

(19) 日本国特許庁(JP)

## (12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第6733061号  
(P6733061)

(45) 発行日 令和2年7月29日(2020.7.29)

(24) 登録日 令和2年7月10日(2020.7.10)

(51) Int.Cl.

C08B 37/06 (2006.01)

F 1

C08B 37/06

請求項の数 15 (全 47 頁)

(21) 出願番号 特願2019-543295 (P2019-543295)  
 (86) (22) 出願日 平成30年2月14日 (2018.2.14)  
 (65) 公表番号 特表2020-514492 (P2020-514492A)  
 (43) 公表日 令和2年5月21日 (2020.5.21)  
 (86) 國際出願番号 PCT/EP2018/053722  
 (87) 國際公開番号 WO2018/149893  
 (87) 國際公開日 平成30年8月23日 (2018.8.23)  
 審査請求日 令和1年10月2日 (2019.10.2)  
 (31) 優先権主張番号 62/459,136  
 (32) 優先日 平成29年2月15日 (2017.2.15)  
 (33) 優先権主張国・地域又は機関  
米国(US)  
 (31) 優先権主張番号 62/617,860  
 (32) 優先日 平成30年1月16日 (2018.1.16)  
 (33) 優先権主張国・地域又は機関  
米国(US)

(73) 特許権者 507323868  
 シーピー ケルコ エイピーエス  
 デンマーク国 デコ-4623 リッレ  
 スケンスヴェド ヴェド バネン 16  
 (74) 代理人 100147485  
 弁理士 杉村 憲司  
 (74) 代理人 230118913  
 弁護士 杉村 光嗣  
 (74) 代理人 100179866  
 弁理士 加藤 正樹  
 (72) 発明者 ジャン アーヴ スタウンストラップ  
 デンマーク国 2720 バンレーセ ロ  
 シャゲヴェイ 4

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】活性化ペクチン含有バイオマス組成物、製品および製造方法

## (57) 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

活性化ペクチン含有バイオマス組成物を製造する方法であって、当該方法は、  
 A) 不溶性纖維成分と不溶性プロトペクチン成分とを含む出発ペクチン含有バイオマス  
 材料をアルコールの水溶液と混合して混合物を形成すること；

B) 前記出発ペクチン含有バイオマス材料を(i)酸を前記混合物に添加して、当該混合物のpHを0.5~2.5の範囲内に調節することによって形成された活性化溶液にかけることと、(ii)40°Cより高い温度に加熱することによって、前記出発ペクチン含有バイオマス材料を活性化して、前記不溶性纖維成分および可溶性ペクチン成分を含む活性化ペクチン含有バイオマス材料を形成すること；

C) 機械的エネルギーを、(i)ステップ(A)の前記混合物に、(ii)ステップ(B)の前記活性化中に、または(iii)ステップ(A)の前記混合物に、かつ、ステップ(B)の前記活性化中に、適用すること；および

D) 前記混合物から前記活性化ペクチン含有バイオマス組成物を分離すること；を含み、

前記方法の間、前記混合物中に存在する前記アルコールは、前記混合物の総重量に基づいて40重量パーセント以上である、方法。

## 【請求項 2】

ステップC)で機械的エネルギーを適用することが、前記混合物中の前記出発ペクチン含有バイオマス材料をその纖維状構造に変化させることをさらに含む、請求項1に記載の

10

20

方法。

【請求項 3】

a ) 前記可溶性ペクチン成分が、前記出発ペクチン含有バイオマス材料から実質的に抽出されない；または

b ) ステップ C ) で機械的エネルギーを適用することが、ポンプ、プレート精碎機、ディスク精碎機、押出機、ローブポンプおよび遠心ポンプの群のうちの少なくとも 1 つによつて行われる、請求項 1 または 2 に記載の方法。

【請求項 4】

a ) 前記機械的エネルギーが、前記出発ペクチン含有バイオマス材料の乾燥分 1 キログラム当たり 800 キロジュール以上、もしくは前記混合物 1 キログラム当たり 36 キロジュール以上である；または

b ) 前記活性化ペクチン含有バイオマス組成物が、2.0 以上のコイルオーバーラップパラメーターを有する、請求項 1 ~ 3 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 5】

加熱することが、60 ~ 80 の温度に 15 ~ 60 分の期間である、請求項 1 ~ 4 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 6】

ステップ D ) が、前記活性化ペクチン含有バイオマス組成物の pH を 3.5 ~ 4.5 に調節することをさらに含む、請求項 1 ~ 5 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 7】

前記機械的エネルギーが、前記出発ペクチン含有バイオマス材料の乾燥分 1 キログラム当たり 1200 キロジュール以上、または前記混合物 1 キログラム当たり 40 キロジュール以上である、請求項 1 ~ 6 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 8】

前記活性化ペクチン含有バイオマス組成物が、2.3 以上のコイルオーバーラップパラメーターを有する、請求項 7 に記載の方法。

【請求項 9】

前記機械的エネルギーが、前記出発ペクチン含有バイオマス材料の乾燥分 1 キログラム当たり 1900 キロジュール以上、または前記混合物 1 キログラム当たり 60 キロジュール以上である、請求項 1 ~ 8 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 10】

前記活性化ペクチン含有バイオマス組成物が、2.5 以上のコイルオーバーラップパラメーターを有する、請求項 9 に記載の方法。

【請求項 11】

分離した前記活性化ペクチン含有バイオマス組成物を乾燥すること、ミリングすることまたは乾燥とミリングすることの両方をさらに含む、請求項 1 ~ 10 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 12】

ステップ A ) の前記出発ペクチン含有バイオマス材料が、柑橘類から得られる、請求項 1 ~ 11 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 13】

前記出発ペクチン含有バイオマス材料が、アルコール洗浄した柑橘類の皮である、請求項 12 に記載の方法。

【請求項 14】

前記活性化ペクチン含有バイオマス組成物が、2 以上のコイルオーバーラップパラメーターと 60 パーセント以上の前記可溶性ペクチン成分のエステル化度との両方を含む、請求項 12 または 13 に記載の方法。

【請求項 15】

前記活性化ペクチン含有バイオマス組成物が、ブルックフィールド粘度計を使用して温度 25 および pH 4.0 の水溶液中で測定したとき、150 mPa · s ~ 3500 mPa

10

20

30

40

50

a・s の見かけ粘度、14 g / g ~ 27 g / g の水結合能力、前記活性化ペクチン含有バイオマス組成物の20重量% ~ 45重量%の量で存在する前記可溶性ペクチン成分、および2.5 ~ 5.5のpHの群のうちの1つ以上の特性を含む、請求項12 ~ 14のいずれか1項に記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【背景技術】

【0001】

食物纖維または纖維食料は、植物に由来する食物の消化しにくい部分である。食物纖維を多く含む食物を摂取すると、食欲が減ることがわかっている。食物纖維は、可溶性纖維と不溶性纖維で構成されている。水に溶ける可溶性纖維は、結腸で容易に発酵してガスと生理活性副産物になり、プレバイオティクスで粘性があることがある。水に溶けない不溶性纖維は、代謝的に不活性であり、バルキングをもたらす、またはプレバイオティクスであり、大腸で代謝的に発酵することができる。

【0002】

食物纖維は、胃腸管の内容物の性質を変えることにより、および他の栄養素および化学物質が吸収される方法を変えることにより作用することができる。あるタイプの可溶性纖維は、水を吸収して、ゼラチン状の粘性物質となり、これは消化管内の細菌によって発酵する。あるタイプの不溶性纖維は、バルキング作用があり、発酵しない。主要な食物不溶性纖維源であるリグニンは、可溶性纖維の割合と代謝を変え得る。他のタイプの不溶性纖維、特に難消化性デンプンは、完全に発酵する。

【0003】

化学的に、食物纖維は、アラビノキシランなどの非デンプン多糖類、セルロースならびに難消化性デンプン、難消化性デキストリン、イヌリン、リグニン、ワックス、キチン、ペクチン、ベータグルカンおよびオリゴ糖などの多くの他の植物成分からなる。米国農務省では、機能性纖維を食事に含まれる可能性のある分離した纖維源として含めるという新しい見解が採用された。多くのタイプのいわゆる食物纖維は実際には纖維状ではないため、用語「纖維」は、間違った呼び名である。

【0004】

食物纖維の食物源は、それらが主に可溶性纖維を提供するか不溶性纖維を提供するかによってしばしば分けられる。植物性食品には、植物の特性に応じて、両方のタイプの纖維がさまざまな程度で含まれている。

【0005】

纖維を摂取する利点は、可溶性纖維の発酵中の健康的な化合物の生産、および嵩高さを増大させ、便を柔らかくし、腸管を通る通過時間を短縮する不溶性纖維の能力（受動吸湿特性による）である。

【0006】

多くの場合、食物纖維組成物は、増粘、吸水、增量、乳化、さらにはゲル化特性を含む機能特性のために、食品または消費者製品産業で使用されている。機能性食物纖維の添加は、食感の利点、栄養の利点を提供し、場合によっては、消費者にやさしくない選択肢をよりシンプルなラベルに置き換える。

【0007】

一部の植物は、可溶性纖維成分としてペクチンを含む。ペクチンは、食品、飲料、パーソナルケア製品、医薬品および洗剤などの多くの用途でコロイドとして有用な多糖類である。典型的には、ペクチンは、ペクチン含有バイオマス材料から抽出によって、その水溶性形態で商業的に回収される。

【0008】

残念ながら、ペクチン抽出プロセスはしばしば過酷であり、固有粘度として測定されるペクチンの品質の低下をもたらす。固有粘度が高いことは、抽出されたペクチンが原料中の元の状態に近く、したがって抽出プロセス中に劣化していないことを示すため、固有粘度が高いペクチンは、しばしば望ましい。コスト最適化の観点から、植物から得られるペ

10

20

30

40

50

クチンの最大量を抽出するように抽出プロセスを設計する必要があるが、ペクチンの品質と引き換えにペクチンの収量は、しばしば制限される。さらに、ペクチンは水と結合する傾向があるため、植物の処理も困難である。

【0009】

したがって、容易に処理することができ、高品質特性を有する可溶性纖維成分および不溶性纖維成分の両方を保持することができる、ペクチン含有植物からの食物纖維を提供する必要性が残っている。

【発明の概要】

【0010】

本開示の目的は、出発ペクチン含有バイオマス材料から活性化ペクチン含有バイオマス組成物を製造する方法、活性化ペクチン含有バイオマス組成物およびそのような活性化ペクチン含有バイオマス組成物を含む製品を提供することである。これは、独立請求項で規定されている特徴によって達成され得る。さらなる機能強化は、従属項によって特徴付けられる。驚くべきことに、不溶性プロトペクチンおよび不溶性纖維（例えば、柑橘類の皮からのセルロース纖維）を含む出発ペクチン含有バイオマス材料は、特定の条件下でアルコールおよび酸を含む活性化溶液で処理して、非層流下で一定量の機械的エネルギーにさらし、その不溶性プロトペクチンを *in situ* で可溶性ペクチンに変換し、セルロース纖維の一部をフィブリルに部分的にフィブリル化できることがわかった。その結果、可溶性ペクチン成分と不溶性纖維成分とを含む活性化ペクチン含有バイオマス組成物が得られ、これらは相互作用し、開いた網目を形成し、向上した見かけ粘度と水結合特性とを有し、可溶性ペクチンと不溶性纖維の比率が高い最終組成物を提供する。さらに、この処理によって可溶性ペクチン成分は、水、すなわち冷水に可溶になり、熱を加えることなく抽出できるため、ペクチン含有バイオマス材料からペクチンを抽出する従来の方法に関連するいくつかの欠点を克服し得る。

10

【0011】

柑橘類の皮が出発ペクチン含有バイオマス材料であり、得られる活性化ペクチン含有バイオマス組成物が約2以上のコイルオーバーラップパラメーターを有する方法などの、活性化ペクチン含有バイオマス組成物の製造方法が提供される。その方法は、(A) 不溶性纖維成分と不溶性プロトペクチン成分とを含む出発ペクチン含有バイオマス材料をアルコールの水溶液と混合して混合物を形成すること；(B) 出発ペクチン含有バイオマス材料を(i)酸をその混合物に添加して、混合物のpHを約0.5～約2.5の範囲内に調節することによって形成された活性化溶液にかけることと、(ii)約40より高い温度に加熱することによって、出発ペクチン含有バイオマス材料を活性化して、不溶性纖維成分および可溶性ペクチン成分を含む活性化ペクチン含有バイオマス材料を形成すること；および(C)機械的エネルギーを、(i)ステップ(A)の混合物に、(ii)ステップ(B)の活性化中に、または(iii)ステップ(A)の混合物に、かつ、ステップ(B)の活性化中に、適用すること；および(D)その混合物から活性化ペクチン含有バイオマス材料を分離することを含み、その方法の間、混合物中に存在するアルコールは、混合物の総重量に基づいて約40重量パーセント以上である。

20

【0012】

30

セルロース材料の不溶性纖維成分と可溶性ペクチン成分とを含む活性化ペクチン含有バイオマス組成物も提供される。出発ペクチン含有バイオマス材料として柑橘類から製造される場合、活性化ペクチン含有バイオマス組成物は、約2以上のコイルオーバーラップパラメーターを有する。

40

【0013】

添付の図面は、本開示の現在の例示的な実施形態を示しており、例として、本開示の原理を説明するのに役立つ。

【図面の簡単な説明】

【0014】

【図1】図1は、本開示の例示的な実施形態による、エネルギー表1からプロットされた

50

データを有するグラフの概略図である。

【図2】図2は、本開示の例示的な実施形態による、エネルギー表2からプロットされたデータを有するグラフの概略図である。

【発明の詳細な説明】

【0015】

本明細書に記載の活性化ペクチン含有バイオマス組成物は、不溶性纖維成分および可溶性ペクチン成分を含む。活性化ペクチン含有バイオマス組成物は、出発ペクチン含有バイオマス材料から誘導され、その材料は、(i)活性化のために活性化溶液と組み合わされ、約40より高い熱にかけられ、および(ii)それに機械的エネルギーが、活性化前、活性化中、またはその両方の場合に適用され；方法の初めから終わりまで、アルコールは、混合物の総パーセントに基づいて約40重量パーセント以上で混合物中に存在する。これは、活性化および機械的エネルギーにかけられない出発ペクチン含有バイオマス材料から誘導されたペクチン含有バイオマス組成物と比べて、向上した処理および機能性をもたらす。

10

【0016】

出発ペクチン含有バイオマス材料中のペクチンの多くは、機能するように加水分解されなければならないプロトペクチンの形態（すなわち、利用できない非常に高いエステル化度（DE）を有する不溶性ペクチン）である。出発ペクチン含有バイオマス材料を、アルコールと酸とを含む活性化溶液と混合すること、および熱を加えること（すなわち、活性化することまたは活性化）によって、プロペクチンは、得られるペクチンを分解または抽出することなく加水分解することができ、したがって、従来の方法を使用して得られるものよりも有意に多くの可溶性ペクチンを有する活性化ペクチン含有バイオマス組成物をもたらす。さらに、活性化溶液との接触前もしくは接触の間または両方の場合に、出発ペクチン含有バイオマス材料に機械的エネルギーを適用することによって、有利には、より多量のプロトペクチンを加水分解でき、したがって、より多量の水溶性ペクチンの形成をもたらすことが見出された。ペクチン含有バイオマス組成物は、より高い固有粘度およびより高いペクチン収率などの向上した機能性を有する可溶性ペクチン成分と、より高い水結合能力などの向上した機能性を有する不溶性纖維成分とを含む。

20

【0017】

・活性化ペクチン含有バイオマス組成物

30

活性化ペクチン含有バイオマス組成物の特性は、活性化ペクチン含有バイオマス組成物中のペクチンの品質および量を評価する手段である、その組成物のコイルオーバーラップパラメーターによって特徴付けられ得る。すなわち、コイルオーバーラップパラメーターは、活性化ペクチン含有バイオマス組成物の機能性を示すために使用され得る。本明細書で使用する場合、コイルオーバーラップパラメーターは、以下の式によって決定される：

$$\text{コイルオーバーラップパラメーター} = I V_{\text{ペクチン}} \times \text{ペクチン回収率}$$

式中、IV<sub>ペクチン</sub>は、活性化ペクチン含有バイオマス組成物から抽出されたペクチンの固有粘度であり、ペクチン回収率は、活性化ペクチン含有バイオマス組成物から抽出されたペクチンの量を活性化ペクチン含有バイオマス組成物の総量で割ったものである。したがって、コイルオーバーラップパラメーターの単位は、dl/gである。ペクチンの固有粘度およびペクチン回収率は、それぞれ、例えば、本明細書に記載の方法などの任意の適切な方法を使用して測定することができる。

40

【0018】

活性化ペクチン含有バイオマス組成物は、特に出発ペクチン含有バイオマス材料として柑橘類を使用する場合、約2以上のコイルオーバーラップパラメーターを有することができる。活性化ペクチン含有バイオマス組成物は、約2～約4.5のコイルオーバーラップパラメーターを有することができる。活性化ペクチン含有バイオマス組成物は、約2.5～約4.5のコイルオーバーラップパラメーターを有することができる。活性化ペクチン含有バイオマス組成物は、約3.5～約4.5のコイルオーバーラップパラメーターを有することができる。活性化ペクチン含有バイオマス組成物は、約4.0～約4.5のコイ

50

ルオーバーラップパラメーターを有することができる。さらに、活性化ペクチン含有バイオマス組成物は、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または4.7のコイルオーバーラップパラメーター値を有し得る。本開示の活性化ペクチン含有バイオマス組成物は、これらの列挙されたコイルオーバーラップパラメーター値のいずれかの間のコイルオーバーラップパラメーター値を有し得る。

