de cereales, almidones céreos y/o almidones de tu-
bérculos. Típicos de tales materiales de almidón son los al-
midones de cereales no céreos (es decir, almidón de maíz y
almidón de trigo), almidón de patata, almidón de tapioca, al-
15 midón de sorgo, almidón de arroz; almidones céreos (es decir,
almidón de mijo céreo, almidón de maíz céreo), etc. Se pre-
fieren los almidones de cereales no céreos, prefiriéndose par-
ticularmente el almidón de maíz.

En la práctica preferida de la invención, el
20 almidón se mezcla con un catalizador ácido antes de la intro-
ducción en el lecho fluidificado agitado. Se prefieren el
cloruro de hidrógeno o el ácido clorhídrico, aunque se puede
utilizar para este fin cualquier ácido, incluido el ácido sul-
fúrico, el ácido sulfuroso y similares. El ácido se mezcla con
25 el almidón, preferiblemente por pulverización de una cantidad

12.12.75

20

215105

pesada de ácido sobre un lecho de almidón, mientras se mezcla continuamente el almidón para proporcionar una mezcla de almidón acidificado homogénea. El uso de un mezclador de cinta se ha encontrado que es particularmente bien adecuado para este fin.

La cantidad de ácido mezclado con el almidón no es crítica y puede variarse dentro de amplios límites, dependiendo en parte del tipo de almidón empleado y del tipo de dextrina producido. En general, cantidades de un ácido que corresponden al margen de 0,01 a 10 partes en peso de HCl de 20° Bé por 1000 partes en peso de almidón (base seca), que corresponde aproximadamente a las acideces anteriores medias expresadas como miliequivalentes de ácido por gramo de almidón (peso en peso) de 0,001 a 0,10.

Seguidamente, el almidón acidificado se hace pasar a través del aparato descrito en lo que antecede, mientras se mantiene a una temperatura que depende algo del tipo de dextrinas que se ha de producir. En general, el almidón se mantiene a una temperatura comprendida en el margen de 51 a 193°C y, preferiblemente, de 75 a 190°C en el reactor de lecho fluidificado. En general, el tiempo de permanencia del almidón en el reactor de lecho fluidificado de esta invención, es inferior a una hora y, con la mayor frecuencia, oscila entre 10 y 30 minutos, aunque se pueden emplear tiempos de permanencia más largos o más cortos, dependiendo algo .



de la calidad de la dextrina deseada y del grado de conversión buscado.

5 Si se desea, el aire como gas fluidificante puede ser calentado exteriormente, dependiendo de la calidad de dextrina que ha de ser producida, aunque frecuentemente se consigue poca ventaja al hacerlo así. En general, el le-
cho fluidificado se puede calentar hasta una temperatura comprendida en el margen de 30 a 176°C. Por ejemplo, cuando se va a producir dextrina amarilla, se prefieren usualmente
10 temperaturas comprendidas en el margen de 107 a 168°C. El aire suministrado como gas fluidificante contiene preferiblemente humedad, para favorecer con mayor eficacia la reacción de conversión.

15 Como será apreciado por los expertos en la técnica, se pueden utilizar otros medios fluidificantes. Por ejemplo, se pueden utilizar vapor de agua o gases inertes, tales como argón, nitrógeno, dióxido de carbono, etc., preferiblemente que contengan algo de humedad. Además, se pueden usar similarmente, si se desea, como medio fluidificante,
20 gases de escape procedentes de operaciones de combustión. No es esencial que el medio fluidificante añada nada de calor sensible al almidón que está experimentando la conversión en dextrina, puesto que la sección tubular del reactor empleado con los conceptos en la práctica de esta invención en la conversión de almidones en dextrina, es capaz de
25



proporcionar todo el calor necesario para llevar a efecto con eficacia la reacción.

De acuerdo con otra realización de la invención, el procedimiento de fluidificación descrito aquí puede ser empleado, también, en el tratamiento de almidones para producir almidones blanqueados y almidones oxidados. Como es bien sabido por los expertos en la técnica, los almidones blanqueados son almidones producidos por tratamiento oxidante que conduce a un marcado blanqueamiento del almidón. En general, la intensidad del tratamiento de oxidación se controla de tal manera que el caroteno, la xantofila y los pigmentos afines que se dan naturalmente en el almidón, son eficazmente oxidados a compuestos incoloros, mientras que el almidón producido sólo es ligeramente oxidado (D.S. 0,1) como se define más adelante (si es que se oxida algo). El blanqueo se realiza, preferiblemente, en estado seco y, por consiguiente, se pueden utilizar una amplia variedad de agentes oxidantes, siempre que el agente oxidante sea uno que sea lo suficientemente suave en las condiciones de reacción, para evitar una excesiva oxidación del almidón, pero suficientemente fuerte para garantizar que los pigmentos propiamente dichos serán eficazmente oxidados. Ejemplos de agentes de blanqueo utilizables incluyen, sin limitación, cloro, bromo, hipocloritos de metales alcalinos, permanganatos de metales alcalinos, ozono, cloritos de metales alcalinos o clori-



