



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS
ESPAÑA



⑪ Número de publicación: **2 687 463**

⑮ Int. Cl.:
C08B 37/00
(2006.01)

⑫

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

⑯ Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **14.02.2018 PCT/EP2018/053722**

⑯ Fecha y número de publicación internacional: **23.08.2018 WO18149893**

⑯ Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **14.02.2018 E 18705890 (4)**

⑯ Fecha y número de publicación de la concesión europea: **27.02.2019 EP 3380529**

⑭ Título: **Composiciones de biomasa que contienen pectina activada, productos y métodos de producción**

⑯ Prioridad:

**15.02.2017 US 201762459136 P
16.01.2018 US 201862617860 P
09.02.2018 US 201815892639**

⑮ Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
24.09.2019

⑭ Titular/es:

**CP KELCO APS (100.0%)
Ved Banen 16
4623 Lille Skensved, DK**

⑯ Inventor/es:

**STAUNSTRUP, JAN AAE;
TRUDSØ, JENS ESKIL;
HISCOCK, DONALD F.;
KLIT, CARSTEN y
PEDERSEN, TOMMY EWI**

⑯ Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 687 463 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Composiciones de biomasa que contienen pectina activada, productos y métodos de producción

Campo de la invención

La fibra o fibra dietética es la parte no digerible de los alimentos derivados de las plantas. Se ha encontrado que el consumo de alimentos ricos en fibra reduce el apetito. La fibra dietética se compone de fibra soluble e insoluble. La fibra soluble, que se disuelve en agua, se fermenta fácilmente en el colon en gases y subproductos fisiológicamente activos y puede ser prebiótica y viscosa. La fibra insoluble, que no se disuelve en el agua, es metabólicamente inerte y proporciona volumen o puede ser fermentada prebiótica y metabólicamente en el intestino grueso.

Las fibras dietéticas pueden actuar cambiando la naturaleza de los contenidos del tracto gastrointestinal y cambiando la forma en que se absorben otros nutrientes y sustancias químicas. Algunos tipos de fibras solubles absorben el agua convirtiéndose en sustancias gelatinosas y viscosas que son fermentadas por las bacterias en el tracto digestivo. Algunos tipos de fibras insolubles dan simplemente volumen y no fermentan. La lignina, una fuente importante de fibra insoluble en la dieta, puede alterar la velocidad y el metabolismo de las fibras solubles. Otros tipos de fibras insolubles, por ejemplo, el almidón resistente, están completamente fermentados.

Químicamente, la fibra dietética consiste en polisacáridos que no contienen almidón, como los arabinoxilanos, la celulosa y muchos otros componentes vegetales, como el almidón resistente, las dextrinas resistentes, la inulina, la lignina, las ceras, las quitinas, las pectinas, los beta-glucanos y los oligosacáridos. El Departamento de Agricultura de los EE. UU. ha adoptado una nueva determinación incluyendo las fibras funcionales como fuentes de fibra aisladas que pueden incluirse en la dieta. El término "fibra" es un nombre poco apropiado, ya que muchos tipos de la llamada fibra dietética no son realmente fibrosos.

Las fuentes alimenticias de fibra dietética a menudo se dividen de acuerdo a si proporcionan fibra predominantemente soluble o insoluble. Los alimentos vegetales contienen ambos tipos de fibra en diversos grados, de acuerdo con las características de la planta.

Las ventajas de consumir fibra son la producción de compuestos saludables durante la fermentación de la fibra soluble y la capacidad de la fibra insoluble (a través de sus propiedades higroscópicas pasivas) de aumentar el volumen, ablandar las heces y acortar el tiempo de tránsito en el tracto intestinal.

A menudo, las composiciones de fibra dietética se utilizan en la industria de productos alimenticios o de consumo por sus propiedades funcionales, incluyendo sus propiedades de viscosificación, absorción de agua, aumento de volumen, emulsionante e incluso gelificante. La adición de una fibra dietética funcional puede proporcionar beneficios en la textura, beneficios nutricionales y, en algunos casos, marcas más simples que sustituyen a otras menos convenientes para el consumidor.

Algunas plantas contienen pectina como componente de fibra soluble. La pectina es un polisacárido útil como agente coloidal en muchas aplicaciones tales como los productos alimenticios, las bebidas, los productos para el cuidado personal, los productos farmacéuticos y los detergentes. Normalmente, la pectina se recupera comercialmente en su forma soluble en agua a partir de un material de biomasa que contiene pectina por extracción.

Desafortunadamente, el proceso de extracción de la pectina a menudo es riguroso, lo que da como resultado una degradación de la calidad de la pectina, medida en forma de su viscosidad intrínseca. La pectina con una viscosidad intrínseca más alta es a menudo deseable porque una alta viscosidad intrínseca indica que la pectina extraída está más cerca de su estado original en la materia prima y que, por lo tanto, no se ha degradado durante el proceso de extracción. Desde una perspectiva de optimización de costes, el proceso de extracción debe diseñarse para extraer la mayor cantidad de pectina disponible de las plantas, pero el rendimiento de la pectina a menudo se limita al cambio de la calidad de la pectina. Además, el procesamiento de las plantas también es un desafío debido a la propensión de la pectina a unirse con el agua.

Por lo tanto, sigue existiendo una necesidad de proporcionar una fibra dietética a partir de plantas que contienen pectina que puedan procesarse con facilidad y retener componentes de fibra tanto solubles como insolubles con propiedades de alta calidad.

Compendio

Un objeto de la presente descripción es proporcionar un método para producir una composición de biomasa que contiene pectina activada a partir de un material de biomasa de partida que contiene pectina de acuerdo con las reivindicaciones. Otras mejoras se caracterizan por las reivindicaciones dependientes. Se ha encontrado ahora sorprendentemente que un material de biomasa de partida que contiene pectina que comprende protopectina insoluble y fibra insoluble (por ejemplo, fibra celulósica de cáscara de cítricos) se puede tratar con una solución activadora que comprende un alcohol y un ácido en ciertas condiciones y exponerse a una cierta cantidad de energía mecánica bajo flujo no laminar para transformar la protopectina insoluble en pectina soluble in situ y fibrilar parcialmente una porción de las fibras celulósicas en fibrillas. El resultado es una composición de biomasa que

5 contiene pectina activada que contiene el componente de pectina soluble y el componente de fibra insoluble interactuando para formar una red abierta que proporciona una composición final con un aumento de la viscosidad aparente y características de unión al agua y una alta proporción de pectina soluble en fibra insoluble. Además, el componente de pectina soluble a través de este tratamiento se vuelve soluble en agua, es decir, agua fría, y puede extraerse sin añadir calor, superando así algunas de las desventajas relacionadas con los métodos tradicionales de extracción de pectina de un material de biomasa que contiene pectina.

10 Se proporcionan métodos para producir una composición de biomasa que contiene pectina activada, tales como métodos en los que la cáscara de los cítricos es el material de biomasa de partida que contiene pectina y la composición de biomasa que contiene pectina activada resultante tiene un parámetro de superposición de cadenas de aproximadamente 2 o mayor, de acuerdo con las reivindicaciones. Los métodos incluyen (A) mezclar un material de biomasa de partida que contiene pectina que comprende un componente de fibra insoluble y un componente de protopectina insoluble con una solución acuosa de un alcohol para formar una mezcla; (B) activar el material de biomasa de partida que contiene pectina para formar un material de biomasa que contiene pectina activada que comprende el componente de fibra insoluble y un componente de pectina soluble, sometiendo el material de biomasa de partida que contiene pectina a (i) una solución activadora formada añadiendo ácido a la mezcla para ajustar el pH de la mezcla dentro del intervalo de aproximadamente 0,5 a aproximadamente 2,5 y (ii) calentar a una temperatura igual o mayor a aproximadamente 40 grados Celsius; y (C) aplicar energía mecánica (i) a la mezcla de la etapa A), (ii) durante la activación de la etapa B), o (iii) a la mezcla de la etapa A) y durante la activación de la etapa B); y (D) separar el material de biomasa que contiene pectina activada de la mezcla; en el que durante el método, el alcohol presente en la mezcla es igual o superior a aproximadamente el 40 por ciento en peso basado en el peso total de la mezcla.

20 Breve descripción de las figuras.

25 Los dibujos adjuntos ilustran realizaciones ejemplares de la descripción y sirven para explicar, a modo de ejemplo, los principios de la descripción.

30 La Fig. 1 es una ilustración esquemática de un gráfico con datos trazados a partir de la Tabla 1 de energías de acuerdo con una realización ejemplar de la presente descripción.

35 La Fig. 2 es una ilustración esquemática de un gráfico con datos trazados a partir de la Tabla 2 de energías de acuerdo con una realización ejemplar de la presente descripción.

Descripción detallada

40 Las composiciones de biomasa que contienen pectina activada descritas en este documento incluyen un componente de fibra insoluble y un componente de pectina soluble. Las composiciones de biomasa que contienen pectina activada se derivan del material de biomasa de partida que contiene pectina (i) que se combina con una solución activadora y se somete a una temperatura mayor que aproximadamente 40 grados Celsius para la activación y (ii) a la cual se le aplica energía mecánica antes de la activación, durante la activación o en ambos casos; en donde a lo largo del método, el alcohol está presente en la mezcla en aproximadamente un 40 por ciento en peso o más basado en el porcentaje total de la mezcla. Esto da como resultado un procesamiento y una funcionalidad mejores en comparación con las composiciones de biomasa que contienen pectina derivadas del material de biomasa de partida que contiene pectina sin ser sometidas a activación y energía mecánica.

45 Gran parte de la pectina en el material de biomasa de partida que contiene pectina está en la forma de protopectina (es decir, pectina insoluble que tiene un grado muy alto de esterificación (DE) que no está disponible) que debe hidrolizarse para que sea funcional. Mezclando un material de biomasa de partida que contiene pectina con una solución activadora que contiene alcohol y ácido y aplicando calor (es decir, activando), la protopectina se puede hidrolizar sin degradar la pectina resultante o extrayéndola y, por lo tanto, dando como resultado una composición de biomasa que contiene pectina activada con, significativamente, más pectina soluble que la que estaría disponible de otro modo usando métodos convencionales. Además, se ha encontrado que la aplicación de energía mecánica al material de biomasa de partida que contiene pectina ya sea antes o durante el contacto con la solución activadora o en ambos casos, permite ventajosamente que se hidrolice una mayor cantidad de protopectina y que, por lo tanto, dé como resultado la formación de una mayor cantidad de pectina soluble en agua.

50 Las composiciones de biomasa que contienen pectina comprenden un componente de pectina soluble con una mejor funcionalidad, como una mayor viscosidad intrínseca y un mayor rendimiento de pectina, y un componente de fibra insoluble con una funcionalidad mejor, tal como una mayor capacidad de unión al agua.

Composiciones de biomasa que contienen pectina activada.

55 Las propiedades de la composición de biomasa que contiene pectina activada pueden caracterizarse por el parámetro de superposición de cadenas de la composición, que es un medio para evaluar la calidad y la cantidad de la pectina dentro de la composición de biomasa que contiene pectina activada. Es decir, el parámetro de superposición de cadenas se puede usar para indicar la funcionalidad de la composición de biomasa que contiene pectina activada. Como se usa en este documento, el parámetro de superposición de cadenas se determina

mediante la siguiente fórmula:

$$\text{Parámetro de superposición de cadenas} = \text{IV}_{\text{pectina}} \times \text{Recuperación de pectina},$$

en donde la $\text{IV}_{\text{pectina}}$ es la viscosidad intrínseca de la pectina extraída de la composición de biomasa que contiene pectina activada, y la recuperación de pectina es la cantidad de pectina extraída de la composición de biomasa que contiene pectina activada dividida por la cantidad total de composición de biomasa que contiene pectina activada. Por lo tanto, la unidad del parámetro de superposición de cadenas es dl/g. La viscosidad intrínseca y la recuperación de pectina de la pectina pueden medirse usando cualquier método adecuado, tal como, por ejemplo, los métodos descritos en el presente documento.

La composición de biomasa que contiene pectina activada puede tener un parámetro de superposición de cadenas de aproximadamente 2 o más, particularmente cuando se usan cítricos como material de biomasa de partida que contiene pectina. La composición de biomasa que contiene pectina activada puede tener un parámetro de superposición de cadenas desde aproximadamente 2 hasta aproximadamente 4,5. La composición de biomasa que contiene pectina activada puede tener un parámetro de superposición de cadenas desde aproximadamente 2,5 hasta aproximadamente 4,5. La composición de biomasa que contiene pectina activada puede tener un parámetro de superposición de cadenas desde aproximadamente 3,5 hasta aproximadamente 4,5. La composición de biomasa que contiene pectina activada puede tener un parámetro de superposición de cadenas desde aproximadamente 4,0 hasta aproximadamente 4,5. Además, la composición de biomasa que contiene pectina activada puede tener un parámetro de superposición de cadenas de 2; 2,1; 2,2; 2,3; 2,4; 2,5; 2,6; 2,7; 2,8; 2,9; 3; 3,1; 3,2; 3,3; 3,4; 3,5; 3,6; 3,7; 3,8; 3,9; 4,0; 4,1; 4,2; 4,3; 4,4; 4,5; 4,6 ó 4,7. La composición de biomasa que contiene pectina activada de esta descripción puede tener un valor de parámetro de superposición de cadenas entre cualquiera de estos valores de parámetro de superposición de cadenas citados.

Cuando la composición de biomasa que contiene pectina activada se deriva de otros materiales que contienen pectina, como las manzanas, alcachofas de Jerusalén o remolacha, el parámetro de superposición de cadenas varía según la cantidad de protopectina natural disponible para la conversión en pectina soluble. La composición de biomasa que contiene pectina activada cuando se usa un material de biomasa de partida de pectina seleccionado de manzana, alcachofa de Jerusalén o remolacha puede tener un parámetro de superposición de cadenas dentro del intervalo de aproximadamente 0,5 a aproximadamente 2,0. Además, la composición de biomasa que contiene la pectina activada puede tener al menos un 300 por ciento más que la de un parámetro de superposición de cadenas del material de biomasa de partida que contiene pectina.

La composición de biomasa que contiene pectina activada puede tener una viscosidad aparente de aproximadamente 150 mPa·s a aproximadamente 3500 mPa·s, cuando se mide en solución acuosa a una temperatura de 25°C y pH 4,0 usando un viscosímetro Brookfield como se describe en el Protocolo 2 de este documento, particularmente cuando se usan frutas cítricas como material de biomasa de partida que contiene pectina. La viscosidad aparente puede ser de aproximadamente 250 mPa·s a aproximadamente 3100 mPa·s, de aproximadamente 350 mPa·s a aproximadamente 3100 mPa·s, de aproximadamente 500 mPa·s a aproximadamente 3100 mPa·s, desde aproximadamente 600 mPa·s hasta aproximadamente 3100 mPa·s, desde aproximadamente 800 mPa·s hasta aproximadamente 3100 mPa·s, desde aproximadamente 1000 mPa·s hasta aproximadamente 3100 mPa·s, desde aproximadamente 1200 mPa·s hasta aproximadamente 3100 mPa·s, desde aproximadamente 1500 mPa·s hasta aproximadamente 3100 mPa·s, desde aproximadamente 2000 mPa·s hasta aproximadamente 3100 mPa·s, y desde aproximadamente 2500 mPa·s hasta aproximadamente 3100 mPa·s. La composición de biomasa que contiene pectina activada de esta descripción también puede tener una viscosidad aparente entre cualquiera de estos valores de viscosidad citados.

La composición de biomasa que contiene pectina activada puede tener una capacidad de unión al agua de aproximadamente 14 g/g a aproximadamente 27 g/g. La composición de biomasa que contiene pectina activada puede tener una capacidad de unión al agua de aproximadamente 18 g/g a aproximadamente 27 g/g. La capacidad de unión al agua de la composición que contiene pectina activada puede ser de aproximadamente 20 g/g a aproximadamente 27 g/g.

La composición de biomasa que contiene pectina activada puede tener un pH de al menos aproximadamente 2,5. Por ejemplo, la composición de biomasa que contiene pectina activada puede tener un pH de aproximadamente 2,5 a aproximadamente 5,5, de aproximadamente 2,6 a aproximadamente 5,0, de aproximadamente 2,7 a aproximadamente 4,5, o de aproximadamente 3,5 a aproximadamente 4,5.

Al activar el material de biomasa de partida que contiene pectina para convertirse en la composición de biomasa que contiene la pectina activada, la protopectina se puede convertir en su forma fácilmente soluble de pectina in situ. Los métodos que se describen a continuación no eliminan las sustancias pécticas naturales presentes en el material de biomasa de partida que contiene pectina. En algunas variaciones, sustancialmente no se extrae pectina del material de biomasa de partida que contiene pectina de la mezcla durante la etapa de activación. Como se usa en este documento, "sustancialmente no se extrae pectina" significa que menos del 1% de la pectina en el material de biomasa de partida que contiene pectina se elimina durante la etapa de activación. Sin querer limitarse a ninguna teoría, se cree que el uso del alcohol durante la etapa de activación evita que la pectina se libere del material de

biomasa de partida que contiene pectina, lo que permite recuperar una mayor cantidad de pectina, es decir, mejorar el rendimiento de la pectina. Esto da como resultado una composición de biomasa que contiene pectina activada que no solo es altamente funcional, sino que también es más natural, lo que da como resultado un producto mínimamente procesado.

- 5 El componente de pectina puede estar presente en la composición de biomasa que contiene pectina activada en una cantidad de aproximadamente 20% a aproximadamente 45% en peso de la composición de biomasa que contiene pectina activada. El componente de pectina puede estar presente en una cantidad de aproximadamente 30% a 10 aproximadamente 45% en peso de la composición de biomasa que contiene pectina activada. La pectina puede estar presente en una cantidad de aproximadamente el 40% a aproximadamente el 45% en peso de la composición de biomasa que contiene pectina activada. El componente de pectina puede estar presente en una cantidad de 15 aproximadamente el 20%, aproximadamente el 25%, aproximadamente el 30%, aproximadamente el 35%, aproximadamente el 40%, o aproximadamente el 45% en peso de la composición de biomasa que contiene pectina activada. Además, el componente de pectina también puede estar presente en la composición de biomasa que contiene pectina activada de esta descripción en una cantidad en un intervalo entre cualquiera de estos valores citados.

La composición de biomasa que contiene pectina activada tiene un contenido de azúcar residual medido en el Protocolo 4 de menos de aproximadamente el 30% en peso de la composición de biomasa que contiene pectina activada. El uso de un material de biomasa de partida que contiene pectina que se ha lavado con alcohol, como se describe más adelante, elimina el azúcar y mejora, por lo tanto, la cantidad y calidad del componente de pectina en el material de biomasa que contiene pectina activada. El contenido de azúcar residual puede ser de aproximadamente 3% a aproximadamente 30% en peso de la composición de biomasa que contiene pectina activada. El contenido de azúcar residual puede ser de aproximadamente el 3%, aproximadamente el 4%, 20 aproximadamente el 5%, aproximadamente el 6%, aproximadamente el 7%, aproximadamente el 8%, aproximadamente el 9%, aproximadamente el 10%, aproximadamente el 11%, aproximadamente el 12%, 25 aproximadamente el 13%, aproximadamente el 14%, aproximadamente el 15%, aproximadamente el 16%, aproximadamente el 17%, aproximadamente el 18%, aproximadamente el 19%, aproximadamente el 20%, aproximadamente el 21%, aproximadamente el 21%, aproximadamente el 22%, aproximadamente el 23%, 30 aproximadamente el 24%, aproximadamente 25%, aproximadamente el 26%, aproximadamente el 27%, aproximadamente el 28%, aproximadamente el 29%, o aproximadamente el 30%. Además, la composición de biomasa que contiene pectina activada de esta descripción también puede tener un valor de contenido de azúcar residual entre cualquiera de estos valores de contenido de azúcar residual citados.

La composición de biomasa que contiene pectina activada se puede secar en forma de partículas secas. Esta forma de partículas secas se puede moler, lo que convierte la composición de biomasa que contiene pectina activada en una forma de polvo adecuada para la manipulación, por ejemplo, añadida a un producto alimenticio.

- 35 La composición de biomasa que contiene pectina activada puede no secarse, pero puede estar presente sin disolverse en la mezcla en la que se activó el material. Normalmente, pero no siempre, se utilizará cuando se extraiga la pectina dentro de la composición de biomasa que contiene pectina activada. Dicha extracción puede realizarse separando el alcohol y más o menos agua de la composición de biomasa que contiene pectina activada. 40 El alcohol separado puede reutilizarse en la producción posterior de composiciones de biomasa que contienen pectina activada.

Alternativamente, la composición de biomasa que contiene pectina activada se puede extraer sin separar el alcohol y más o menos agua de la composición de biomasa que contiene pectina activada.