【0019】

活性化ペクチン含有バイオマス組成物が、リンゴ、キクイモまたはピートなどの他のペクチン含有材料から誘導される場合、コイルオーバーラップパラメーターは、可溶性ペクチンへの変換に利用可能な天然プロトペクチンの量に応じて変化する。リンゴ、キクイモまたはピートから選択される出発ペクチンバイオマス材料を使用する場合、活性化ペクチン含有バイオマス組成物は、約0.5～約2.0の範囲内のコイルオーバーラップパラメーターを有することができる。さらに、活性化ペクチン含有バイオマス組成物は、出発ペクチン含有バイオマス材料よりも少なくとも約300パーセント大きいコイルオーバーラップパラメーターを有し得る。

【0020】

活性化ペクチン含有バイオマス組成物は、本明細書のプロトコル2に開示されているように、特に出発ペクチン含有バイオマス材料として柑橘類を使用する場合、ブルックフィールド粘度計を使用して温度25 およびpH 4.0の水溶液中で測定したときに、約150 mPa·s～約3500 mPa·sの見かけ粘度を有し得る。見かけ粘度は、約250 mPa·s～約3100 mPa·s、約350 mPa·s～約3100 mPa·s、約500 mPa·s～約3100 mPa·s、約600 mPa·s～約3100 mPa·s、約800 mPa·s～約3100 mPa·s、約1000 mPa·s～約3100 mPa·s、約1200 mPa·s～約3100 mPa·s、約1500 mPa·s～約3100 mPa·s、約2000 mPa·s～約3100 mPa·sおよび約2500 mPa·s～約3100 mPa·sであり得る。本開示の活性化ペクチン含有バイオマス組成物はまた、これらの列挙された粘度値のいずれかの間の見かけの粘度を有し得る。

【0021】

活性化ペクチン含有バイオマス組成物は、約14 g / g～約27 g / gの水結合能力を有し得る。活性化ペクチン含有バイオマス組成物は、約18 g / g～約27 g / gの水結合能力を有し得る。活性化ペクチン含有組成物の水結合能力は、約20 g / g～約27 g / gであり得る。

【0022】

活性化ペクチン含有バイオマス組成物は、少なくとも約2.5のpHを有し得る。例えば、活性化ペクチン含有バイオマス組成物は、約2.5～約5.5、約2.6～約5.0、約2.7～約4.5または約3.5～4.5のpHを有し得る。

【0023】

出発ペクチン含有バイオマス材料を活性化して活性化ペクチン含有バイオマス組成物とすることにより、プロトペクチンは in situ でペクチンのその易溶性形態に変換することができる。以下に説明する方法では、出発ペクチン含有バイオマス材料に存在する天然のペクチン質は除去されない。いくつかの変形形態では、活性化ステップ中に、混合物の出発ペクチン含有バイオマス材料からペクチンが実質的に抽出されない。本明細書で使用される「ペクチンが実質的に抽出されない」とは、活性化ステップ中に出発ペクチン含有バイオマス材料中のペクチンの1%未満が除去されることを意味する。理論に束縛されることを望まないが、活性化ステップでのアルコールの使用が、ペクチンが出発ペクチン含有バイオマス材料から浸出するのを防ぎ、それにより、より多くの量のペクチンを回収できる、すなわち、ペクチン収量を向上すると考えられている。これが、活性化ペクチン含有バイオマス組成物をもたらし、この組成物は、機能性が高いだけでなく、自然に近く、最小限の加工製品をもたらす。

10

20

30

40

50

## 【0024】

ペクチン成分は、活性化ペクチン含有バイオマス組成物中に、活性化ペクチン含有バイオマス組成物の約20重量%～約45%重量の量で存在し得る。ペクチン成分は、活性化ペクチン含有バイオマス組成物の約30重量%～約45重量%の量で存在し得る。ペクチンは、活性化ペクチン含有バイオマス組成物の約40重量%～約45重量%の量で存在し得る。ペクチン成分は、活性化ペクチン含有バイオマス組成物の約20重量%、約25重量%、約30重量%、約35重量%、約40重量%または約45重量%の量で存在し得る。さらに、ペクチン成分はまた、本開示の活性化ペクチン含有バイオマス組成物中に、これらの列挙された値のいずれかの間の範囲の量で存在し得る。

## 【0025】

活性化ペクチン含有バイオマス組成物は、プロトコル4で測定されるように、活性化ペクチン含有バイオマス組成物の約30重量%未満の残留糖含量を有する。以下でさらに説明するように、アルコール洗浄された出発ペクチン含有バイオマス材料を使用すると、糖が洗い流され、したがって、活性化ペクチン含有バイオマス材料中のペクチン成分の量および品質が向上する。残留糖含量は、活性化ペクチン含有バイオマス組成物の約3重量%～約30重量%であり得る。残留糖含量は、約3%、約4%、約5%、約6%、約7%、約8%、約9%、約10%、約11%、約12%、約13%、約14%、約15%、約16%、約17%、約18%、約19%、約20%、約21%、約21%、約22%、約23%、約24%、約25%、約26%、約27%、約28%、約29%または約30%であり得る。さらに、本開示の活性化ペクチン含有バイオマス組成物はまた、これらの列挙された残留糖含量値のいずれかの間の残留糖含量値を有し得る。

## 【0026】

活性化ペクチン含有バイオマス組成物は、乾燥粒子形態に乾燥させることができる。この乾燥粒子形態は、粉碎することができ、これにより、活性化ペクチン含有バイオマス組成物は、取り扱い（例えば食品への添加）に適した粉末形態に変わる。

## 【0027】

活性化ペクチン含有バイオマス組成物は、乾燥されなくてもよいが、混合物に溶解せずには存在し、そこでは材料が活性化されている。活性化ペクチン含有バイオマス組成物中のペクチンが抽出されるべきであるとき、そのようなものは必ずではないが、通常利用されるだろう。そのような抽出は、活性化ペクチン含有バイオマス組成物からアルコールおよび多少の水を分離することにより行うことができる。分離されたアルコールは、活性化ペクチン含有バイオマス組成物のその後の製造に再利用してもよい。あるいは、活性化ペクチン含有バイオマス組成物からアルコールおよび多少の水を分離することなく、活性化ペクチン含有バイオマス組成物を抽出してもよい。

## 【0028】

## ・方法

1つ以上の例示的な実施形態において、方法は、上述のような様々な特徴を有する活性化ペクチン含有バイオマス組成物を製造する。この方法の1つの技術的効果は、得られた活性化ペクチン含有バイオマス組成物が、繊維質の開いた網目構造を有する不溶性繊維成分と、高品質および高含有量の*in situ*のペクチン成分とを有することである。この方法は、出発ペクチン含有バイオマス材料から活性化ペクチン含有バイオマス組成物を生成する。この方法は、以下のステップを含む：A) 不溶性繊維成分と不溶性プロトペクチン成分を含む出発ペクチン含有バイオマス材料をアルコールの水溶液と混合して混合物を形成すること；(B) 出発ペクチン含有バイオマス材料を(i)酸をその混合物に添加して、混合物のpHを約0.5～約2.5の範囲内に調節することによって形成された活性化溶液にかけることと、(ii)約40より高い温度に加熱することによって、出発ペクチン含有バイオマス材料を活性化して、不溶性繊維成分および可溶性ペクチン成分を含む活性化ペクチン含有バイオマス材料を形成すること；および(C)機械的エネルギーを、(i)ステップ(A)の混合物に、(ii)ステップ(B)の活性化中に、または(iii)ステップ(A)の混合物に、かつ、ステップ(B)の活性化中に、適用すること

10

20

30

40

50

; および (D) その混合物から活性化ペクチン含有バイオマス組成物を分離すること; その方法の間、混合物中に存在するアルコールは、混合物の総重量に基づいて約 40 重量パーセント以上である。

【0029】

出発ペクチン含有バイオマス材料は、不溶性纖維成分と不溶性プロトペクチン（すなわち、不溶性形態のペクチン）とを含む非活性化ペクチン含有バイオマス材料である。ペクチン含有バイオマス材料の非限定的な例には、柑橘類および / またはその皮（オレンジ、レモン、ライム、グレープフルーツ、ザボン、オロブランコ、タンジェリンなど）、リンゴポマース、ブドウポマース、梨ポマース、マルメロポマース、飼料用ビート、テンサイ、糖抽出からのテンサイ残渣、油抽出からのヒマワリ残渣、デンプン製造からのジャガイモ残渣、キクイモ、パイナップルの皮と芯、チコリ根および他のペクチン含有バイオマス材料が挙げられる。不溶性纖維成分は、通常、例えば、ヘミセルロースおよびセルロースなどの、セルロース系纖維を主に含む。

【0030】

出発ペクチン含有バイオマス材料は、水洗した材料の製造に使用される従来の方法によって、水との接触および洗浄（「水洗」）によって使用のために洗浄および調製し得る。この方法では、例えば、新鮮な柑橘類の皮をカットし、それを 2 ~ 3 倍の水で洗うことと含む。この操作は、1 ~ 4 回実行し、その後、得られた水洗した皮を機械的にプレスしてもよい。

【0031】

出発ペクチン含有バイオマス材料は、アルコールとの接触および洗浄（「アルコール洗浄」）によって使用のために洗浄および調製し得る。アルコール洗浄した出発ペクチン含有バイオマス材料は、参照により本明細書に組み込まれる米国特許第 8,323,513 号に記載されているプロセスの全部または一部を使用して調製することができる。出発ペクチン含有バイオマス材料に存在するプロトペクチンが水と結合することができ、それにより水の除去が困難になると考えられている。出発ペクチン含有バイオマス材料をアルコールで処理（すなわち、洗浄）すると、プロトペクチンに in situ でその水分結合能力を失わせ、その結果、プロトペクチンを含まない出発ペクチン含有バイオマス材料から水が浸出するため、最終的にペクチン収量の増加をもたらすことが見出された。

【0032】

適切なアルコールの非限定的な例には、エタノール、イソプロパノール、メタノールおよびそれらの組み合わせが含まれる。アルコールは、湿潤組成物の約 40 重量 % ~ 約 85 重量 % または湿潤組成物の少なくとも約 70 重量 % の量で湿潤組成物中に存在し得る。湿潤組成物は、アルコールに加えて水を含んでもよく、水は、アルコールに加えて湿潤組成物のすべてのまたは実質的な残りを構成してもよい。

【0033】

出発ペクチン含有バイオマス材料がアルコール洗浄される場合、各洗浄の後、出発ペクチン含有バイオマス材料は、アルコール含有湿潤組成物の少なくとも一部から機械的に分離され、アルコール洗浄した出発ペクチン含有バイオマス材料を形成し得る。機械的分離は、湿潤出発ペクチン含有バイオマス材料をプレスすることにより行ってもよく、これは、一軸スクリュープレスタイプなどの任意の適切なプレス装置によって、または手動で行ってもよい。プレス中の圧力は、約 0.5 バール ~ 約 8 バールまたは約 2 バール ~ 約 4 バールの範囲であってもよく、プレスの持続時間は、約 1 分 ~ 約 25 分、または約 10 分 ~ 約 25 分、または約 15 分 ~ 約 25 分でもよい。

【0034】

出発ペクチン含有バイオマス材料は、1 回だけアルコール洗浄を行い、その後、機械的分離によって、アルコール洗浄した出発ペクチン含有バイオマス材料を形成してもよい。出発ペクチン含有バイオマス材料は、2 回以上のアルコール洗浄および対応する機械的分離を行い、アルコール洗浄した出発ペクチン含有バイオマス材料を形成してもよい。出発ペクチン含有バイオマス材料は、第 1 のアルコール洗浄および対応する機械的分離を行い

10

20

30

40

50

、その後、第2のアルコール洗浄および対応する機械的分離を行い、アルコール洗浄した出発ペクチン含有バイオマス材料を形成し得る。

【0035】

出発ペクチン含有バイオマス材料は、任意に熱への暴露により乾燥させて、乾燥した出発ペクチン含有バイオマス材料を形成してもよい。

【0036】

ステップA)において、水洗またはアルコール洗浄または湿潤または乾燥のいずれの出発ペクチン含有バイオマス材料でも、アルコールの水溶液と混合して混合物を形成することができ、その混合物中に存在するアルコールは、混合物の総重量に基づいて約40重量パーセント以上である。ステップA)において、アルコールは、混合物中に約40重量パーセント～約60重量パーセントのアルコールの量で存在し得る。添加または希釈されるアルコールの量は、水洗した出発ペクチン含有バイオマス材料に存在する水の量と、アルコール洗浄した出発ペクチン含有バイオマス材料に存在するアルコールおよび水の量に応じて、当業者によって計算され得る。

10

【0037】

ステップB)における活性化の前に、出発ペクチン含有バイオマス材料は、不溶性纖維成分および不溶性プロトペクチン成分を含む。出発ペクチン含有バイオマス材料が活性化溶液と接触すると、プロトペクチンは *in situ* で加水分解して出発ペクチン含有バイオマス材料中に水溶性ペクチンを生成し、それにより不溶性纖維成分と可溶性ペクチン成分とを含む活性化ペクチン含有バイオマス組成物をもたらす。プロトペクチンは酸の作用により水溶性ペクチンに変換し、そしてアルコールにより、出発ペクチン含有バイオマス材料から浸出することなくそうすると考えられている。その結果、ペクチン収量が向上し得る。

20

【0038】

アルコールと酸とを含む活性化溶液は、ステップA)の混合物に酸を添加して、混合物のpHを約0.5～約2.5の範囲内に調節することにより形成することができる。したがって、活性化溶液は、約0.5～約2.5または約1.0～約2.0のpHを有し得る。適切なアルコールの非限定的な例には、イソプロピルアルコール、エタノール、メタノールおよびそれらの組み合わせが含まれる。適切な酸の非限定的な例には、硝酸、クエン酸、シュウ酸、塩酸、硫酸、リン酸およびそれらの組み合わせなどの有機酸および無機酸が含まれる。約0.5～約2.5の範囲の混合物のpHを提供するために、アルコールは、エタノールなどの約40%～約80%のアルコールの溶液であってもよく、酸は、約10%～約65%の硝酸の溶液であってもよい。安全上の理由から、硝酸の10%溶液が好みしい。

30

【0039】

出発ペクチン含有バイオマス材料が活性化溶液と接触する期間は、使用されるアルコールおよび酸の種類、混合物が加熱される温度、ならびに機械的エネルギーがステップBで適用されか否か、そして、適用される機械的エネルギーの強度に少なくとも部分的に依存して変化する。例えば、出発ペクチン含有バイオマス材料は、少なくとも約5分～約2時間の期間、活性化溶液と接触させ得る。出発ペクチン含有バイオマス材料は、約15分～約1時間の期間、活性化溶液と接触させ得る。さらに、ステップB)は、5分、10分、15分、20分、25分、30分、35分、40分、45分、50分、55分または1時間、1.1時間、1.2時間、1.25時間、1.3時間、1.4時間、1.5時間、1.6時間、1.7時間、1.75時間、1.8時間、1.9時間および2時間の期間、行つてもよい。混合物は、これらの記載された値のいずれかの間の期間加熱し得る。

40

【0040】

活性化ステップB)は、出発ペクチン含有バイオマス材料と活性化溶液との混合物を約40より高い温度に加熱することを含む。混合物は、約40～約90の温度に加熱することができる。混合物は、約60～約75の温度に加熱することができる。混合物は、約40、約45、約50、約55、約60、約65、約70、約7

50

5 、約 80 、約 85 および約 90 のいずれかの温度に加熱でき、または混合物は、これらの記載された値のいずれかの間の温度に加熱できる。

【0041】

方法におけるその使用を通じて混合物は、ステップ C ) で機械的エネルギーを適用するために使用される後続の機械的装置に従って制限される出発ペクチン含有バイオマス材料の濃度を有する。より効果的な装置の場合、出発ペクチン含有バイオマス材料の濃度はより高くなり得る。単純化するために、出発ペクチン含有バイオマス材料の濃度は、出発ペクチン含有バイオマス材料の乾燥分に基づいてもよい。出発ペクチン含有バイオマス材料の濃度は、混合物の総重量に基づいて、約 1 重量パーセント～約 5 重量パーセント、約 2 重量パーセント～約 4 重量パーセント、または約 3 重量パーセント～約 4 重量パーセントであり得る。 10

【0042】

本明細書に記載の活性化ペクチン含有バイオマス組成物を製造する方法は、ステップ C ) として、その方法の特定の段階で機械的エネルギーを適用することをさらに含む。機械的エネルギーは、ステップ A ) の混合物に適用することができ、これは、上記のように、アルコール水溶液中のペクチン含有バイオマス材料である。機械的エネルギーは、ステップ B ) の活性化中に適用することができ、これは、上記のように、出発ペクチン含有バイオマス材料を活性化溶液および熱にさらすこととして説明した。機械的エネルギーは、ステップ A とステップ B ) の両方で適用し得る。本方法で機械的エネルギーを適用すると、混合物が均質化され、出発ペクチン含有バイオマス材料の物理的構造が変化し、コイルオーバーラップパラメーターが増大し、セルロースがミクロフィブリル化セルロースになることを部分的に可能とする。本方法で適用される機械的エネルギーの量は、適用されるステップ、出発ペクチン含有バイオマス材料のタイプ、混合物において使用される出発ペクチン含有バイオマス材料の量、混合物の pH および活性化ステップの温度に依存する。機械的エネルギーの量はまた、出発ペクチン含有バイオマス材料の活性化を完了して活性化ペクチン含有バイオマス材料を形成するのに必要な時間に影響を及ぼし得る。 20