tos de metales alcalinos en combinación con persulfatos de metales alcalinos. Los métodos de blanqueo de los almidones se exponen con mayor detalle en la obra "Chemistry and Industries of Starch", segunda edición, R. W. Kerr, publicado por la Academic Press, Inc., Nueva York, Nueva York (1950).

Los almidones oxidados son almidones producidos a partir del tratamiento oxidante del almidón, que conducen a cambios químicos en el almidón. Por ejemplo, se produce la oxidación de los grupos alcohol primario a grupos carboxilo, de los grupos aldehído a grupos carboxilo, de los grupos alcoholes secundarios a grupos cetona, y de los grupos glicol a grupos carboxilo. La oxidación del almidón conduce a un producto de almidón que es más fácilmente solubilizado y que muestra una viscosidad menor cuando se solubiliza en agua. La oxidación se puede realizar utilizando cualquiera de cierto número de agentes oxidantes. Frecuentemente, los agentes oxidantes utilizados para formar el almidón oxidado, son los mismos agentes que se utilizan para blanquear el almidón. Se utilizan condiciones de reacción más rigurosas, tales como temperaturas más altas, tiempos de contacto más prolongados, pH diferente, etc., para hacer que estos agentes reaccionen con las moléculas de almidón, en lugar de sólo con el caroteno, etc. Los reactivos utilizados en la reacción del almidón incluyen, pero no están limitados a, aire, polvo de blanqueo, halógenos, cloramínes, ácido clórico, cloratos,



ácido crómico, cloruro férrico, peróxido de hidrógeno, hipoclorito, dióxido de manganeso, ácido nítrico, dióxido de nitrógeno, perboratos, ácido peryódico, persulfatos, dióxido potásico, permanganato potásico, óxido de plata, p-toluensulfocloramida y óxido de cinc. Los métodos de oxidación del almidón se describen, también, con mayor detalle en el texto anteriormente citado "Chemistry And Industry Of Starch".

Las unidades de anhidroglucosa repetidas, en el almidón pueden tener diferentes grados de sustitución (D.S.), es decir, de 1 a 3, y los derivados del almidón se clasifican generalmente en categorías, en términos de su grado de sustitución. En una cantidad dada de un derivado de almidón, habrá generalmente algunas unidades de anhidro-glucosa que no estén substituidas en absoluto (es decir, D.S. 0), junto con otras unidades de anhidroglucosa que tengan diferentes grados de sustitución, de 1 a 3. Para caracterizar el grado de sustitución medio de la cantidad total se emplea una media estadística, aunque la cifra se establece ordinariamente como el grado de sustitución (D.S.) en lugar del grado de sustitución medio. El almidón oxidado tratado de acuerdo con esta invención puede tener un margen variable de grados de sustitución (sustitución de carboxilo), que puede ser tan pequeño como de 0,0001, hasta el nivel máximo de 3,0. Independientemente del número de moléculas de almidón que han reaccionado, o de la secuencia real de sustitución, o del número de unidades de



anhidroglucosa implicadas, la fórmula general pretende re-
presentar productos en los que la sustitución puede ocurrir
hasta diversos grados de sustitución en todas o en menos de
todas las unidades de anhidroglucosa de todas o menos de to-
5 das las moléculas de almidón.

La distinción entre almidones oxidados y blanquea-
dos es ahora bien conocida para los expertos en la técnica,
particularmente de la industria de molienda en húmedo del
maíz. Tal distinción se describe en la patente de Estados
10 Unidos 3.598.622, cuya descripción se incorpora aquí como
referencia.

En general, la distinción entre la oxidación del
almidón y el blanqueo del almidón está directamente relacio-
nada con la intensidad o rigurosidad de las condiciones de
15 reacción. Se ha encontrado que la oxidación del almidón tie-
ne lugar, generalmente, si la temperatura del almidón que ex-
perimenta la conversión, se mantenía a temperaturas superio-
res a los 94°C y, preferiblemente, de 94 a 204°C. Aunque la
conversión está también relacionada con la cantidad de agen-
20 te oxidante empleada, se ha encontrado que la temperatura
de reacción determina en gran parte si la reacción es una
reacción de blanqueo o una reacción de oxidación. Sin embar-
go, para llevar a efecto la oxidación, es preferible emplear
un agente oxidante en una cantidad comprendida en el margen
25 de 0,5 a 5% de agente oxidante, con relación al peso en seco



del almidón.