Métodos

- 45 En una o más realizaciones ejemplares, los métodos producen composiciones de biomasa que contienen pectina activada con diversas características como se describió anteriormente de acuerdo con las reivindicaciones. Un efecto técnico de los métodos es que la composición de biomasa que contiene pectina activada resultante tiene un componente de fibra insoluble con una estructura de red abierta fibrosa y un componente de pectina in situ de alta calidad y alto contenido. El método produce una composición de biomasa que contiene pectina activada a partir de 50 un material de partida de biomasa que contiene pectina. El método comprende los siguientes pasos: A) mezclar un material de biomasa de partida que contiene pectina que comprende un componente de fibra insoluble y un componente de protopectina insoluble con una solución acuosa de un alcohol para formar una mezcla; B) activar el material de biomasa de partida que contiene pectina para formar un material de biomasa que contiene pectina activada que comprende el componente de fibra insoluble y un componente de pectina soluble al someter el material de biomasa de partida que contiene pectina a (i) una solución activadora formada añadiendo ácido a la mezcla para 55 ajustar el pH de la mezcla dentro del intervalo de aproximadamente 0,5 a aproximadamente 2,5 y (ii) calentar a una temperatura superior a aproximadamente 40 grados Celsius; C) aplicar energía mecánica (i) a la mezcla del paso A), (ii) durante la activación del paso B), o (iii) a la mezcla del paso A) y durante la activación del paso B); y D) separar la composición de biomasa que contiene pectina activada de la mezcla; en el que durante el método, el alcohol 60 presente en la mezcla es igual o superior a aproximadamente el 40 por ciento en peso basado en el peso total de la mezcla.

- El material de biomasa de partida que contiene pectina es un material de biomasa que contiene pectina no activada que incluye un componente de fibra insoluble y protopectina insoluble (es decir, pectina en su forma insoluble). Ejemplos no limitantes de material de biomasa que contiene pectina incluyen cítricos y/o su cáscara (como naranja, limón, lima, pomelo, toronja, oro blanco y mandarina), orujo de manzana, orujo de uva, orujo de pera, orujo de membrillo, remolacha forrajera, remolacha azucarera, residuos de remolacha azucarera de la extracción de azúcar, residuos de girasol de la extracción de aceite, residuos de papa de la producción de almidón, alcachofas de Jerusalén, cáscara y corazón de piña, raíces de achicoria y otros materiales de biomasa que contienen pectina. El componente de fibra insoluble generalmente incluye, por ejemplo, predominantemente fibras celulósicas tales como hemicelulosa y celulosa.
- 5 10 El material de biomasa de partida que contiene pectina se puede limpiar y preparar para usarlo por contacto y lavado con agua ("lavado con agua") de acuerdo con el método tradicional utilizado para preparar un material lavado con agua. Este método consiste en tomar, por ejemplo, cáscaras de cítricos frescos y cortados y lavarlos con 2-3 volúmenes de agua. Esta operación se puede realizar 1-4 veces después de lo cual la cáscara lavada con agua resultante se presiona mecánicamente.
- 15 20 25 30 35 40 45 50 55 60 65 70 75 80 85 90 95 100 105 110 115 120 125 130 135 140 145 150 155 160 165 170 175 180 185 190 195 200 205 210 215 220 225 230 235 240 245 250 255 260 265 270 275 280 285 290 295 300 305 310 315 320 325 330 335 340 345 350 355 360 365 370 375 380 385 390 395 400 405 410 415 420 425 430 435 440 445 450 455 460 465 470 475 480 485 490 495 500 505 510 515 520 525 530 535 540 545 550 555 560 565 570 575 580 585 590 595 600 605 610 615 620 625 630 635 640 645 650 655 660 665 670 675 680 685 690 695 700 705 710 715 720 725 730 735 740 745 750 755 760 765 770 775 780 785 790 795 800 805 810 815 820 825 830 835 840 845 850 855 860 865 870 875 880 885 890 895 900 905 910 915 920
- Los ejemplos no limitantes de alcoholes adecuados incluyen etanol, isopropanol, metanol y combinaciones de los mismos. El alcohol puede estar presente en la composición humectante en una cantidad de aproximadamente 40 a aproximadamente 85% en peso de la composición humectante o al menos aproximadamente 70% en peso de la composición humectante. La composición humectante también puede incluir agua además del alcohol, que puede constituir la totalidad o sustancialmente el resto de la composición humectante además del alcohol.
- Cuando el material de biomasa de partida que contiene pectina se lava con alcohol, después de cada lavado, el material de biomasa de partida que contiene pectina puede separarse mecánicamente de al menos una porción de la composición humectante que contiene alcohol para formar un material de biomasa de partida que contiene pectina que se lava con alcohol. La separación mecánica se puede realizar presionando el material de biomasa de partida que contiene pectina humedecido, que se puede llevar a cabo mediante cualquier dispositivo de presión adecuado, como un tornillo de tipo prensado, o con la mano. La presión durante el prensado puede variar de aproximadamente 0,5 bar (50 kPa) a aproximadamente 8 bar (800 kPa) o de aproximadamente 2 bar (200 kPa) a aproximadamente 4 bar (400 kPa) y la duración del prensado puede variar de aproximadamente 1 minuto a aproximadamente 25 minutos, o de aproximadamente 10 minutos a aproximadamente 25 minutos, o de aproximadamente 15 minutos a aproximadamente 25 minutos.
- El material de biomasa de partida que contiene pectina puede sufrir solo un lavado con alcohol, seguido de una separación mecánica para formar un material de biomasa de partida que contiene pectina lavado con alcohol. El material de biomasa de partida que contiene pectina puede sufrir más de un lavado con alcohol y la correspondiente separación mecánica para formar un material de biomasa de partida que contiene pectina lavado con alcohol. El material de biomasa de partida que contiene pectina puede experimentar un primer lavado con alcohol y la correspondiente separación mecánica, y posteriormente experimentar un segundo lavado de alcohol y la separación mecánica correspondiente para formar un material de biomasa de partida que contiene pectina lavado con alcohol.
- El material de biomasa de partida que contiene pectina puede secarse opcionalmente por exposición al calor para formar un material de biomasa de partida que contiene pectina seca.
- En la etapa A), el material de biomasa de partida que contiene pectina ya sea lavado con agua o lavado con alcohol o húmedo o seco, se puede mezclar con una solución acuosa de un alcohol para formar una mezcla en donde el alcohol presente en la mezcla es igual o mayor que aproximadamente 40 por ciento en peso basado en el peso total de la mezcla. En la etapa A), el alcohol puede estar presente en la mezcla en una cantidad de aproximadamente 40 a aproximadamente 60% en peso de alcohol. El experto en la técnica puede calcular la cantidad de alcohol que se añadirá o diluirá dependiendo de la cantidad de agua presente en el material de biomasa que contiene pectina que se lava con agua y de la cantidad de alcohol y agua presente en el material de biomasa de partida que contiene pectina lavado con alcohol.
- Antes de la activación en el paso B), el material de biomasa de partida que contiene pectina comprende el componente de fibra insoluble y el componente de protopectina insoluble. Cuando el material de biomasa de partida que contiene pectina está en contacto con la solución activadora, la protopectina se hidroliza in situ para producir pectina soluble en agua dentro del material de biomasa de partida que contiene pectina, dando como resultado una

composición de biomasa que contiene pectina activada que incluye el componente de fibra insoluble y el componente de pectina soluble. Se cree que la protopectina se convierte en pectina soluble en agua a través de la acción del ácido y, debido al alcohol, lo hace sin lixivar la pectina de partida que contiene el material de biomasa. Como consecuencia, el rendimiento de pectina puede mejorarse.

- 5 La solución activadora que comprende un alcohol y un ácido se puede formar añadiendo ácido a la mezcla de la etapa A) para ajustar el pH de la mezcla dentro del intervalo de aproximadamente 0,5 a aproximadamente 2,5. Por lo tanto, la solución activadora puede tener un pH de aproximadamente 0,5 a aproximadamente 2,5 o de aproximadamente 1,0 a aproximadamente 2,0. Los ejemplos no limitantes de alcoholes adecuados incluyen alcohol isopropílico, etanol, metanol y sus combinaciones. Los ejemplos no limitantes de ácidos adecuados incluyen ácidos orgánicos e inorgánicos tales como ácido nítrico, ácido cítrico, ácido oxálico, ácido clorhídrico, ácido sulfúrico, ácido fosfórico y sus combinaciones. El alcohol puede ser una solución de aproximadamente 40% a aproximadamente 80% de alcohol, tal como etanol, y el ácido puede ser una solución de aproximadamente 10% a aproximadamente 65% de ácido nítrico, para proporcionar un pH de la mezcla dentro del intervalo de aproximadamente 0,5 y aproximadamente 2,5. Se prefiere una solución al 10% de ácido nítrico por razones de seguridad.
- 10 15 El período de tiempo en que el material de biomasa de partida que contiene pectina está en contacto con una solución activadora variará dependiendo, al menos en parte, de los tipos de alcohol y ácidos utilizados, la temperatura a la que se calienta la mezcla y si se aplica energía mecánica o no en el paso B y de la intensidad de la energía mecánica aplicada. Por ejemplo, el material de biomasa de partida que contiene pectina puede ponerse en contacto con la solución activadora durante un período de al menos aproximadamente 5 minutos a aproximadamente 2 horas. El material de biomasa de partida que contiene pectina puede ponerse en contacto con la solución activadora durante un período de aproximadamente 15 minutos a aproximadamente 1 hora. Además, la etapa B) se puede llevar a cabo durante un período de 5, 10, 15, 20, 25, 30, 35, 40, 45, 50, 55 minutos o 1 hora, 1,1 horas, 1,2 horas, 1,25 horas, 1,3 horas, 1,4 horas, 1,5 horas, 1,6 horas, 1,7 horas, 1,75 horas, 1,8 horas, 1,9 horas y 2 horas. La mezcla se puede calentar por un período de tiempo que está entre cualquiera de estos valores citados.
- 20 25 30 35 40 45 50 55 60 La etapa de activación B) incluye calentar la mezcla del material de biomasa de partida que contiene pectina y la solución de activación a una temperatura mayor o igual a aproximadamente 40 grados Celsius (°C). La mezcla se puede calentar a una temperatura de aproximadamente 40°C a aproximadamente 90°C. La mezcla se puede calentar a una temperatura entre los 60°C y los 75°C, o a aproximadamente 75°C. La mezcla se puede calentar a una temperatura igual o a aproximadamente 40°C, 45°C, 50°C, 55°C, 60°C, 65°C, 70°C, 75°C, 80°C, 85°C y 90°C, o la mezcla se puede calentar a una temperatura que está entre cualquiera de estos valores citados.

La mezcla, a lo largo de su uso en el método, tiene una concentración del material de biomasa de partida que contiene pectina limitada de acuerdo con el dispositivo mecánico posterior utilizado para aplicar la energía mecánica en el paso C). Para un dispositivo más efectivo, la concentración del material de biomasa de partida que contiene pectina puede ser mayor. Para simplificar, la concentración del material de biomasa de partida que contiene pectina puede basarse en la materia seca del material de biomasa de partida que contiene pectina. La concentración del material de biomasa de partida que contiene pectina puede ser de aproximadamente 1 a aproximadamente 5 por ciento en peso, o puede ser de aproximadamente 2 a aproximadamente 4 por ciento en peso, puede ser de aproximadamente 3 a aproximadamente 4 por ciento en peso, basado en el peso total de la mezcla.

- 40 45 50 55 60 El método para producir las composiciones de biomasa que contienen pectina activada descritas en este documento incluye además, como en la etapa C), aplicar energía mecánica en ciertas etapas del método. Se puede aplicar energía mecánica a la mezcla de la etapa A), que, tal como se describió anteriormente, es el material de biomasa de partida que contiene pectina en una solución acuosa de alcohol. La energía mecánica se puede aplicar durante la activación de la etapa B), que, tal como se describió anteriormente, está sujeta al material de biomasa de partida que contiene pectina a la solución activadora y al calor. La energía mecánica se puede aplicar durante el paso A y el paso B). La aplicación de energía mecánica en el método homogeniza la mezcla, cambia la estructura física del material de biomasa de partida que contiene pectina, aumenta el parámetro de superposición de cadenas y, en parte, permite que la celulosa se convierta en celulosa microfibrilada. La cantidad de energía mecánica aplicada en el método depende de la etapa aplicada, el tipo de material de biomasa de partida que contiene pectina, la cantidad de material de biomasa de partida que contiene pectina utilizada en la mezcla, el pH de la mezcla y la temperatura del paso activador. La cantidad de energía mecánica también puede influir en la cantidad de tiempo necesario para completar la activación del material de biomasa de partida que contiene pectina que forma el material de biomasa que contiene pectina activada.

- 55 60 Los dispositivos para aplicar energía mecánica pueden ser bombas, refinadores, extrusoras, bombas de lóbulos y/o bombas centrífugas. La mezcla se puede hacer circular en un sistema de circuito cerrado que incluya un recipiente a presión (capaz de contener una mezcla de disolventes calentada), un recipiente de reflujo, un intercambiador de calor, tal como un intercambiador de calor de carcasa y tubos, y una bomba para recircular la mezcla calentada de vuelta al recipiente, permitiendo múltiples pasadas a través de la bomba en el sistema. Se puede usar cualquier bomba que pueda ejercer una energía mecánica, tal como una tensión extensional biaxial, en el fluido a medida que pase a través de la bomba o a través del sistema. Los ejemplos incluyen bombas de lóbulos rotativos (disponibles, por ejemplo, en Viking Pump, Inc., Cedar Falls, IA; Johnson Pump, Rockford, IL; y Wright Flow Technologies, Inc., Cedar Falls, IA); bombas centrífugas y bombas de transporte hidráulico (disponibles, por ejemplo, en Cornell Pump

Company, Clackamas, OR; y Alfa Laval Inc., Richmond, Virginia). Otros dispositivos que se pueden usar individualmente o en combinación para aplicar energía mecánica, como una tensión extensional biaxial, incluyen un refinador de placas, un refinador de discos, un refinador cónico, un Hydrapulper, un extrusor, un molino triturador por fricción, un molino de martillo, y un molino de bolas. Las explosiones de vapor o las descargas de presión también 5 pueden usarse para producir choques por energía mecánica. Se pueden diseñar métodos continuos sin introducir la recirculación al recipiente a presión.

La bomba puede ser una bomba de lóbulos giratorios, utilizada en solitario o en combinación con otro tipo de bomba. 10 Las bombas de lóbulos giratorios son bombas de desplazamiento positivo y pueden tener una configuración de un único lóbulo, de dos alas, de tres lóbulos o de múltiples lóbulos. Durante la operación, dos rotores se engranan y giran en direcciones opuestas, formando cavidades entre los rotores y la carcasa de la bomba. La mezcla entra y llena las cavidades, moviéndose a través de la bomba entre los lóbulos y la carcasa. El movimiento de los lóbulos de la bomba fuerza el paso de la mezcla a través del puerto de salida del lado de descarga de la bomba y la mezcla se expulsa de la bomba. El movimiento de la mezcla a través de la bomba expone a la mezcla a la energía mecánica, que separa las fibras celulósicas, al menos parcialmente, en forma de fibrillas. La energía mecánica puede incluir 15 una tensión extensional biaxial. La bomba de lóbulos puede bombar continuamente la mezcla a través del intercambiador de calor y volver al tanque o recipiente de presión durante un tiempo determinado. Los métodos pueden diseñarse como continuos sin recirculación al tanque o al recipiente a presión.

Esta energía mecánica impartida, tal como por la acción de la bomba, que puede inducir un flujo turbulento dentro de 20 la bomba y dentro del material de biomasa de partida que contiene pectina a medida que circula a través del sistema de circuito cerrado o a través del proceso continuo, abre la estructura del componente celulósico, cambiando visualmente la estructura física del material a medida que adquiere un aspecto más "esponjoso" o "parecido al algodón" cuando se examina durante el proceso. El flujo turbulento conduce a inversiones de flujo y, por lo tanto, a la expansión del material de biomasa de partida que contiene pectina dentro de la mezcla. La energía mecánica produce la fibrilación de al menos una parte de la fibra celulósica en fibrillas, aumentando el área de superficie y, por 25 lo tanto, la eficacia de la etapa de activación.

La aplicación de la energía mecánica puede transformar el material de biomasa de partida que contiene pectina en la mezcla en su estructura fibrosa, creando una red abierta que permite un mayor acceso de la solución activadora a la protopectina para que la protopectina sea convertida en pectina soluble dentro de la estructura fibrosa. En un ejemplo, prácticamente toda la pectina se vuelve fácilmente soluble en agua, incluso en agua fría. La celulosa microfibrilada puede estar en forma de partículas y puede tener una longitud caracterizada en el intervalo de 30 aproximadamente 1×10^{-6} metros hasta aproximadamente 5000×10^{-6} metros, aproximadamente de 100×10^{-6} metros a aproximadamente 3000×10^{-6} metros, de aproximadamente 500×10^{-6} metros a aproximadamente 3000×10^{-6} metros, de aproximadamente 1000×10^{-6} a aproximadamente 3000×10^{-6} metros.

35 La energía mecánica, tal como se usa en este documento, se define en kilojulios (kJ) por kilogramo de materia seca (DM, por sus siglas en inglés) en la mezcla o como kilojulios por kilogramo de la mezcla (es decir, la suspensión que contiene el material de biomasa de partida que contiene pectina). La especificación de la aplicación de energía por kg de materia seca es independiente del peso total de la mezcla que se está pretratando y activando. La cantidad de energía mecánica aplicada puede ser de aproximadamente 800 kilojulios o mayor por kg de materia seca, o en el intervalo de aproximadamente 800 a aproximadamente 15.000 kJ/kg de materia seca. La energía mecánica a la que 40 se puede someter la mezcla puede ser al menos cualquiera de 800 kJ/kg, 1.000 kJ/kg, 1.200 kJ/kg, 1.400 kJ/kg, 1.600 kJ/kg, 1.800 kJ/kg, 2.000 kJ/kg, 2.200 kJ/kg, 2.400 kJ/kg, 2.600 kJ/kg, 2.800 kJ/kg, 3.000 kJ/kg, 3.200 kJ/kg, 3.400 kJ/kg, 3.600 kJ/kg, 3.800 kJ/kg, 4.000 kJ/kg, 4.200 kJ/kg, 4.400 kJ/kg, 4.600 kJ/kg, 4.800 kJ/kg, 5.000 kJ/kg, 5.200 kJ/kg, 5.400 kJ/kg, 5.600 kJ/kg, 5.800 kJ/kg, 6.000 kJ/kg, 6.200 kJ/kg, 6.400 kJ/kg, 6.800 kJ/kg, 7.000 kJ/kg, 7.200 kJ/kg, 7.400 kJ/kg, 7.600 kJ/kg, 7.800 kJ/kg, 8.000 kJ/kg, 8.200 kJ/kg, 8.400 kJ/kg, 8.600 kJ/kg, 8.800 kJ/kg, 9.000 kJ/kg, 9.200 kJ/kg, 9.400 kJ/kg, 9.600 kJ/kg, 9.800 kJ/kg, 10.000 kJ/kg, 10.200 kJ/kg, 10.400 kJ/kg, 10.600 kJ/kg, 10.800 kJ/kg, 11.000 kJ/kg, 11.200 kJ/kg, 11.400 kJ/kg, 11.600 kJ/kg, 11.800 kJ/kg, 12.000 kJ/kg, 12.200 kJ/kg, 12.400 kJ/kg, 12.600 kJ/kg, 12.800 kJ/kg, 13.000 kJ/kg, 13.200 kJ/kg, 13.400 kJ/kg, 13.600 kJ/kg, 13.800 kJ/kg, 14.000 kJ/kg, 14.200 kJ/kg, 14.400 kJ/kg, 14.600 kJ/kg, 14.800 kJ/kg, o 15.000 kJ/kg, o la mezcla puede 45 someterse a una energía mecánica en el intervalo desde o aproximadamente a o aproximadamente b, donde a es cualquiera de los valores de energía mecánica anteriores y b es cualquiera de los valores de energía mecánica anteriores que es > a, como de aproximadamente 1.400 kJ/kg a aproximadamente 7.900 kJ/kg, o de aproximadamente 1.300 kJ/kg a aproximadamente 14.400 kJ/kg, etc. Por ejemplo, para 1 kg de material (base en peso seco) en 30 litros de alcohol acuoso acidificado procesado a través de una bomba de lóbulos (tipo APV, CL/1/021/10) con un motor de bomba de 2 kW a 50 Hz que funcionaba a 10 Hz (0,4 kW) durante un período de 50 minutos (3000 segundos), la energía impartida a la muestra fue de 0,4 kW x 3000 segundos o 1200 kilojulios (por kg de materia seca). La energía mecánica para la mezcla puede ser de aproximadamente 36 kilojulios mayor por kilogramo de la mezcla, o de aproximadamente 40 kilojulios mayor por kilogramo de la mezcla, o de 50 aproximadamente 60 kilojulios mayor por kilogramo de la mezcla.