【0043】

機械的エネルギーを適用するための装置は、ポンプ、精製機、押出機、ロープポンプおよび／または遠心ポンプであり得る。混合物は、圧力容器（加熱された溶媒混合物を収容可能）、還流容器、管形熱交換器などの熱交換器、およびシステム内のポンプを複数回通過させることができる、加熱された混合物を再循環して容器に戻すためのポンプを含む、閉ループシステムで循環し得る。流体がポンプまたはシステムを通過する際に、二軸伸長応力などの機械的エネルギーを流体に及ぼすことができる任意のポンプを使用し得る。例としては、回転ロープポンプ（例えば、アイオワ州シーダーフォールズの V i k i n g P u m p 社；イリノイ州ロックフォードの J o h n s o n P u m p ；およびアイオワ州シーダーフォールズの W r i g h t F l o w T e c h n o l o g i e s 社から入手可能）；遠心ポンプおよび水力輸送ポンプ（例えば、オレゴン州クラカマスの C o r n e l l P u m p C o m p a n y ；およびバージニア州リッチモンドの A l f a L a v a l 社から入手可能）が含まれる。二軸伸長応力などの機械的エネルギーを与えるために単独でまたは組み合わせて使用できる他の装置には、プレート精碎機、ディスク精碎機、コニカル精碎機、ヒドラパルバー、押出機、摩擦グラインダーミル、ハンマーミルおよびボールミルが含まれる。機械的エネルギーに影響を与えるために、蒸気爆発または圧力解放も使用できる。本方法は、圧力容器に循環することなく連続的に設計し得る。 30 40

【0044】

ポンプは、回転ロープポンプ単独でもよいし、または別のタイプのポンプと組み合わせてもよい。ロータリーロープポンプは、容積式ポンプであり、シングルロープ、バイウイニング、トリロープまたはマルチロープの構成を有し得る。動作中、2つのローターが噛み合い、反対方向に回転し、ローターとポンプのハウジングの間に空洞を形成する。混合物は、空洞に入り、空洞を充填し、ロープとケーシングの間のポンプを通じて移動する。ポンプのロープの動きにより、混合物がポンプの排出側の出口ポートを通過し、混合物がボ

ンプから排出される。ポンプを通る混合物の動きは、混合物を機械的エネルギーにさらし、セルロース纖維を少なくとも部分的にフィブリルに分解する。機械的エネルギーは、二軸伸長応力を含み得る。ロープポンプは、熱交換器を通って混合物を連続的にポンプで送り、一定時間タンクまたは圧力容器に戻すことができる。本方法は、タンクまたは圧力容器に戻さずに連続的に設計し得る。

#### 【0045】

閉ループシステムまたは連続プロセスを通じて循環する際に、ポンプ内および出発ペクチン含有バイオマス材料内に乱流を引き起こすことができるポンプによる作用などにより付与されるこの機械的エネルギーは、セルロース成分の構造を開き、プロセス中に検査すると、より「ふわふわした」または「綿のような」外観を呈するため、材料の物理的構造を視覚的に変更する。乱流は流れの逆転をもたらし、したがって混合物中の出発ペクチン含有バイオマス材料の伸長をもたらす。機械的エネルギーは、セルロース纖維の少なくとも一部をフィブリルにフィブリル化し、表面積を増加させ、したがって活性化ステップの有効性を増大させる。

10

#### 【0046】

機械的エネルギーの適用は、混合物中の出発ペクチン含有バイオマス材料をその纖維状構造に変換し、これは活性化溶液がプロトペクチンへより多くアクセス可能とする開いた網目を作り、プロトペクチンがその纖維状構造内で可溶性ペクチンに変換される。一例では、冷水であっても、実質的にすべてのペクチンが容易に水溶性になる。ミクロフィブリル化セルロースは、粒子状であることがあり、約  $1 \times 10^{-6}$  メートル～約  $5000 \times 10^{-6}$  メートル、約  $100 \times 10^{-6}$  メートル～約  $3000 \times 10^{-6}$  メートル、約  $500 \times 10^{-6}$  メートル～約  $3000 \times 10^{-6}$  メートルまたは約  $1000 \times 10^{-6}$  メートル～ $3000 \times 10^{-6}$  メートルの範囲の特徴的な長さを有し得る。

20

#### 【0047】

本明細書で使用される機械的エネルギーは、混合物中の乾燥分 (DM) 1キログラム当たりのキロジュール (kJ) または混合物 (すなわち、出発ペクチン含有バイオマス材料を含むスラリー) 1キログラム当たりのキロジュールで定義される。乾燥分 1 kg 当たりのエネルギー入力の特定は、前処理および活性化される混合物の総重量とは無関係である。適用される機械的エネルギーの量は、乾燥分 1 kg 当たり約 800 キロジュール以上、または約 800～15,000 kJ / 乾燥分 kg であり得る。混合物がかけられる機械的エネルギーは、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 も

30

40

50

しくは 15,000 kJ/kg のうちの少なくとも 1 つであってもよく、または混合物は、約 a ~ 約 b の範囲の機械的エネルギーにかけてもよく、ここで a は、前述した機械的エネルギー値のいずれか 1 つであり、b は、a より大きい、前述した機械的エネルギー値のいずれか 1 つであり、例えば、1,400 kJ/kg ~ 7,900 kJ/kg もしくは 1,300 kJ/kg ~ 14,400 kJ/kg などである。例えば、50 Hz で 2 kW であり、10 Hz (0.4 kW) で 50 分間 (3000 秒) 動作したポンプモーターを備えたロープポンプ (APV タイプ、CL/1/021/10) で処理した 30 リットルの酸性化水性アルコール中の 1 kg の材料 (乾燥重量基準) の場合、サンプルに与えられたエネルギーは、0.4 kW × 3000 秒または 1200 キロジュール (乾燥分 1 kg 当たり) であった。混合物への機械的エネルギーは、混合物 1 キログラム当たり 36 キロジュール以上、混合物 1 キログラム当たり 40 キロジュール以上または混合物 1 キログラム当たり 60 キロジュール以上であり得る。 10

#### 【0048】

乾燥分 1 キログラム当たりまたは混合物 1 キログラム当たりの機械的エネルギー入力は、機械的装置に依存する。エネルギー入力は、周波数インバーターの使用、アンペアおよび電圧を考慮に入れて、ポンプのモーターサイズ、または使用される同様の装置に基づき得る。例えば、10 ~ 40 Hz の範囲の周波数と 0.4 ~ 1.6 kW の範囲の効果を有するロープポンプを使用する場合、そのロープポンプによって混合物を循環させると、800 ~ 8600 kJ の機械的エネルギー入力に相当する。このようなロープポンプでは、ポンプを通る通過の数は、20 ~ 50 回であり、これは 800 ~ 2400 kJ の機械的エネルギー入力に相当する。この例示的な実施形態は、出発ペクチン含有バイオマス材料が柑橘類の皮である場合に使用される。 20

#### 【0049】

表 1 ~ 2 ならびに図 1 ~ 2 のコイルオーバーラップパラメーターの値のグラフおよび機械的エネルギーは、前処理として以下に記載のステップ A) および / または活性化として以下に記載のステップ B) に加えられたときの機械的エネルギーの効果の例である。これらの例では、以下の装置を使用してエネルギーを加えた：小型ロープポンプ (2 kW)；大型ロープポンプ (5,5 kW)；ロープポンプ (2.2 kW)；遠心ポンプ (7.5 kW)；ボストンシェアミル (11 kW)；押出機 (8 kW)；および精碎機 (8 kW)。例示的な量は、30 kg の混合物中の 1 kg の乾燥分 (DM) および約 360 kg の混合物中の約 20 kg の乾燥分であった。前処理の前に出発ペクチン含有バイオマス材料をアルコールで希釈して、その材料をポンプ輸送可能にしてもよい。出発ペクチン含有バイオマス材料をアルコール洗浄する場合、ポンピングが使用される機器のタイプに問題がない場合など、アルコールを添加せずに前処理を行い得る。アルコールによる希釈は、活性化ステップでのみ可能である。出発ペクチン含有バイオマス材料が希釈されていない場合 (例えば、アルコール洗浄した柑橘類の皮を使用)、前処理に必要なエネルギー入力は少なくなる。 30

#### 【0050】

表 1 の機械的エネルギー特性を計算するために、以下の計算例を使用し得る：

1) ロープポンプは 50 Hz で 2 kW のモーターを有するが、10 Hz でのみ動作し、0.4 kW の効果をもたらす。ロープポンプは、30 分 (1800 秒) 作動し、これは、機械的エネルギーが  $0.4 \text{ kW} \times 1800 \text{ 秒} = 720 \text{ kJ}$  であることを意味する。再循環されるスラリーは 1 kg の乾燥分 (DM) を含むため、その比エネルギーは、720 kJ/kg DM である。スラリーの総量は 30 kg である。10 Hz で動作するポンプの流量は 860 kg / 時であるため、30 分間でポンプを通過するスラリーの合計は 430 kg である。そうすると、スラリーは、 $430 \text{ kg} / 30 \text{ kg} = 14.3$  通過となる。 40

2) ロープポンプは 50 Hz で 2 kW のモーターを有し、この周波数で動作する。ロープポンプは 60 分 (3600 秒) 作動し、これは、機械的エネルギーが  $2 \text{ kW} \times 3600 \text{ 秒} = 7200 \text{ kJ}$  であることを意味する。再循環されるスラリーは 1 kg の乾燥分 (DM) を含むため、その比エネルギーは、 $7200 \text{ kJ} / \text{kg DM}$  である。スラリーの総量 50

は30kgである。50Hzで動作するポンプの流量は4300kg/時であるため、60分間でポンプを通過するスラリーの合計は4300kgである。そうすると、スラリーは、 $4300\text{kg} / 30\text{kg} = 143$ 通過となる。

【表1-1】

サンプル	乾燥分 (kg)	前処理装置	総 混合物 (kg)	前処理 エネルギー (kJ)	前処理比 エネルギー (kJ/kg 乾燥分)	前処理比 エネルギー (kJ/kg 混合物)	活性化装置	スラリー (kg)	活性化 エネルギー (kJ)	活性化比 エネルギー 乾燥分 (kJ/kg 乾燥分)	活性化比 エネルギー 混合物 (kJ/kg 混合物)	総比 エネルギー 混合物 (kJ/kg 混合物)	
												エネルギー 混合物 (kJ/kg 混合物)	エネルギー 乾燥分 (kJ/kg 乾燥分)
1	1	BSM	30	1386	1386	46.2	小ローブ	30	1200	1200	40.0	2586	86.2
2	1	BSM	30	1386	1386	46.2	なし	30	0	0	0.0	1386	46.2
3	1	BSM	30	693	693	23.1	小ローブ	30	1200	1200	40.0	1893	63.1
4	1	BSM	30	693	693	23.1	なし	30	0	0	0.0	693	23.1
5	1	なし	30	0	0	0.0	小ローブ	30	1200	1200	40.0	1200	40.0
6	1	なし	30	0	0	0.0	小ローブ	30	2400	2400	80.0	2400	80.0
7	1	なし	30	0	0	0.0	小ローブ	30	4800	4800	160.0	4800	160.0
8	1	なし	30	0	0	0.0	なし	30	0	0	0.0	0	0.0
9	1	なし	30	0	0	0.0	小ローブ	30	8640	8640	288.0	8640	288.0
10	1	なし	30	0	0	0.0	小ローブ	30	6480	6480	216.0	6480	216.0
11	1	なし	30	0	0	0.0	小ローブ	30	10800	10800	360.0	10800	360.0
12	1	なし	30	0	0	0.0	小ローブ	30	10800	10800	360.0	10800	360.0
13	1	なし	30	0	0	0.0	小ローブ	30	1800	1800	60.0	1800	60.0
14	1	なし	30	0	0	0.0	小ローブ	30	7200	7200	240.0	7200	240.0
15	1	なし	30	0	0	0.0	小ローブ	30	7200	7200	240.0	7200	240.0
16	1	なし	30	0	0	0.0	小ローブ	30	7200	7200	240.0	7200	240.0
17	20	精碎機	360	2400	120	6.7	ロープ+遠心	360	21420	1071	59.5	1191	66.2
18	20	精碎機	360	2400	120	6.7	ロープ+遠心	360	42840	2142	119.0	2262	125.7

【表 1 - 2】

19	20	精碎機	360	9600	480	26.7	ロープ+遠心	360	32130	1606.5	89.3	2087	115.9
20	20	精碎機	360	9600	480	26.7	ロープ+遠心	360	42840	2142	119.0	2622	145.7
21	20	精碎機	360	16800	840	46.7	ロープ+遠心	360	21420	1071	59.5	1911	106.2
22	20	精碎機	360	16800	840	46.7	ロープ+遠心	360	32130	1606.5	89.3	2447	135.9
23	20	精碎機	360	16800	840	46.7	ロープ+遠心	360	42840	2142	119.0	2982	165.7
24	20	なし	360	0	0	0.0	ロープ+遠心	360	32130	1606.5	89.3	1607	89.3
25	20	なし	360	0	0	0.0	ロープ+遠心	360	53550	2677.5	148.8	2678	148.8
26	1	なし	30	0	0	0.0	大ロープ	30	990	990	33.0	990	33.0
27	1	なし	30	0	0	0.0	大ロープ	30	1980	1980	66.0	1980	66.0
28	1	なし	30	0	0	0.0	大ロープ	30	3366	3366	112.2	3366	112.2
29	1	なし	30	0	0	0.0	大ロープ	30	5346	5346	178.2	5346	178.2
30	1	なし	30	0	0	0.0	大ロープ	30	5346	5346	178.2	5346	178.2
31	1	なし	30	0	0	0.0	大ロープ	30	891	891	29.7	891	29.7
32	1	なし	30	0	0	0.0	大ロープ	30	1980	1980	66.0	1980	66.0
33	1	なし	30	0	0	0.0	大ロープ	30	3267	3267	108.9	3267	108.9
34	1	なし	30	0	0	0.0	大ロープ	30	5247	5247	174.9	5247	174.9
35	1	なし	4.2	0	0	0.0	小ロープ	30	12000	12000	400.0	12000	400.0
36	1	押出機	4.2	725	725	172.6	小ロープ	30	12000	12000	400.0	12725	572.6
37	1	押出機	4.2	556	556	132.4	小ロープ	30	12000	12000	400.0	12556	532.4
38	1	なし	2.5	0	0	0.0	小ロープ	30	12000	12000	400.0	12000	400.0
39	1	押出機	2.5	180	180	72.0	小ロープ	30	12000	12000	400.0	12180	472.0

【表 1 - 3】

40	1	押出機	2.5	196	196	78.4	小ロープ	30	12000	12000	400.0	12196	478.4
41	1	押出機	2.5	196	196	78.4	なし	30	0	0	0.0	196	78.4

10

20

30

40

【表2】

サン プル	総比 エネルギー (kJ/kg 乾燥分)	総比 エネルギー (kJ/kg 混合物)	温度 (°C)	加熱 時間 (分)	通過回数	硝酸 62% (mL/kg)	IV (dL/g)	回収率 (%)	コイル オーバーラップ パラメーター
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

【0051】

表1～2および図1～2のデータを参照すると、入力された機械的エネルギーに対してコイルオーバーラップパラメーターをプロットする場合、以下をグラフから取り得る。出

10

20

30

40

50

発ペクチン含有バイオマス材料（これらの例では柑橘類の皮）に加えられるエネルギーが 800 kJ / kg DM 以上または 36 kJ / kg 混合物である場合、コイルオーバーラップパラメーターは 2 以上である。機器、温度、pH、および機械的エネルギーの適用ポイントが変化すると、コイルオーバーラップパラメーターが影響を受ける。コイルオーバーラップパラメーターが増加すると、活性化ペクチン含有バイオマス材料の機能性が増大する。したがって、本方法は、約 1200 kJ / kg DM 以上または約 40 kJ / kg 混合物の機械的エネルギーを使用する場合、コイルオーバーラップパラメーターが約 2.3 以上の活性化ペクチン含有バイオマス材料を製造することができ、そして、約 1900 kJ / kg DM または約 60 kJ / kg 混合物の機械的エネルギーを使用する場合、コイルオーバーラップパラメーターが約 2.5 以上の活性化ペクチン含有バイオマス材料を 10 製造することができる。

#### 【0052】

例えば、上記のサンプル 1 を参照すると、前処理の前にアルコールで希釈した。乾燥出発ペクチン含有バイオマス材料（アルコール洗浄）の量 = 1 kg（これは通常、2.5 kg の湿潤出発ペクチン含有バイオマスに関連する）。前処理での混合物の総重量 = 30 kg。前処理でのエネルギー入力 = 1386 キロジュール (kJ)。活性化中のエネルギー入力 = 1200 kJ。総エネルギー入力は、前処理でのエネルギー入力 + 活性化中のエネルギー入力 = 2586 kJ だった。総比エネルギー入力（乾燥分基準）=（総エネルギー入力）/（乾燥出発ペクチン含有バイオマスの量）= 2586 kJ / 1 kg = 2586 kJ / kg DM。総比エネルギー入力（スラリーの総重量基準）=（総エネルギー入力）/（スラリーの総重量）= 2586 kJ / 30 kg = 86.2 kJ / kg。 20

#### 【0053】

例えば、サンプル 40 を参照すると、前処理の後にアルコールで希釈した。乾燥出発ペクチン含有バイオマス（アルコール洗浄）の量 = 1 kg（これは通常、2.5 kg の湿潤出発ペクチン含有バイオマスに関連する）。混合物の総重量 = 30 kg。前処理でのエネルギー入力 = 196 kJ。活性化中のエネルギー入力 = 12000 kJ。総エネルギー入力 = 前処理でのエネルギー入力 + 活性化中のエネルギー入力 = 12196 kJ。総比エネルギー入力（乾燥分基準）=（総エネルギー入力）/（乾燥出発ペクチン含有バイオマスの量）= 12196 kJ / 1 kg = 12196 kJ / kg。総比エネルギー入力（混合物の総重量基準）=（前処理中の総エネルギー入力）/（前処理中の混合物の総重量）+（活性化中の総エネルギー入力）/（活性化中の混合物の総重量）= 196 kJ / 2.5 kg + 12000 kJ / 30 kg = 478 kJ / kg。 30