A temperaturas inferiores a los 94°C, la reacción es predominantemente una reacción de blanqueo, y el almidón es afectado en una proporción mínima. En general, el blanqueo del almidón se realiza a una temperatura de reacción de por lo menos 27°C y, preferiblemente, de 27 a 104°C, con una cantidad de agente oxidante que oscila entre 0,05 y 2%, con relación al peso en seco del almidón.

En la realización del procedimiento de fluidificación de esta invención para la oxidación o blanqueo del almidón, se prefiere generalmente introducir el almidón, que ha sido mezclado con el agente oxidante y/o de blanqueo, en la zona superior fluidificada y agitada, desde la cual se deja que el almidón pase hacia abajo desde la zona superior fluidificada y agitada, contra el gas fluidificante, a través de una pluralidad de zonas fluidificadas tubulares, a una zona inferior fluidificada, al tiempo que se agita el almidón en ambas zonas fluidificadas superior e inferior. El almidón oxidado o blanqueado se recoge así desde la zona fluidificada inferior. Como en el caso de la conversión en dextrina, la vigorosa agitación en las zonas fluidificadas superior e inferior sirve no solamente para evitar la formación de canales e impedir así la conversión incompleta del almidón, sino que también actúa evitando la formación de las llamadas "zonas muertas" en el recipiente de reacción, para evitar de este modo la carbonización y la indeseable degradación térmica del almidón.



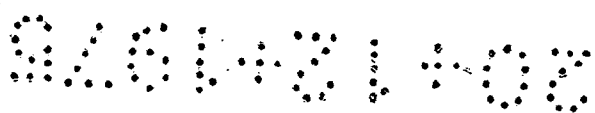


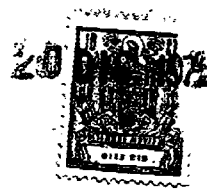
5 Alternativamente, el almidón, mezclado con el agente oxidante o de blanqueo, se puede suministrar también a la zona inferior fluidificada, con lo que el almidón se hace pasar hacia arriba desde la zona fluidificada inferior, a través de las zonas tubulares y al interior de las zonas fluidificadas superiores, en corriente coincidente con el gas fluidificante. En la práctica de esta invención, el almidón oxidado o blanqueado se recoge, así, desde el sistema fluidificado, desde la zona fluidificada superior.

10 El calor suministrado a la reacción de blanqueo o de oxidación, es suministrado mediante los medios de intercambio de calor que rodean las zonas tubulares. Debido a la gran área superficial de transferencia de calor proporcionada a las zonas tubulares, es innecesario calentar las zonas fluidificadas y agitadas superior e inferior.

15 En general, el tiempo de permanencia del almidón en el reactor de lecho fluidificado es inferior a una hora, tanto para la producción de almidones oxidados, como para la producción de almidones blanqueados. Con la mayor frecuencia, el tiempo de permanencia oscila entre 10 y 30 minutos, dependiendo de si se desea la oxidación o el blanqueo.

20 De acuerdo con otra realización de esta invención, el procedimiento de fluidificación se puede utilizar también para el secado del almidón o de partículas sólidas adherentes similares. Se ha encontrado que el procedimiento de





fluidificación de esta invención es capaz de ser utilizado en el secado de almidones y de materiales similares, que son de carácter adherente y, por consiguiente, difíciles de fluidificar. El procedimiento de fluidificación de la presente invención proporciona notables reducciones de coste y de consumo de energía, con relación a los procedimientos de secado del almidón actualmente en uso.

Como es bien sabido por los expertos en la técnica, el secado por evaporación súbita es un método para secar almidones con un bajo coste, debido a que reduce al mínimo la permanencia del almidón en la transferencia de calor. Sin embargo, una de las importantes desventajas del secado por evaporación súbita, tal como se aplica al almidón o a cualquier otro material, es que se necesita una elevada transferencia de temperatura o fuerza impulsora para la transferencia de calor, debido a que toda la energía para el secado debe entrar con el gas o con el vapor recalentado. En el secado de almidones por evaporación súbita, ha sido la práctica, generalmente, el emplear aire caliente con temperaturas de entrada comprendidas en el margen de 176 y 260°C; este aire caliente sirve de fuente de calor, así como de transportador para la humedad de salida.

