

República Federativa do Brasil
Ministério do Desenvolvimento, Indústria
e do Comércio Exterior
Instituto Nacional da Propriedade Industrial.

(11) PI0014767-2 B1

(22) Data de Depósito: 13/10/2000
(45) Data da Concessão: 28/12/2010
(RPI 2086)



(51) Int.Cl.:

D21C 5/00
D21C 3/04
D21H 11/12
A23L 1/308
A23L 1/10
A23L 1/314
A21D 2/18
C08B 30/10

(54) Título: PRODUTO DE FIBRA, PROCESSO PARA FABRICAÇÃO DE PRODUTO DE FIBRA, PRODUTO DE PAPEL, COMPOSIÇÃO ALIMENTÍCIA E PROCESSO PARA FABRICAÇÃO DE PRODUTO ALIMENTÍCIO.

(30) Prioridade Unionista: 15/10/1999 US 09/419.438

(73) Titular(es): Cargill, Incorporated

(72) Inventor(es): David Edward Garlie, Jagannadh V. Satyavolu, John T. McDonald, Kevin Ray Anderson, Paula R. Krogmann

"PRODUTO DE FIBRA, PROCESSO PARA FABRICAÇÃO DE PRODUTO DE FIBRA, PRODUTO DE PAPEL, COMPOSIÇÃO ALIMENTÍCIA E PROCESSO PARA FABRICAÇÃO DE PRODUTO ALIMENTÍCIO "

Referência Cruzada a Pedidos Correlatos

5 O Pedido US correspondente é uma continuação em parte do Pedido US 09/419.438, depositado em 15 de outubro de 1999. A revelação completa do US Número de Série 09/419.438 é incorporada aqui como referência.

Campo da Invenção

10 Esta revelação se refere a um processo para processamento de fibras a base de sementes de plantas (SBF) para obter um aditivo de fibra melhorado (EFA); EFA preferido; e usos dos mesmos.

Antecedentes

15 Grãos, tais como, de milho e soja são processados para separar os componentes úteis, tais como, proteína, óleo, amido e fibra da semente. O amido é tipicamente modificado para fabricar produtos que são úteis em aplicações alimentícias e industriais. O óleo é tipicamente 20 refinado e usado como óleo para cozinhar e/ou tostar. A proteína da soja é tipicamente processada como um aditivo alimentício. A proteína de glúten do milho é tipicamente usada como um ingrediente alimentício na indústria de aves domésticas. A semente da fibra é tipicamente usada como um 25 ingrediente alimentício para muitas razões para animais domésticos e para alimentação bovina. Contudo, é desejável obter-se uma fibra de semente processada que seja apropriada para outros usos, por exemplo, na fabricação de papel e/ou como aditivo alimentício para consumo humano.

Sumário

Esta revelação provê, entre outras coisas, metodologia para processamento de fibra a base de semente, de modo a obter um aditivo de fibra melhorado. Em aplicações típicas, o processo inclui o tratamento de uma fibra a base de semente com uma solução de ácido diluída. A solução de ácido diluída típica inclui um ácido forte ou fraco e um líquido aquoso ou água. Preferivelmente, o ácido é um ácido forte, tal como, ácido clorídrico ou ácido sulfúrico. A fibra a base de semente é preferivelmente tratada com a solução de ácido diluída por um período de tempo suficiente para reduzir o teor de lignina da fibra a base de semente. A fibra resultante é algumas vezes referida aqui como uma fibra tratada com ácido. A fibra tratada com ácido pode ser lavada, para remoção do ácido residual e impurezas, e ser seca para formar um aditivo de fibra melhorado. Aqui, o termo, "aditivo de fibra melhorado" se refere a uma fibra a base de semente, que foi melhorada por tratamento com ácido em qualquer uma das maneiras gerais caracterizadas aqui, independente se outros melhoramentos foram realizados.