#### 【0054】

本明細書に記載の活性化ペクチン含有バイオマス組成物を製造する方法は、ステップ D ）と呼ぶ、混合物から活性化ペクチン含有バイオマス組成物を分離することを含む。活性化および機械的エネルギーを適用した後、その活性化ペクチン含有バイオマス組成物および活性化溶液は、活性化溶液を含む液相と活性化ペクチン含有バイオマス組成物を含む相とに分離される。活性化ペクチン含有バイオマス組成物を含む相は、例えば、スクリュープレスまたはデカンタ遠心分離機を使用することによりさらにプレスされ得る。本方法は、混合物の脱水、デカントまたは膜ろ過を含み得る。例えば、混合物を穿孔ベルトまたはスクリーン上に堆積させて、混合物の流体部分を排出させ得る。油圧プレス、空気圧プレス、スクリュープレス、ピンセントプレスもしくはコーンプレスなどのプレス、もしくは遠心抽出機またはこれらの任意の組み合わせを使用することなどで、圧力を加えることによって余分な流体を除去して、脱水された活性化ペクチン含有バイオマス組成物を形成し得る。 40

#### 【0055】

活性化ペクチン含有バイオマス材料組成物は、約 40 重量パーセントの乾燥分を含み、液体は、主にアルコールと酸から構成される。残留酸を除去するために、分離ステップ D ）は、活性化ペクチン含有バイオマス組成物を、約 40 ~ 約 90 重量パーセントのアルコールを含むアルコールの水溶液で、その洗浄液の pH が約 3 ~ 約 5 または約 3.5 ~ 約 4 50

. 5まで上昇するまで、洗浄することを含むことができる。アルコール洗浄は、酸を中和可能なアルカリ化剤も含み得る。排出された活性化ペクチン含有組成物を洗浄するために使用され得るアルコールの非限定的な例は、イソプロピルアルコール、エタノール、メタノールおよびそれらの組み合わせを含む。例示的なアルカリ化剤は、炭酸カリウム、炭酸水素ナトリウムまたは水酸化ナトリウムなどの炭酸、炭酸水素または水酸化物のアルカリ金属塩を含む。この洗浄は、バッチプロセスまたは逆流プロセスとして行ってよい。アルコール洗浄に含まれるアルコールの量は、その後の洗浄で増える可能性がある。例えば、第1のアルコール洗浄は、45重量%のアルコール量を含み；第2のアルコール洗浄は、55重量%のアルコール量を含み；第3のアルコール洗浄は、70重量%以上のアルコール量を含み得る。最終洗浄ステップとして70重量%以上のアルコール量のアルコール洗浄を使用すると、乾燥前に活性化ペクチン含有バイオマス組成物を効率的に脱水することができる。これにより、目標の水分含有量の乾燥製品を実現するために必要な時間と温度を削減可能である。アルコールの存在は、活性化ペクチン含有バイオマス組成物のセルロース纖維のフィブリル間の水素結合形成を最小化または防止するのに役立ち、それにより乾燥時のセルロース纖維の角質化を最小化または防止することができる。このプロセスは、活性化纖維を脱水するために、より高いアルコール濃度を有する一連のアルコール洗浄を含み得る。

#### 【0056】

分離ステップの後、活性化ペクチン含有バイオマス組成物に、次いで、インラインまたはオフラインで下流の処理または加工をしてもよい。抽出に活性化ペクチン含有バイオマス組成物を使用する場合、その活性化ペクチン含有バイオマス組成物は、水性懸濁液の形態でもよい。

#### 【0057】

活性化ペクチン含有バイオマス組成物は、活性化ペクチン含有バイオマス組成物が乾燥形態にあるように乾燥させることができる。乾燥中の温度は、活性化ペクチン含有バイオマス組成物の品質に影響を与えないために、活性化ペクチン含有バイオマス組成物の温度が約75～80を超えないように制御する必要がある。例示的な非限定的な乾燥方法には、機械的分離技術を使用して纖維から水を搾り出すこと、有機溶媒溶液で洗浄するなど、残留水を置換するための溶媒交換、凍結乾燥、真空乾燥、噴霧乾燥、ドラム乾燥、熱による乾燥、空気流による乾燥、フラッシュ乾燥、流動層乾燥、放射熱への暴露、およびそれらの組み合わせが含まれる。セルロースとセルロースとの相互作用をさらに抑制するために、乾燥剤を乾燥プロセスに含めてよい。乾燥剤の非限定的な例には、グルコースシロップ、コーンシロップ、スクロース、デキストリン、マルトデキストリンおよびそれらの組み合わせが含まれる。

#### 【0058】

乾燥後の活性化されたペクチン含有バイオマス組成物は、活性化ペクチン含有バイオマス組成物が乾燥粒子状形態、例えば、粉末であるように、さらに細かくされてもよい。適切な粉碎方法の非限定的な例には、グラインディング、ミリングなどが含まれる。粉碎は、乾燥した活性化ペクチン含有バイオマス組成物の粒子サイズをさらに減少させて、向上した流動性、分散性、水和および/または取り扱い性を有する製品を提供することができる。粒子は、300μm以下のサイズに粉碎し得る。粒子は、250μm以下のサイズに粉碎し得る。粒子は、200μm以下のサイズに粉碎し得る。粒子は、150μm以下のサイズに粉碎し得る。粒子は、125μm以下のサイズに粉碎し得る。粒子は、100μm以下のサイズに粉碎し得る。粒子は、75μm以下のサイズに粉碎し得る。例えば、粒子は、ミリングによって所望のサイズに細かくすることができる。任意のタイプのミルを使用可能である。例えば、ハンマーミル、ピンミル、ピン付きディスクミル、ビーターミル、クロスピーターミル、エアマイクロナイザー、ジェットミル、分級機ミル、ボールミル、ロータリーインパクトミルおよびターボミルを使用し得る。

#### 【0059】

活性化ペクチン含有バイオマス組成物は、食品成分であってもよい。つまり、それは、

10

20

30

40

50

食品添加物ではない。これには、食品業界および重要な消費者に受け入れられるという利点がある。本明細書に記載の任意の例示的な方法に由来する活性化ペクチン含有バイオマス組成物は、製品に含まれる。本明細書に記載の活性化ペクチン含有バイオマス組成物は、製品に含まれる。そのような製品は食品であってもよいが、食品に限定されない。

#### 【0060】

本明細書では、ペクチン含有バイオマス組成物およびその製造方法のいくつかの態様および実施形態を説明する。特定の態様内で、異なる特徴の組み合わせを想定し得るよう、主題の特徴を説明する。本明細書に開示されるありとあらゆる態様、およびありとあらゆる特徴について、本明細書に記載される設計、組成物、プロセス、または方法に悪影響を及ぼさないすべての組み合わせが考慮され、特定の組み合わせの明示的な説明の有無にかかわらず交換することができる。したがって、特に明記しない限り、本明細書で開示する任意の態様、実施形態または特徴を組み合わせて、本開示と一致する発明的な設計、組成物、プロセスまたは方法を説明することができる。

10

#### 【0061】

本発明では、いくつかのタイプの範囲が開示されている。あるタイプの範囲が開示または請求されている場合、その範囲が合理的に包含する可能性のあるそれぞれの可能な数を個別に開示または請求することを意図している。これには、その範囲のエンドポイントと、その中に含まれるサブ範囲およびサブ範囲の組み合わせが含まれる。

#### 【0062】

本明細書では、値または範囲は、「約」、「約」1つの特定の値～および／または「約」別の特定の値として表され得る。そのような値または範囲が表される場合、開示される他の態様には、その列挙された特定の値、1つの特定の値～および／または他の特定の値が含まれる。同様に、先行詞「約」を使用して値が近似値として表される場合、その特定の値が別の態様を形成することが理解される。さらに、そこに開示されるいくつかの値があり、各値は、値自体に加えて「約」その特定の値としても本明細書で開示されることがさらに理解されるであろう。態様において、「約」は、例えば、記載された値の10%以内、記載された値の5%以内、または記載された値の2%以内を意味するために使用され得る。

20

#### 【0063】

濃度およびパーセントは、文脈がそうでないことを示さない限り重量パーセントである。

30

#### 【0064】

組成物および方法は、様々な構成要素またはステップを「含む」という観点で本明細書に記載されているが、特に明記しない限り、組成物および方法は様々な構成要素またはステップから「から本質的になる」または「からなる」こともできる。

#### 【0065】

用語「a」、「a n」、および「t h e」は、特に明記しない限り、複数の代替物、例えば少なくとも1つを含むことを意図している。

#### 【0066】

本教示を説明および定義するために、用語「実質的に」は、定量的比較、値、測定、または他の表現に起因する可能性がある固有の不確実性の程度を表すために本明細書で使用されることに留意されたい。用語「実質的に」は、問題の主題の基本機能に変化をもたらすことなく、定量的表現が述べられた参照から変化する程度を表すためにも本明細書で利用される。

40

#### 【0067】

本明細書に記載のものと類似または同等の任意の方法および材料を本発明の実施または試験に使用することができるが、典型的な方法および材料は本明細書に記載されている。

#### 【0068】

本明細書で言及されるすべての刊行物および特許は、例えば、ここで記載される発明に関連して使用され得る刊行物および特許に記載される構築物および方法論を説明および開

50

示する目的で参照により本明細書に組み込まれる。

【実施例】

【0069】

活性化ペクチン含有バイオマス組成物および方法は、以下の非限定的な例によりさらに理解され得る。これらは、活性化ペクチン含有バイオマス組成物およびそのような活性化ペクチン含有バイオマス組成物を含む製品を製造するための記載された方法に加えられる異なる出発材料および機械的エネルギーの単なる例である。

【0070】

以下のプロトコルを使用して、エステル化度( D E )、ガラクトロン酸( G A )度、見かけ粘度( mPa · s )、固有粘度( d L / g )、残留糖含量( % )、水結合( g / g )、S A G および回収率( % )を分析した。 10

【0071】

・プロトコル1：エステル化度およびガラクトロン酸度の決定

エステル化度( D E )およびガラクトロン酸度( G A )は、FAO JECFA Monographs 4 ( 2007 )に記載された方法の修正を使用して測定した。 100 mLの酸アルコール( 100 mL 50 ~ 60 % イソプロパノール + 5 mL 発煙 HCl 37 % )を、10分間マグネチックスターラーで攪拌しながら、2.00 g の粉碎した皮に加えた。混合物をろ過し、またはろ紙付きブフナー漏斗に通し、ビーカーを 6 × 15 mLの酸アルコールですすぎ、さらにろ過またはろ紙付きブフナー漏斗に通した。次に、ろ液を最初に約 1000 mL の 50 ~ 60 % イソプロパノールで洗浄し、その後、約 2 × 20 50 mL の 100 % イソプロパノールで洗浄した。次に、サンプルを 105 ℃ で約 2.5 時間乾燥させた。

【0072】

約 0.40 g の重さのサンプルを重複測定のために測定した(重複測定間の偏差は絶対値 1.5 % を超えてはならない、そうでなければ試験を繰り返した)。サンプルを、初めに約 2 mL の 100 % イソプロパノールで湿らせた。次に、マグネチックスターラーで攪拌しながら、約 50 mL の二酸化炭素を含まない水をその湿らせたサンプルに加えた。次に、指示薬または pH メーター / オートビュレットを使用して、滴定によりサンプルを評価した。 30

【0073】

指示薬を使用した滴定。

5 滴のフェノールフタレイン指示薬をサンプルに加え、色の変化が観察されるまで 0.1 N NaOH で滴定した(  $V_1$  滴定値として記録する)。正確に 15 分間攪拌しながら、かつ、ホイルで覆って、20.0 mL の 0.5 N NaOH を加えた。攪拌しながら、色が消えるまで、20.0 mL の 0.5 N HCl を加えた。次に、3 滴のフェノールフタレイン指示薬を加え、色の変化が観察されるまで 0.1 N NaOH で滴定した(  $V_2$  滴定値として記録する)。それぞれ 20 mL の 0.5 N NaOH と HCl の 2 つの部分のバランスの不正確さを補正するために、いわゆる「ブラインド測定」を行った(すなわち、100 mL の脱イオン水を滴定を含むサンプル溶液と同じ方法で処理した)。最後の滴定結果を  $B_1$  滴定値として記録した。次に、エステル化度とガラクトロン酸度を、以下の計算によって特徴付けた。 40

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

$$(i\ i) \% D E \text{ (エステル化度)} = [(V_2 - B_1) / V_t] \times 100$$

(i\ i\ i) \% G A (ガラクトロン酸度) = [194.1 \times V\_t \times N \times 100] / 洗浄および乾燥したサンプルの重量( mg )

式中、N = 滴定に使用した 0.1 N NaOH について補正された規定度

【0074】

・プロトコル2：粘度の決定( V I S )

ペクチンの 2 % 溶液を、ヘキサメタリン酸ナトリウムを含む媒体中で 25 ℃ で作る。粘度は、pH を 4.0 に調節した後、ブルックフィールド粘度計タイプ L V T または L V F 50

で決定する。

【0075】

装置は以下を含む：

1. 分析バランス
  2. ビーカー； 400 mL および 2000 mL
  3. マグネチックスターラーとテフロンコーティングされたスターラーバー
  4. 適切な組み合わせ電極を備えた pH メーター
  5. 円柱ガラス、 直径 5.0 ± 1 mm
  6. ブルックフィールド粘度計タイプ LVT または LVF
  7. 温度計、 0 ~ 110
  8. メスフラスコ； 250 mL および 1000 mL
  9. 血清ピペット（または測定ピペット）； 10 mL
- 10

【0076】

使用した化学物質は、ヘキサメタリン酸ナトリウム（食品グレード）、炭酸水素ナトリウム（NaHCO<sub>3</sub>）p.a.、および 100% イソプロパノール（C<sub>3</sub>H<sub>8</sub>O）である。  
。

【0077】

1つの試薬は、以下のように調製したヘキサメタリン酸ナトリウム溶液であった： (i) 11.11 g を 2000 mL ビーカー中に 950 mL 脱イオン水に分散させ、15 分間攪拌する； (ii) その溶液を定量的に 1000 mL メスフラスコに移し、脱イオン水で 1000 mL に満たす； (iii) 15 分間攪拌する。ヘキサメタリン酸ナトリウムが完全に溶解しない場合は、新しい溶液を準備すべきである。2番目の試薬は、次のように調製した炭酸水素ナトリウム溶液であった： (i) 84.01 g を脱イオン水に溶解し、(ii) 脱イオン水で 1000 mL まで満たす。

【0078】

手順は以下の通りであった。

1. 重量 4.00 g のサンプルを量り、風袋を測ったマグネチックスターラーバーを含む 400 mL のビーカーに移す。
  2. 血清ピペットを使用して、イソプロパノール 10.0 mL を加えてペクチンを湿らせる。ビーカーをマグネチックスターラーの上に置く。
  3. 攪拌しながら、ペクチン分散液にヘキサメタリン酸ナトリウム溶液 180 mL を加える。約 700 rpm で 1 時間攪拌を続ける。
  4. pH 電極をペクチン溶液に入れる。炭酸水素ナトリウム溶液を滴下して、pH を 3.95 ~ 4.05 に調節する。
  5. 脱イオン水を加えて、ペクチン溶液の正味重量を 200.0 g に調節する。
  6. ペクチン溶液をシリンドーガラスに移す。適切な冷却または加熱浴に溶液を含むシリンドーガラスを入れて温度を 25° に調節する。
  7. スピンドル No. 3 を 60 rpm で使用して、ブルックフィールド粘度計タイプ LVT または LVF で見かけ粘度を測定する。60 秒間回転した後、目盛りで 0.5 の精度で読み取る。
- 30
- 40

【0079】

・プロトコル 3：固有粘度と回収率の決定

約 40 mg のサンプルを秤量し、100 μL のエタノールに分散させた。流出液 40 mL を加え、7.5 ± 2° のブロックヒーター内でマグネチックスターラーを使用して混合物を 30 分間攪拌した。

【0080】

FIPA（安全性：0.3 M 酢酸リチウム緩衝液）の 10 リットルの流出液用の流出液の調製は以下の通りであった：

1. 約 3 L の Milli-Q 水を 5000 mL の目盛り付きビーカーに注ぐ。
  2. マグネチックスターラーバーを追加し、マグネチックスターラー上に置いて、すべて
- 50

の添加中に適切な渦を生成する。

3. 水酸化リチウムー水和物 125.6 g を計量ポートに量り入れ、その目盛り付きビーカーに定量的に移す。

4. アジ化ナトリウム 0.20 g を計量ポートに量り入れ、その目盛りビーカーに定量的に移す。

5. 氷酢酸 360.4 g を 500 mL ビーカーに量り入れ、その目盛り付きビーカーに定量的に移す。

6. 化学物質 3つがすべて溶解したら、M11i-Q 水を 5000 mL まで加え、5 分間攪拌を続ける。

7. その内容物を圧力容器に注ぐ。

8. 総容量 5000 mL の M11i-Q 水で圧力容器に移したその目盛り付きビーカーをすぎ、合計 10 L の流出液を生成する。

9. ザルトリウスの Sartopore 2 フィルター (0.45 + 0.2 μm) を備えた圧力ろ過ユニットを使用して、その液体をろ過する。

10. 調製後、緩衝液の pH を確認する。pH は、4.6 ± 0.1 でなければならない。

#### 【0081】

サンプルを 5 の水浴に移して 5 分間室温まで冷却する。サンプルには不溶性物質が含まれているため、自動サンプラーバイアルに移す前に手動で溶解してろ過 (0.45 μm フィルター) する必要がある。次に、サンプルの固有粘度をサイズ排除クロマトグラフィー (SEC) を使用して決定した。分子は、4つの検出器 (屈折率検出器、直角レーザー光散乱検出器、低角レーザー光散乱検出器および粘度検出器) を通過するクロマトグラフィーカラムからの流出液を用いたゲル浸透クロマトグラフィーによってサイズに応じて分離した。Viscotek ソフトウェアは、粘度検出器と屈折率検出器からの検出器信号を固有粘度に変換した。