El procedimiento de la presente invención supera las desventajas del secado por evaporación súbita, puesto que el procedimiento de fluidificación de la presente invención es

13.12.75

SECRET



capaz de proporcionar un área superficial extremadamente grande para la transferencia de calor, así como elevados coeficientes de transferencia de calor, debido a la turbulencia en las zonas tubulares intermedias del sistema fluidificado. Al mismo tiempo, el procedimiento de la invención no necesita el uso de una elevada diferencia de temperatura, como lo requiere el secado por evaporación súbita, puesto que la fuerza de impulsión necesaria para efectuar el grado deseado de secado, se puede suministrar mediante un fluido de transferencia de calor en contacto con las zonas fluidificadas tubulares intermedias.

De hecho, se ha encontrado que el procedimiento de fluidificación de esta invención se puede utilizar para el secado del almidón, utilizando como fluido de transferencia de calor, vapor de agua de escape o residual, procedente de generadores accionados por turbina, utilizados para la generación de energía eléctrica. Tal vapor de agua está, generalmente, saturado a una presión de sólo algunos kilogramos/cm². La posibilidad de utilizar vapor de agua de escape para el secado del almidón, representa una importante ventaja económica, puesto que ello evita el uso de temperaturas del aire extremadamente altas, características del secado por evaporación súbita, al tiempo que aprovecha completamente el vapor de agua de escape, de baja energía.

13.12.75

30



En la práctica del procedimiento de fluidificación de esta invención para el secado, el almidón o un material similar se puede suministrar bien sea a la zona fluidificada y agitada superior, o a la zona fluidificada y agitada inferior, recuperándose el almidón seco desde la zona opuesta. El gas fluidificante puede ser cualquiera de los gases fluidificantes descritos anteriormente, aunque generalmente el más económico de utilizar es el aire. El calor para la operación de secado puede suministrarse únicamente mediante el medio de intercambio de calor que rodea a las zonas tubulares intermedias, que proporcionan una gran área superficial para la transferencia de calor, mientras que al mismo tiempo proporcionan altos coeficientes de transferencia de calor, debido a la turbulencia del almidón fluidificado en la pluralidad de zonas tubulares. En general, se puede hacer uso de medios de transferencia de calor que tengan temperaturas comprendidas en el margen de 38 a 270°C, dependiendo del material que está siendo secado y de la cantidad de humedad presente.

Habiendo sido descrita con detalle la presente invención, los siguientes ejemplos específicos se presentan para ilustrar realizaciones adicionales del procedimiento y el producto del mismo. Ha de entenderse que los ejemplos se dan con fines ilustrativos solamente, y no a título de limitación.

EJEMPLO 1

Este ejemplo ilustra el uso de un reactor de lecho

9.6.1.4.03



fluidificado y agitado, del tipo ilustrado en las figuras 1 y 3 de los dibujos, que tiene 7 tubos en la sección intermedia, para la conversión de almidón en dextrina.

5 Se prepara un almidón acidificado, alimentando almidón crudo a un mezclador de cinta cubierto, al que se añade subsiguientemente ácido clorhídrico gaseoso. La cantidad de ácido clorhídrico añadida se determina por valoración y se registra como un título que representa los mililitros de NaOH 0,1 N necesarios para llevar hasta un pH de 6, una cantidad de 20 g de almidón en suspensión en 100 ml de agua destilada. El almidón acidificado se introduce en el lecho fluidificado a través de los medios 14 de entrada, y se introduce aire en la cámara de presión 44.

15 Las dextrinas se pueden caracterizar como dextrinas blancas o dextrinas amarillas. Además, las dextrinas blancas pueden ser muy solubles o poco solubles. Los solubles se registran como porcentaje y representan la cantidad de una muestra de 2 gramos que se disuelve después de ser suspendida en 200 ml de agua a 25°C y agitada durante una hora.

20 Las dextrinas amarillas se clasifican como espesas (alta viscosidad) o flúidas (baja viscosidad). La viscosidad de la dextrina se registra normalmente como fluidez. Por ejemplo, una fluidez de 3:4, tal como la correspondiente al ensayo 4.050 de la tabla siguiente, representa lo siguiente: Tres partes en peso de una muestra de dextrina se

3:0 1:0 1:0 1:0



mezclan con 4 partes en peso de agua, se calientan en un
baño de vapor de agua durante 30 minutos y, seguidamente,
se enfrían a 25°C. Cualquier evaporación de agua, tal como
se determina por pesada, se compensa mediante la adición
5 de agua. Seguidamente, el material se filtra a través de
una tela de nilón del número 5.029, sobre un vaso de vidrio
y se mantiene a 25°C durante un tiempo de enfriamiento total
de una hora. A continuación, se coloca el material en un
embudo normalizado a 25°C. La fluidez se registra normal-
10 mente en unidades de mililitros y representa la cantidad de
material que fluye fuera del embudo normalizado, en 70 se-
gundos exactamente. El método de fluidez del bórax es el
mismo que se ha descrito anteriormente, a excepción de que
el 10% en peso de la muestra se substituye con bórax
15 ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$).