60 La aplicación de energía mecánica por kilogramo de materia seca o por kilogramo de la mezcla depende del dispositivo mecánico. La aplicación de energía puede basarse en el tamaño del motor de las bombas, o en un dispositivo similar utilizado, teniendo en cuenta el uso del convertidor de frecuencias, amperios y voltajes. Por ejemplo, cuando se usa una bomba de lóbulos que tiene una frecuencia en el intervalo de 10-40 Hz y un efecto en el

intervalo de 0,4-1,6 kW, hacer circular la mezcla a través de la bomba de lóbulos 20-156 veces corresponde a una aplicación de energía mecánica en el intervalo de 800-8600 kJ. Con tal bomba de lóbulos, el número de pasos a través de la bomba puede ser de 20 a 50 pasos, lo que corresponde a una aplicación de energía mecánica de 800-2400 kJ. Esta realización ejemplar se usa cuando el material de biomasa de partida que contiene pectina son cáscaras de cítricos.

Las Tablas 1-2 y la gráfica de los valores de los parámetros de superposición de cadenas y la energía mecánica en las Figuras 1-2 son ejemplos del efecto de la energía mecánica cuando se añaden al paso A) que se indica a continuación como tratamiento previo y/o paso B) señalado a continuación como activación. En estos ejemplos, se utilizaron los siguientes dispositivos para añadir energía: una bomba de lóbulos pequeños (2 kW); una bomba de lóbulos grandes (5,5 kW); una bomba de lóbulos (2,2 kW); una bomba centrífuga (7,5 kW); un molino de corte de Boston (11 kW); una extrusora (8 kW); y un refinador (8 kW). Las cantidades ejemplares fueron 1 kg de materia seca (DM) en una mezcla de 30 kg y aproximadamente 20 kg de materia seca en una mezcla aproximada de 360 kg. Se puede realizar una dilución del material de biomasa de partida que contiene pectina con alcohol antes del tratamiento previo para poder bombar el material. Cuando el material de biomasa de partida que contiene pectina se lava con alcohol, el tratamiento previo se puede realizar sin añadir alcohol, como cuando el bombeo no es un problema con el tipo de equipo utilizado. La dilución con alcohol puede estar solo en el paso de activación. Cuando el material de biomasa de partida que contiene pectina no se diluye (por ejemplo, utilizando cáscaras de cítricos lavadas con alcohol), el tratamiento previo puede requerir menos energía.

Para calcular las propiedades de energía mecánica en la Tabla 1, se pueden usar los siguientes cálculos de ejemplo:

1) Una bomba de lóbulos tiene un motor de 2 kW a 50 Hertz, pero está funcionando solo a 10 Hertz dando un efecto de 0,4 kW. La bomba de lóbulos funciona durante 30 minutos (1800 segundos), lo que significa que la energía mecánica es: $0,4 \text{ kW} * 1800 \text{ segundos} = 720 \text{ kJ}$. La suspensión que se recircula contiene 1 kg de materia seca (DM), por lo que la energía específica es de 720 kJ/kg de DM. El volumen total de la suspensión es de 30 kg. La bomba que funciona a 10 Hertz da un flujo de 860 kg/h, por lo que la suspensión total a través de la bomba en 30 minutos es de 430 kg. La suspensión ha realizado entonces $430 \text{ kg} / 30 \text{ kg} = 14,3$ pasos.

2) Una bomba de lóbulos tiene un motor de 2 kW a 50 Hertz y está funcionando a esta frecuencia. La bomba de lóbulos funciona 60 minutos (3600 s), lo que significa que la energía mecánica es: $2 \text{ kW} * 3600 \text{ s} = 7200 \text{ kJ}$. La suspensión que se recircula contiene 1 kg de materia seca (DM), por lo que la energía específica es de 7200 kJ/kg de MS. El volumen total de la suspensión es de 30 kg. La bomba que funciona a 50 Hertz da un flujo de 4300 kg/h, por lo que la suspensión total a través de la bomba en 60 minutos es de 4300 kg. La suspensión ha realizado entonces $4300 \text{ kg} / 30 \text{ kg} = 143$ pasos.

Tabla 1

Muestra	Materia en seco (kg)	Dispositivo de tratamiento	Mezcla total (kg)	Energía de pretratamiento (kJ)	Energía específica de pretratamiento (DM kJ/kg)	Mezcla de energía específica de pretratamiento (mezcla kJ/kg)	Dispositivo de activación	Mezcla total (kg)	Energía de activación (kJ)	Energía DM específica de activación (DM kJ/kg)	Mezcla de energía específica de activación (mezcla kJ/kg)	Energía DM específica total (DM kJ/kg)	Mezcla de energía específica total (mezcla kJ/kg)
1	1	BSM	30	1386	46,2	Lóbulos pequeños	30	1200	1200	40,0	40,0	2586	86,2
2	1	BSM	30	1386	46,2	Ninguno	30	0	0	0,0	0,0	1386	46,2
3	1	BSM	30	693	23,1	Lóbulos pequeños	30	1200	1200	40,0	40,0	1893	63,1
4	1	BSM	30	693	23,1	Ninguno	30	0	0	0,0	0,0	693	23,1
5	1	Ninguno	30	0	0,0	Lóbulos pequeños	30	1200	1200	40,0	40,0	1200	40,0
6	1	Ninguno	30	0	0,0	Lóbulos pequeños	30	2400	2400	80,0	80,0	2400	80,0
7	1	Ninguno	30	0	0,0	Lóbulos pequeños	30	4800	4800	160,0	160,0	4800	160,0
8	1	Ninguno	30	0	0,0	Ninguno	30	0	0	0,0	0,0	0	0,0
9	1	Ninguno	30	0	0,0	Lóbulos pequeños	30	8640	8640	288,0	288,0	8640	288,0
10	1	Ninguno	30	0	0,0	Lóbulos pequeños	30	6480	6480	216,0	216,0	6480	216,0
11	1	Ninguno	30	0	0,0	Lóbulos pequeños	30	10800	10800	360,0	360,0	10800	360,0
12	1	Ninguno	30	0	0,0	Lóbulos pequeños	30	10800	10800	360,0	360,0	10800	360,0
13	1	Ninguno	30	0	0,0	Lóbulos pequeños	30	1800	1800	60,0	60,0	1800	60,0
14	1	Ninguno	30	0	0,0	Lóbulos pequeños	30	7200	7200	240,0	240,0	7200	240,0
15	1	Ninguno	30	0	0,0	Lóbulos pequeños	30	7200	7200	240,0	240,0	7200	240,0
16	1	Ninguno	30	0	0,0	Lóbulos pequeños	30	7200	7200	240,0	240,0	7200	240,0
17	20	Refinador	360	2400	120	6,7	Ióbulos + centrífugo	360	21420	1071	59,5	1191	66,2
18	20	Refinador	360	2400	120	6,7	Ióbulos + centrífugo	360	42840	2142	119,0	2262	125,7
19	20	Refinador	360	9600	480	26,7	Ióbulos + centrífugo	360	32130	1606,5	89,3	2087	115,9
20	20	Refinador	360	9600	480	26,7	Ióbulos + centrífugo	360	42840	2142	119,0	2622	145,7
21	20	Refinador	360	16800	840	46,7	Ióbulos + centrífugo	360	21420	1071	59,5	1911	106,2
22	20	Refinador	360	16800	840	46,7	Ióbulos + centrífugo	360	32130	1606,5	89,3	2447	135,9

23	20	Refinador	360	16800	840	46,7	Ióbulio + centrífugo	360	42840	2142	119,0	2982	165,7
24	20	Ninguno	360	0	0	0,0	Ióbulio + centrífugo	360	32130	1606,5	89,3	1607	89,3
25	20	Ninguno	360	0	0	0,0	Ióbulio + centrífugo	360	53550	2677,5	148,8	2678	148,8
26	1	Ninguno	30	0	0	0,0	Ióbulio grande	30	990	990	33,0	990	33,0
27	1	Ninguno	30	0	0	0,0	Ióbulio grande	30	1980	1980	66,0	1980	66,0
28	1	Ninguno	30	0	0	0,0	Ióbulio grande	30	3366	3366	112,2	3366	112,2
29	1	Ninguno	30	0	0	0,0	Ióbulio grande	30	5346	5346	178,2	5346	178,2
30	1	Ninguno	30	0	0	0,0	Ióbulio grande	30	5346	5346	178,2	5346	178,2
31	1	Ninguno	30	0	0	0,0	Ióbulio grande	30	891	891	29,7	891	29,7
32	1	Ninguno	30	0	0	0,0	Ióbulio grande	30	1980	1980	66,0	1980	66,0
33	1	Ninguno	30	0	0	0,0	Ióbulio grande	30	3267	3267	108,9	3267	108,9
34	1	Ninguno	30	0	0	0,0	Ióbulio grande	30	5247	5247	174,9	5247	174,9
35	1	Ninguno	4,2	0	0	0,0	Lóbulio pequeño	30	12000	12000	400,0	12000	400,0
36	1	Extrusor	4,2	725	725	172,6	Lóbulio pequeño	30	12000	12000	400,0	12725	572,6
37	1	Extrusor	4,2	556	556	132,4	Lóbulio pequeño	30	12000	12000	400,0	12556	532,4
38	1	Ninguno	2,5	0	0	0,0	Lóbulio pequeño	30	12000	12000	400,0	12000	400,0
39	1	Extrusor	2,5	180	180	72,0	Lóbulio pequeño	30	12000	12000	400,0	12180	472,0
40	1	Extrusor	2,5	196	196	78,4	Lóbulio pequeño	30	12000	12000	400,0	12196	478,4
41	1	Extrusor	2,5	196	196	78,4	Ninguno	30	0	0	0,0	196	78,4

Tabla 2

Muestra	Energía específica total (DM kJ/kg)	Energía específica total (mezcla kJ/kg)	Temperatura (°C)	Tiempo calentamiento (min)	Nº de pasos	Ácido al 62% (mL/kg)	Nitrogeno (dL/g)	Recuperación (%)	Parámetro superposición de cadenas
1	2586	86,2	65	50	23	100	8,4	28,2	2,4
2	1386	46,2	65	200	0	100	9,6	19,5	1,9
3	1893	63,1	65	50	23	100	8,2	28,6	2,3
4	693	23,1	65	200	0	100	10	18,3	1,8
5	1200	40,0	65	50	23	100	8,9	25,8	2,3
6	2400	80,0	65	50	48	100	8,2	29,6	2,4
7	4800	160,0	65	50	119	100	9	26	2,3
8	0	0,0	65	200	0	100	8,8	19,1	1,7
9	8640	288,0	65	90	215	100	8	30,4	2,4
10	6480	216,0	65	90	42	100	8	30,4	2,4
11	10800	360,0	70	90	215	100	6,7	38,8	2,6
12	10800	360,0	70	90	215	100	7,2	37,2	2,7
13	1800	60,0	75	15	36	150	7,3	37,8	2,8
14	7200	240,0	75	60	143	150	6,9	42,0	2,9
15	7200	240,0	75	60	143	150	6,2	44,8	2,8
16	7200	240,0	75	60	143	150	6,5	43,4	2,8
17	1191	66,2	75	60	40	240	6,7	46,0	3,1
18	2262	125,7	75	120	80	240	5,8	45,6	2,6
19	2087	115,9	75	90	60	240	6,4	46,6	3,0
20	2622	145,7	75	120	80	240	6,0	46,9	2,8
21	1911	106,2	75	60	40	330	6,7	46,1	3,1
22	2447	135,9	75	90	60	330	5,9	46,5	2,7
23	2982	165,7	75	120	80	330	5,8	47,1	2,7
24	1607	89,3	75	90	60	240	7,9	39,6	3,1
25	2678	148,8	75	150	100	240	7,5	39,9	3,0
26	990	33,0	75	5	15	150	7,2	29,9	2,2

27	1980	66,0	75	10	31	150	7,2	35,7	2,6
28	3366	112,2	75	17	52	150	7,3	38,1	2,8
29	5346	178,2	75	27	83	150	7,4	39,5	2,9
30	5346	178,2	75	27	83	150	7,1	38,8	2,7
31	891	29,7	75	9	14	150	7,4	30,8	2,3
32	1980	66,0	75	20	31	150	7,4	39,0	2,9
33	3267	108,9	75	33	50	150	7,1	38,4	2,7
34	5247	174,9	75	53	81	150	7,1	39,4	2,8
35	12000	400,0	75	100	239	150	5,9	45,1	2,6
36	12725	572,6	75	100	239	150	5,8	45	2,6
37	12556	532,4	75	100	239	150	5,3	45,7	2,4
38	12000	400,0	75	100	239	150	6,1	45	2,7
39	12180	472,0	75	100	239	150	6,2	45,1	2,8
40	12196	478,4	75	100	239	150	6,2	44,4	2,7
41	196	78,4	75	60	0	150	6,6	43,4	2,9

Con referencia a los datos en las Tablas 1-2 y las Figuras 1-2, cuando el parámetro de superposición de cadenas se representa frente a la energía mecánica aplicada, se puede tomar lo siguiente a partir de las gráficas. Si la energía que se aplica al material de biomasa de partida que contiene pectina, las cáscaras de los cítricos en estos ejemplos, es 800 kJ/kg de DM o más o 36 kJ/kg de la mezcla, entonces el parámetro de superposición de cadenas es 2 o 5 mayor. Con las variaciones en el equipo, la temperatura, el pH y el punto de aplicación de la energía mecánica, el parámetro de superposición de cadenas se ve afectado. La funcionalidad del material de biomasa que contiene pectina activada aumenta al aumentar el parámetro de superposición de cadenas. Por lo tanto, el método puede producir un material de biomasa que contiene pectina activada con un parámetro de superposición de cadenas de 10 aproximadamente 2,3 o más cuando se utiliza una energía mecánica de aproximadamente 1200 kJ/kg DM o superior o de aproximadamente 40 kJ/kg de mezcla y un parámetro de superposición de cadenas de aproximadamente 2,5 o mayor, cuando se usa energía mecánica a aproximadamente 1900 kJ/kg DM o a aproximadamente 60 kJ/kg de mezcla.

Volviendo, por ejemplo, a la muestra 1 anterior, se realizó una dilución con alcohol antes del tratamiento previo. Cantidad de material de biomasa de partida que contiene pectina seca (lavado con alcohol) = 1 kg (esto se relaciona 15 típicamente con 2,5 kg de biomasa de partida húmeda que contiene pectina). Peso total de la mezcla en tratamiento previo = 30 kg. Aplicación de energía en el tratamiento previo = 1386 kilojulios (kJ). Aplicación de energía durante la activación = 1200 kJ. La aplicación de energía total fue la aplicación de energía en el tratamiento previo + la aplicación de energía durante la activación = 2586 kJ. La aplicación de energía específica total (basada en materia seca) = (aplicación de energía total)/(cantidad de biomasa de partida seca que contiene pectina) = 2586 kJ/1 kg = 20 2586 kJ/kg DM. Aplicación total de energía específica (basada en el peso total de la suspensión) = (Aplicación de energía total)/(peso total de la suspensión) = 2586 kJ/30 kg = 86,2 kJ/kg.

Volviendo, por ejemplo, a la muestra 40, se realizó una dilución con alcohol después del tratamiento previo. Cantidad de biomasa de partida seca que contiene pectina (lavado con alcohol) = 1 kg (esto se relaciona típicamente con 2,5 kg de biomasa de partida húmeda que contiene pectina). Peso total de la mezcla = 30 kg. Aplicación de energía en 25 pretratamiento = 196 kJ. Aplicación de energía durante la activación = 12000 kJ. Aplicación de energía total = aplicación de energía en el tratamiento previo + aplicación de energía durante la activación = 12196 kJ. Aplicación de energía específica total (basada en materia seca) = (aplicación de energía total)/(cantidad de biomasa de partida seca que contiene pectina) = 12196 kJ/1 kg = 12196 kJ/kg. Aplicación de energía específica total (basada en el peso 30 total de la mezcla) = (aplicación de energía total durante el tratamiento previo)/(peso total de la mezcla durante el tratamiento previo) + (aplicación de energía total durante la activación)/(peso total de la mezcla durante la activación) = 196 kJ/2,5 kg + 12000 kJ/30 kg = 478 kJ/kg.

El método para producir las composiciones de biomasa que contienen pectina activada descritas en este documento incluye separar la composición de biomasa que contiene pectina activada de la mezcla, denominada etapa D). Despues de activar y aplicar energía mecánica, la composición de biomasa que contiene pectina ahora activada y la 35 solución de activación se separan en una fase líquida que comprende la solución activadora y una fase que comprende la composición de biomasa que contiene pectina activada. La fase que contiene la composición de biomasa que contiene la pectina activada se puede presionar aún más, por ejemplo, utilizando una prensa de tornillo o una centrifuga decantadora. El método puede incluir el drenaje, la decantación o la filtración por membrana de la mezcla. Por ejemplo, la mezcla se puede depositar en una cinta o malla perforada para permitir que la parte fluida de 40 la mezcla se drene. El exceso de líquido se puede eliminar mediante la aplicación de una presión, por ejemplo, mediante el uso de una prensa, tal como una prensa hidráulica, una prensa neumática, una prensa a tornillo, una prensa Vincent, una prensa de cono, un extractor centrífugo o cualquier combinación de éstas, formando una composición de biomasa que contiene pectina activada deshidratada.

La composición del material de biomasa que contiene pectina activada comprende aproximadamente 40 por ciento 45 en peso de materia seca, y el líquido está compuesto principalmente de alcohol y ácido. Para eliminar el ácido residual, la etapa de separación D) puede incluir lavar la composición de biomasa que contiene pectina activada en una solución acuosa de un alcohol que contiene de aproximadamente 40 a aproximadamente 90% en peso de alcohol hasta que el pH del líquido de lavado se incremente de aproximadamente 3 a aproximadamente 5 o de 50 aproximadamente 3,5 a aproximadamente 4,5. El lavado con alcohol también puede incluir un agente alcalinizante que puede neutralizar el ácido. Los ejemplos no limitantes de alcoholes que se pueden usar para lavar la composición que contiene pectina activada y drenada incluyen alcohol isopropílico, etanol, metanol y sus combinaciones. Los agentes de alcalinización ejemplares incluyen una sal de metal alcalino de un carbonato, bicarbonato o hidróxido, tal como carbonato de potasio, bicarbonato de sodio o hidróxido de sodio. Este lavado se puede hacer como un proceso por lotes o como un proceso en contracorriente. La cantidad de alcohol presente en el lavado con alcohol se puede aumentar en lavados posteriores. Por ejemplo, un primer lavado con alcohol puede incluir un contenido de alcohol del 45% en peso; un segundo lavado con alcohol puede incluir un contenido de alcohol del 55% en peso; y un tercero lavado con alcohol puede incluir un contenido de alcohol del 70% en peso o más. El uso de un lavado con alcohol con un contenido de alcohol del 70% en peso o más como una etapa de lavado final puede deshidratar de manera eficiente la composición de biomasa que contiene pectina activada antes 55 del secado. Esto puede reducir el tiempo y la temperatura requeridos para lograr un producto seco con un contenido de humedad específico. La presencia del alcohol también puede ayudar a minimizar o prevenir la formación de enlaces de hidrógeno entre las fibrillas de las fibras celulósicas de la composición de biomasa que contiene pectina activada, minimizando o previniendo así la hornificación de las fibras celulósicas después del secado. El 60

procedimiento puede incluir una serie de lavados sucesivos con alcohol que tienen concentraciones más altas de alcohol para deshidratar la fibra activada.

Después de la etapa de separación, la composición de biomasa que contiene pectina activada puede someterse entonces a tratamientos o procesamientos posteriores, en línea o fuera de línea. En el caso de usar la composición de biomasa que contiene pectina activada para la extracción, la composición de biomasa que contiene pectina activada puede estar en forma de una suspensión acuosa.

La composición de biomasa que contiene pectina activada se puede secar de manera tal que la composición de biomasa que contiene pectina activada esté en una forma seca. La temperatura durante el secado debe controlarse de modo que la temperatura de la composición de biomasa que contiene pectina activada no exceda de aproximadamente 75-80 grados Celsius para no afectar a la calidad de la composición de biomasa que contiene pectina activada. Los métodos de secado no limitativos ejemplares incluyen el uso de técnicas de separación mecánica para sacar el agua de las fibras, el intercambio de disolventes para desplazar el agua residual, tal como el lavado con una solución de un disolvente orgánico, la liofilización, el secado al vacío, el secado por aspersión, el secado con tambor, el secado con calor, el secado con flujo de aire, secado instantáneo, secado en lecho fluidizado, exposición a calor radiante y sus combinaciones. Se puede incluir un agente de secado en el procedimiento de secado para inhibir aún más las interacciones entre la propia celulosa. Los ejemplos no limitantes de agentes de secado incluyen jarabe de glucosa, jarabe de maíz, sacarosa, dextrinas, maltodextrinas y sus combinaciones.