#### 【0082】

Viscotek ポンプ V E 1122 溶媒送達システムを搭載した Viscotek TDA 302 FIPA 機器を、サンプル調製モジュールを備えたサーモセパレーション製品オートサンプラー A S 3000 とともに使用した。カラムは、データ収集と計算のために OmniSEC ソフトウェアを備えたコンピューターに接続された Thermo Biobasis SEC 60 (150 × 7.8 mm) を備えていた。オートサンプラーでの実行時間を 10 分に設定し、25 μL のフルループインジェクションを使用した。Viscotek TDS 302 FIPA 装置は、サンプル中の可溶性ペクチンの濃度を自動的に測定し、ペクチンの回収率を提供する。

#### 【0083】

##### ・プロトコル 4：残留糖含有量の決定

試料 10 g を 600 mL のガラスビーカーで測定した。200 mL の 50% イソプロパノールをサンプルに添加し、室温でマグネットスターラー上で 4 時間攪拌した。混合物をろ紙付き真空駆動ブフナー漏斗に移し、そのビーカーを 250 mL の 50% イソプロパノールですすいで、そのろ紙付きブフナー漏斗を通るサンプルの移動および洗浄を確実にした。その後、サンプルを乾燥キャビネットで 65 ~ 70 で一晩 (最低 12 時間) 乾燥させた。次に、その乾燥サンプルの重量を決定し、残留糖を計算した：

残留糖 = [(乾燥サンプルの重量 - 乾燥、洗浄したサンプルの重量) × 100] / 乾燥サンプルの重量

#### 【0084】

##### ・プロトコル 5：水結合能力の決定

水結合能力は、Kael Eggie の Development of an extruded flax-based feeding ingredient (2010) に記載されている AAC 56-30.01 法の修正版によって測定した。材料 1.0 g を 50 mL の遠心分離管に加え、重量を測定した。脱イオン水を小さな未測定の増分でその遠心管に添加し、各添加後に混合物が完全に濡れるまで攪拌した。管とその内容物を攪拌し

10

20

30

40

50

、室温で10分間、3000 r p mで遠心分離した。上清を廃棄し、上清が現れない場合は、さらに水を加えて遠心分離を繰り返した。管と容器の最終質量を記録し、水結合能力(W B C)を次の式で計算した：

水結合能力 = [ (管質量 + 沈殿物質量) - (管質量 + サンプル質量) ] / サンプル質量  
【0085】

・プロトコル6：S A Gの決定

この方法は、ポテトマッシャーの代わりにメカニカルスターーラーの使用に変更したこと以外は、ペクチン標準化に関するI F T委員会の方法5-54と同一である。

【0086】

装置は、以下を備えていた：

- 1 . 分析バランス  
2 . ラボ計量器 (最大荷重3~5 k g、精度0.2 g)  
3 . ステンレス製ソースパン、1.5 L、直径15 cm  
4 . 電気ホットプレート、直径15 cm、1500 W  
5 . 搅拌モーター、調整可能な速度、500~1000 r p m  
6 . 搅拌シャフト (H E T O、記事番号000240、図面番号0004259)  
7 . ビーカー (1000 ml および150 ml)  
8 . ヘラ  
9 . ストップウォッチ  
10 . 温度計、100  
11 . pHメーター  
12 . S A Gガラスヒートテープ  
13 . R i d g e l i m e t e r  
14 . ワイヤーチーズスライサー  
15 . 屈折計  
16 . 恒温器
- 【0087】

使用した化学物質は、糖、酒石酸 (溶液1リットル当たり488 g)、および脱イオン水であった。

【0088】

ゼリーの調製は以下の通りであった：

- 1 . 糖650-(650/x) gを1000 mlのビーカーに秤量する。ここで、xは、サンプルの硬さを想定。  
2 . その秤量した糖20~30 gを乾燥した150 mlビーカーに移し、秤量したサンプルを加える (ゼリーで使用するサンプルの重量は650 g / 想定グレードと表される)。  
3 . ビーカー内でスパチュラで搅拌して、サンプルと糖を完全に混ぜる。  
4 . 脱イオン水 / 蒸留水410 mlを、風袋を計った150 mlのステンレス製のソースパンに注ぎ、スターーラーシャフトをそれに入れ。1000 r p mで搅拌しながら、サンプル / 糖混合物を水に一度に注ぐ。可能な限り速く、サンプル / 糖溶液を水に浸し、小さなビーカー内のサンプル / 糖の痕跡をソースパンに移すことが重要である。  
5 . 搅拌を2分間続ける。  
6 . その2分後、予熱した電気ホットプレートにソースパンを置き、500 r p mで搅拌する。  
7 . 内容物が完全に沸騰したら、残りの糖を追加し、糖が溶解し、ゼリーバッヂの正味重量が1015 gになるまで加熱と搅拌を続ける。電気ホットプレートは、ゼリーを加熱する合計時間が5~8分 (全負荷、1500 W)になるように設定すべきである。  
8 . ラボ計量器で1015 gのバッヂを計量した後、テーブル上で1分間放置する。次に、中身がちょうど溢れるくらいにソースパンを傾けて、泡をすばやく取り除く。温度計をバッヂに入れ、温度が正確に95に達するまで穏やかに搅拌を続ける。  
9 . そのバッヂを、それぞれ1.75~2.25 mlの酒石酸溶液を含み、縁の上約1 cm

10

20

30

40

50

mまで満たすことができるように接着テープを備えた2つの予め用意したS A Gガラスにすばやく注ぐ。

10. その15分後、ガラスに蓋をし、温度が30~35に達したら、ガラスを25±3の恒温器に20~24時間置く。

【0089】

ゼリーの特性を次のように測定した：

1. ゼリーを20~24時間保管した後、ガラスの蓋を外し、テープを取り外す。ワイヤーチーズライサーを使用して、最上層を切断して廃棄した。

2. 次に、ガラスからゼリーを慎重に回転させて、Ridgeimeterを備えた正方形のガラスプレート上の反転位置にする。

3. ゼリーをガラスプレート上に置いたら、ストップウォッチを開始する。ゼリーが片側にわずかに傾いた場合、これはガラスプレートを反対方向に静かに傾けることで修正した。

4. プレートとゼリーをRidgeimeterのベースに慎重に置き、ゼリーがマイクロメータースクリューの下の中央にくるようする。その後、ゼリーの表面近くにスクリューをねじ込む。

5. ストップウォッチを開始してから2分後に、マイクロメーターのスクリューの先端をゼリーの表面に接触させ、Ridgeimeterの読み取り値を最も近い0.1に記録する。

6. pHを測定する。pHは、2.2~2.4でなければならない。それ以外の場合は、サンプルを再テストする必要がある。

【0090】

サンプルのゼリーグレードは、以下のように計算する：

1. Ridgeimeterの較正表を使用して、Ridgeimeterの読み取り値を係数1に変換する(図1を参照)。

2. 可溶性固体物補正表を使用して、測定した可溶性固体物を係数2に変換する(図2を参照)。

3. テストの想定グレードに補正係数を掛けると、次の式を使用して真のグレードが得られる：

$$\text{想定グレード} \times \text{係数1} \times \text{係数2} = \text{真のグレード}$$

10

20

30

【表3】

Ridgeliometer 読取 パーセント SAG	係数 1	Ridgeliometer 読取 パーセント SAG	係数 1	Ridgeliometer 読取 パーセント SAG	係数 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	0.906
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

【表4】

「交換」SAG分析のために計算された相間値

パーセント SS	補正係数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
64.7	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

【0091】

・例1

米国特許第8,323,513号に記載の方法を使用して、新鮮なオレンジの皮をアル

10

20

30

40

50

コールで洗浄し、次いで手でプレスし、続いて2回目の連続洗浄／プレスして、アルコール洗浄した出発ペクチン含有バイオマス材料を形成した。その乾燥アルコール洗浄した出発ペクチン含有バイオマス材料を、その後、サンプル1、2、3および4の4つのサンプルに分割した。

【0092】

サンプル1（活性化した／機械的エネルギーなし）：アルコール洗浄した出発ペクチン含有バイオマス材料2,500グラム（乾燥分）を、機械的エネルギーにかけることなく、その材料を60で1時間アルコールおよび酸と接触させることにより活性化した。使用した酸の量は、乾燥皮抽出に使用される酸の量に対応するように選択した（0.1mL酸／グラム皮）：2500グラム乾燥皮、250mL 62%硝酸；20L 60%イソプロピルアルコール。従来の方法で、つまり機械的エネルギーを使用なしで活性化した後、サンプルを25に冷却して排出した。次に、排出したサンプルを100Lの60%イソプロピルアルコールで洗浄し、65の熱キャビネットで10時間乾燥させた。次に、乾燥したサンプルを250ミクロンの粒子サイズに粉碎した。

【0093】

サンプル2（活性化した／機械的エネルギー）：アルコール洗浄した出発ペクチン含有バイオマス材料1000グラム（乾燥分）を、10,800キログラムの機械的エネルギー下で70で1時間、その材料をアルコールおよび酸と接触させることにより、活性化した。使用した酸の量は、乾燥皮抽出で使用される酸の量に対応するように選択した（0.1mL酸／グラム皮）：1000グラム乾燥皮、100mL 62%硝酸；30L 60%イソプロピルアルコール。

【0094】

機械的エネルギーは、サンプル混合物（材料、アルコールおよび酸）の一定の再循環ポンピングによって誘導した。より具体的には、サンプル混合物は、容器（KOF A ApS、体積25L）から管熱交換器（長さ3メートル；外径6インチ；内管2インチ；それぞれ直径1.5インチ）を通して、50Hzで動作するローブポンプ（APV、CL/1/021/10）によって容器に戻して、5,200L/時で連続的に再循環した。

【0095】

機械的エネルギー下で活性化した後、サンプル混合物を15に冷却し、次いでvincentプレス（モデルCP-4）を使用して排出した。次いで、排出されたサンプルを従来通りに2回洗浄し、各洗浄は、10%炭酸ナトリウムを使用して3.5にpH調節した30Lの60%イソプロピルアルコール中で5分間行った。洗浄したサンプルは、その後、65の加熱キャビネットで10時間乾燥した。次に、乾燥したサンプルを250ミクロンの粒子サイズに粉碎した。

【0096】

サンプル3（非活性化／機械的エネルギーなし）：30グラム（乾燥分）のアルコール洗浄した出発ペクチン含有バイオマス材料を、250ミクロンの粒子サイズに粉碎した。

【0097】

サンプル4（非活性化／機械的エネルギー）：30グラム（乾燥分）のアルコール洗浄した出発ペクチン含有バイオマス材料を3Lの脱イオン水に懸濁し、次いでホモジナイザー（APV Rannie 1000ホモジナイザー、タイプ12.50、登録番号113、デンマーク、コペンハーゲン）に300barで2回通して、サンプル2と同等の機械的エネルギーを与えた。均質化したサンプルを6Lの100%イソプロパノールと混合し、60μのナイロン布で排水した。次に、排出したサンプルを65の加熱キャビネットで10時間乾燥させ、その後、乾燥させたサンプルを250ミクロンの粒子サイズに粉碎した。

【0098】

乾燥した、伝統的な水で洗浄したオレンジの皮が得られ、4つのサンプル、すなわちサンプル5、6、7、および8に分割した。

【0099】

10

20

30

40

50

サンプル5（活性化／機械的エネルギーなし）：500グラム（乾燥分）の水洗した出発ペクチン含有バイオマス材料を、その材料を機械的エネルギーにかけることなく、15Lの60%エタノールおよび50mLの62%硝酸と65で2時間接触させることにより活性化した。従来の方法で、つまり機械的エネルギーを使用せずに、活性化した後、サンプルを25に冷却してから排出した。次に、排出したサンプルを10%炭酸ナトリウムでpHを4.0に調節した15Lの60%エタノールで洗浄し、次いで、65の加熱キャビネットで10時間乾燥させた。次に、乾燥したサンプルを250ミクロンの粒子サイズに粉碎した。

【0100】

サンプル6（活性化／機械的エネルギー）：1000グラム（乾燥分）の水洗した出発ペクチン含有バイオマス材料を、その材料を10,800キログラムの機械的エネルギー下で30Lの60%エタノールおよび100mLの62%硝酸と70で1時間接触させることにより活性化した。

【0101】

機械的エネルギーは、サンプル混合物（材料、アルコールおよび酸）の一定の再循環ポンピングによって誘導した。より具体的には、サンプル混合物は、容器（KOF A ApS、体積25L）から管熱交換器（長さ3メートル；外径6インチ；内管2インチ；それぞれ直径1.5インチ）を通して、50Hzで動作するローブポンプ（APV、CL/1/021/10）によって容器に戻して、5,200L/時で連続的に再循環した。

【0102】

機械的エネルギー下で活性化した後、サンプル混合物を15に冷却し、次いでvincentプレス（モデルCP-4）を使用して排出した。次いで、排出されたサンプルを従来通りに10%炭酸ナトリウムを使用して4.0にpH調節した30Lの60%エタノール中で5分間行った。洗浄したサンプルは、その後、65の加熱キャビネットで10時間乾燥した。次に、乾燥したサンプルを250ミクロンの粒子サイズに粉碎した。

【0103】

サンプル7（非活性化／機械的エネルギーなし）：30グラム（乾燥分）の水洗した出発ペクチン含有バイオマス材料を250ミクロンの粒子サイズに粉碎した。

【0104】

サンプル8（非活性化／機械的エネルギー）：30グラム（乾燥分）の水洗した出発ペクチン含有バイオマス材料を3Lの脱イオン水に懸濁し、次いでホモジナイザー（APV Rannie 1000ホモジナイザー、タイプ12.50、登録番号113、デンマーク、コペンハーゲン）に300barで2回通して、サンプル2と同等の機械的エネルギーをサンプルに与えた。均質化したサンプルを6Lの100%イソプロパノールと混合し、60μのナイロン布で排水した。次に、排出したサンプルを65の加熱キャビネットで10時間乾燥させ、その後、乾燥させたサンプルを250ミクロンの粒子サイズに粉碎した。

【0105】

回収率（サンプル中の可溶性ペクチンの%）、固有粘度（サンプルから抽出されたペクチンの）、残留糖含量（サンプルの重量%）、サンプル中のペクチンのエステル化度（DE）、サンプルのガラクツロン酸度（GA）、pH 4の2%溶液/分散液中のサンプルの見かけ粘度（VIS）およびサンプルの水結合能力（水のグラム/乾燥分のグラム）を測定し、コイルオーバーラップパラメーターを計算した。結果を以下の表にまとめる。

10

20

30

40

【表5】

サンプル	活性化	機械的エネルギー	回収率(%)	IV(dL/g)	コイルオーバーラップ(dL/g)	残留糖含量(%)	DE(%)	GA(%)	VIS(mPa·s)	水結合(g/g)
1	あり	なし	34	10	3.40	2.3	72.8	49.8	1020	n/a
2	あり	あり	38.4	9.1	3.49	2.6	73.4	48.8	1810	15
3	なし	なし	18.4	9.8	1.80	12.2	74.6	44	240	13.9
4	なし	あり	22.8	7.6	1.73	12.2	74.6	44	270	22.6
5	あり	なし	19.5	10	1.95	0.97	67.6	45	90	NA
6	あり	あり	39.4	7.7	3.03	0.7	67.4	49.4	1188	18.3
7	なし	なし	19.9	7	1.39	13.5	67.5	42.6	54	9.6
8	なし	あり	23.2	6	1.39	13.5	67.5	42.6	92	12.6

10

## 【0106】

表5に示すように、機械的エネルギー下で活性化したアルコール洗浄したサンプルは、機械的エネルギーがなく、活性化した類似のサンプルよりも高い見かけ粘度を有する。実際、機械的エネルギーを受けたすべてのサンプルの見かけ粘度は、機械的エネルギーを受けなかった類似のサンプルの見かけ粘度よりも大きかった。

20

## 【0107】

さらに説明されるように、機械的エネルギーにかけたサンプルは、より大きなペクチン回収率も有する。この結果は驚くべきことである。なぜなら、出発ペクチン含有バイオマス材料を乾燥分1kg当たり1,200キロジュールを超える機械的エネルギーにさらすと、活性化溶液の分離を起こす形に材料が破壊または崩壊し、また、そこからのペクチンの抽出が困難になり、したがって望ましくないペクチン収量の減少を生じると従来は考えられていたためである。

## 【0108】

サンプル2のコイルオーバーラップパラメーターは、アルコール洗浄して、続いて機械的エネルギー下で活性化したペクチン含有組成物が最も望ましい機能を有することを示している。

30

## 【0109】

## ・例2

米国特許第8,323,513号に記載の方法を使用して、新鮮なオレンジの皮をアルコールで洗浄し、次いで手でプレスし、続いて2回目の連續洗浄/プレスして、アルコール洗浄した出発ペクチン含有バイオマス材料を形成した。その乾燥アルコール洗浄した出発ペクチン含有バイオマス材料を、その後、サンプル1および2の2つのサンプルに分割した。

## 【0110】

サンプル1(アルコール洗浄した/活性化した)：アルコール洗浄した出発ペクチン含有バイオマス材料1,000グラム(乾燥分)を、10,800キロジュールの機械的エネルギー下でその材料を70で1時間アルコールおよび酸と接触させることにより活性化した。使用した酸の量は、乾燥皮抽出に使用される酸の量に対応するように選択した(0.1mL酸/グラム皮)：1000グラム乾燥皮、100mL 62%硝酸；30L 60%イソプロピルアルコール。

40

## 【0111】

機械的エネルギーは、サンプル混合物(材料、アルコールおよび酸)の一定の再循環ポンピングによって誘導した。より具体的には、サンプル混合物は、容器(KOFA ApS、体積25L)から管熱交換器(長さ3メートル；外径6インチ；内管2インチ；それぞれ直径1.5インチ)を通して、50Hzで動作するローブポンプ(APV、CL/1