Como se muestra en la tabla siguiente, se
produjeron una dextrina blanca muy soluble (ensayo 4.050),
una dextrina blanca poco soluble (ensayo 4.060), una dex-
trina amarilla flúida (ensayo 4.064) y una dextrina amari-
20 lla espesa (ensayo 4.074):

13.12.75

Ensayo	4050	4060	4064	4074
Humedad del almidón, %	10,7	10,7	10	11
Título del almidón, ml	4,6	4,2	5,3	4,1
Temperatura de operación, °C	135	93	155	163
Tiempo de retención nominal, minutos	15,3	14,8	13,3	12,6
Caudal de aire/tubo, m ³ C.N. a) / tubo	155,7	155,7	155,7	155,7
Velocidad del aire, m/segundo b)	0,6	0,6	0,6	0,6
Presión del vapor de agua de la camisa, kg/cm ²	4	0,4	8	10,5
Humedad del producto, %	2,5	5,0	2,2	1,9
Solubles del producto, %	94,5	19,8	98,1	97,9
Fluidez del producto, ml.	22c)	25d)	16e)	36f)

- a) m³ C.N. = metros cúbicos en condiciones normales por minuto
- b) Basado en un diámetro interior del tubo de 61,984 mm
- c) Fluidez 3:4, como está
- d) Fluidez bórax 10% 1:3, como está
- e) Fluidez bórax 10% 2:3, como está
- f) Fluidez bórax 10% 1:2, como está

20





El aparato de lecho fluidificado contenía 7 tubos, teniendo los tubos un diámetro interior de 61,984 mm. La altura de cada tubo era de 1,50 metros.

EJEMPLO 2

5 Este ejemplo ilustra otra realización de conversión en dextrina, realizado en un sistema de lecho fluidificado similar al descrito en el Ejemplo 1. El reactor empleado es del mismo tipo ilustrado en las figuras 1 a 3 de los dibujos, y tiene 7 tubos en la sección intermedia.

10 Utilizando el procedimiento descrito en el Ejemplo 1, se prepara un almidón acidificado, alimentando almidón crudo a un mezclador, junto con ácido clorhídrico gaseoso, como se expone en la siguiente tabla. La cantidad de ácido clorhídrico añadido se determina de la misma manera que se ha descrito en el Ejemplo 1.

15 El almidón acidificado se introduce, seguidamente, en el lecho fluidificado, a través de los medios 14 de entrada, y se introduce aire en la cámara de presión 44.

20 Como se muestra en la tabla, se produjeron una dextrina blanca muy soluble (ensayo 5170), una dextrina blanca poco soluble (ensayo 5268), una dextrina amarilla flúida (ensayo 5199) y una dextrina amarilla espesa (ensayo 5198).

25

9261402

13.12.75

Ensayo	5170	5268	5199	5198
Humedad del almidón, %	9,9	12,0	11,3	12,3
Título del almidón, ml	4,3	4,5	5,0	4,7
Temperatura de operación, °C	137	101	162	161
Tiempo de retención nominal, minutos	12,0	9,8	23,2	21
Caudal del aire/tubo, m ³ C.N. por minuto a)/tubo	93,4	102	88	88
Velocidad del aire, m/segundo b)	0,6	0,6	0,6	0,6
Presión del vapor de agua en la cámara, kg/cm ² manométricos	5	1	8,5	8,2
Agitador superior r.p.m. (38 cm. diámetro)g)	42	42	42	42
Agitador inferior r.p.m. (25,4 cm. diámetro)h)	66	66	66	66
Humedad del producto, %	2,0	5,7	1,9	1,5
Solubles del producto, %	98,3	17,4	98,9	98,5
Fluidez del producto, ml	27c)	23d)	18e)	42f))

- a) m³ C.N. por minuto = metros cúbicos en condiciones normales por minuto
 b) Basado en el diámetro interior del tubo de 31,12 mm
 c) Fluidez 3:4, como está
 d) Fluidez bórax 10% 1:3, como está
 e) Fluidez bórax 10% 2:3, como está
 f) Fluidez bórax 10% 1:2, como está
 g) Dos impulsores con empuje ascendente, con 4 hojas
 h) Tres impulsores con empuje ascendente, con 4 horas

20





El aparato de lecho fluidificado contenía 7 tubos, teniendo los tubos un diámetro interior de 61,12 mm. La altura de cada tubo era de 1,50 metros.