La composición de biomasa que contiene pectina activada después del secado puede triturarse adicionalmente, de modo que la composición de biomasa que contiene pectina activada esté en forma de partículas secas, p. ej. polvo. Los ejemplos no limitantes de métodos de trituración adecuados incluyen moliuración, molienda y similares. La trituración puede reducir aún más el tamaño de las partículas de la composición de biomasa que contiene pectina activada y seca para proporcionar un producto con mejores propiedades en cuanto a la fluidez, dispersión, hidratación y/o manejo. Las partículas pueden triturarse a un tamaño de 300 µm o menos. Las partículas pueden triturarse a un tamaño de 250 µm o menos. Las partículas pueden triturarse a un tamaño de 200 µm o menos. Las partículas pueden triturarse a un tamaño de 150 µm o menos. Las partículas pueden triturarse a un tamaño de 125 µm o menos. Las partículas pueden triturarse a un tamaño de 100 µm o menos. Las partículas pueden triturarse hasta un tamaño de 75 µm o menos. Por ejemplo, las partículas pueden triturarse a un tamaño deseado moliendo. Se puede utilizar cualquier tipo de molino. Por ejemplo, puede ser usado cualquiera o una combinación de un molino de martillo, un molino de púas, un molino de discos anclados, un molino batidor, un molino batidor transversal, un micronizador al aire, un molino de chorro, un molino clasificador, un molino de bolas, un molino a impacto rotatorio, y un molino turbo.

La composición de biomasa que contiene pectina activada puede ser un ingrediente alimentario. Es decir, no es un aditivo alimentario. Esto tiene la ventaja de ser aceptado por la industria alimentaria y los consumidores críticos. La composición de biomasa que contiene pectina activada derivada de cualquier método ejemplar descrito en este documento está comprendida en un producto. La composición de biomasa que contiene pectina activada como se describe en el presente documento está comprendida en un producto. Dicho producto puede ser un producto alimenticio, pero no está limitado a productos alimenticios.

Se describen en la presente invención varios tipos de intervalos. Cuando se describe o reivindica un intervalo de cualquier tipo, la intención es describir o reivindicar individualmente cada número posible que tal intervalo pueda abarcar razonablemente, incluidos los puntos finales del intervalo, así como cualquier subintervalo y combinación de subintervalos abarcados en estos.

Los valores o intervalos pueden expresarse en este documento como "aproximadamente", desde "aproximadamente" un valor particular, y/o hasta "aproximadamente" otro valor particular. Cuando dichos valores o intervalos se expresan, otros aspectos descritos incluyen el valor específico citado, desde un valor particular y/o al otro valor particular. De manera similar, cuando los valores se expresan como aproximaciones, mediante el uso del antecedente "aproximadamente", se entenderá que el valor particular forma otro aspecto. Se comprenderá además que hay una serie de valores descritos en el mismo, y que cada valor también se describe en este documento como "aproximadamente" ese valor particular además del valor en sí. En algunos aspectos, "aproximadamente" se puede usar para entender, por ejemplo, dentro del 10% del valor citado, dentro del 5% del valor citado, o dentro del 2% del valor citado.

Las concentraciones y el porcentaje están en porcentaje en peso, a menos que el contexto indique lo contrario.

Aunque las composiciones y los métodos se describen en el presente documento en términos de "que comprenden" varios componentes o pasos, las composiciones y los métodos también pueden "consistir esencialmente en" o "consistir en" los diversos componentes o pasos, a menos que se indique lo contrario.

Los términos "un", "uno/a" y "el/la" pretenden incluir las alternativas de los plurales, por ejemplo, al menos una, a menos que se especifique lo contrario.

Con el fin de describir y definir los presentes descubrimientos, se indica que el término "sustancialmente" se utiliza en este documento para representar el grado inherente de incertidumbre que puede atribuirse a cualquier

comparación cuantitativa, valor, medición u otra representación. El término "sustancialmente" también se utiliza en este documento para representar el grado en el que una representación cuantitativa puede variar de una referencia establecida sin producir un cambio en la función básica del tema en cuestión.

5 Aunque se puedan usar en la práctica cualesquiera métodos y materiales similares o equivalentes a los descritos en este documento o en el ensayo de la invención, se describen en este documento los métodos y materiales que son los típicos.

Ejemplos

10 Las composiciones de biomasa que contienen pectina activada y los métodos se pueden entender con más detalle con los siguientes ejemplos no limitativos. Estos son simplemente ejemplos de diferentes materiales de partida y energía mecánica aplicada para el método descrito con el fin de producir una composición de biomasa que contiene pectina activada y el producto que comprende dicha composición de biomasa que contiene pectina activada.

15 Los siguientes protocolos se utilizaron para analizar el grado de esterificación (DE), el grado de ácido galacturónico (GA), una viscosidad aparente (mPa·s), la viscosidad intrínseca (dL/g), el contenido de azúcar residual (%), la unión al agua (g/g), SAG y el porcentaje de recuperación (%).

15 Protocolo 1: Determinación del grado de esterificación y grado de ácido galacturónico

20 Se midieron el grado de esterificación (DE) y el grado de ácido galacturónico (AG) utilizando una modificación del método establecido en FAO JECFA Monographs 4 (2007). Se añadieron 100 ml de alcohol ácido (100 ml, 50-60% de isopropanol + 5 ml HCl humeante, 37%) a 2,00 g de cáscara molida mientras se agitaba con un agitador magnético durante 10 minutos. La mezcla se filtró o se pasó a través de un embudo Buchner con papel de filtro y el vaso de precipitados se enjuagó con 6 x 15 ml de alcohol ácido y también se filtró o se pasó a través del embudo Buchner con papel de filtro. Luego, el filtrado se lavó primero con aproximadamente 1000 ml de isopropanol al 50-60% y después con aproximadamente 2 x 50 ml de isopropanol al 100%. A continuación, la muestra se secó durante aproximadamente 2,5 horas a 105°C.

25 Las muestras, que pesaban aproximadamente 0,40 g, se midieron para una determinación por duplicado (la desviación entre las determinaciones por duplicado no debe exceder el 1,5% absoluto, de lo contrario se repetía la prueba). Las muestras se humedecieron primero con aproximadamente 2 ml de isopropanol al 100%. Se añadieron aproximadamente 50 ml de agua libre de dióxido de carbono a las muestras humedecidas mientras se agitaba con un agitador magnético. Luego, las muestras se evaluaron por valoración, ya sea por medio de un indicador o utilizando un medidor de pH/autobureta.

30 Titulación mediante indicador. Se añadieron 5 gotas de indicador de fenolftaleína a la muestra y se tituló con NaOH 0,1 N hasta que se observó un cambio de color (registrado como el título V_1). Se añadieron 20,0 mL de NaOH 0,5 N mientras se agitaba y se cubrió con papel de aluminio durante exactamente 15 minutos. Se añadieron 20,0 mL de HCl 0,5 N mientras se agitaba hasta que desapareció el color. Luego se añadieron 3 gotas de indicador de fenolftaleína y se tituló con NaOH 0,1 N hasta que se observó un cambio de color (registrado como título V_2). Con el fin de compensar las posibles imprecisiones de equilibrar las dos porciones de 20 ml de NaOH 0,5 N y HCl respectivamente, se realizó la llamada "medición ciega" (es decir, se trataron 100 ml de agua desionizada de la misma manera que la solución de la muestra, incluidas las titulaciones). El resultado de la última titulación se registró como título B_1 . El grado de esterificación y el grado de ácido galacturónico se caracterizaron por los siguientes cálculos.

40 (i) $V_t = V_1 + (V_2 - B_1)$

(ii) % DE (grado de esterificación) = $[(V_2 - B_1)/V_t] * 100$

(iii) % GA (grado de ácido galacturónico) = $[194,1 * V_t * N * 100] / \text{peso de la muestra lavada y seca (mg)}$

Donde N = normalidad corregida para NaOH 0,1 N utilizado para la titulación.

Protocolo 2: Determinación de la viscosidad (VIS)

45 Una solución al 2% de pectina se compone a 25°C en un medio que contiene hexametafosfato de sodio. La viscosidad se determina con un viscosímetro Brookfield tipo LVT o LVF después de ajustar el pH a 4,0.

El aparato incluía lo siguiente:

1. Balance analítico

2. Vasos; 400 ml y 2000 ml

50 3. Agitador magnético y barras de agitación recubiertas de teflón

4. Medidor de pH con electrodo de combinación adecuado.

5. Cilindro de vidrio, diámetro 50 ± 1 mm.

6. Viscosímetro Brookfield tipo LVT o LVF

7. Termómetro, 0 - 110°C

5 8. Matraces volumétricos; 250 ml y 1000 ml

9. Pipeta de serología (o de medición); 10 ml

Los productos químicos utilizados fueron hexametafosfato de sodio (grado alimenticio), hidrogenocarbonato de sodio (NaHCO_3) p.a. y 100% de isopropanol ($\text{C}_3\text{H}_8\text{O}$).

10 Un reactivo fue una solución de hexametafosfato de sodio preparada de la siguiente manera: (i) dispersar 11.11 g en 950 mL de agua desionizada en un vaso de precipitados de 2000 mL y agitar durante 15 minutos; (ii) transferir la solución cuantitativamente a un matraz aforado de 1000 ml, llenando hasta 1000 ml con agua desionizada; (iii) agitar durante 15 minutos. Se debe preparar una nueva solución si el hexametafosfato de sodio no está completamente disuelto. El segundo reactivo fue una solución de bicarbonato de sodio preparada de la siguiente manera: (i) disolver 84,01 g en agua desionizada y (ii) llenar hasta 1000 ml con agua desionizada.

15 El procedimiento fue el siguiente:

1. Pese 4,00 g de muestra y transfiera a un vaso de precipitados previamente pesado de 400 ml que contiene una barra de agitación magnética.

2. Usando una pipeta serológica, añada 10,0 mL de isopropanol para humedecer la pectina. Coloque el vaso de precipitados en el agitador magnético.

20 3. Añadir 180 ml de solución de hexametafosfato de sodio a la dispersión de pectina mientras se agita. Continuar agitando durante 1 hora a aproximadamente 700 rpm.

4. Coloque el electrodo de pH en la solución de pectina. Ajuste el pH a 3,95 - 4,05 mediante la adición gota a gota de una solución de bicarbonato de sodio.

5. Ajuste el peso neto de la solución de pectina a 200,0 g añadiendo agua desionizada.

25 6. Transfiera la solución de pectina al cilindro de cristal. Ajuste la temperatura a 25°C colocando el cilindro de cristal con la solución en un baño de enfriamiento o calentamiento adecuado.

7. Mida la viscosidad aparente en un viscosímetro Brookfield tipo LVT o LVF utilizando el husillo n.º 3, a 60 rpm. Despues de 60 segundos de rotación, se toma la lectura con una precisión de 0,5 en la escala.

Protocolo 3: Determinación de la viscosidad intrínseca y recuperación

30 Se pesaron aproximadamente 40 mg de la muestra y se dispersaron en 100 μL de etanol. Se añadieron 40 ml de efluente y la mezcla se agitó usando un agitador magnético en un calentador de bloque de 75 ± 2°C durante 30 minutos.

La preparación del efluente para el efluente de 10 litros para FIPA (Seguridad: tampón de acetato de litio 0,3 M) fue la siguiente:

35 1. Vierta aprox. 3 L de agua Milli-Q en un vaso graduado de 5000 ml.

2. Añada una barra de agitación magnética y colóquela en un agitador magnético para producir un vórtice adecuado durante todas las adiciones.

3. Pesar 125,6 g de hidróxido de litio monohidrato en un recipiente de pesaje y transferir cuantitativamente al vaso graduado.

40 4. Pesar 0,20 g de azida sódica en un recipiente de pesaje y transferir cuantitativamente al vaso graduado.

5. Pesar 360,4 g de ácido acético glacial en un vaso de 500 ml y transfiera cuantitativamente al vaso graduado.

6. Cuando se disuelvan los tres productos químicos, añada agua Milli-Q hasta 5000 ml y mantenga la agitación durante 5 min.

7. Verter el contenido en el recipiente a presión.

45 8. Enjuague el vaso graduado con un volumen total de 5000 ml de agua Milli-Q que se transfiere al recipiente a

presión, lo que produce un total de 10 L de efluente.

9. El líquido se filtra utilizando una unidad de filtración a presión con un filtro Sartopore 2 de Sartorius (0,45 + 0,2 μm).

10. Después de la preparación, verifique el pH del tampón, que debe ser $4,6 \pm 0,1$.

- 5 La muestra se transfirió a un baño de agua a 5°C durante 5 minutos para enfriarla a temperatura ambiente y, como la muestra contiene material no soluble, debe disolverse manualmente y filtrarse (filtro de 0,45 μl) antes de transferirla a un vial de muestreador automático. La viscosidad intrínseca de las muestras se determinó luego mediante cromatografía de exclusión por tamaño (SEC). Las moléculas se separaron de acuerdo con su tamaño por cromatografía de permeación en gel con el efluente de la columna de cromatografía que pasa por cuatro detectores (Detector del índice de refracción, Detector de dispersión de luz láser en ángulo recto, Detector de dispersión de luz láser en ángulo bajo y Detector de viscosidad). El software Viscotek convirtió las señales del detector del detector de viscosidad y del índice de refracción en viscosidad intrínseca.
- 10

15 Se utilizó un instrumento Viscotek TDA 302 FIPA montado con un Sistema de suministro de solvente con bomba Viscotek VE 1122 junto con el muestreador automático AS 3000 de Thermo Separation Products con un módulo de preparación de muestras. Las columnas incluyeron Thermo BioBasis SEC60 (150x7,8 mm) que se conectaron a una computadora con el software OmniSEC para la recogida de datos y los cálculos. El tiempo de ejecución en el muestreador automático se estableció en 10 minutos y se utilizó una inyección de bucle completo de 25 μL . El instrumento Viscotek TDS 302 FIPA mide automáticamente la concentración de pectina soluble en la muestra, proporcionando así el porcentaje de recuperación de pectina.

20 Protocolo 4: Determinación del contenido de azúcar residual

25 Se midieron 10 g de una muestra en un vaso de vidrio de 600 ml. Se añadieron 200 ml de isopropanol al 50% a la muestra y se agitó durante cuatro horas en un agitador magnético a temperatura ambiente. La mezcla se transfirió a un embudo Buchner de vacío con papel de filtro y el vaso de precipitados se enjuagó con 250 ml de isopropanol al 50% para asegurar la transferencia y el lavado de la muestra a través del embudo Buchner con papel de filtro.

25 Luego, la muestra se secó durante la noche (mínimo 12 horas) a 65-70°C en una cabina de secado. Luego se determinó el peso de la muestra seca y se calculó el azúcar residual:

$$\text{Azúcar residual} = [(\text{peso de la muestra seca} - \text{peso de la muestra seca y lavada}) * 100]/\text{peso de la muestra seca}$$

Protocolo 5: Determinación de la capacidad de unión al agua

30 La capacidad de unión al agua se midió mediante una versión modificada del método AAC 56-30.01 descrito en el Desarrollo de Kael Eggie "Development of an extruded flax-based feed ingredient" (2010). Se añadió 1,0 g de material a un tubo de centrífuga de 50 ml y se pesó. Se añadió agua desionizada al tubo de la centrífuga en pequeños incrementos no medidos y se agitó después de cada adición hasta que la mezcla se humedeció completamente. El tubo y su contenido se agitaron y luego se centrifugaron a 3000 rpm durante 10 minutos a temperatura ambiente. Se desecharó el sobrenadante y, en los casos en que no apareció el sobrenadante, se añadió más agua y se repitió la centrifugación. La masa final del tubo y el recipiente se registró y la capacidad de unión al agua (WBC) se calculó mediante la siguiente fórmula:

$$\text{Capacidad de unión al agua} = [(\text{masa del tubo} + \text{masa del sedimento}) - (\text{masa del tubo} + \text{masa de la muestra})]/\text{masa de la muestra}$$

Protocolo 6: Determinación de SAG

40 Este método es idéntico al método 5 - 54 del comité IFT sobre estandarización de pectina, además del hecho de que se modifica para usar un agitador mecánico en lugar de un triturador de patatas.

El aparato incluía lo siguiente:

1. Balanza analítica
2. Báscula de laboratorio (carga máxima de 3 a 5 kg, con una precisión de 0,2 g)
- 45 3. Cacerola de acero inoxidable, 1,5 L, 15 cm de diámetro.
4. Placa de cocción eléctrica, 15 cm de diámetro, 1500 W
5. Motor agitador, velocidad ajustable, 500 - 1000 rpm
6. Agitador magnético (HETO, artículo No. 000240, dibujo No. 0004259)
7. Vasos (1000 ml y 150 ml)

- 8. Espátula
 - 9. Cronómetro
 - 10. Termómetro, 100°C
 - 11. medidor de pH
 - 5 12. Gafas y cinta SAG
 - 13. Ridgelímetro
 - 14. Rebanadora de queso
 - 15. Refractómetro
 - 16. Incubadora
- 10 Los productos químicos utilizados fueron azúcar, ácido tartárico (488 g por litro de solución) y agua desionizada.
- La preparación de la gelatina fue la siguiente:
1. Pese en un vaso de precipitados de 1000 ml $650 - (650/x)$ g de azúcar, donde x = dureza asumida de la muestra.
 2. Transfiera de 20 a 30 g del azúcar pesado en un vaso de precipitados seco de 150 ml y añada la muestra pesada (el peso de la muestra para usar en una gelatina se expresa como: 650 g/grado supuesto).
 - 15 3. Mezcle bien la muestra y el azúcar en el vaso de precipitados revolviendo con una espátula.
 4. Vierta 410 ml de agua desionizada/destilada en una cacerola de acero inoxidable previamente pesada de 1500 ml y coloque en ella el agitador magnético. Verter la mezcla de muestra/azúcar en agua, todo de una vez, mientras se agita a 1000 rpm. Es importante, tan pronto como sea posible, sumergir la solución de muestra/azúcar en el agua y transferir cualquier rastro de la muestra/azúcar en el vaso pequeño a la cacerola.
 - 20 5. Continuar revolviendo durante dos minutos.
 6. Después de 2 minutos, coloque la cacerola en una placa eléctrica precalentada y agite a 500 rpm.
 7. Cuando el contenido alcance un hervor completo, añada el azúcar restante y continúe calentando y revolviendo hasta que el azúcar se disuelva y hasta que el peso neto de la mezcla de gelatina sea de 1015 g. La placa eléctrica debe ajustarse de modo que el tiempo de calentamiento completo de la gelatina sea de 5 a 8 minutos (carga completa, 1500 W).
 - 25 8. Después de pesar el lote de 1015 g en la báscula de laboratorio, déjelo sin tocar en la mesa durante un minuto. Luego, incline la cacerola, de modo que el contenido esté a punto de desbordarse, y retire rápidamente la espuma. Coloque el termómetro en el lote y continúe agitando suavemente hasta que la temperatura alcance exactamente 95°C.
 - 30 9. Vierta rápidamente el lote en dos vasos SAG preparados previamente, cada uno con 1,75 – 2,25 ml de solución de ácido tartárico y equipado con cinta adhesiva que permite el llenado hasta aprox. 1 cm por encima de los bordes.
 10. Después de 15 minutos, cubra los vasos con tapas y, cuando la temperatura alcance los 30 - 35°C, colóquelos en una incubadora a $25 \pm 3^\circ\text{C}$ durante 20 a 24 horas.
- Las propiedades de la gelatina se midieron de la siguiente manera:
- 35 1. Después de 20 a 24 horas de almacenamiento de las gelatinas, se retiraron las tapas de los vidrios y se retiró la cinta. Usando una rebanadora de quesos, la capa superior se cortó y se desechó.
 2. Luego, con cuidado, se colocó la gelatina en una placa de vidrio cuadrada provista con Ridgelímetro dándole la vuelta desde el vaso a su posición invertida.
 3. Se puso en marcha el cronómetro una vez que la gelatina ya estaba en la placa de vidrio. Si la gelatina se inclinaba ligeramente hacia un lado, esto se corregía inclinando suavemente la placa de vidrio en la otra dirección.
 - 40 4. Se colocó la placa y la gelatina con cuidado en la base del Ridgelímetro para que la gelatina quedase centrada debajo del tornillo micrométrico, que luego debía atornillarse cerca de la superficie de la gelatina.
 5. Dos minutos después de que se pusiera en marcha el cronómetro, se puso la punta del tornillo micrométrico en contacto con la superficie de gelatina y se registró la lectura del Ridgelímetro a la 0,1 más cercana.