50

/ 0 2 1 / 1 0 ) によって容器に戻して、5 , 2 0 0 L / 時で連続的に再循環した。

【 0 1 1 2 】

機械的エネルギー下で活性化した後、サンプル混合物を 1 5 に冷却し、次いで V i n c e n t プレス ( モデル C P - 4 ) を使用して排出した。次いで、排出されたサンプルを従来通りに 2 回洗浄し、各洗浄は、1 0 % 炭酸ナトリウムを使用して 3 . 5 に pH 調節した 3 0 L の 6 0 % イソプロピルアルコール中で 5 分間行った。洗浄したサンプルは、その後、6 5 の加熱キャビネットで 1 0 時間乾燥した。次に、乾燥したサンプルを 2 5 0 ミクロンの粒子サイズに粉碎した。

【 0 1 1 3 】

サンプル 2 ( アルコール洗浄した / 活性化した ) : サンプル 2 を温度 4 0 で活性化したこと以外は、サンプル 1 と同様にサンプル 2 を調製した。 10

【 0 1 1 4 】

乾燥した、従来の水洗したオレンジの皮を得て、2 つのサンプル、サンプル 3 および 4 に分割した。

【 0 1 1 5 】

サンプル 3 ( 水洗 / 活性化 ) : 水洗した出発ペクチン含有バイオマス材料 1 0 0 0 グラム ( 乾燥分 ) を、1 0 , 8 0 0 キログラムの機械的エネルギー下でその材料を 3 0 L の 6 0 % エタノールおよび 1 0 0 mL の 6 2 % 硝酸と 7 0 で 1 時間接触させることにより活性化した。

【 0 1 1 6 】

機械的エネルギーは、サンプル混合物 ( 材料、アルコールおよび酸 ) の一定の再循環ポンピングによって誘導した。より具体的には、サンプル混合物は、容器 ( K O F A A p S 、体積 2 5 L ) から管熱交換器 ( 長さ 3 メートル ; 外径 6 インチ ; 内管 2 インチ ; それぞれ直径 1 . 5 インチ ) を通して、5 0 H z で動作するローブポンプ ( A P V 、 C L / 1 / 0 2 1 / 1 0 ) によって容器に戻して、5 , 2 0 0 L / 時で連続的に再循環した。 20

【 0 1 1 7 】

機械的エネルギー下で活性化した後、サンプル混合物を 1 5 に冷却し、次いで V i n c e n t プレス ( モデル C P - 4 ) を使用して排出した。次いで、排出されたサンプルを従来通りに 1 0 % 炭酸ナトリウムを使用して 4 . 0 に pH 調節した 3 0 L の 6 0 % エタノール中で 5 分間洗浄した。洗浄したサンプルは、その後、6 5 の加熱キャビネットで 1 0 時間乾燥した。次に、乾燥したサンプルを 2 5 0 ミクロンの粒子サイズに粉碎した。 30

【 0 1 1 8 】

サンプル 4 ( 水洗した / 活性化した ) : サンプル 4 を温度 4 0 で活性化したこと以外は、サンプル 3 と同様にサンプル 4 を調製した。

【 0 1 1 9 】

回収率 ( サンプル中の可溶性ペクチンの % ) 、固有粘度 ( サンプルから抽出されたペクチンの ) 、残留糖含量 ( サンプルの重量 % ) 、サンプル中のペクチンのエステル化度 ( D E ) 、サンプルのガラクトロン酸度 ( G A ) 、見かけ粘度 ( サンプルを溶解または分散した溶液の ) およびサンプルの水結合能力 ( 水のグラム / 固形分のグラム ) を測定し、コイルオーバーラップパラメーターを計算した。結果を以下の表にまとめる。 40

【表6】

サンプル	回収率 (%)	IV (dL/g)	コイル オーバー <sup>10</sup> ラップ (dL/g)	残留糖含量 (%)	DE (%)	GA (%)	VIS (mPa·s)	水結合 (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

## 【0120】

サンプルは、機能特性の見かけ粘度が、40で処理されたものよりも70で機械的処理を受けたサンプルではるかに高いことを示している。これは、40よりも高い温度で出発ペクチン含有バイオマス材料を処理すると、40よりも低い温度で処理した材料と比較して、材料の機能が向上することを示している。<sup>20</sup>

## 【0121】

## ・例3

米国特許第8,323,513号に記載の方法を使用して、新鮮なオレンジの皮をアルコールで洗浄し、次いで手でプレスし、続いて2回目の連続洗浄／プレスして、乾燥したアルコール洗浄した出発ペクチン含有バイオマス材料を形成した。その乾燥アルコール洗浄した出発ペクチン含有バイオマス材料を、その後、サンプル1および2の2つのサンプルに分割した。

## 【0122】

サンプル1（乾燥／機械的エネルギーなし）：アルコール洗浄した出発ペクチン含有バイオマス材料2,500グラム（乾燥分）を、機械的エネルギーにかけることなく、その材料を70で1時間アルコールおよび酸と接触させることにより活性化した。使用した酸の量は、乾燥皮抽出に使用される酸の量に対応するように選択した（0.1mL酸／グラム皮）：2500グラム乾燥皮、250mL 62%硝酸；20L 60%イソプロピルアルコール。従来の方法で、つまり機械的エネルギーを使用せずに、活性化した後、サンプルを25に冷却してから排出した。次に、排出したサンプルを100Lの60%イソプロピルアルコールで洗浄し、次いで、65の加熱キャビネットで10時間乾燥させた。次に、乾燥したサンプルを250ミクロンの粒子サイズに粉碎した。<sup>30</sup>

## 【0123】

サンプル2（乾燥／機械的エネルギー）：アルコール洗浄した出発ペクチン含有バイオマス材料1000グラム（乾燥分）を、10,800キログラムの機械的エネルギー下でその材料をアルコールおよび酸と70で1時間接触させることにより活性化した。使用した酸の量は、乾燥皮抽出に使用される酸の量に対応するように選択した（0.1mL酸／グラム皮）：1000グラム乾燥皮、100mL 62%硝酸；30L 60%イソプロピルアルコール。<sup>40</sup>

## 【0124】

機械的エネルギーは、サンプル混合物（材料、アルコールおよび酸）の一定の再循環ポンピングによって誘導した。より具体的には、サンプル混合物は、容器（KOFA ApS、体積25L）から管熱交換器（長さ3メートル；外径6インチ；内管2インチ；それぞれ直径1.5インチ）を通して、50Hzで動作するローブポンプ（APV、CL/1/021/10）によって容器に戻して、5,200L／時で連続的に再循環した。<sup>50</sup>

**【 0 1 2 5 】**

機械的エネルギー下で活性化した後、サンプル混合物を 15 に冷却し、次いで V i n c e n t プレス（モデル C P - 4 ）を使用して排出した。次いで、排出されたサンプルを従来通りに 2 回洗浄し、各洗浄は、10 % 炭酸ナトリウムを使用して 3.5 に pH 調節した 30 L の 60 % イソプロピルアルコール中で 5 分間洗浄した。洗浄したサンプルは、その後、65 の加熱キャビネットで 10 時間乾燥した。次に、乾燥したサンプルを 250 ミクロンの粒子サイズに粉碎した。

**【 0 1 2 6 】**

米国特許第 8, 323, 513 号に記載の方法を使用して、新鮮なオレンジの皮をアルコールで洗浄し、湿潤したプレスしたアルコール洗浄した出発ペクチン含有バイオマス材料を形成した。 10

**【 0 1 2 7 】**

サンプル 3（湿潤 / 機械的エネルギー）：湿潤したプレスしたアルコール洗浄した出発ペクチン含有バイオマス材料 950 グラム（乾燥分）を、10, 800 キログラムの機械的エネルギー下でその材料をアルコールおよび酸と 70 で 1 時間接触させることにより活性化した。使用した酸の量は、乾燥皮抽出に使用される酸の量に対応するように選択した（0.1 mL 酸 / グラム 皮）：1000 グラム乾燥皮、100 mL 62 % 硝酸；30 L 60 % イソプロピルアルコール。

**【 0 1 2 8 】**

機械的エネルギーは、サンプル混合物（材料、アルコールおよび酸）の一定の再循環ポンピングによって誘導した。より具体的には、サンプル混合物は、ステンレス容器（攪拌なし）から管熱交換器（長さ 3 メートル；外径 6 インチ；内管 2 インチ；それぞれ直径 1.5 インチ）を通して、50 Hz で動作するロープポンプ（APV、CL / 1 / 021 / 10）によって容器に戻して、5, 200 L / 時で連続的に再循環した。 20

**【 0 1 2 9 】**

機械的エネルギー下で活性化した後、サンプル混合物を 15 に冷却し、次いで V i n c e n t プレス（モデル C P - 4 ）を使用して排出した。次いで、排出されたサンプルを従来通りに 2 回洗浄し、各洗浄は、10 % 炭酸ナトリウムを使用して 3.5 に pH 調節した 30 L の 60 % イソプロピルアルコール中で 5 分間洗浄した。洗浄したサンプルは、その後、65 の加熱キャビネットで 10 時間乾燥した。次に、乾燥したサンプルを 250 ミクロンの粒子サイズに粉碎した。 30

**【 0 1 3 0 】**

回収率（サンプル中の可溶性ペクチンの % ）、固有粘度（サンプルから抽出されたペクチンの）、残留糖含量（サンプルの重量 % ）、サンプル中のペクチンのエステル化度（DE）、サンプルのガラクトロン酸度（GA）、見かけ粘度（サンプルを溶解または分散した溶液の）およびサンプルの水結合能力（水のグラム / 固形分のグラム）を測定し、コイルオーバーラップパラメーターを計算した。結果を以下の表にまとめる。

【表7】

サンプル	回収率 (%)	IV (dL/g)	コイル オーバー <sup>10</sup> ラップ (dL/g)	残留糖含量 (%)	DE (%)	GA (%)	VIS (mPa·s)	水結合 (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

## 【0131】

表7に示すように、機能的特性の見かけ粘度は、出発ペクチン含有バイオマス材料が洗浄されたがその後乾燥されなかったサンプルにおいてはるかに高い。これは、特定の例では、活性化（出発ペクチン含有バイオマス材料を活性化溶液と接触させ、その混合物を機械的エネルギーにかける）の前に、洗浄した出発ペクチン含有バイオマス材料の乾燥を避けることが望ましい場合があることを示している。また、表に示すように、機能特性SAGは、機能特性の粘度と同じパターンに従う。<sup>20</sup>

## 【0132】

## ・例4

米国特許第8,323,513号に記載の方法を使用して、新鮮なオレンジの皮をアルコールで洗浄し、次いで手でプレスし、続いて2回目の連続洗浄／プレスして、乾燥したアルコール洗浄した出発ペクチン含有バイオマス材料を形成した。

## 【0133】

サンプル1：アルコール洗浄した出発ペクチン含有バイオマス材料1,000グラム（乾燥分）を、10,800キログラムの機械的エネルギー下でその材料を70で1時間アルコールおよび酸と接触させることにより活性化した。使用した酸の量は、乾燥皮抽出に使用される酸の量に対応するように選択した（0.1mL酸／グラム皮）：1000グラム乾燥皮、100mL 62%硝酸；30L 60%イソプロピルアルコール。<sup>30</sup>

## 【0134】

機械的エネルギーは、サンプル混合物（材料、アルコールおよび酸）の一定の再循環ポンピングによって誘導した。より具体的には、サンプル混合物は、容器（KOFA ApS、体積25L）から管熱交換器（長さ3メートル；外径6インチ；内管2インチ；それぞれ直径1.5インチ）を通して、50Hzで動作するローブポンプ（APV、CL/1/021/10）によって容器に戻して、5,200L／時で連続的に再循環した。<sup>40</sup>

## 【0135】

機械的エネルギー下で活性化した後、サンプル混合物を15に冷却し、次いでVincenzoプレス（モデルCP-4）を使用して排出した。次いで、排出されたサンプルを従来通りに2回洗浄し、各洗浄は、10%炭酸ナトリウムを使用して3.5にpH調節した30Lの60%イソプロピルアルコール中で5分間洗浄した。洗浄したサンプルは、その後、65の加熱キャビネットで10時間乾燥した。次に、乾燥したサンプルを粉碎し、すべてのサンプルが同じメッシュサイズになるように、100ミクロンのスクリーンでふるいにかけた。

## 【0136】

サンプル2：米国特許第8,323,513号に記載の方法を使用して、新鮮なオレンジの皮をアルコールで洗浄し、次いで手でプレスし、続いて2回目の連続洗浄／プレスし<sup>50</sup>

て、湿潤したアルコール洗浄した出発ペクチン含有バイオマス材料を形成した。

【0137】

湿潤したアルコール洗浄した出発ペクチン含有バイオマス材料950グラム（乾燥分）を、10,800キログラムの機械的エネルギー下でその材料を70で1時間アルコールおよび酸と接触させることにより活性化した。使用した酸の量は、乾燥皮抽出に使用される酸の量に対応するように選択した（0.1mL酸/グラム皮）：1000グラム乾燥皮、100mL 62%硝酸；30L 60%イソプロピルアルコール。

【0138】

機械的エネルギーは、サンプル混合物（材料、アルコールおよび酸）の一定の再循環ポンピングによって誘導した。より具体的には、サンプル混合物は、ステンレス容器（攪拌なし）から管熱交換器（長さ3メートル；外径6インチ；内管2インチ；それぞれ直径1.5インチ）を通して、50Hzで動作するロープポンプ（APV、CL/1/021/10）によって容器に戻して、5,200L/時で連続的に再循環した。

【0139】

機械的エネルギー下で活性化した後、サンプル混合物を15に冷却し、次いでVincenzoプレス（モデルCP-4）を使用して排出した。次いで、排出されたサンプルを従来通りに2回洗浄し、各洗浄は、10%炭酸ナトリウムを使用して3.5にpH調節した30Lの60%イソプロピルアルコール中で5分間洗浄した。洗浄したサンプルは、その後、65の加熱キャビネットで10時間乾燥した。次に、乾燥したサンプルを粉碎し、すべてのサンプルが同じメッシュサイズになるように、100ミクロンのスクリーンでふるいにかけた。

【0140】

4つの比較サンプルも得て、すべてを100ミクロンのふるいでふるい分けした。これらの比較サンプルは、以下の表に示すように市販の柑橘繊維製品であった。

【表8】

市販サンプル	商品名	市販バッチ番号
C1	CitriFi 100M40	R13162M40
C2	Herbacei AQ Plus citrus	31210020
C3	FiberGel Citrus 5100	510015M21A
C4	Creamfibre 7000	PT52825

【0141】

回収率（サンプル中の可溶性ペクチンの%）、固有粘度（サンプルから抽出されたペクチンの）、残留糖含量（サンプルの重量%）、サンプル中のペクチンのエステル化度（DE）、サンプルのガラクトロン酸度（GA）、見かけ粘度（サンプルを溶解または分散した溶液の）、サンプルの水結合能力（水のグラム/固形分のグラム）およびサンプルのSAGを測定し、コイルオーバーラップパラメーターを計算した。結果を以下の表にまとめた。

10

20

30

40

【表9】

サンプル	回収率 (%)	IV (dL/g)	コイルオーバーラップ (dL/g)	残留糖含量 (%)	DE (%)	GA (%)	VIS (mPa·s)	水結合 (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
C1	18.2	6.1	1.11	21.1	67.6	44.3	56	13.1	<<60
C2	10.3	3.4	0.35	1.9	60.9	22.5	180	16.5	ゲルなし
C3	20.9	2.7	0.56	39.6	6.6	43.8	10	8.1	ゲルなし
C4	0.6	2.2	0.01	N/A	19	3.5	4	7.1	ゲルなし

10

## 【0142】

表9に示すように、比較サンプルのいずれも、より大きいコイルオーバーラップパラメーターを有さず、したがって、サンプル1～2と比較して、機能性はより低い。さらに、サンプル1～2は、見かけ粘度と水結合能力が大きく、比較サンプルとは異なり、ゲル化能力を有する。これらの結果は、従来のペクチン含有バイオマス組成物と比較した本開示の例示的なペクチン含有バイオマス組成物の機能的優位性を示している。

## 【0143】

## ・例5

20

米国特許第8,323,513号に記載の方法を使用して、新鮮なオレンジの皮をアルコールで洗浄し、次いで手でプレスし、続いて2回目の連続洗浄／プレスして、次いで、65度10時間乾燥し、乾燥したアルコール洗浄した出発ペクチン含有バイオマス材料(5～10%残留水分)を形成した。

## 【0144】

米国特許第8,323,513号に記載の方法を使用して、新鮮なオレンジの皮をアルコールで洗浄し、次いで手でプレスし、続いて2回目の連続洗浄／プレスして、湿潤したアルコール洗浄した出発ペクチン含有バイオマス材料(35～45%乾燥分)を形成した。

## 【0145】

30

前処理サンプル(サンプル1～4)：各サンプルについて、1000グラム(乾燥分)の乾燥したアルコール洗浄した出発ペクチン含有バイオマス材料と活性化溶液(100mL 62%硝酸：30L 60%アルコール)との混合物を、室温で1回Boston Shear Mill(BSM)(モーターサイズが15HP(11kW)および外径1インチ(25mm)のモデルBSM-25)を通して前処理した。次に、各サンプルについて前処理混合物をさらに処理した。Boston Shear Millによってサンプル1、2、3および4に与えた機械的エネルギーの量は、BSMの効果とサンプルの処理時間から計算した。サンプル1および2について、BSMで33リットルを処理する時間は、125秒だった；サンプルに追加されたエネルギーは、11kW×125秒、つまり1380キロジュールだった。サンプル3と4について、流量はより高く、処理時間はわずか63秒だった。したがって、追加されるエネルギーは690キロジュール(乾燥分1kg当たり)だった。