EJEMPLO 3

5 Este ejemplo ilustra el uso del procedimiento de fluidificación de esta invención, para el secado de almidón.

Utilizando el equipo descrito en el Ejemplo 1, se suministra a la entrada 14, almidón que tiene un contenido de
10 humedad del 12% en peso, con relación al peso del almidón en seco, y se introduce aire seco del ambiente como gas fluidificante.

El calor para la operación de secado se suministra mediante la alimentación, a la camisa 32, de vapor de
15 agua a 10 kg/cm² manométricos. El almidón se fluidifica durante un tiempo de permanencia medio de 15 minutos, y se seca hasta un contenido de humedad del 3,3% en peso en seco.

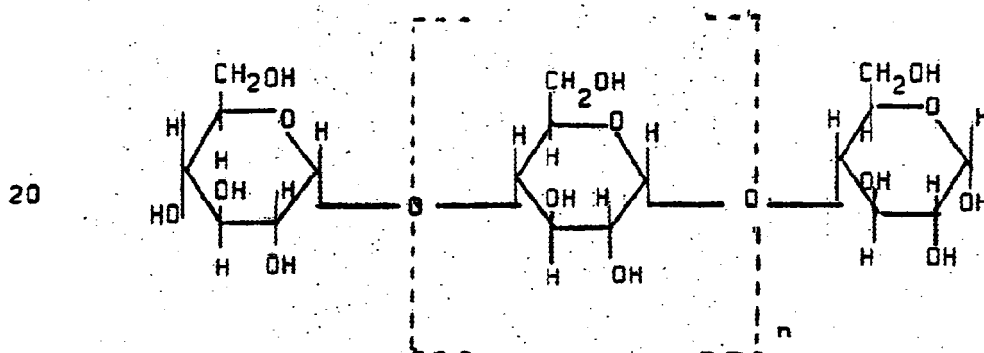
Los ejemplos precedentes ilustran el uso del procedimiento de esta invención para la conversión del almidón en dextrine y para el secado del almidón. Aunque el
20 ejemplo 3 anterior ilustra lo que se conoce en la técnica como secado secundario del almidón, es decir reducción del contenido de humedad del almidón desde aproximadamente 10 a aproximadamente 14%, hasta 3 a aproximadamente 5%, el procedimiento de esta invención puede emplearse, también, para
25

DESCRIPCIÓN

el secado del almidón que contiene mayores cantidades de humedad. Por ejemplo, el procedimiento de la invención puede emplearse para el secado del almidón que contiene aproximadamente un 35% en peso de humedad sobre una base seca.

5 Además de para el almidón, el procedimiento de esta invención puede emplearse, también, para el secado de gluten, germen de trigo, jarabe de maíz, sólidos o azúcares, dextrosa, etc.

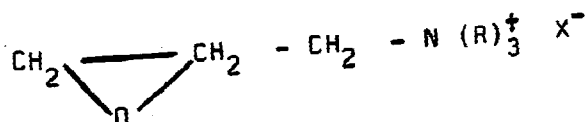
El procedimiento de esta invención es igualmente bien adecuado para ser utilizado en la preparación de derivados de almidón. Tales derivados se forman por reacción del almidón que contiene hasta un 35% de humedad con relación al peso en seco, con una diversidad de reactivos, de acuerdo con reacciones ahora bien conocidas. Tales derivados se forman por reacción del almidón, como se representa por la fórmula



25 con varios reactivos, mediante lo cual se substituye la mo-



lécula de almidón en los grupos hidroxilo primarios y/o secundarios. Por ejemplo, los fosfatos de almidón se pueden preparar por reacción del almidón con un tripolifosfato de metal alcalino, con lo que el almidón forma un éster fosfato de almidón. Además, se pueden producir almidones catiónicos mediante reacción del almidón con halogenuros de glicidiltrialcoholamonio, preferiblemente aquellos que tienen la fórmula estructural



en la que R representa un grupo alcoholo inferior, tal como metilo, etilo, propilo, etc., y X representa un ión halogenuro. Además, se puede hacer uso de otros reactivos para producir almidones catiónicos, tales como aminas beta halogenadas, incluidos el cloruro de 2-dimetilaminoetilo, cloruro de 2-dietilaminoetilo, cloruro de 2-dimetilaminoisopropilo, cloruro de 2-dialilaminoetilo, cloruro de 2-diisopropilaminoetilo, etc.