6. Se midió el pH, que debía estar entre 2,2 y 2,4. De lo contrario, la muestra debía volver a analizarse.

El grado de gelatina de la muestra se calcula de la siguiente manera:

1. Usando la tabla de calibración del Ridgelímetro, convierta la lectura de Ridgelímetro a un Factor 1 (vea la figura 1).

5 2. Usando la tabla de corrección de sólidos solubles, los sólidos solubles medidos se convierten en un Factor 2 (ver fig. 2).

3. Al multiplicar el grado asumido de la prueba por los factores de corrección, el grado verdadero se obtiene mediante la siguiente fórmula:

$$\text{Grado asumido} \times \text{Factor 1} \times \text{Factor 2} = \text{grado verdadero}$$

10

Tabla 3

Lectura del Ridgelímetro Porcentaje de SAG	Factor 1	Lectura del Ridgelímetro Porcentaje de SAG	Factor 1	Lectura del Ridgelímetro Porcentaje de SAG	Factor 1
19.0	1.200	22.0	1.067	25.0	0.936
19.1	1.195	22.1	1.062	25.1	0.933
19.2	1.190	22.2	1.057	25.2	0.928
19.3	1.186	22.3	1.054	25.3	0.925
19.4	1.182	22.4	1.048	25.4	0.921
19.5	1.177	22.5	1.044	25.5	0.917
19.6	1.173	22.6	1.040	25.6	0.913
19.7	1.168	22.7	1.035	25.7	0.910
19.8	1.163	22.8	1.031	25.8	0.908
19.9	1.158	22.9	1.027	25.9	0.902
20.0	1.155	23.0	1.022	26.0	0.898
20.1	1.150	23.1	1.018	26.1	0.895
20.2	1.146	23.2	1.013	26.2	0.892
20.3	1.142	23.3	1.009	26.3	0.888
20.4	1.137	23.4	1.005	26.4	0.885
20.5	1.133	23.5	1.000	26.5	0.881
20.6	1.128	23.6	0.997	26.6	0.878
20.7	1.124	23.7	0.992	26.7	0.875
20.8	1.120	23.8	0.987	26.8	0.872
20.9	1.115	23.9	0.983	26.9	0.868
21.0	1.110	24.0	0.978	27.0	0.864
21.1	1.107	24.1	0.974	27.1	0.862
21.2	1.102	24.2	0.969	27.2	0.859
21.3	1.097	24.3	0.965	27.3	0.856
21.4	1.093	24.4	0.960	27.4	0.853
21.5	1.088	24.5	0.957	27.5	0.850
21.6	1.084	24.6	0.953	27.6	0.847
21.7	1.080	24.7	0.948	27.7	0.844
21.8	1.076	24.8	0.944	27.8	0.842
21.9	1.072	24.9	0.940	27.9	0.838

Tabla 4

Valores de correlación calculados para el análisis de SAG "intercambiado"

Porcentaje SS	Factor de corrección 2
64,0	1,034
64,1	1,031
64,2	1,028
64,3	1,024

64,4	1,021
64,5	1,018
64,6	1,015
604,7	1,012
64,8	1,008
64,9	1,004
65,0	1,000
65,1	0,997
65,2	0,993
65,3	0,990
65,4	0,987
65,5	0,984
65,6	0,980
65,7	0,975
65,8	0,970
65,9	0,967
66,0	0,964
66,1	0,960
66,2	0,957

Ejemplo 1

Se lavó cáscara de naranja recién pelada con alcohol usando los métodos descritos en la patente de los Estados Unidos No. 8.323.513 y luego se presionó a mano, seguido de un segundo lavado/prensado consecutivo para formar un material de biomasa que contenía pectina lavado con alcohol. El material de biomasa de partida que contenía pectina lavado con alcohol seco se dividió luego en cuatro muestras: Muestras 1, 2, 3 y 4.

- 5 Muestra 1 (activada/sin energía mecánica): se activaron 2.500 gramos (materia seca) de material de biomasa que contenía pectina lavado con alcohol poniendo en contacto el material con alcohol y ácido a 60°C durante 1 hora sin someterlo a energía mecánica. La cantidad de ácido que se usó se seleccionó para hacerla corresponder con la cantidad de ácido utilizado en una extracción con cáscara seca (0,1 ml de ácido/gramos de cáscara): 2500 gramos de cáscara seca, 250 ml de ácido nítrico al 62%; 20 L de alcohol isopropílico al 60%. Después de la activación convencional, es decir, sin energía mecánica, la muestra se enfrió a 25°C y se drenó. La muestra drenada se lavó luego con 100 L de alcohol isopropílico al 60% y luego se secó en una cabina térmica a 65°C durante 10 horas. La muestra seca se molió luego a un tamaño de partícula de 250 micras.
- 10 15 Muestra 2 (energía activada/mecánica): se activaron 1.000 gramos (materia seca) de material de biomasa que contenía pectina lavado con alcohol poniendo en contacto el material con alcohol y ácido a 70°C durante 1 hora con una energía mecánica de 10.800 kilojulios. La cantidad de ácido que se usó se seleccionó para hacerla corresponder con la cantidad de ácido usado en una extracción con cáscara seca (0,1 ml de ácido/gramos de cáscara): 1000 gramos de cáscara seca, 100 ml de ácido nítrico al 62%; 30 L de alcohol isopropílico al 60%.
- 20 25 Se aplicó energía mecánica mediante un bombeo con recirculación constante de la mezcla de muestra (material, alcohol y ácido); más particularmente, la mezcla de muestra se recirculó continuamente a 5.200 L/h desde un recipiente (KOFA ApS, volumen 25 L) a través de un intercambiador de calor de tubos (3 metros de longitud; 6" de diámetro exterior; 2 tubos interiores, cada uno con un diámetro de 1 1/2") y se devolvió al recipiente mediante una bomba de lóbulos (APV, CL/1/021/10) que operaba a 50 Hz.
- Después de activarse con energía mecánica, la mezcla de muestra se enfrió a 15°C y luego se drenó utilizando una prensa Vincent (modelo CP-4). Luego, la muestra drenada se lavó convencionalmente dos veces, donde cada

lavado se realizó durante 5 minutos en 30 L de alcohol isopropílico al 60% con un ajuste de pH de 3,5 usando carbonato de sodio al 10%. La muestra lavada se secó luego en una cabina térmica a 65°C durante 10 horas. La muestra seca se molió luego a un tamaño de partícula de 250 micras.

5 Muestra 3 (no activada/sin energía mecánica): se molieron 30 gramos (materia seca) de material de biomasa que contenía pectina lavado con alcohol hasta un tamaño de partícula de 250 micras.

10 Muestra 4 (no activada/energía mecánica): se suspendieron 30 gramos (materia seca) de material de biomasa que contenía pectina lavado con alcohol en 3 l de agua desionizada y luego se pasó a través de un homogeneizador (homogeneizador APV Rannie 1000, tipo 12.50 , reg.no. 113, Copenhague, Dinamarca) dos veces a 300 bar (30.000 kPa) para aplicar una energía mecánica comparable a la de la Muestra 2. La muestra homogeneizada se mezcló con 6 L de isopropanol al 100% y luego se drenó en una tela de nailon de 60 μ . La muestra drenada se secó luego en una cabina térmica a 65°C durante 10 horas, después de lo cual la muestra seca se molió hasta un tamaño de partícula de 250 micras.

15 Se obtuvo una cáscara de naranja seca al uso lavada con agua y se dividió en cuatro muestras: muestras 5, 6, 7 y 8.

20 Muestra 5 (activada/sin energía mecánica): se activaron 500 gramos (materia seca) de material de biomasa de partida que contenía pectina lavado con agua poniendo en contacto el material con 15 L de etanol al 60% y 50 ml de ácido nítrico al 62% a 65°C durante 2 horas sin ser sometido a energía mecánica. Después de la activación convencional, es decir, sin energía mecánica, la muestra se enfrió a 25°C y luego se drenó. La muestra drenada se lavó luego con 15 L de etanol al 60% con un ajuste de pH a 4,0 con carbonato de sodio al 10% y luego se secó en una cabina térmica a 65°C durante 10 horas. La muestra seca se moló luego a un tamaño de partícula de 250 micras.

25 Muestra 6 (activada/energía mecánica): se activaron 1.000 gramos (materia seca) de material de biomasa de partida que contenía pectina lavado con agua poniendo en contacto el material con 30 L de etanol al 60% y 100 ml de ácido nítrico al 62% a 70°C durante 1 hora con energía mecánica de 10.800 kilojulios.

30 Se aplicó energía mecánica mediante un bombeo con recirculación constante de la mezcla de muestra (material, alcohol y ácido); más particularmente, la mezcla de muestra se recirculó continuamente a 5.200 L/h desde un recipiente (KOFA ApS, volumen 25 L) a través de un intercambiador de calor de tubos (3 metros de longitud; 6" de diámetro exterior; 2 tubos interiores, cada uno con un diámetro de 1 1/2") y se devolvió al recipiente mediante una bomba de lóbulos (APV, CL/1/021/10) que operaba a 50 Hz.

35 Despues de activarse con energía mecánica, la mezcla de la muestra se enfrió a 15°C y luego se drenó utilizando una prensa Vincent (modelo CP-4). La muestra drenada se lavó entonces convencionalmente durante 5 minutos en 30 L de etanol al 60% con un ajuste de pH a 4,0 usando carbonato de sodio al 10%.

La muestra lavada se secó luego en una cabina térmica a 65°C durante 10 horas. La muestra seca se molió luego a un tamaño de partícula de 250 micras.

40 Muestra 7 (no activada/sin energía mecánica): se molieron 30 gramos (materia seca) de material de biomasa de partida que contenía pectina lavado con agua hasta un tamaño de partícula de 250 micras.

45 Muestra 8 (no activada/energía mecánica): se suspendieron 30 gramos (materia seca) de material de biomasa de partida que contenía pectina lavado con agua en 3 L de agua desionizada y luego se pasaron a través de un homogeneizador (homogeneizador APV Rannie 1000, tipo 12.50 , reg.no. 113, Copenhague, Dinamarca) dos veces a 300 bar (30.000 kPa) para aplicar una energía mecánica comparable a la muestra, como en la Muestra 2. La muestra homogeneizada se mezcló con 6 L de isopropanol al 100% y luego se drenó en una tela de nailon de 60 μ . La muestra drenada se secó luego en un cabina térmica a 65°C durante 10 horas, después de lo cual la muestra seca se molió hasta un tamaño de partícula de 250 micras.

Se midieron la recuperación (% de pectina soluble dentro de la muestra), la viscosidad intrínseca (de la pectina extraída de la muestra), el contenido de azúcar residual (% en peso de la muestra), el grado de esterificación de la pectina en la muestra (DE), el grado de ácido galacturónico de la muestra (GA), la viscosidad aparente (VIS) de la muestra en una solución al 2%/dispersión a pH 4 y la capacidad de unión de la muestra al agua (gramos de agua/gramos de materia seca) y se calculó el parámetro de superposición de cadenas. Los resultados se resumen en la siguiente tabla.

Tabla 5

Muestra	Activado	ME	Recuperación (%)	IV (dL/g)	Superposición de cadenas (dL/g)	Azúcar residual (%)	DE (%)	GA (%)	VIS (mPa·s)	Unión al agua (g/g)
1	Sí	No	34	10	3,40	2,3	72,8	49,8	1020	n/a
2	Sí	Sí	38,4	9,1	3,49	2,6	73,4	48,8	1810	15
3	No	No	18,4	9,8	1,80	12,2	74,6	44	240	13,9
4	No	Sí	22,8	7,6	1,73	12,2	74,6	44	270	22,6
5	Sí	No	19,5	10	1,95	0,97	67,6	45	90	NA
6	Sí	Sí	39,4	7,7	3,03	0,7	67,4	49,4	1188	18,3
7	No	No	19,9	7	1,39	13,5	67,5	42,6	54	9,6
8	No	Sí	23,2	6	1,39	13,5	67,5	42,6	92	12,6

Como se ilustra en la Tabla 5, la muestra lavada con alcohol que se activó con energía mecánica tiene una viscosidad aparente más alta que la muestra comparable activada sin recibir energía mecánica. De hecho, todas las muestras que se sometieron a energía mecánica tenían una viscosidad aparente mayor que la viscosidad aparente del control que sufrió energía mecánica.

Además, las muestras que fueron sometidas a energía mecánica también tienen una mayor recuperación de pectina. Este resultado es sorprendente, ya que se creía convencionalmente que la exposición del material de biomasa de partida que contiene pectina a una energía mecánica de más de 1.200 kilojulios por kg de materia seca rompería o desintegraría el material en una forma que produciría la separación de la solución activadora y que también haría la extracción de la pectina a partir de ésta más difícil disminuyéndose, por lo tanto, de forma indeseable, el rendimiento de la pectina.

El parámetro de superposición de cadenas de la muestra 2 indica que una composición que contiene pectina que se lava con alcohol y luego se activa con energía mecánica tiene la mayor funcionalidad deseable.

15 Ejemplo 2

Se lavó cáscara de naranja recién pelada con alcohol usando los métodos descritos en la patente de los Estados Unidos No. 8.323.513 y luego se presionó a mano, seguido de un segundo lavado/prensado consecutivo para formar un material de biomasa que contiene pectina lavado con alcohol. El material de biomasa de partida que contiene pectina lavado con alcohol y seco se dividió luego en dos muestras, Muestras 1 y 2.

20 Muestra 1 (lavada con alcohol/activada): se activaron 1.000 gramos (materia seca) de material de biomasa de partida que contenía pectina lavado con alcohol poniendo en contacto el material con alcohol y ácido a 70°C durante 1 hora con una energía mecánica de 10.800 kilojulios. La cantidad de ácido que se usó se seleccionó para hacerla corresponder con la cantidad de ácido usado en una extracción con cáscara seca (0,1 ml de ácido/gramos de cáscara): 1000 gramos de cáscara seca, 100 ml de ácido nítrico al 62%; 30 L de alcohol isopropílico al 60%.

25 La energía mecánica se indujo mediante un bombeo de recirculación constante de la mezcla de muestra (material, alcohol y ácido); más particularmente, la mezcla de muestra se recirculó continuamente a 5.200 L/h desde un recipiente (KOFA ApS, volumen 25 L) a través de un intercambiador de calor de tubos (3 metros de longitud; 6" de diámetro exterior; 2 tubos interiores, cada uno con un diámetro de 1 1/2") y se devolvió al recipiente mediante una bomba de lóbulos (APV, CL/1/021/10) que operaba a 50 Hz.

30 Despues de activarse con energía mecánica, la mezcla de muestra se enfrió a 15°C y luego se drenó utilizando una prensa Vincent (modelo CP-4). Luego, la muestra drenada se lavó convencionalmente dos veces, donde cada lavado se realizó durante 5 minutos en 30 L de alcohol isopropílico al 60% con un ajuste de pH de 3,5 usando carbonato de sodio al 10%. La muestra lavada se secó luego en una cabina térmica a 65°C durante 10 horas. La muestra seca se molvió luego a un tamaño de partícula de 250 micras.

35 Muestra 2 (lavada con alcohol/activada): La muestra 2 se preparó de manera similar a la muestra 1, excepto que la muestra 2 se activó a una temperatura de 40°C.

Se obtuvo una cáscara de naranja seca lavada con agua convencional y se dividió en dos muestras: muestras 3 y 4.

40 Muestra 3 (lavada con agua/activada): se activaron 1.000 gramos (materia seca) de material de biomasa de partida que contenía pectina lavado con agua poniendo en contacto el material con 30 L de etanol al 60% y 100 mL de ácido nítrico al 62% a 70°C durante 1 hora con energía mecánica de 10.800 kilojulios.

La energía mecánica se aplicó mediante un bombeo con recirculación constante de la mezcla de muestra (material, alcohol y ácido); más particularmente, la mezcla de muestra se recirculó continuamente a 5.200 L/h desde un recipiente (KOFA ApS, volumen 25 l) a través de un intercambiador de calor de tubos (3 metros de longitud; 6" de diámetro exterior; 2 tubos interiores, cada uno con un diámetro de 1 1/2") y se devolvió al recipiente mediante una bomba de lóbulos (APV, CL/1/021/10) que operaba a 50 Hz.

Después de activarse con energía mecánica, la mezcla de muestra se enfrió a 15°C y luego se drenó utilizando una prensa Vincent (modelo CP-4). La muestra drenada se lavó entonces convencionalmente durante 5 minutos en 30 L de etanol al 60% con un ajuste de pH a 4,0 usando carbonato de sodio al 10%. La muestra lavada se secó luego en una cabina térmica a 65°C durante 10 horas. La muestra seca se molió luego a un tamaño de partícula de 250 micras.

Muestra 4 (lavada con agua/activada): la Muestra 4 se preparó de manera similar a la Muestra 3, excepto que la Muestra 4 se activó a una temperatura de 40°C.

Se midieron la recuperación (% de pectina soluble dentro de la muestra), la viscosidad intrínseca (de la pectina extraída de la muestra), el contenido de azúcar residual (% en peso de la muestra), el grado de esterificación de la pectina en la muestra (DE), el grado de ácido galacturónico de la muestra (GA), la viscosidad aparente (de la solución que tiene la muestra disuelta o dispersa) y la capacidad de unión al agua de la muestra (gramos de agua/gramos de materia sólida) y se calculó el parámetro del superposición de cadenas.

Los resultados se resumen en la siguiente tabla.

Tabla 6

Muestra	Recuperación (%)	IV (dL/g)	Superposición de cadenas (dL/g)	Azúcar residual (%)	DE (%)	GA (%)	VIS (mPa·s)	Unión al agua (g/g)
1	38,4	9,1	3,49	2,6	73,4	48,8	1810	15
2	25	8,3	2,08	1,29	71,7	44	156	16,7
3	39,4	7,7	3,03	0,7	67,4	49,4	1188	18,3
4	28,3	8,3	2,35	0,97	68,4	45,9	266	16,2

Las muestras muestran que la viscosidad aparente de la propiedad funcional es mucho mayor en las muestras que se han sometido al tratamiento mecánico a 70°C que en las que se trajeron a 40°C. Esto indica que el procesamiento del material de biomasa de partida que contiene pectina a temperaturas superiores a 40°C dan como resultado que el material tenga mayor funcionalidad en comparación con los materiales procesados a temperaturas inferiores a 40°C.

Ejemplo 3

Se lavó cáscara de naranja recién pelada con alcohol usando los métodos descritos en la patente de los Estados Unidos número 8.323.513 y luego se presionó a mano, seguido de un segundo lavado/prensado consecutivo, y luego se secó para formar un material de biomasa seco que contenía pectina lavado con alcohol. El material seco de biomasa de partida que contiene pectina, lavado con alcohol, se dividió luego en dos muestras: Muestras 1 y 2.

Muestra 1 (seca/sin energía mecánica): se activaron 2.500 gramos (materia seca) de material de biomasa de partida que contenía pectina lavado con alcohol poniendo en contacto el material con alcohol y ácido a 70°C durante 1 hora sin someterlo a energía mecánica. La cantidad de ácido que se usó se seleccionó para hacerla corresponder con la cantidad de ácido utilizado en una extracción con cáscara seca (0,1 ml de ácido/gramos de cáscara): 2500 gramos de cáscara seca, 250 ml de ácido nítrico al 62%; 20 L de alcohol isopropílico al 60%. Después de la activación convencional, es decir, sin energía mecánica, la muestra se enfrió a 25°C y se drenó. La muestra drenada se lavó luego con 100 L de alcohol isopropílico al 60% y luego se secó en una cabina térmica a 65°C durante 10 horas. La muestra seca se molió luego a un tamaño de partícula de 250 micras.

Muestra 2 (seca/energía mecánica): se activaron 1.000 gramos (materia seca) de material de biomasa de partida que contenía pectina lavado con alcohol poniendo en contacto el material con alcohol y ácido a 70°C durante 1 hora con una energía mecánica de 10.800 kilojulios. La cantidad de ácido que se usó se seleccionó para hacerla corresponder a la cantidad de ácido usado en una extracción con cáscara seca (0,1 ml de ácido/gramos de cáscara): 1000 gramos de cáscara seca, 100 ml de ácido nítrico al 62%; 30 L de alcohol isopropílico al 60%.