40

## 【0146】

サンプル2およびサンプル4：各サンプルについて、前処理した混合物を閉じたプラスチックバッグに移し、機械的入力なしで3～4時間65度に置いた。その後、サンプルを排出し、pH4で80%イソプロピルアルコール20Lで洗浄した。その後、サンプルを排出し、プレスし、乾燥させた。次に、乾燥したサンプルを250ミクロンの粒子サイズに粉碎した。

## 【0147】

サンプル1およびサンプル3：各サンプルについて、前処理した混合物(材料、アルコ

50

ールおよび酸)をイネーターシステムでさらに処理した。機械的エネルギーは、サンプル混合物(材料、アルコールおよび酸)の一定の再循環ポンピングによって誘導した。より具体的には、サンプル混合物は、ステンレス容器(攪拌なし)から65℃を維持しながら管熱交換器(長さ3メートル;外径6インチ;内管2インチ;それぞれ直径1.5インチ)を通して、10Hzで動作するロープポンプ(APV、CL/1/021/10)によって容器に戻して、1,000L/時で50分間(3000秒)、加熱(15分)と冷却(15分)を含めて連続的に再循環した。

【0148】

ポンプモーターは、50Hzで2kWである;10Hzでは、効果はわずか0.4kWである;サンプル1および3に与えられたエネルギーは、0.4kW×3000秒、すなわち1200キロジュール(乾燥分1kg当たり)であった。

10

【0149】

機械的エネルギー下で活性化した後、サンプル混合物を15℃に冷却し、次いでvincentプレス(モデルCP-4)を使用して排出した。次いで、排出されたサンプルを従来通りに2回洗浄し、各洗浄は、10%炭酸ナトリウムを使用して4にpH調節した30Lの60%イソプロピルアルコール中で5分間洗浄した。洗浄したサンプルは、その後、65℃の加熱キャビネットで10時間乾燥した。次に、乾燥したサンプルを粉碎し、250ミクロンのスクリーンでふるいにかけた。

【0150】

前処理なしサンプル:各サンプルについて、乾燥したアルコール洗浄した1000グラム(乾燥分)と活性化溶液(62%硝酸100mL:60%アルコール30L)との混合物をイネーターで処理した。機械的エネルギーは、サンプル混合物(材料、アルコールおよび酸)の一定の再循環ポンピングによって誘導した。より具体的には、サンプル混合物は、ステンレス容器(攪拌なし)から65℃を維持しながら管熱交換器(長さ3メートル;外径6インチ;内管2インチ;それぞれ直径1.5インチ)を通して、異なる周波数で異なる時間動作するロープポンプ(APV、CL/1/021/10)によって容器に戻して、1,000L/時で連続的に再循環した。

20

【0151】

機械的エネルギー下で活性化した後、サンプル混合物を15℃に冷却し、次いでvincentプレス(モデルCP-4)を使用して排出した。次いで、排出されたサンプルを従来通りに2回洗浄し、各洗浄は、10%炭酸ナトリウムを使用して4にpH調節した30Lの60%イソプロピルアルコール中で5分間洗浄した。洗浄したサンプルは、その後、65℃の加熱キャビネットで10時間乾燥した。次に、乾燥したサンプルを粉碎し、250ミクロンのスクリーンでふるいにかけた。

30

【0152】

前処理なしサンプルの処理パラメーターを以下の表に要約する:

【表10】

サンプル	ロープポンプ速度 および対応する効果	加熱および冷却を 含む時間(分)
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

40

【0153】

サンプル8:1,000(乾燥分)のアルコール洗浄した出発ペクチン含有バイオマス材料を、機械的エネルギーにさらすことなく、その材料を65℃で3~4時間アルコール

50

および酸と接触させることにより活性化した。使用した酸の量は、乾燥皮抽出に使用される酸の量に対応するように選択した(0.1mL酸/グラム皮):1000グラム乾燥皮、100mL 62%硝酸;30L 60%イソプロピルアルコール。

【0154】

従来の、すなわち、機械的エネルギーなしの活性化後、サンプルを25℃に冷却し、次に排出した。次に、排出したサンプルを、10%炭酸ナトリウムを使用して4.0にpH調節した30Lの80%イソプロパノールで30分間、従来通り洗浄した。次に、洗浄した皮を65℃の加熱キャビネットで10時間乾燥させた。次に、乾燥したサンプルを250ミクロンの粒子サイズに粉碎した。

【0155】

各サンプルに与えた機械的エネルギーの総量を以下の表に要約する:

【表11】

サンプル	BSMエネルギー(kJ)	イネーターエネルギー*(kJ)	総エネルギー** (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

\*イネーターのエネルギーは、ポンプの効果および運転時間によって計算した

\*\*総エネルギーは、BSMエネルギーおよびイネーターエネルギーの合計である

10

20

30

【0156】

回収率(サンプル中の可溶性ペクチンの%)、固有粘度(サンプルから抽出されたペクチンの)、サンプル中のペクチンのエステル化度(DE)、見かけ粘度(サンプルを溶解または分散した溶液の)およびサンプルの水結合能力(水のグラム/固形分のグラム)を測定し、コイルオーバーラップパラメーターを計算した。結果を以下の表にまとめる。

## 【表12】

サンプル	回収率 (%)	IV (dL/g)	コイル オーバーラップ (dL/g)	DE (%)	VIS (mPa·s)	水結合 (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

## 【0157】

表に示すように、サンプルに与えられる機械的エネルギーの量が乾燥分 1 kg 当たり 1,500 キロジュールを超える場合、コイルオーバーラップパラメーターは 2 より大きく、したがって 500 mPa·s を超える見かけ粘度を有する。

## 【0158】

## ・例 6

米国特許第 8,323,513 号に記載の方法を使用して、新鮮なオレンジの皮をアルコールで洗浄し、次いで手でプレスし、続いて 2 回目の連続洗浄 / プレスして、アルコール洗浄した出発ペクチン含有バイオマス材料を形成した。

## 【0159】

サンプル 1 ~ 3 (イネーターでの加熱) : 各サンプルについて、1,000 グラム (乾燥分) のアルコール洗浄した、プレスした皮と活性化溶液 (100 mL の 62% 硝酸 : 30 L 60% アルコール) との混合物をイネーターで処理した。

## 【0160】

機械的エネルギーは、サンプル混合物 (材料、アルコールおよび酸) の一定の再循環ポンピングによって誘導した。より具体的には、サンプル混合物は、ステンレス容器 (攪拌なし) から 70 を維持しながら管熱交換器 (長さ 3 メートル; 外径 6 インチ; 内管 2 インチ; それぞれ直径 1.5 インチ) を通して、ローブポンプ (APV, CL / 1 / 0 2 1 / 1 0) によって (サンプル 1 では 40 Hz で、加熱と冷却を含め 50 分間 (3000 秒) 動作; サンプル 2 では 40 Hz、加熱と冷却を含め 90 分間 (5400 秒) 動作; サンプル 3 では 50 Hz で、加熱と冷却を含め 50 分間 (3000 秒) 動作) 容器に戻して連続的に再循環した。

## 【0161】

排出したサンプルを、10% 炭酸ナトリウムを使用して 4.0 に pH 調節した 30 L の 80% イソプロパノールで 30 分間、従来通り洗浄した。次に、洗浄した皮を 65 の加熱キャビネットで 10 時間乾燥させた。次に、乾燥したサンプルを 250 ミクロンの粒子サイズに粉碎した。

## 【0162】

サンプル 4 ~ 9 (イネーター後の加熱) : 各サンプルについて、1,000 グラム (乾燥分) のアルコール洗浄した、プレスした皮と活性化溶液 (100 mL の 62% 硝酸 : 30 L 60% アルコール) との混合物を、サンプル 1 ~ 3 で説明したようにイネーターで

10

20

30

40

50

処理したが、プロセスは 25 で実行し、ポンプは 50 Hz で動作した。サンプル 4 ~ 6 は、すべて 20 分間 (1200 秒) 処理し、サンプル 7 ~ 9 は、60 分間 (3600 秒) 処理した。イネーター処理後、混合物を、皮と活性化溶液に分離した。活性化溶液を攪拌容器中で 70 に加熱し、皮をその容器に加えた。70 での加熱時間は、5 分 (サンプル 4)、20 分 (サンプル 5)、60 分 (サンプル 6)、5 分 (サンプル 7)、20 分 (サンプル 8) および 60 分 (サンプル 9) であった。

#### 【0163】

排出したサンプルを、10% 炭酸ナトリウムを使用して 4.0 に pH 調節した 30 L の 80% イソプロパノールで 30 分間、従来通り洗浄した。次に、洗浄した皮を 65 の加熱キャビネットで 10 時間乾燥させた。次に、乾燥したサンプルを 250 ミクロンの粒子サイズに粉碎した。

10

#### 【0164】

回収率 (サンプル中の可溶性ペクチンの %)、固有粘度 (サンプルから抽出されたペクチンの)、サンプル中のペクチンのエステル化度 (DE)、見かけ粘度 (サンプルを溶解または分散した溶液の) およびサンプルの水結合能力 (水のグラム / 固形分のグラム) を測定し、コイルオーバーラップパラメーターを計算した。結果を以下の表にまとめる。

#### 【表 13】

サンプル	回収率 (%)	IV (dL/g)	コイルオーバーラップ (dL/g)	DE (%)	水結合 (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

20

30

#### 【0165】

上の表に示すように、得られた活性化ペクチン含有バイオマス組成物の機能性は、出発ペクチン含有バイオマス材料および活性化溶液の混合物を機械的エネルギーにかける間またはその後に、その混合物を加熱するか否かによって必ずしも影響されない。したがって、適切な活性化ペクチン含有バイオマス組成物は、混合物が一つ、すなわち、機械的エネルギー処理中または後のいずれかで加熱されるかに関係なく、提供することができる。

40

#### 【0166】

##### ・例 7

米国特許第 8,323,513 号に記載の方法を使用して、新鮮なオレンジの皮をアルコールで洗浄し、次いで手でプレスし、続いて 2 回目の連続洗浄 / プレスと乾燥して、乾燥アルコール洗浄した出発ペクチン含有バイオマス材料を形成した。

#### 【0167】

各サンプルについて、1,000 グラム (95% 乾燥分) のアルコール洗浄した、乾燥した皮と活性化溶液 (150 mL の 62% 硝酸 : 30 L 60% アルコール) との混合物

50

をイネーターで処理した。

【0168】

機械的エネルギーは、サンプル混合物（材料、アルコールおよび酸）の一定の再循環ポンピングによって誘導した。より具体的には、サンプル混合物は、ステンレス容器（攪拌なし）から55（サンプル1）、65（サンプル2）または75（サンプル3）を維持しながら管熱交換器（長さ3メートル；外径6インチ；内管2インチ；それぞれ直径1.5インチ）を通して、50Hzで動作するローブポンプ（APV、CL/1/021/10）によって容器に戻して30分間連続的に再循環した。

【0169】

排出したサンプルを、10%炭酸ナトリウムを使用して4.0にpH調節した30Lの80%イソプロパノールで30分間、従来通り洗浄した。次に、洗浄した皮を65の加熱キャビネットで10時間乾燥させた。次に、乾燥したサンプルを250ミクロンの粒子サイズに粉碎した。

【0170】

回収率（サンプル中の可溶性ペクチンの%）、固有粘度（サンプルから抽出されたペクチンの）、サンプル中のペクチンのエステル化度（DE）、見かけ粘度（サンプルを溶解または分散した溶液の）およびサンプルの水結合能力（水のグラム/固形分のグラム）を測定し、コイルオーバーラップパラメーターを計算した。結果を以下の表にまとめる。

【表14】

10

20

サンプル	IV (dL/g)	回収率 (%)	コイル オーバーラップ (dl/g)	DE (%)	VIS (mPa·s)	水結合 (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

30

【0171】

上の表に示すように、得られた活性化ペクチン含有バイオマス組成物の機能性は、活性化の温度によって影響される。活性化の温度が高くなると、IVは、低下する傾向がある一方、回収率、コイルオーバーラップ、見かけ粘度および水結合は、増大する傾向がある。DEは、実質的に一定のままである。

【0172】

・例8

米国特許第8,323,513号に記載の方法を使用して、新鮮なオレンジの皮をアルコールで洗浄し、次いで手でプレスし、続いて2回目の連続洗浄/プレスして、アルコール洗浄した出発ペクチン含有バイオマス材料を形成した。

40

【0173】

各サンプルについて、1,000グラム（乾燥分）のアルコール洗浄した、プレスした皮と30L 60%アルコール中に異なる濃度の62%硝酸を含む活性化溶液との混合物をイネーターで処理した。

【0174】

機械的エネルギーは、サンプル混合物（材料、アルコールおよび酸）の一定の再循環ポンピングによって誘導した。より具体的には、サンプル混合物は、ステンレス容器（攪拌なし）から55~75を維持しながら管熱交換器（長さ3メートル；外径6インチ；内管2インチ；それぞれ直径1.5インチ）を通して、40~50Hzで動作するローブポンプ（APV、CL/1/021/10）によって容器に戻して5~60分間連続的に再

50

循環した。

【0175】

排出したサンプルを、10%炭酸ナトリウムを使用して4.0にpH調節した30Lの80%イソプロパノールで30分間、従来通り洗浄した。次に、洗浄した皮を65°の加熱キャビネットで10時間乾燥させた。次に、乾燥したサンプルを250ミクロンの粒子サイズに粉碎した。

【0176】

回収率(サンプル中の可溶性ペクチンの%)、固有粘度(サンプルから抽出されたペクチンの)、サンプル中のペクチンのエステル化度(DE)およびサンプルの水結合能力(水のグラム/固体分のグラム)を測定し、コイルオーバーラップパラメーターを計算した。結果を、酸、温度、エネルギー投入量および処理時間の影響について、以下の表にまとめる。

【表15】

サンプル	酸 (ml/kg 乾燥分)	温度 (°C)	時間 (分)	エネルギー (kJ)	IV (dl/g)	回収率 (%)	コイル オーバー <sup>10</sup> ラップ (dl/g)	DE (%)	水結合 (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

20

【0177】

表15に示すように、一定の酸濃度および温度で処理時間を変えすると、処理時間が長くなるとIVは、やや減少する傾向があり、処理時間を長くすると回収率は、やや増加する傾向があり、コイルオーバーラップは、処理時間とは無関係に実質的に一定のままであり、DEと水結合は、実質的に一定のままである。

【表16】

サンプル	酸 (ml/kg 乾燥分)	温度 (°C)	時間 (分)	エネルギー (kJ)	IV (dl/g)	回収率 (%)	コイル オーバー <sup>30</sup> ラップ (dl/g)	DE (%)	水結合 (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

30

【0178】

表15に比べて表16に示すように、低い酸濃度および低い温度で処理時間を変えると、処理時間が長くなるとIVは、やや減少する傾向があり、処理時間を長くすると回収率は、やや増加する傾向があり、コイルオーバーラップは、処理時間とは無関係に実質的に一定のままであり、DEは、実質的に一定のままである。しかし、処理時間が長くなると、水結合は、増大する傾向がある。

40

【表17】

サンプル	酸 (ml/kg 乾燥分)	温度 (°C)	時間 (分)	エネルギー (kJ)	IV (dl/g)	回収率 (%)	コイル オーバー <sup>一</sup> ラップ (dl/g)	DE (%)	水結合 (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

10

【0179】

表17に示すように、一定の酸濃度および一定の低い処理温度で、処理時間を変化させると、IVは、5～60分の範囲の処理時間でかなり一定のままであり、処理時間を長くすると回収率は、増加し、処理時間を長くするとコイルオーバーラップは、増大し、およびDEと水結合は、実質的に一定である。

【表18】

サンプル	酸 (ml/kg 乾燥分)	温度 (°C)	時間 (分)	エネルギー (kJ)	IV (dl/g)	回収率 (%)	コイル オーバー <sup>一</sup> ラップ (dl/g)	DE (%)	水結合 (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

20

【0180】

表18に示すように、高い酸濃度およびさらに低い処理温度で処理時間を変化させると、IVは、短い処理時間で減少する傾向があり、処理時間を長くすると回収率は、増加する傾向があり、処理時間を長くするとコイルオーバーラップは、増大する傾向があり、およびDEと水結合は、5～60分の範囲の処理時間で実質的に一定のままである。

30

【表19】

サンプル	酸 (ml/kg 乾燥分)	温度 (°C)	時間 (分)	エネルギー (kJ)	IV (dl/g)	回収率 (%)	コイル オーバー <sup>一</sup> ラップ (dl/g)	DE (%)	水結合 (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

40

【0181】

表19に示すように、一定の温度および処理時間で酸濃度が増加すると、IVは、低下し、回収率は増加し、コイルオーバーラップは増大し、DEは減少し、水結合は増大する。

【0182】

したがって、これらの結果は、酸濃度、処理温度および処理時間を変更して、活性化ペクチン含有バイオマス組成物の処理を最適化するための多くの選択肢を提供し得ることを示している。

【0183】

酸濃度は、乾燥分1kg当たり50～250mlの62%硝酸の範囲、好ましくは、乾

50

燥分 1 kg 当たり 100 ~ 250 mL の 62% 硝酸の範囲、より好ましくは、乾燥分 1 kg 当たり 150 ~ 250 mL の 62% 硝酸の範囲である。

【0184】

処理温度は、55 ~ 75、好ましくは 65 ~ 75、より好ましくは 70 ~ 75 の範囲である。

【0185】

処理時間は、5 ~ 60 分の範囲、好ましくは 15 ~ 60 分、より好ましくは 20 ~ 60 分である。

【0186】

理想的な組み合わせは、乾燥分 1 kg 当たり酸濃度 150 mL の 62% 硝酸（濃硝酸）  
10  
、処理温度 70、処理時間 15 分であり、より低い温度が望まれる場合、より高い酸濃度を適用し得る。