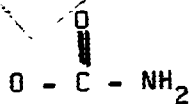
Se pueden producir derivados de almidón aniónicos en la práctica de esta invención, mediante la reacción del almidón con una sal de metal alcalino de un ácido carboxílico sustituido, halogenado en posición omega. Los reactivos preferidos para ser utilizados en la preparación de almidones aniónicos incluyen el cloroacetato sódico, el 2,3-epoxipropilsulfonato sódico, el 3-cloro-2-hidroxiopropilsulfonato sódico

920110100



dico o la propiolactona. En las reacciones como las que se han descrito anteriormente para la producción de almidones aniónicos, el almidón se pone en contacto con el reactivo en presencia de un catalizador básico para favorecer la reacción, como es bien sabido por los expertos en la técnica.

Otra reacción para la que el procedimiento de esta invención es idealmente adecuado, es la preparación de carbamato de almidón. En esta reacción, se hace reaccionar urea con almidón, con lo que el almidón resulta sustituido con grupos carbamato



También se pueden producir en el procedimiento de esta invención, de acuerdo con reacciones bien conocidas, otros éteres de almidón. En tales reacciones, el almidón se hace reaccionar, por ejemplo, con acrilonitrilo, acrilamida, metacrilamida, dialcoholmetacrilamida, etc.

En la realización de cada una de las reacciones anteriormente descritas, se ha encontrado generalmente preferible poner en contacto el almidón, que contiene desde 3 hasta aproximadamente 35% de humedad en peso, con el reactivo a emplear en la producción del derivado, para asegurar un mezclado íntimo del almidón con tal reactivo. El almidón que contiene el reactivo deseado se suministra, seguidamente, al sistema de lecho fluidificado de la práctica de esta invención, bien sea por la zona fluidificada superior o por la zona fluidifi-

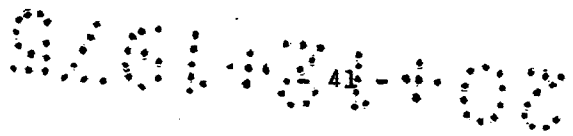
92010102



5 cada, inferior como se ha descrito anteriormente, y la reacción se efectúa como se ha descrito en los ejemplos, para producir el derivado de almidón deseado. En la práctica de esta invención, la conversión deseada del almidón en el derivado de almidón, se completa en un periodo de tiempo relativamente corto, generalmente entre 5 y 30 minutos, en el lecho fluidificado, mientras se evita una degradación térmica indeseable del almidón, así como se reducen al mínimo los riesgos de incendio y/o explosión como resultado del sobrecalentamiento, en el sistema de reactor fluidificado.

10 Como ejemplo ilustrativo de las reacciones típicas, el almidón puede ser oxidado por mezclado del almidón con un agente oxidante adecuado (NaOCl) en un mezclador de cinta, en una cantidad suficiente para proporcionar almidón que contiene 1,0% de oxidante expresado como cloro con relación al peso en seco. La mezcla resultante de almidón y de oxidante se introduce, seguidamente, en el lecho fluidificado, a través de la entrada 14, y se introduce en la cámara impelente 44 un gas fluidificante adecuado, preferiblemente aire.

20 El calor necesario para favorecer la reacción de oxidación se suministra poniendo en contacto la pluralidad de zonas tubulares, con un medio de intercambio de calor adecuado, tal como vapor de agua, para calentar el lecho fluidificado hasta la temperatura de reacción deseada. El almidón





oxidado resultante se retira, seguidamente, desde la zona fluidificada inferior, teniendo una viscosidad Scott (100 g) de aproximadamente 47 y un índice de carboxilo de 0,65.

5 Se comprenderá que el procedimiento de la presente invención proporciona una importante mejora en la fluidificación de materiales que tienden a ser adherentes y, por lo tanto, que son difíciles de fluidificar. El procedimiento de la presente invención es particularmente bien adecuado para el tratamiento del almidón, debido al uso de un sistema
10 de lecho fluidificado y agitado, que incluye zonas superior e inferior mecánicamente agitadas, que sirve para mantener la homogeneidad en el lecho fluidificado y para evitar la carbonización del almidón cuando éste pasa a través de las zonas tubulares del reactor. El procedimiento incluye el
15 uso de una zona de intercambio de calor estrechada intermedia, entre las zonas superior e inferior fluidificadas y agitadas, a través de las cuales el almidón que está siendo sometido a tratamiento, pasa rápidamente para evitar la carbonización del almidón.

20 Se entenderá, también, por los expertos en la técnica, que el procedimiento de la presente invención no está limitado al tratamiento del almidón. Por el contrario, el procedimiento de la invención se puede utilizar para el tratamiento de otros diversos materiales que tienden a ser
25 adherentes y que, por lo tanto, son difíciles de fluidificar.