Se aplicó energía mecánica mediante un bombeo con recirculación constante de la mezcla de muestra (material, alcohol y ácido); más particularmente, la mezcla de muestra se recirculó continuamente a 5.200 L/h desde un recipiente (KOFA ApS, volumen 25 l) a través de un intercambiador de calor de tubos (3 metros de longitud; 6" de diámetro exterior; 2 tubos interiores, cada uno con un diámetro de 1 1/2") y se devolvió al recipiente mediante una bomba de lóbulos (APV, CL/1/021/10) que operaba a 50 Hz.

Después de activarse con energía mecánica, la mezcla de muestra se enfrió a 15°C y luego se drenó utilizando una prensa Vincent (modelo CP-4). Luego, la muestra drenada se lavó convencionalmente dos veces, donde cada lavado se realizó durante 5 minutos en 30 L de alcohol isopropílico al 60% con un ajuste de pH a 3,5 usando carbonato de sodio al 10%. La muestra lavada se secó luego en una cabina térmica a 65°C durante 10 horas. La muestra seca se molió luego a un tamaño de partícula de 250 micras.

5 Se lavó cáscara de naranja recién pelada en alcohol usando los métodos descritos en la patente de los Estados Unidos No. 8.323.513 para formar un material de biomasa de partida que contenía pectina lavado con alcohol, húmedo y prensado.

10 Muestra 3 (húmeda/energía mecánica): se activaron 950 gramos (materia seca) de material de biomasa de partida que contenía pectina lavado con alcohol húmedo y prensado poniendo en contacto el material con alcohol y ácido a 70°C durante 1 hora con energía mecánica a 10.800 kilojulios. La cantidad de ácido que se usó se seleccionó para hacerla corresponder con la cantidad de ácido usado en una extracción con cáscara seca (0,1 ml de ácido/gramos de cáscara): 1000 gramos de cáscara seca, 100 ml de ácido nítrico al 62%; 30 L de alcohol isopropílico al 60%.

15 Se aplicó energía mecánica mediante un bombeo con recirculación constante de la mezcla de muestra (material, alcohol y ácido); más particularmente, la mezcla de muestra se recirculó continuamente a 5.200 L/h desde un recipiente de acero inoxidable de 25 L (sin agitación) a través de un intercambiador de calor de tubos (3 metros de longitud; 6" de diámetro exterior de 6", 2 tubos internos, cada uno con un diámetro de 1 1/2") y de vuelta al recipiente mediante una bomba de lóbulos (APV, CL/1/021/10) que funcionaba a 50 Hz.

20 Después de activarse con energía mecánica, la mezcla de muestra se enfrió a 15°C y luego se drenó utilizando una prensa Vincent (modelo CP-4). Luego, la muestra drenada se lavó convencionalmente dos veces, donde cada lavado se realizó durante 5 minutos en 30 L de alcohol isopropílico al 60% con un ajuste de pH de 3,5 usando carbonato de sodio al 10%. La muestra lavada se secó luego en una cabina térmica a 65°C durante 10 horas. La muestra seca se molió luego a un tamaño de partícula de 250 micras.

25 Se midieron la recuperación (% de pectina soluble dentro de la muestra), la viscosidad intrínseca (de la pectina extraída de la muestra), el contenido de azúcar residual (% en peso de la muestra), el grado de esterificación de la pectina en la muestra (DE), el grado de ácido galacturónico de la muestra (GA), la viscosidad aparente (de la solución que tiene la muestra disuelta o dispersa) y la capacidad de unión al agua de la muestra (gramos de agua/gramos de materia sólida) y se calculó el parámetro del superposición de cadenas. Los resultados se resumen en la siguiente tabla.

30 Tabla 7

Muestra	Recuperación (%)	IV (dL/g)	Superposición de cadenas (dL/g)	Azúcar residual (%)	DE (%)	GA (%)	VIS (mPa·s)	Unión al agua (g/g)	SAG
1	34	10	3,40	2,3	72,8	49,8	1020	n/a	111
2	38,4	9,1	3,49	2,6	73,4	48,8	1810	15	122
3	50,7	9,1	4,61	2,1	73,5	50	3100	24,6	142

Como se ilustra en la Tabla 7, la viscosidad aparente de la propiedad funcional es mucho mayor en la muestra en la que se lavó el material de biomasa que contenía pectina de partida, pero que no se secó posteriormente. Esto muestra que puede ser deseable, en ciertos casos, evitar el secado del material de biomasa de partida que contiene pectina lavado antes de la activación (poner en contacto el material de biomasa de partida que contiene pectina con una solución activadora y someter la mezcla a energía mecánica). También, como se ilustra en la tabla, la propiedad funcional SAG sigue el mismo patrón que la viscosidad de la propiedad funcional.

Ejemplo 4

40 Se lavó cáscara de naranja recién pelada con alcohol usando los métodos descritos en la patente de los Estados Unidos No. 8.323.513 y luego se presionó a mano, seguido de un segundo lavado/prensado consecutivo para formar material de biomasa de partida que contiene pectina lavado con alcohol y secado.

45 Muestra 1: se activaron 1.000 gramos (materia seca) de material de biomasa que contenía pectina lavado con alcohol poniendo en contacto el material con alcohol y ácido a 70°C durante 1 hora con una energía mecánica de 10.800 kilojulios. La cantidad de ácido que se usó se seleccionó para hacerla corresponder con la cantidad de ácido usado en una extracción con cáscara seca (0,1 ml de ácido/gramos de cáscara): 1000 gramos de cáscara seca, 100 ml de ácido nítrico al 62%; 30 L de alcohol isopropílico al 60%.

Se aplicó energía mecánica mediante un bombeo con recirculación constante de la mezcla de muestra (material, alcohol y ácido); más particularmente, la mezcla de muestra se recirculó continuamente a 5.200 L/h desde un

recipiente (KOFA ApS, volumen 25 l) a través de un intercambiador de calor de tubos (3 metros de longitud; 6" de diámetro exterior; 2 tubos interiores, cada uno con un diámetro de 1 1/2") y se devolvió al recipiente mediante una bomba de lóbulos (APV, CL/1/021/10) que operaba a 50 Hz.

- 5 Despues de activarse con energía mecánica, la mezcla de muestra se enfrió a 15°C y luego se drenó utilizando una prensa Vincent (modelo CP-4). Luego, la muestra drenada se lavó convencionalmente dos veces, donde cada lavado se realizó durante 5 minutos en 30 L de alcohol isopropílico al 60% con un ajuste de pH de 3,5 usando carbonato de sodio al 10%. La muestra lavada se secó luego en una cabina térmica a 65°C durante 10 horas. La muestra seca se molió y luego se tamizó en un tamiz de 100 micras para que todas las muestras tuvieran el mismo tamaño de malla.
- 10 Muestra 2: Se lavó cáscara de naranja recién pelada con alcohol utilizando los métodos descritos en la patente de los Estados Unidos No. 8.323.513 y luego se presionó a mano, seguido de un segundo lavado/prensado consecutivo para formar un material de biomasa de partida húmedo que contenía pectina lavado con alcohol.
- 15 Se activaron 950 gramos (materia seca) de material de biomasa húmedo de partida que contiene pectina, lavado con alcohol, poniendo en contacto el material con alcohol y ácido a 70°C durante 1 hora con una energía mecánica de 10.800 kilojulios. La cantidad de ácido que se usó se seleccionó para hacerla corresponder con la cantidad de ácido usado en una extracción con cáscara seca (0,1 ml de ácido/gramos de cáscara): 1000 gramos de cáscara seca, 100 ml de ácido nítrico al 62%; 30 L de alcohol isopropílico al 60%.
- 20 Se aplicó energía mecánica mediante un bombeo con recirculación constante de la mezcla de muestra (material, alcohol y ácido); más particularmente, la mezcla de muestra se recirculó continuamente a 5.200 L/h desde un recipiente de acero inoxidable de 25 L (sin agitación) a través de un intercambiador de calor de tubos (3 metros de longitud; 6" de diámetro exterior de 6"; 2 tubos internos, cada uno con un diámetro de 1 1/2") y de vuelta al recipiente mediante una bomba de lóbulos (APV, CL/1/021/10) que funcionaba a 50 Hz.
- 25 Despues de activarse con energía mecánica, la mezcla de muestra se enfrió a 15°C y luego se drenó utilizando una prensa Vincent (modelo CP-4). Luego, la muestra drenada se lavó convencionalmente dos veces, donde cada lavado se realizó durante 5 minutos en 30 L de alcohol isopropílico al 60% con un ajuste de pH de 3,5 usando carbonato de sodio al 10%. La muestra lavada se secó luego en una cabina térmica a 65°C durante 10 horas. La muestra seca se molió y luego se tamizó en un tamiz de 100 micras para que todas las muestras tuvieran el mismo tamaño de malla. También se obtuvieron cuatro muestras comparativas, todas las cuales se tamizaron en un tamiz de 100 micras. Estas muestras comparativas fueron productos comerciales de fibra de cítricos como se indica en la siguiente tabla:
- 30

Tabla 8

Muestras comerciales	Nombre comercial	Nº. de lote comercial
C 1	CitriFi 100M40	R13162M40
C 2	Herbacel AQ Plus citrus	31210020
C 3	FiberGel Citrus 5100	510015M21A
C 4	Ceamfibre 7000	PT52825

- 35 La recuperación (% de pectina soluble dentro de la muestra), la viscosidad intrínseca (de la pectina extraída de la muestra), el contenido de azúcar residual (% en peso de la muestra), el grado de esterificación de la pectina en la muestra (DE), el grado de ácido galacturónico de la muestra (GA), la viscosidad aparente (de la solución que tiene la muestra disuelta o dispersada en el mismo), la capacidad de unión a agua de la muestra (gramos de agua/gramos de materia sólida) y SAG de la muestra fueron medidos y se calculó el parámetro de superposición de cadenas. Los resultados se resumen en la siguiente tabla.

Tabla 9

Muestra	Recuperación (%)	IV (dL/g)	Superposición de cadenas (dL/g)	Azúcar residual (%)	DE (%)	GA (%)	VIS (mPa·s)	Unión al agua (g/g)	SAG
1	37,2	7,2	2,68	3,7	73,3	49,9	558	18,2	101
2	43,8	7,5	3,29	2,8	73,1	51,1	1266	24,6	128
C 1	18,2	6,1	1,11	21,1	67,6	44,3	56	13,1	<<60
C 2	10,3	3,4	0,35	1,9	60,9	22,5	180	16,5	Sin gel
C 3	20,9	2,7	0,56	39,6	6,6	43,8	10	8,1	Sin gel
C 4	0,6	2,2	0,01	N/A	19	3,5	4	7,1	Sin gel

Como se ilustra en la Tabla 9, ninguna de las muestras comparativas tiene un parámetro de superposición de cadenas que sea mayor y, por lo tanto, en comparación con las Muestras 1-2, tiene una funcionalidad menor.

5 Además, las Muestras 1-2 tienen mayor viscosidad aparente y capacidad de unión al agua, así como, a diferencia de las muestras comparativas, tienen la capacidad de gelificar. Estos resultados muestran la superioridad funcional de las composiciones ilustrativas de biomasa que contienen pectina de la presente descripción en comparación con las composiciones convencionales de biomasa que contienen pectina.

Ejemplo 5

10 Se lavó cáscara de naranja recién pelada en alcohol utilizando los métodos descritos en la patente de EE. UU. No. 8.323.513 y luego se presionó a mano, seguido de un segundo lavado/prensado consecutivo, y luego se secó a 65°C durante 10 horas para formar un material de biomasa de partida que contiene pectina secado y lavado con alcohol (5-10% de humedad residual).

15 Se lavó cáscara de naranja recién pelada con alcohol usando los métodos descritos en la patente de EE. UU. No. 8.323.513 y luego se presionó a mano, seguido de un segundo lavado/prensado consecutivo para formar un material de biomasa de partida que contiene pectina lavado con alcohol y húmedo (35-45% de materia seca).

20 Muestras pretratadas (Muestras 1-4): Para cada muestra, una mezcla de 1.000 gramos (materia seca) de material de biomasa de partida que contiene pectina lavado con alcohol y secado y una solución activadora (100 ml de ácido nítrico al 62%: 30 L de alcohol al 60%) se sometió a un tratamiento previo al pasarlo una vez a través de un molino 25 Boston Shear Mill (BSM) a temperatura ambiente (modelo BSM-25 con un tamaño de motor de 15 HP (11 kW) y un diámetro de salida de 1" (25 mm)). La mezcla tratada previamente para cada muestra se procesó posteriormente. La cantidad de energía mecánica impartida a las Muestras 1, 2, 3 y 4 por el Boston Shear Mill se calculó a partir del efecto del BSM y el tiempo para procesar la muestra. Para las muestras 1 y 2, el tiempo para procesar los 33 litros a través del BSM fue de 125 segundos; la energía aplicada a la muestra fue de 11 kW * 125 segundos, o 1380 kilojulios. Para las muestras 3 y 4, el flujo fue mayor y el tiempo de procesamiento fue de 63 segundos, por lo que la energía aplicada fue de 690 kilojulios (por kg de materia seca).

30 Muestra 2 y Muestra 4: Para cada muestra, la mezcla tratada previamente se transfirió a una bolsa de plástico cerrada y se colocó a 65°C durante 3-4 horas sin entrada mecánica. La muestra se drenó posteriormente, se lavó en 20 L de alcohol isopropílico al 80% a un pH de 4. Luego, la muestra fue drenada, prensada y secada. La muestra seca se molió luego a un tamaño de partícula de 250 micras.

35 Muestra 1 y Muestra 3: Para cada muestra, la mezcla tratada previamente (material, alcohol y ácido) se procesó adicionalmente en un sistema iniciador. Se aplicó energía mecánica mediante un bombeo con recirculación constante de la mezcla de muestra (material, alcohol y ácido); más particularmente, la mezcla de muestra se recirculó continuamente a aproximadamente 1.000 L/h desde un recipiente de acero inoxidable de 25 L (sin agitación) a través de un intercambiador de calor de tubos (3 metros de longitud; 6" de diámetro exterior de 6"; 2 tubos internos, cada uno con un diámetro de 1 1/2") que mantenía la temperatura de 65°C y se devolvió al recipiente mediante una bomba de lóbulos (APV, CL1/021/10) que funcionaba a 10 Hz durante un período de 50 minutos (3000 segundos), incluidos el calentamiento (15 minutos) y el enfriamiento (15 minutos).

40 El motor de la bomba es de 2 kW a 50 Hz; a 10 Hz el efecto es de solo 0,4 kW; la energía aplicada a las muestras 1 y 3 fue de 0,4 kW * 3000 segundos, o 1200 kilojulios (por kg de materia seca).

45 Después de activarse con energía mecánica, la mezcla de muestra se enfrió a 15°C y luego se drenó utilizando una prensa Vincent (modelo CP-4). Luego, la muestra drenada se lavó convencionalmente dos veces, donde cada lavado se realizó durante 5 minutos en 30 L de alcohol isopropílico al 60% con un ajuste de pH a 4 usando carbonato de sodio al 10%. La muestra lavada se secó luego en una cabina térmica a 65°C durante 10 horas. La muestra seca se molió y luego se tamizó en un tamiz de 250 micras.

5 Muestras no pretratadas: Para cada muestra, se procesó en un iniciador una mezcla de 1.000 gramos (materia seca) de alcohol seco lavado y una solución activadora (100 ml de ácido nítrico al 62%; 30 L de alcohol al 60%). Se aplicó energía mecánica mediante un bombeo con recirculación constante de la mezcla de muestra (material, alcohol y ácido); más particularmente, la mezcla de muestra se recirculó continuamente a aproximadamente 1.000 L/h desde un recipiente de acero inoxidable de 25 L (sin agitación) a través de un intercambiador de calor de tubos (3 metros de longitud; 6" de diámetro exterior de 6"; 2 tubos internos, cada uno con un diámetro de 1 1/2") que mantiene una temperatura de 65°C y regresa al recipiente mediante una bomba de lóbulo (APV, CL/1/021/10) que operaba a diferentes frecuencias (Hz) y por diferentes períodos de tiempo.

10 10 Despues de activarse con energía mecánica, la mezcla de muestra se enfrió a 15°C y luego se drenó utilizando una prensa Vincent (modelo CP-4). Luego, la muestra drenada se lavó convencionalmente dos veces, donde cada lavado se realizó durante 5 minutos en 30 L de alcohol isopropílico al 60% con un ajuste de pH a 4 usando carbonato de sodio al 10%. La muestra lavada se secó luego en una cabina térmica a 65°C durante 10 horas. La muestra seca se molvió y luego se tamizó en un tamiz de 250 micras.

15 Los parámetros de procesamiento para las muestras no pretratadas se resumen en la siguiente tabla:

Tabla 10

Muestra	Velocidad de bomba de lóbulos y efecto correspondiente	Tiempo que incluye calentamiento y enfriamiento (minutos)
5	10 Hz (0,4 kW)	50
6	20 Hz (0,8 kW)	50
7	40 Hz (1,6 kW)	50
9	40 Hz (1,6 kW)	90
10	30 Hz (1,2 kW)	90

20 20 Muestra 8: se activaron 1.000 (materia seca) de material de biomasa de partida que contenía pectina lavado con alcohol poniendo en contacto el material con alcohol y ácido a 65°C durante 3 a 4 horas sin someterlo a energía mecánica. La cantidad de ácido que se usó se seleccionó para hacerla corresponder con la cantidad de ácido utilizado en una extracción con cáscara seca (0,1 ml de ácido/gramo de cáscara): 1.000 gramos de cáscara seca, 100 ml de ácido nítrico al 62%; 30 L de alcohol isopropílico al 60%.

25 25 Despues de la activación convencional, es decir, sin energía mecánica, la muestra se enfrió a 25°C y luego se drenó. La muestra drenada se lavó convencionalmente durante 30 minutos en 30 L de isopropanol al 80% con un ajuste de pH a 4,0 usando carbonato de sodio al 10%. La cáscara lavada se secó luego en una cabina térmica a 65°C durante 10 horas. La muestra seca se molvió luego a un tamaño de partícula de 250 micras.

La cantidad total de energía mecánica impartida a cada muestra se resume en la siguiente tabla:

Tabla 11

Muestra	Energía BSM (kJ)	Energía iniciadora* (kJ)	Energía total** (kJ)
1	1380	1200	2580
2	1380	0	1380
3	690	1200	1890
4	690	0	690
5	0	1200	1200
6	0	2400	2400
7	0	4800	4800
8	0	0	0
9	0	8640	8640
10	0	6480	6480

*La energía del iniciador se calculó por el efecto de la bomba y el tiempo de operación

30 ** La energía total es la suma de la energía del BSM y la energía del iniciador

La recuperación (% de pectina soluble dentro de la muestra), la viscosidad intrínseca (de la pectina extraída) de la

muestra), el grado de esterificación de la pectina en la muestra (DE), la viscosidad aparente (de la solución que tiene la muestra disuelta o dispersada a su través) y la capacidad de unión de la muestra al agua (gramos de agua/gramos de materia sólida) se midieron y se calculó el parámetro de superposición de cadenas. Los resultados se resumen en la siguiente tabla.

5

Tabla 12

Muestra	Recuperación (%)	IV (dL/g)	Superposición de cadenas (dL/g)	DE (%)	VIS (mPa·s)	Unión al agua (g/g)
1	28,2	8,4	2,4	66,3	583	26,7
2	19,5	9,6	1,9	67,9	219	20,7
3	28,6	8,2	2,3	68,4	730	24,6
4	18,3	10	1,8	68,7	238	21,7
5	25,8	8,9	2,3	69,4	439	21,5
6	29,6	8,2	2,4	69,5	573	21,2
7	26	9	2,3	69,6	512	22,2
8	19,1	8,8	1,7	68,8	165	15,6
9	30,4	8	2,4	69,4	628	22,4
10	30,4	8	2,4	69,6	691	20

Como se ilustra en la tabla, cuando la cantidad de energía mecánica impartida a la muestra supera los 1.500 kilojulios por kg de materia seca, el parámetro de superposición de cadenas es mayor que 2 y, por lo tanto, tiene una viscosidad aparente superior a 500 m·Pa.

10 Ejemplo 6

Se lavó cáscara de naranja recién pelada en alcohol usando los métodos descritos en la patente de los Estados Unidos No. 8.323.513 y luego se presionó a mano, seguido de un segundo lavado/prensado consecutivo, para formar un material de biomasa que contiene pectina lavado con alcohol.

15 Muestras 1-3 (Calentamiento en iniciador): para cada muestra, una mezcla de 1.000 gramos (materia seca) de alcohol lavado, prensado y una solución activadora (100 ml de ácido nítrico al 62%: 30 litros de alcohol al 60%) fue procesada en un iniciador.