【0187】

・例 9

この例は、異なる出発ペクチン含有バイオマス材料の使用、およびペクチン抽出プロセスについて出発材料として使用し得る活性化ペクチン含有バイオマス組成物の得られる特性を実証する。

【0188】

リンゴをプレスした。プレスした搾りかすに 63% イソプロパノールを添加し、次いでその搾りかすを 5 分間洗浄し、プレスした。1 つのサンプルを 80% イソプロパノールでもう一度洗浄し、プレスし、乾燥キャビネットで乾燥させた。他のサンプルについては、イネーターで、1 kg のプレスしたリンゴ搾りかすの固形分と 24 kg の 60% イソプロパノールとを混合した。乾燥分 1 kg 当たり 100 mL の濃硝酸を加えた。小型ロープポンプで循環しながら、それを 70 度 60 分間活性化した。活性化後、搾りかすをプレスした。次に、それを 60% イソプロパノールで洗浄し、プレスした。次に、それを 80% イソプロパノールで洗浄し、プレスして乾燥した。  
20

【0189】

キクイモをプレスした。プレスした搾りかすに 63% イソプロパノールを添加し、その搾りかすを 5 分間洗浄し、プレスした。1 つのサンプルを 80% イソプロパノールでもう一度洗浄し、プレスし、乾燥キャビネットで乾燥させた。他のサンプルについては、イネーターで、1 kg のプレスしたリンゴ搾りかすの固形分と 24 kg の 60% イソプロパノールとを混合した。乾燥分 1 kg 当たり 100 mL の濃硝酸を加えた。小型ロープポンプで循環しながら、それを 70 度 60 分間活性化した。活性化後、搾りかすをプレスした。次に、それを 60% イソプロパノールで洗浄し、プレスした。次に、それを 80% イソプロパノールで洗浄し、プレスして乾燥した。  
30

【0190】

オレンジをプレスした。プレスした皮に 63% イソプロパノールを添加し、その皮を 5 分間洗浄し、プレスした。1 つのサンプルを 80% イソプロパノールでもう一度洗浄し、プレスし、乾燥キャビネットで乾燥させた。他のサンプルについては、イネーターで、1 kg のプレスしたオレンジの皮の乾燥分と 24 kg の 60% イソプロパノールとを混合した。乾燥分 1 kg 当たり 100 mL の濃硝酸を加えた。小型ロープポンプで循環しながら、それを 70 度 60 分間活性化した。活性化後、その皮をプレスした。次に、それを 60% イソプロパノールで洗浄し、プレスした。次に、それを 80% イソプロパノールで洗浄し、プレスして乾燥した。  
40

【0191】

糖抽出物からのテンサイ切片を選択した。その切片に 63% イソプロパノールを添加し、5 分間洗浄してプレスした。1 つのサンプルを 80% イソプロパノールでもう一度洗浄し、プレスし、乾燥キャビネットで乾燥させた。他のサンプルについては、イネーターで、1 kg のプレスした切片の乾燥分と 27 kg の 60% イソプロパノールとを混合した。乾燥分 1 kg 当たり 100 mL の濃硝酸を加えた。小型ロープポンプで循環しながら、そ  
50

れを 70 度 60 分間活性化した。活性化後、その切片をプレスした。次に、それを 60 % イソプロパノールで洗浄し、プレスした。次に、それを 80 % イソプロパノールで洗浄し、プレスして乾燥した。

【表 20】

サンプル	説明	比エネルギー (kJ/kg 乾燥分)	総混合物 (kg)	比エネルギー (kJ/kg 混合物)	DE (%)	回収率 (%)	IV (dl/g)	コイル オーバーラップ (dl/g)
1	リンゴ	10800	27	400	77.4	3.0	14.5	0.4
2	活性化リンゴ	10800	27	400	76.9	14.8	12.1	1.8
3	キクイモ	10800	27	400	54.8	9.1	1.3	0.1
4	活性化キクイモ	10800	27	400	56.8	22.2	5.5	1.2
5	オレンジ	10800	27	400	70.2	15	7.8	1.2
6	活性化オレンジ	10800	27	400	68.9	39	7.5	2.9
7	ビート	10800	30	360	54.1	1.7	2.9	0.05
8	活性化ビート	10800	30	360	54.4	15.0	3.3	0.5

10

20

【0192】

試験したすべての原料について同様のパターンが見出された、すなわち、ペクチンは、活性化プロセスによって in situ で可溶性にされた。コイルオーバーラップパラメーターと回収率の両方は、活性化なしの対応するアルコール洗浄したサンプルよりも数倍高い。果物である活性化リンゴは、2に近い COP を示すのに対し、キクイモのような活性化野菜と活性化テンサイは、0.5 ~ 1.2 の範囲の COP を示す。活性化オレンジ(柑橘類)は、2より大きい最高 COP を示す。

【0193】

30

可溶性纖維成分および不溶性纖維成分の両方を有する活性化ペクチン含有バイオマス組成物を含むペクチン含有バイオマス組成物は、これらに限定されないが、スープ、ソースおよびドレッシングなどの香味製品；栄養補助食品；および動物飼料用のプレバイオティクスを含む多くの用途で使用され得る。不溶性纖維成分の保水能力は、例えば、使い捨ておむつならびに生理用ナプキンおよびパンティライナーなどの女性衛生製品における液体吸収剤としての活性化ペクチン含有バイオマス組成物の使用を促進する。活性化ペクチン含有バイオマス組成物中の可溶性ペクチン成分は、例えば、欧州特許第 1812120B1 号に開示されているように、抽出ペクチンと同じ用途でそれらを有用にする。アンモニアを中和し、したがって悪臭を除去する可溶性ペクチン成分の特性を、液体を吸収する不溶性纖維成分と組み合わせることにより、活性化ペクチン含有バイオマス組成物は、液体を吸収してアンモニアを中和する猫のトイレでも有用である。さらに、活性化ペクチン含有バイオマス組成物は、ペクチンを製造するための抽出プロセスの出発材料として有用である。

40

【0194】

活性化ペクチン含有バイオマス組成物を製造する方法および活性化ペクチン含有組成物の様々な態様は、以下を含む：

【0195】

態様 1：活性化ペクチン含有バイオマス組成物を製造する方法であって、方法は、A) 不溶性纖維成分と不溶性プロトペクチン成分を含む出発ペクチン含有バイオマス材料をアルコールの水溶液と混合して混合物を形成すること；

50

B) 出発ペクチン含有バイオマス材料を(i)酸をその混合物に添加することによって形成された活性化溶液にさらすことにより、その混合物のpHを約0.5～約2.5の範囲内に調節することと、(i)約40より高い温度に加熱することによって、出発ペクチン含有バイオマス材料を活性化して、不溶性纖維成分および可溶性ペクチン成分を含む活性化ペクチン含有バイオマス材料を形成すること；

C) 機械的エネルギーを、(i)ステップ(A)の混合物に、(i)ステップ(B)の活性化中に、または(i)ステップ(A)の混合物に、かつ、ステップ(B)の活性化中に、適用すること；および

D) その混合物から活性化ペクチン含有バイオマス組成物を分離すること；を含み、その方法の間、混合物中に存在するアルコールは、混合物の総重量に基づいて約40重量パーセント以上である、方法。 10

【0196】

態様2：ステップC)で機械的エネルギーを適用することが、混合物中の出発ペクチン含有バイオマス材料をその纖維状構造に変化させることをさらに含む、態様1に記載の方法。

【0197】

態様3：可溶性ペクチン成分が、出発ペクチン含有バイオマス材料から実質的に抽出されない、前態様のいずれか1つに記載の方法。

【0198】

態様4：ステップC)で機械的エネルギーを適用することが、ポンプ、プレート精碎機、ディスク精碎機、押出機、ロープポンプおよび遠心ポンプの群のうちの少なくとも1つによって行われる、前態様のいずれか1つに記載の方法。 20

【0199】

態様5：機械的エネルギーが、出発ペクチン含有バイオマス材料の乾燥分1キログラム当たり約800キロジュール以上、または混合物1キログラム当たり約36キロジュール以上である、前態様のいずれか1つに記載の方法。

【0200】

態様6：活性化ペクチン含有バイオマス組成物が、約2.0以上のコイルオーバーラップパラメーターを有する、前態様のいずれか1つに記載の方法。

【0201】

態様7：加熱することが、約60～約80の温度に約15～約60分の期間である、前態様のいずれか1つに記載の方法。 30

【0202】

態様8：ステップD)が、活性化ペクチン含有バイオマス組成物のpHを約3.5～約4.5に調節することをさらに含む、前態様のいずれか1つに記載の方法。

【0203】

態様9：機械的エネルギーが、出発ペクチン含有バイオマス材料の乾燥分1キログラム当たり約1200キロジュール以上、または混合物1キログラム当たり約40キロジュール以上である、前態様のいずれか1つに記載の方法。

【0204】

態様10：活性化ペクチン含有バイオマス組成物が、約2.3以上のコイルオーバーラップパラメーターを有する、態様9に記載の方法。

【0205】

態様11：機械的エネルギーが、出発ペクチン含有バイオマス材料の乾燥分1キログラム当たり約1900キロジュール以上、または混合物1キログラム当たり約60キロジュール以上である、前態様のいずれか1つに記載の方法。

【0206】

態様12：活性化ペクチン含有バイオマス組成物が、約2.5以上のコイルオーバーラップパラメーターを有する、態様11に記載の方法。

【0207】

10

20

30

40

50

態様 1 3 : 分離した活性化ペクチン含有バイオマス組成物を乾燥すること、ミリングすることまたは乾燥とミリングすることの両方をさらに含む、前態様のいずれか 1 つに記載の方法。

【 0 2 0 8 】

態様 1 4 : ステップ A ) の出発ペクチン含有バイオマス材料が、柑橘類から得られる、前態様のいずれか 1 つに記載の方法。

【 0 2 0 9 】

態様 1 5 : 出発ペクチン含有バイオマス材料が、アルコール洗浄した柑橘類の皮である、態様 1 4 に記載の方法。

【 0 2 1 0 】

態様 1 6 : 活性化ペクチン含有バイオマス組成物が、約 2 以上のコイルオーバーラップパラメーターと約 60 パーセント以上の可溶性ペクチン成分のエステル化度との両方を含む、態様 1 4 ~ 1 5 のいずれか 1 つに記載の方法。

【 0 2 1 1 】

態様 1 7 : 活性化ペクチン含有バイオマス組成物が、ブルックフィールド粘度計を使用して温度 25 および pH 4.0 の水溶液中で測定したとき、約 150 mPa · s ~ 約 3500 mPa · s の見かけ粘度、約 14 g / g ~ 約 27 g / g の水結合能力、活性化ペクチン含有バイオマス組成物の約 20 重量 % ~ 約 45 重量 % の量で存在する可溶性ペクチン成分、および約 2.5 ~ 約 5.5 の pH の群のうちの 1 つ以上の特性を含む、態様 1 4 ~ 1 6 のいずれか 1 つに記載の方法。

【 0 2 1 2 】

態様 1 8 : 柑橘類から得られた活性化ペクチン含有バイオマス組成物であって、セルロース材料を含む不溶性纖維成分；および易溶性ペクチンを含む可溶性ペクチン成分；を含み、活性化ペクチン含有バイオマス組成物は、約 2 以上のコイルオーバーラップパラメーターを有する、活性化ペクチン含有バイオマス組成物。

【 0 2 1 3 】

態様 1 9 : 不溶性纖維成分および可溶性ペクチン成分が、液体が易溶性ペクチンにアクセス可能とする開いた構造を形成する、態様 1 8 に記載の活性化ペクチン含有バイオマス組成物。

【 0 2 1 4 】

態様 2 0 : 活性化ペクチン含有バイオマス組成物が、約 80 ~ 約 55 重量 % の不溶性纖維成分と、約 20 ~ 約 45 重量 % の可溶性ペクチン成分とを含む、態様 1 8 ~ 1 9 のいずれか 1 つに記載の活性化ペクチン含有バイオマス組成物。

【 0 2 1 5 】

態様 2 1 : 可溶性ペクチン成分のエステル化度が、約 60 パーセント以上である、態様 1 8 ~ 2 0 のいずれか 1 つに記載の活性化ペクチン含有バイオマス組成物。

【 0 2 1 6 】

態様 2 2 : コイルオーバーラップパラメーターが、約 2.3 以上である、態様 1 8 ~ 2 0 のいずれか 1 つに記載の活性化ペクチン含有バイオマス組成物。

【 0 2 1 7 】

態様 2 3 : コイルオーバーラップパラメーターが、約 2.5 以上である、態様 1 8 ~ 2 0 のいずれか 1 つに記載の活性化ペクチン含有バイオマス組成物。

【 0 2 1 8 】

態様 2 4 : 活性化ペクチン含有バイオマス組成物が、ブルックフィールド粘度計を使用して温度 25 および pH 4.0 の水溶液中で測定したとき、約 150 mPa · s ~ 約 3500 mPa · s の見かけ粘度、約 14 g / g ~ 約 27 g / g の水結合能力、活性化ペクチン含有バイオマス組成物の約 20 重量 % ~ 約 45 重量 % の量で存在する可溶性ペクチン成分、および約 2.5 ~ 約 5.5 の pH の群のうちの 1 つ以上の特性を含む、態様 1 8 ~ 2 4 のいずれか 1 つに記載の活性化ペクチン含有バイオマス組成物。

10

20

30

40

50

## 【0219】

態様 25：活性化ペクチン含有バイオマス組成物であって、セルロース材料を含む不溶性纖維成分；および易溶性ペクチンを含む可溶性ペクチン成分；を含み、

活性化ペクチン含有バイオマス組成物は、(i) リンゴ、キクイモまたはビートから選択される出発ペクチン含有バイオマス材料から得られ、(ii) 約0.5～約2.0の範囲内のコイルオーバーラップパラメーターを有し、かつ、(iii) 出発ペクチン含有バイオマス材料のコイルオーバーラップパラメーターよりも少なくとも約300%大きいコイルオーバーラップパラメーターを有する、活性化ペクチン含有バイオマス組成物。

## 【0220】

10

態様 26：食品成分である、態様 18～25 のいずれか 1 つに記載の活性化ペクチン含有バイオマス組成物。

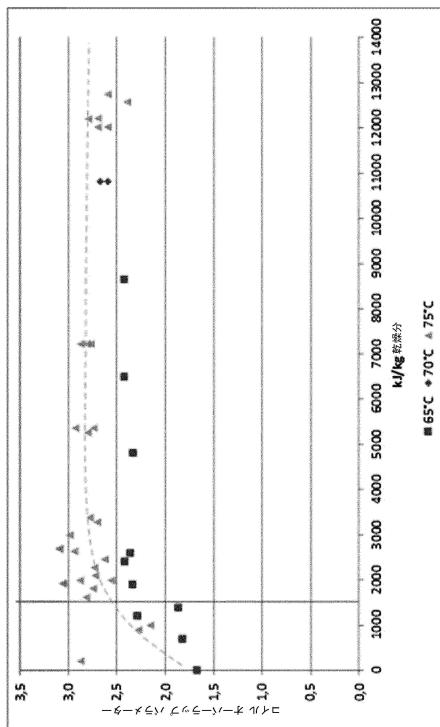
## 【0221】

態様 27：ペクチン抽出のための出発材料として使用される、態様 18～25 のいずれか 1 つに記載の活性化ペクチン含有バイオマス組成物。

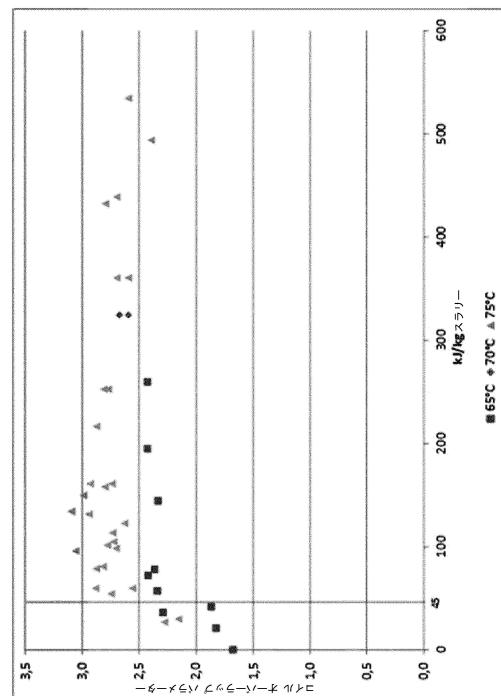
## 【0222】

態様 28：態様 1～17 のいずれか 1 つの方法から誘導された活性化ペクチン含有バイオマス組成物を含むまたは態様 18～26 のいずれか 1 つの態様に記載の活性化ペクチン含有バイオマス組成物を含む、製品。

【図1】



【図2】



---

フロントページの続き

- (31)優先権主張番号 15/892,639  
(32)優先日 平成30年2月9日(2018.2.9)  
(33)優先権主張国・地域又は機関  
米国(US)

早期審査対象出願

- (72)発明者 イエンツ エスキル トルドセ  
デンマーク国 4000 ロスキレ コング ヴァルデマルス ヴェイ 32  
(72)発明者 ドナルド エフ ヒスコック  
アメリカ合衆国 ミズーリ州 63117 セント ルイス ベルビュー アベニュー 1219  
(72)発明者 カルステン クリット  
デンマーク国 4660 ストア ヘディング ムンケヘイヴェン 24  
(72)発明者 トミー エウィ ペデルセン  
デンマーク国 4000 ロスキレ ブレデキャレト 8

審査官 佐久 敬

- (56)参考文献 国際公開第01/038400 (WO, A1)  
特開平03-197502 (JP, A)  
特表2014-516108 (JP, A)  
特表2002-533533 (JP, A)  
特開昭63-089501 (JP, A)  
特開昭61-089204 (JP, A)  
特開平03-149201 (JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C08B  
A23L  
Caplus / REGISTRY (STN)