14.12.75

42



Aunque la invención ha sido descrita en relación con realizaciones específicas de la misma, se entenderá que ésta es susceptible de modificación adicional, y esta solicitud pretende cubrir cualesquiera variaciones, usos o adaptaciones de la invención, que sigan, en general, los principios de la invención, incluyendo también tales desviaciones de la presente descripción como las que entran dentro de la práctica conocida o acostumbrada de la técnica a la cual pertenece la invención y como las que pueden aplicarse a las características esenciales expuestas en lo que antecede, y como las que caen dentro del alcance de la invención.

Esta Solicitud, que corresponde a la presentada en los Estados Unidos de América el 25 de Noviembre de 1.974 bajo el número 526.784, el 30 de Abril de 1.975 bajo el número 573.604 y el 21 de Noviembre de 1.975, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

REIVINDICACIONES

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 que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

1ª. Un procedimiento de fluidificación para la fluidificación de sólidos con un gas fluidificante, en una

9.010.100

14.12.75



5 pluralidad de zonas de fluidificación, caracterizado por
les operaciones de (a) introducir los sólidos en una zona
de fluidificación superior, mientras se someten dichos sólidos
continuamente a una agitación mecánica, (b) hacer
10 pasar los sólidos fluidificados y agitados de la zona de
fluidificación superior, hacia abajo, contra el flujo del
gas fluidificante, y a través de una pluralidad de zonas
de fluidificación tubulares, al interior de una zona de
fluidificación inferior, mientras se agitan mecánicamente
15 los sólidos fluidificados en la zona de fluidificación in-
ferior, y mientras (c) se ponen en contacto las zonas de
fluidificación tubulares con medios de intercambio de calor
y se efectúa una transferencia de calor con los sólidos
fluidificados en las zonas de fluidificación tubulares.

15 2ª. Un procedimiento de acuerdo con la rei-
vindicación 1ª, caracterizado porque se suministra el gas
fluidificante a la zona de fluidificación inferior, y se
hace pasar dicho gas, hacia arriba, a través de la zona de
fluidificación inferior, a través de las zonas de fluidifi-
20 cación tubulares, y al interior de la zona de fluidificación
superior.

25 3ª. Un procedimiento de acuerdo con las rei-
vindicaciones 1ª o 2ª, caracterizado porque cada zona de
fluidificación tubular tiene un área de sección transver-
sal inferior al área de sección transversal de la zona de

~~X~~ 14.12.75

9201-02-02
44 - 02

fluidificación superior y de la zona de fluidificación inferior.

4a.- Un procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque se calientan las zonas de fluidificación tubulares.

5a.- Un procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque se emplean sólidos del grupo C, como sólidos para ser fluidificados.

6a.- Un procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque se emplean sólidos adherentes o cohesivos como sólidos para ser fluidificados.

7a.- Un procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por las operaciones de introducir los sólidos en la zona de fluidificación inferior y hacerles pasar luego hacia arriba a través de dicha pluralidad de zonas de fluidificación tubulares y al interior de dicha zona de fluidificación superior.

8a.- Un procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque se emplea almidón, como sólidos para ser fluidificados.

9a.- Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque incluye el secado de los sólidos fluidificados.

10a.- Un procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque se realiza una reacción química.

11a.- Un procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque, para la preparación de derivados de almidón, se emplea almidón mezclado con un reaccionante capaz de reaccionar con dicho almidón para producir el derivado deseado y porque se recupera dicho derivado de almidón.

12a.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 11a, caracterizado por fluidificar almidón con un reaccionante que es un catalizador ácido, para convertir el almidón en dextrina de almidón.

13a.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 12a, caracterizado porque el ácido es ácido clorhídrico y porque el almidón se calienta a una temperatura dentro del intervalo de 51° a 193°C.

14a.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 11a, caracterizado porque se emplea como reaccionante un halogenuro de glicidiltrialcoholamonio y porque se forma un almidón catiónico, como derivado de

SA

almidón.

15a.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 11a, caracterizado porque se emplea un tripolifosfato de metal alcalino como reaccionante, y porque se forma un éster fosfato de almidón como derivado de almidón.

16a.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 11a, caracterizado porque se emplea urea como reaccionante, y porque se forma un carbamato de almidón como derivado de almidón.

17a.- Un procedimiento de fluidificación para la fluidificación de sólidos.

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.

Esta Memoria consta de cuarenta y siete hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 10. ABR. 1977

P.A. Fernando de Elizaburu
Por Poder.

20

25

15.4.77

JMM/.

FD