20 Se aplicó energía mecánica mediante un bombeo con recirculación constante de la mezcla de muestra (material, alcohol y ácido); más particularmente, la mezcla de muestra se recirculó continuamente desde un recipiente de acero inoxidable de 25 L (sin agitación) a través de un intercambiador de calor de tubos (3 metros) de longitud; 6" de diámetro exterior de 6"; 2 tubos interiores, cada uno con un diámetro de 1 1/2") manteniendo una temperatura de 70°C y regresando al recipiente mediante una bomba de lóbulos (APV, CL1/021/10) que funcionó a 40 Hz (muestra 1) durante un período de 50 minutos (3000 segundos), incluido el calentamiento y enfriamiento; 40 Hz (muestra 2) durante un período de 90 minutos (5400 segundos), incluido el calentamiento y enfriamiento; 50 Hz (muestra 3) durante un período de 50 minutos (3000 segundos), incluido el calentamiento y el enfriamiento.

25 La muestra drenada se lavó convencionalmente durante 30 minutos en 30 L de isopropanol al 80% con un ajuste de pH a 4,0 usando carbonato de sodio al 10%. La cáscara lavada se secó luego en una cabina térmica a 65°C durante 10 horas. La muestra seca se molvió luego a un tamaño de partícula de 250 micras.

30 Muestras 4-9 (Calentamiento después de Iniciador): para cada muestra, una mezcla de 1.000 gramos (materia seca) de alcohol lavado, prensado y una solución activadora (100 ml de ácido nítrico al 62%: 30 litros de alcohol al 60%) se procesó en un iniciador como se describe en las muestras 1-3, pero el proceso se realizó a 25°C y la bomba estaba funcionando a 50 Hz. Las muestras 4-6 se trajeron todas durante un período de 20 minutos (1200 segundos) y las muestras 7-9 se trajeron durante 60 minutos (3600 segundos). Después del tratamiento con iniciador, la mezcla se separó en cáscara y solución activadora. La solución activadora se calentó a 70°C en un recipiente agitado y la cáscara se añadió al recipiente. El tiempo de calentamiento a 70°C fue de 5 minutos (muestra 4), 20 minutos (muestra 5) y 60 minutos (muestra 6), 5 minutos (muestra 7), 20 minutos (muestra 8) y 60 minutos (muestra 9).

35 La muestra drenada se lavó convencionalmente durante 30 minutos en 30 L de isopropanol al 80% con un ajuste de pH a 4,0 usando carbonato de sodio al 10%. La cáscara lavada se secó luego en una cabina térmica a 65°C durante 10 horas. La muestra seca se molvió luego a un tamaño de partícula de 250 micras.

40 Se midieron la recuperación (% de pectina soluble dentro de la muestra), la viscosidad intrínseca (de la pectina extraída de la muestra), el grado de esterificación de la pectina en la muestra (DE), la viscosidad aparente (de la

solución que tiene la muestra disuelta o dispersa), la capacidad de unión al agua de la muestra (gramos de agua/gramos de materia sólida) y se calculó el parámetro de superposición de cadenas. Los resultados se resumen en la siguiente tabla.

Tabla 13

Muestra	Recuperación (%)	IV (dL/g)	Superposición de cadenas (dL/g)	DE (%)	Unión al agua (g/g)
1	32,42	8,82	2,86	70,2	17,8
2	38,06	8,23	3,13	69,3	20,3
3	33,84	8,72	2,95	69,4	18,2
4	26,23	10,43	2,74	70,6	17,1
5	29,79	9,46	2,82	69,5	18,1
6	38,25	8,24	3,15	70	21,3
7	27,79	8,77	2,44	67,6	18,4
8	31,81	8,91	2,83	70,5	16,6
9	30,97	9,17	2,84	70,5	15,8

5

Como se ilustra en la tabla anterior, la funcionalidad de la composición de biomasa que contiene pectina activada resultante no se ve afectada necesariamente si la mezcla de material de biomasa de partida que contiene pectina y la solución activadora se calientan durante o después de someter la mezcla a energía mecánica. Por lo tanto, pueden proporcionarse composiciones de biomasa que contienen pectina activada adecuadas independientemente de cuándo se calienta la mezcla, es decir, durante o después del tratamiento de energía mecánica.

10

Ejemplo 7

Se lavó cáscara de naranja recién pelada con alcohol usando los métodos descritos en la patente de los Estados Unidos No. 8.323.513 y luego se presionó a mano, seguido de un segundo lavado/prensado consecutivo y secado, para formar un material seco de biomasa que contiene pectina lavado con alcohol.

15

Para cada muestra, se procesó en un iniciador una mezcla de 1.000 gramos (95% de materia seca) de alcohol lavado, secado y una solución activadora (150 ml de ácido nítrico al 62%: 30 L de alcohol al 60%).

20

Se aplicó energía mecánica mediante un bombeo con recirculación constante de la mezcla de muestra (material, alcohol y ácido); más particularmente, la mezcla de muestra se recirculó continuamente desde un recipiente de acero inoxidable de 25 L (sin agitación) a través de un intercambiador de calor de tubos (3 metros) de longitud; 6" de diámetro exterior de 6"; 2 tubos interiores, cada uno con un diámetro de 1 1/2") manteniendo una temperatura de 55°C (muestra 1), 65°C (muestra 2) o 75°C (muestra 3), y de vuelta al recipiente mediante una bomba de lóbulos (APV, CL/1/021/10) que funcionó a 50 Hz durante un período de 30 minutos.

25

La muestra drenada se lavó convencionalmente durante 30 minutos en 30 L de isopropanol al 80% con un ajuste de pH a 4,0 usando carbonato de sodio al 10%. La cáscara lavada se secó luego en una cabina térmica a 65°C durante 10 horas. La muestra seca se molió luego a un tamaño de partícula de 250 micras.

30

Se midieron la recuperación (% de pectina soluble dentro de la muestra), la viscosidad intrínseca (de la pectina extraída de la muestra), el grado de esterificación de la pectina en la muestra (DE), la viscosidad aparente (de la solución que tiene la muestra disuelta o dispersa), la capacidad de unión al agua de la muestra (gramos de agua/gramos de materia sólida) y se calculó el parámetro de superposición de cadenas. Los resultados se resumen en la siguiente tabla.

Tabla 14

Muestra	IV (dL/g)	Recuperación (%)	Superposición de cadenas (dL/g)	DE (%)	VIS (mPa·s)	Unión al agua (g/g)
1	7,1	30,4	2,16	67,4	196	16,6
2	6,5	36,1	2,35	66,2	276	16,6
3	6,1	41,9	2,56	66,1	353	22,0

35

Como se ilustra en la tabla anterior, la funcionalidad de la composición de biomasa que contiene pectina activada resultante se ve afectada por la temperatura de la activación. A mayor temperatura de las activaciones, la IV tiende a disminuir, mientras que la recuperación, la superposición de cadenas, la viscosidad aparente y la unión al agua

tienden a aumentar. DE permanece prácticamente constante.

Ejemplo 8

Se lavó cáscara de naranja recién pelada en alcohol usando los métodos descritos en la patente de los Estados Unidos No. 8.323.513 y luego se presionó a mano, seguido de un segundo lavado/prensado consecutivo para formar un material de biomasa que contiene pectina lavado con alcohol.

Para cada muestra, una mezcla de 1.000 gramos (materia seca) de alcohol lavado, cáscara prensado y una solución activadora que contiene diferentes concentraciones de ácido nítrico al 62% en 30 L de alcohol al 60% se procesa en un iniciador.

Se aplicó energía mecánica mediante un bombeo con recirculación constante de la mezcla de muestra (material, alcohol y ácido); más particularmente, la mezcla de muestra se recirculó continuamente desde un recipiente de acero inoxidable de 25 L (sin agitación) a través de un intercambiador de calor de tubos (3 metros) de longitud; 6" de diámetro exterior de 6"; 2 tubos internos, cada uno con un diámetro de 1 1/2") manteniendo una temperatura de 55 - 75°C, y de vuelta al recipiente mediante una bomba de lóbulos (APV, CL1/021/10) que funcionó a 40-50 Hz durante un período de 5 a 60 minutos.

La muestra drenada se lavó convencionalmente durante 30 minutos en 30 L de isopropanol al 80% con un ajuste de pH a 4,0 usando carbonato de sodio al 10%. La cáscara lavada se secó luego en una cabina térmica a 65°C durante 10 horas. La muestra seca se molió luego a un tamaño de partícula de 250 micras.

Se midieron la recuperación (% de pectina soluble dentro de la muestra), la viscosidad intrínseca (de la pectina extraída de la muestra), el grado de esterificación de la pectina en la muestra (DE) y la capacidad de unión a agua de la muestra (gramos de agua/gramos de materia sólida) y se calculó el parámetro de superposición de cadenas. Los resultados se resumen en las siguientes tablas con respecto al efecto del ácido, la temperatura, el aporte energético y el tiempo de tratamiento.

Tabla 15

Muestra	Ácido (ml/kg DM)	Temperatura (°C)	Tiempo (minutos)	Energía (kJ)	IV (dL/g)	Recuperación (%)	Superposición de cadenas (dL/g)	DE (%)	Unión al agua (g/g)
1	150	75	15	1800	7,9	35,0	2,8	69,8	21,7
2	150	75	60	7200	7,4	39,0	2,9	68,3	20,9

Con una concentración de ácido y una temperatura fijas con un tiempo de tratamiento variable como se muestra en la Tabla 15, IV tiende a reducirse algo con un tiempo de tratamiento más largo, la recuperación tiende a aumentar un poco con un tiempo de tratamiento más largo, la superposición de cadenas permanece prácticamente constante independientemente del tiempo de tratamiento, y DE y la unión al agua permanece prácticamente constante.

Tabla 16

Muestra	Ácido (ml/kg DM)	Temperatura (°C)	Tiempo (minutos)	Energía (kJ)	IV (dL/g)	Recuperación (%)	Superposición de cadenas (dL/g)	DE (%)	Unión al agua (g/g)
3	100	70	20	1920	8,8	32,4	2,9	70,2	17,8
4	100	70	60	5760	8,2	38,1	3,1	69,3	20,3
5	100	70	20	2400	8,7	33,8	3,0	69,4	18,2

Con una concentración de ácido más baja y una temperatura más baja con tiempos de tratamiento variables, como se muestra en la Tabla 16, en comparación con la Tabla 15, IV tiende a reducirse algo con el tiempo de tratamiento más largo, la recuperación tiende a aumentar un poco con el tiempo de tratamiento más largo, la superposición de cadenas permanece prácticamente constante independiente del tiempo de tratamiento, y la DE permanece prácticamente constante.

Sin embargo, la unión al agua tiende a aumentar al aumentar el tiempo de tratamiento.

Tabla 17

Muestra	Ácido (ml/kg DM)	Temperatura (°C)	Tiempo (minutos)	Energía (kJ)	IV (dL/g)	Recuperación (%)	Superposición de cadenas (dL/g)	DE (%)	Unión al agua (g/g)
6	150	65	5	600	7,3	32,9	2,4	67,1	19,0
7	150	65	30	3600	7,5	38,5	2,9	68,1	19,0
8	150	65	60	7200	7,2	42,4	3,1	66,7	20,1

- 5 Con una concentración de ácido constante y una temperatura de tratamiento baja constante con tiempos de tratamiento variables, como se muestra en la Tabla 17, IV permanece bastante constante con tiempos de tratamiento de 5 a 60 minutos, la recuperación aumenta al aumentar el tiempo de tratamiento, el superposición de cadenas aumenta con el aumento del tiempo de tratamiento y DE y la unión al agua son prácticamente constantes.

Tabla 18

Muestra	Ácido (ml/kg DM)	Temperatura (°C)	Tiempo (minutos)	Energía (kJ)	IV (dL/g)	Recuperación (%)	Superposición de cadenas (dL/g)	DE (%)	Unión al agua (g/g)
9	250	55	5	600	7,9	30,8	2,4	67	18,6
10	250	55	60	7200	7,2	37,9	2,7	65	19,1

- 10 Con una concentración de ácido más alta e incluso una temperatura de tratamiento más baja con un tiempo de tratamiento variable, como se muestra en la Tabla 18, IV tiende a disminuir con un corto tiempo de tratamiento, la recuperación tiende a aumentar con el aumento del tiempo de tratamiento, el superposición de cadenas tiende a aumentar con el aumento del tiempo de tratamiento y la DE y la unión al agua permanece prácticamente constante con los tiempos de tratamiento en el intervalo de 5 a 60 minutos.

Tabla 19

Muestra	Ácido (ml/kg DM)	Temperatura (°C)	Tiempo (minutos)	Energía (kJ)	IV (dL/g)	Recuperación (%)	Superposición de cadenas (dL/g)	DE (%)	Unión al agua (g/g)
11	50	65	30	3600	10,1	22,1	2,2	68,9	13,7
12	150	65	30	3600	7,6	36,9	2,8	67,1	19,9
13	250	65	30	3600	7,0	41,2	2,9	65,7	19,7

- 15 A temperatura constante y tiempo de tratamiento al aumentar la concentración de ácido como se muestra en la Tabla 19, IV se reduce, la recuperación aumenta, la superposición de cadenas aumenta, DE se reduce, y aumenta la unión al agua.

- 20 Por lo tanto, estos resultados muestran que se puede cambiar la concentración de ácido, la temperatura de tratamiento y el tiempo de tratamiento para proporcionar una serie de opciones para optimizar el tratamiento de la composición de biomasa que contiene pectina activada.

La concentración de ácido está en el intervalo de 50 a 250 ml de ácido nítrico al 62% por kg de materia seca, preferiblemente en el intervalo de 100 a 250 ml de ácido nítrico al 62% por kg de materia seca, y más preferiblemente de 150 a 250 ml de ácido nítrico al 62% por kg de materia seca.

- 25 La temperatura de tratamiento está en el intervalo de 55 a 75°C, preferiblemente de 65 a 75°C y más preferiblemente de 70 a 75°C.

El tiempo de tratamiento está en el intervalo de 5 a 60 minutos, preferiblemente de 15 a 60 minutos y más preferiblemente de 20 a 60 minutos.

- 30 La combinación ideal es una concentración de ácido de 150 ml de ácido nítrico al 62% (ácido nítrico concentrado) por kg de materia seca, una temperatura de tratamiento de 70°C y un tiempo de tratamiento de 15 minutos y, si se

desea una temperatura más baja, se puede aplicar una concentración de ácido más alta.

Ejemplo 9

Este ejemplo demuestra el uso de diferentes materiales de biomasa que contienen pectina de partida y las propiedades resultantes de las composiciones de biomasa que contienen pectina activada que se pueden usar como materiales de partida para el proceso de extracción de pectina.

5 Fueron prensadas manzanas. A la pulpa prensada se le añadió un 63% de isopropanol y luego se lavó durante 5 minutos y se presionó. Una muestra se lavó otra vez en isopropanol al 80%, se prensó y se secó en la cabina de secado. Para la otra muestra, en el iniciador se mezcló 1 kg de materia seca de pulpa de manzana prensada con 24 kg de isopropanol al 60%. Se añadieron 100 ml de ácido nítrico concentrado por kg de materia seca. Se activó a 10 70°C durante 60 minutos mientras circulaba sobre la bomba de lóbulos pequeños. Despues de la activación, se presionó la pulpa. Luego se lavó en isopropanol al 60% y se prensó. Luego se lavó en isopropanol al 80% y se prensó y se secó.

15 Fueron prensadas alcachofas de Jerusalén. A la pulpa prensada se le añadió un 63% de isopropanol y luego se lavó durante 5 minutos y se presionó. Una muestra se lavó otra vez en isopropanol al 80%, se prensó y se secó en la cabina de secado. Para la otra muestra, en el iniciador se mezcló 1 kg de materia seca de pulpa de manzana prensada con 24 kg de isopropanol al 60%. Se añadieron 100 ml de ácido nítrico concentrado por kg de materia seca. Se activó a 10 70°C durante 60 minutos mientras circulaba sobre la bomba de lóbulos pequeños. Despues de la activación, se presionó la pulpa. Luego se lavó en isopropanol al 60% y se prensó. Luego se lavó en isopropanol al 80% y se prensó y se secó.

20 Fueron prensadas naranjas. A la cáscara prensada se le añadió un 63% de isopropanol y luego la cáscara se lavó durante 5 minutos y se presionó. Una muestra se lavó otra vez en 80% de isopropanol, se prensó y secó en la cabina de secado. Para la otra muestra, en el iniciador se mezcló 1 kg de DM de cáscara de naranja prensada con 24 kg de isopropanol al 60%. Se añadieron 100 ml de ácido nítrico concentrado por kg de materia seca. Se activó a 25 70°C durante 60 minutos mientras se circulaba sobre la bomba de lóbulos pequeños. Despues de la activación, se presionó la cáscara. Luego se lavó en isopropanol al 60% y se prensó. Luego se lavó en isopropanol al 80% y se prensó y se secó.

30 Se seleccionaron cohetas de remolacha azucarera de la extracción de azúcar. A las cohetas se les añadió un 63% de isopropanol y se lavaron durante 5 minutos y se prensaron. Una muestra se lavó otra vez en isopropanol al 80%, se prensó y se secó en la cabina de secado. Para la otra muestra, en el iniciador se mezcló 1 kg de DM de cohetas prensadas con 27 kg de isopropanol al 60%. Se añadieron 100 ml de ácido nítrico concentrado por kg de materia seca. Se activó a 70°C durante 60 minutos mientras circulaba sobre la bomba de lóbulos pequeños. Despues de la activación, los cohetas fueron presionadas. Luego se lavaron en isopropanol al 60% y se prensaron. Luego se lavaron en isopropanol al 80% y se prensaron y se secaron.

Tabla 20

Muestra	Descripción	Energía específica (kJ/kg DM)	Muestra total (kg)	Energía específica (kJ/kg DM)	DE (%)	Recuperación (%)	IV (dL/g)	Superposición de cadenas (dL/g)
1	Manzana	10800	27	400	77,4	3,0	14,5	0,4
2	Manzana activada	10800	27	400	76,9	14,8	12,1	1,8
3	Alcachofa de Jerusalén	10800	27	400	54,8	9,1	1,3	0,1
4	Alcachofa de Jerusalén activada	10800	27	400	56,8	22,2	5,5	1,2
5	Naranja	10800	27	400	70,2	15	7,8	1,2
6	Naranja activada	10800	27	400	68,9	39	7,5	2,9
7	Remolacha	10800	30	360	54,1	1,7	2,9	0,05
8	Remolacha activada	10800	30	360	54,4	15,0	3,3	0,5

35

Se encontraron patrones similares para todas las materias primas analizadas, es decir, la pectina se hace soluble in situ mediante el proceso de activación. Tanto la recuperación como el parámetro de superposición de cadenas son varias veces superiores a la muestra lavada con alcohol correspondiente sin la activación. La manzana activada, que

es una fruta, muestra COP cerca de 2, mientras que las verduras activadas como la alcachofa de Jerusalén y la remolacha azucarera activada muestran COP en el intervalo de 0,5 a 1,2. La naranja activada (cítrico) muestra que el COP más alto es mayor que 2.

5 Las composiciones de biomasa que contienen pectina que contienen la composición de biomasa que contiene pectina activada que tiene componentes de fibra tanto solubles como insolubles se pueden usar en muchas aplicaciones, que incluyen, entre otras, productos salados como sopas, salsas y aderezos; suplementos alimenticios; y prebióticos para la alimentación animal. La capacidad de retención de agua del componente de fibra insoluble facilita el uso de las composiciones de biomasa que contienen pectina activada como un líquido absorbente, por ejemplo, en pañales desechables y productos de higiene femenina, como pañales sanitarios y protectores de bragas. El componente de pectina soluble en las composiciones de biomasa que contienen pectina activada las hace útiles en las mismas aplicaciones que la pectina extraída, por ejemplo, como se describe en la Patente Europea No. 1812120B1. Al combinar las propiedades del componente de pectina soluble para neutralizar el amoníaco y eliminar así el mal olor y el componente de fibra insoluble para absorber el líquido, las composiciones de biomasa que contienen pectina activada también son útiles en la arena para gatos para absorber el líquido y neutralizar el amoníaco. Además, las composiciones de biomasa que contienen pectina activada son útiles como material de partida para el proceso de extracción para producir pectina.

10 Varios aspectos de los métodos para producir una composición de biomasa que contiene pectina activada y una composición que contiene pectina activada incluyen los siguientes:

15 20 Aspecto 1: Método para producir una composición de biomasa que contiene pectina activada, comprendiendo el método:

25 A) mezclar un material de biomasa de partida que contiene pectina que comprende un componente de fibra insoluble y un componente de protopectina insoluble con una solución acuosa de un alcohol para formar una mezcla;

30 35 B) activar el material de biomasa de partida que contiene pectina para formar un material de biomasa que contiene pectina activada que comprende el componente de fibra insoluble y un componente de pectina soluble al someter el material de biomasa de partida que contiene pectina a (i) una solución activadora formada añadiendo ácido a la mezcla para ajustar el pH de la mezcla dentro del intervalo de aproximadamente 0,5 a aproximadamente 2,5 y (ii) calentar a una temperatura mayor que a aproximadamente 40 grados Celsius;

40 45 C) aplicar energía mecánica (i) a la mezcla del paso A), (ii) durante la activación del paso B), o (iii) a la mezcla del paso A) y durante la activación del paso B); y

50 D) separar la composición de biomasa que contiene pectina activada de la mezcla; en el que durante el método, el alcohol presente en la mezcla es igual o superior a aproximadamente el 40 por ciento en peso basado en el porcentaje total de la mezcla.

Aspecto 2: el método de acuerdo con el aspecto 1, en el que aplicar energía mecánica en la etapa C) comprende además reducir el material de biomasa de partida que contiene pectina en la mezcla a su estructura fibrosa.

Aspecto 3: El método de acuerdo con uno cualquiera de los aspectos anteriores, en el que sustancialmente ninguno del componente de pectina soluble se extrae del material de biomasa de partida que contiene pectina.

Aspecto 4: El método de acuerdo con uno cualquiera de los aspectos anteriores, en el que la aplicación de energía mecánica en el paso C) se realiza mediante al menos uno de los siguientes grupos: una bomba, un refinador de placas, un refinador de discos, una extrusora, una bomba de lóbulos, y una bomba centrífuga.

Aspecto 5: el método de acuerdo con uno de los aspectos anteriores, en el que la energía mecánica es de aproximadamente 800 kilojulios o mayor por kilogramo de materia seca del material de biomasa de partida que contiene pectina o de aproximadamente 36 kilojulios o mayor por kilogramo de mezcla.

Aspecto 6: El método de acuerdo con uno de los aspectos anteriores, en el que la composición de biomasa que contiene pectina activada tiene un parámetro de superposición de cadenas de aproximadamente 2,0 o más.

Aspecto 7: El método de acuerdo con uno de los aspectos anteriores, en el que someterse a calor está dentro del intervalo de temperatura de aproximadamente 60°C a aproximadamente 80°C durante un período de tiempo dentro del intervalo de aproximadamente 15°C a aproximadamente 60°C a aproximadamente 60 minutos.

Aspecto 8: el método de acuerdo con uno cualquiera de los aspectos anteriores, en el que la etapa D) comprende además ajustar el pH de la composición de biomasa que contiene pectina activada en un intervalo de aproximadamente 3,5 a aproximadamente 4,5.

Aspecto 9: el método de acuerdo con uno de los aspectos anteriores, en el que la energía mecánica es de aproximadamente 1200 kilojulios o más por kilogramo de materia seca del material de biomasa de partida que contiene pectina o de aproximadamente 40 kilojulios o más por kilogramo de mezcla.

- Aspecto 10: el método de acuerdo con el aspecto 9, en el que la composición de biomasa que contiene pectina activada tiene un parámetro de superposición de cadenas de aproximadamente 2,3 o superior.
- 5 Aspecto 11: El método de acuerdo con uno de los aspectos anteriores, en el que la energía mecánica es de aproximadamente 1900 kilojulios o mayor por kilogramo de materia seca del material de biomasa de partida que contiene pectina o de aproximadamente 60 kilojulios o mayor por kilogramo de mezcla.
- Aspecto 12: el método de acuerdo con el aspecto 11, en el que la composición de biomasa que contiene pectina activada tiene un parámetro de superposición de cadenas de aproximadamente 2,5 o superior.
- 10 Aspecto 13: El método de acuerdo con uno cualquiera de los aspectos anteriores, que comprende además secar, moler o tanto secar como moler la composición de biomasa que contiene pectina activada separada.
- Aspecto 14: El método de acuerdo con uno cualquiera de los aspectos anteriores, en el que el material de biomasa de partida que contiene pectina en la etapa A) se obtiene a partir de cítricos.
- 15 Aspecto 15: El método de acuerdo con el aspecto 14, en el que el material de biomasa de partida que contiene pectina es una cáscara de cítricos lavada con alcohol.
- Aspecto 16: El método de acuerdo con uno cualquiera de los aspectos anteriores 14-15, en el que la composición de biomasa que contiene pectina activada comprende tanto un parámetro de superposición de cadenas de aproximadamente 2 o más como un grado de esterificación del componente de pectina soluble a aproximadamente un 60 por ciento o más.
- 20 Aspecto 17: El método de acuerdo con uno cualquiera de los aspectos anteriores 14-16, en el que la composición de biomasa que contiene pectina activada comprende una o más propiedades del siguiente grupo: una viscosidad aparente de aproximadamente 150 mPa·s hasta aproximadamente 3500 mPa·s cuando se mide en una solución acuosa a una temperatura de 25 grados Celsius y pH 4,0 usando un viscosímetro Brookfield, una capacidad de unión al agua de aproximadamente 14 g/g a aproximadamente 27 g/g, el componente de pectina soluble presente en una cantidad de aproximadamente 20% a aproximadamente 45% en peso de la composición de biomasa que contiene pectina activada, y un pH de aproximadamente 2,5 a aproximadamente 5,5.
- 25 Aspecto 18: Una composición de biomasa que contiene pectina activada obtenida de frutas cítricas, que comprende: un componente de fibra insoluble que comprende material celulósico; y un componente de pectina soluble que comprende pectina fácilmente soluble; en el que la composición de biomasa que contiene pectina activada tiene un parámetro de superposición de cadenas de aproximadamente 2 o más.
- 30 Aspecto 19: La composición de biomasa que contiene pectina activada según el aspecto 18, en donde el componente de fibra insoluble y el componente de pectina soluble forman una estructura abierta que permite que el líquido acceda a la pectina fácilmente soluble.
- 35 Aspecto 20: La composición de biomasa que contiene pectina activada de acuerdo con uno cualquiera de los aspectos 18-19 anteriores, en la que la composición de biomasa que contiene pectina activada comprende de aproximadamente 80 a aproximadamente 55 por ciento en peso del componente de fibra insoluble y de aproximadamente 20 a aproximadamente el 45 por ciento en peso del componente de pectina soluble.
- Aspecto 21: La composición de biomasa que contiene pectina activada de acuerdo con uno cualquiera de los aspectos anteriores 18-20, en donde un grado de esterificación del componente de pectina soluble es aproximadamente el 60 por ciento o más.
- 40 Aspecto 22: La composición de biomasa que contiene pectina activada de acuerdo con cualquiera de los aspectos anteriores 18-20, en donde el parámetro de superposición de cadenas es de aproximadamente 2,3 o mayor.
- Aspecto 23: La composición de biomasa que contiene pectina activada de acuerdo con cualquiera de los aspectos 18-20 anteriores, en la que el parámetro de superposición de cadenas es aproximadamente 2,5 o superior.
- 45 Aspecto 24: La composición de biomasa que contiene pectina activada de acuerdo con uno cualquiera de los aspectos anteriores 18-24, en donde la composición de biomasa que contiene pectina activada comprende una o más propiedades del siguiente grupo: una viscosidad aparente de aproximadamente 150 mPa·s o aproximadamente 3500 mPa·s cuando se mide en solución acuosa a una temperatura de 25 grados centígrados y pH 4,0 utilizando un viscosímetro Brookfield, una capacidad de unión al agua de aproximadamente 14 g/g a aproximadamente 27 g/g, el componente de pectina soluble presente en una cantidad de aproximadamente 20% a aproximadamente 45% en peso de la composición de biomasa que contiene pectina activada y un pH de aproximadamente 2,5 a aproximadamente 5,5.

- Aspecto 25: Una composición de biomasa que contiene pectina activada, que comprende:
un componente de fibra insoluble que comprende material celulósico; y
un componente de pectina soluble que comprende pectina fácilmente soluble;
en donde la composición de biomasa que contiene pectina activada (i) se obtiene de un material de biomasa de
5 partida que contiene pectina seleccionado de manzana, alcachofa de Jerusalén o remolacha, (ii) tiene un parámetro
de superposición de cadenas dentro del intervalo de aproximadamente 0,5 a aproximadamente 2,0, (iii) y tiene un
parámetro de superposición de cadenas de al menos aproximadamente un 300 por ciento mayor que el de un
parámetro de superposición de cadenas del material de biomasa de partida que contiene pectina.
- 10 Aspecto 26: La composición de biomasa que contiene pectina activada de acuerdo con cualquiera de los aspectos
anteriores 18-25, siendo un ingrediente alimentario.
- Aspecto 27: La composición de biomasa que contiene pectina activada, según cualquiera de los aspectos anteriores
18-25, utilizada como material de partida para extraer la pectina.
- 15 Aspecto 28: Un producto que comprende la composición de biomasa que contiene pectina activada derivada del
método de cualquiera de los aspectos 1-17 anteriores, o que comprende la composición de biomasa que contiene
pectina activada de acuerdo con el aspecto que corresponde a uno de los aspectos anteriores 18-26.

REIVINDICACIONES

1. Un método para producir una composición de biomasa que contiene pectina activada, comprendiendo el método:
 - A) mezclar un material de partida de biomasa que contiene pectina que comprende un componente de fibra insoluble y un componente de protopectina insoluble con una solución acuosa de un alcohol para formar una mezcla;
 - 5 B) activar el material de partida de biomasa que contiene pectina para formar un material de biomasa que contiene pectina activada que comprende el componente de fibra insoluble y un componente de pectina soluble sometiendo el material de partida de biomasa que contiene pectina a (i) una solución de activación formada añadiendo ácido a la mezcla para ajustar el pH de la mezcla dentro del intervalo que va desde 0,5 hasta 2,5, y (ii) calentar a una temperatura mayor que 40 grados Celsius o a aproximadamente 40 grados Celsius;
 - 10 C) aplicar energía mecánica ya sea (i) a la mezcla de la etapa A), (ii) durante la activación de la etapa B), o (iii) a la mezcla de la etapa A) y durante la activación de la etapa B); y
 - D) separar la composición de biomasa que contiene pectina activada de la mezcla;

en el que, durante el método, el alcohol presente en la mezcla es un 40 por ciento en peso en base al peso total de la mezcla.
 - 15 2. El método de acuerdo con la reivindicación 1, donde aplicar energía mecánica en la etapa C) además comprende reducir el material de partida de biomasa que contiene pectina en la mezcla a su estructura fibrosa.
 3. El método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, donde:
 - a) sustancialmente nada del componente pectina soluble se extrae del material de partida de biomasa que contiene pectina; o
 - 20 b) la aplicación de energía mecánica en el paso C) se realiza mediante al menos uno de los siguientes grupos: una bomba, un refinador de placas, un refinador de discos, una extrusora, una bomba de lóbulos y una bomba centrífuga.
 4. El método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, donde:
 - a) la energía mecánica es de 800 kilojulios o más por kilogramo de materia seca del material de biomasa de partida que contiene pectina o de 36 kilojulios o más por kilogramo de la mezcla, o
 - 25 b) en donde la composición de biomasa que contiene pectina activada tiene un parámetro de superposición de bobina de 2,0 o mayor.
 5. El método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, donde someter al calor está dentro del intervalo de temperaturas de 60 a 80 grados Celsius por un período de tiempo dentro del intervalo de 15 a 60 minutos.
 - 30 6. El método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que la etapa D) comprende además ajustar el pH de la composición de biomasa que contiene pectina activada en un intervalo de 3,5 a 4,5.
 7. El método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que la energía mecánica es 1200 kilojulios o mayor por kilogramo de materia seca del material de biomasa de partida que contiene pectina o 40 kilojulios o mayor por kilogramo de la mezcla.
 - 35 8. El método de acuerdo con la reivindicación 7, en el que la composición de biomasa que contiene pectina activada tiene un parámetro de superposición de cadenas de 2,3 o mayor.
 9. El método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que la energía mecánica es 1900 kilojulios o mayor por kilogramo de materia seca del material de biomasa de partida que contiene pectina o 60 kilojulios o mayor por kilogramo de la mezcla.
 - 40 10. El método de acuerdo con la reivindicación 9, en el que la composición de biomasa que contiene pectina activada tiene un parámetro de superposición de cadenas de 2,5 o mayor.
 11. El método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, que comprende además secar, moler o tanto secar como moler la composición de biomasa que contiene pectina activada separada.
 - 45 12. El método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que el material de biomasa de partida que contiene pectina en la etapa A) se obtiene a partir de cítricos.
 13. El método según la reivindicación 12, en el que el material de biomasa de partida que contiene pectina es una cáscara de cítricos lavada con alcohol.

14. El método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 12-13, en el que la composición de biomasa que contiene pectina activada comprende un parámetro de superposición de cadenas de 2 o más y un grado de esterificación del componente de pectina soluble de 60 por ciento o más.
- 5 15. El método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 12-14, en el que la composición de biomasa que contiene pectina activada comprende una o más propiedades del siguiente grupo: una viscosidad aparente de 150 mPa·s a 3500 mPa·s cuando se mide en solución acuosa a una temperatura de 25 grados Celsius y pH 4,0 usando un viscosímetro Brookfield, una capacidad de unión al agua de 14 g/g a 27 g/g, el componente de pectina soluble presente en una cantidad de 20% a 45% en peso de la composición de biomasa que contiene pectina activada, y un pH de 2,5 a 5,5.

10

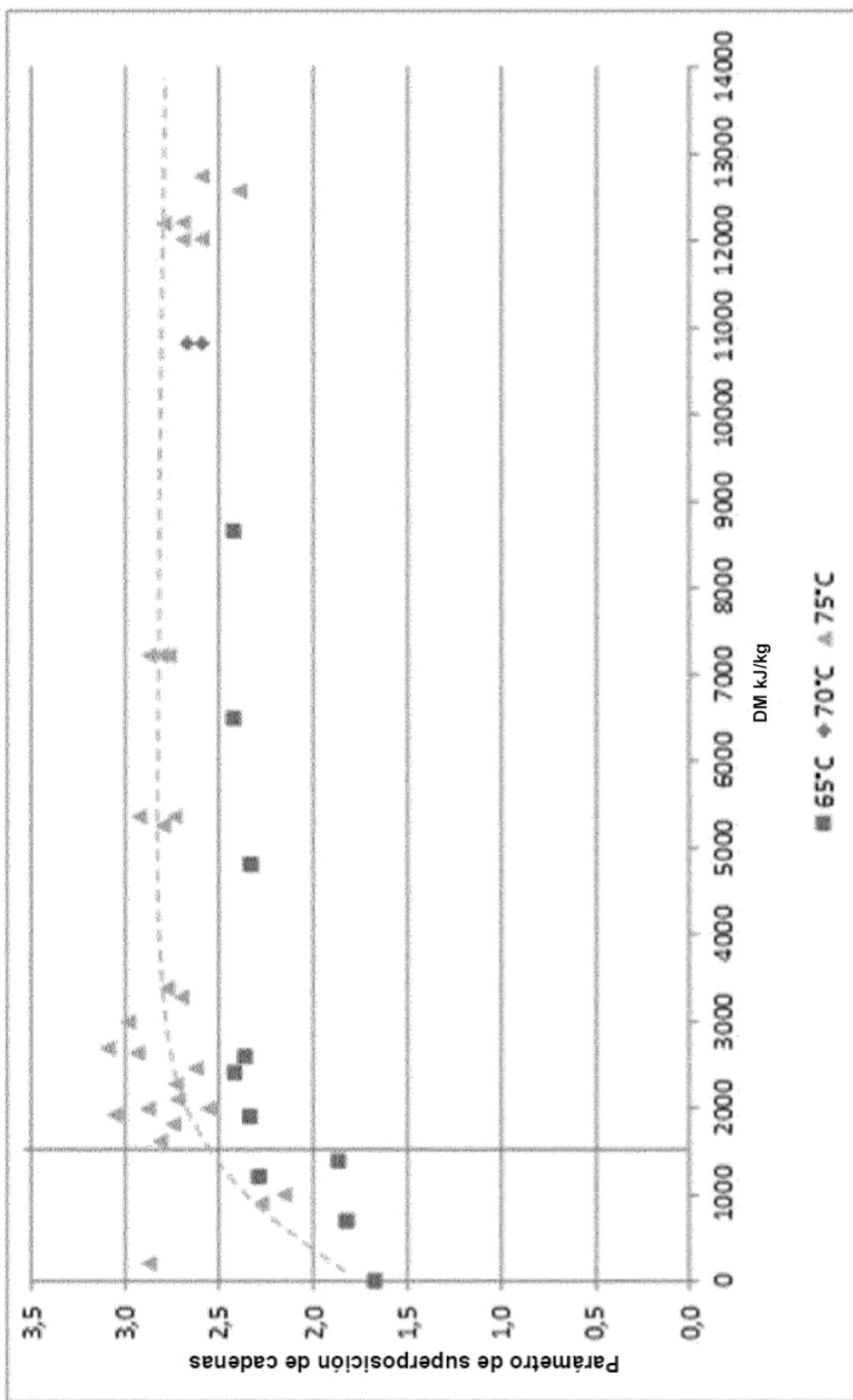


FIG. 1

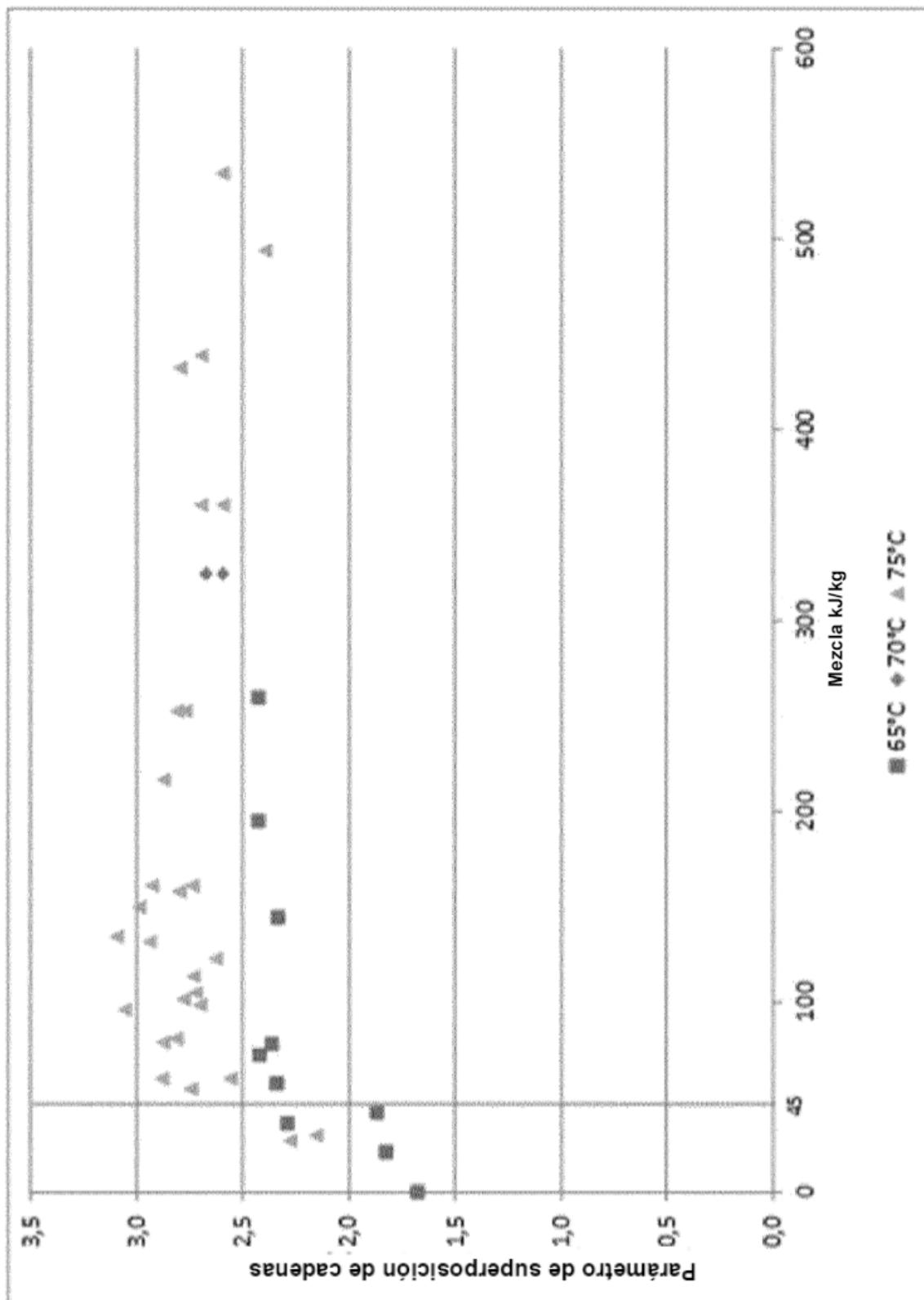


FIG. 2