No processamento preferido, o processo inclui o tratamento de uma fibra tratada com ácido com um agente de modificação. O agente de modificação preferivelmente inclui uma solução de clorito de ácido ou uma solução de peróxido. Uma solução de clorito de ácido preferida, típica, inclui um líquido aquoso, um ácido forte selecionado do grupo consistindo em ácido sulfúrico e ácido clorídrico e um sal de clorito selecionado do grupo consistindo em clorito de

sódio, clorito de potássio, clorito de magnésio e clorito de cálcio. A solução de peróxido típica, preferida, inclui um peróxido de hidrogênio e um líquido aquoso ou água. A fibra tratada com ácido pode ser tratada tanto com a solução de 5 clorito ácida quanto com a solução de peróxido ou ambas. A fibra tratada com ácido é tipicamente tratada com o agente de modificação por um período de tempo suficiente para aperfeiçoar o brilho das fibras. A fibra resultante com brilho aperfeiçoadado é também referida como aditivo de fibra 10 melhorado ou uma fibra modificada. A fibra modificada é tipicamente lavada para remover as substâncias químicas residuais e impurezas e seca para formar um aditivo de fibra melhorado com mais brilho. Em alguns casos, o tratamento leva à redução no teor de lignina, como uma porcentagem.

15 A revelação também provê um processo para fabricação de papel e um produto de papel. O papel é formado por processamento da madeira para fabricar uma polpa de madeira; combinação da polpa de madeira com aditivo de fibra melhorado para formar uma polpa de madeira, posicionamento 20 da polpa modificada sobre uma tela; drenagem da polpa modificada; prensagem da polpa modificada e secagem da polpa modificada. A polpa de madeira pode ser preparada tanto por formação de polpa química quanto mecânica. A revelação também provê um produto de papel, que inclui polpa de 25 madeira e o aditivo de fibra melhorado. Papéis alternativos, incluindo fibras alternativas de madeira podem também ser feitos com EFA.

A revelação também provê um processo para

preparação de um produto alimentício e o produto alimentício resultante, onde o produto alimentício é formado por combinação de um ingrediente (ou ingredientes) com o aditivo de fibra melhorado.

5 Breve Descrição dos Desenhos

A figura 1 mostra um fluxograma dos métodos de processamento de fibra a base de semente de acordo com a presente invenção.

A figura 2 mostra uma impressão digital de
10 Micrografia de Varredura de Elétron (SEM) tomada a 100X da fibra de milho moída (SBF-C) de um processo de moagem úmida de milho.

A figura 3 mostra uma impressão digital de Micrografia de Varredura de Elétron com aumento de cem vezes
15 do aditivo de fibra melhorado moído da fibra de milho (EFA-C) fabricado de acordo com a presente invenção.

A Figura 4 é uma comparação Espectral Raman de Transformação Fourier de SBC-C e o EFA-C.

A figura 5 é um gráfico mostrando a resistência à
20 ruptura de folhas de papel de mão com e sem EFA-C (aditivo de fibra melhorado de cascas de milho).

A figura 6 é um gráfico mostrando a resistência à tração exibida por folhas de papel de mão com e sem EFA-C.

A figura 7 é um gráfico mostrando a resistência à
25 ruptura de folhas de papel de mão com e sem EFA-S (aditivo de fibra melhorado de cascas de soja) e EFA-W (aditivo de fibra melhorado de produtos de trigo).

A figura 8A mostra um esquema de uma máquina de

fabricar papel piloto WMU.

A figura 9 é um gráfico mostrando a resistência à ruptura do papel em dois pesos base diferentes feitos com e sem o EFA-C.

5 A figura 10 mostra a resistência à tração do papel em dois pesos base diferentes feitos com e sem EFA-C.

A figura 11 mostra a resistência ao esgarçamento do papel em dois pesos base diferentes, feitos com e sem EFA-C.

10 A figura 12 representa uma resistência de Scott Bond do papel em dois pesos base diferentes feitos com e sem o EFA-C.

A figura 13 mostra a porosidade do papel em dois pesos base diferentes feitos com e sem EFA-C.

15 A figura 14 mostra a densidade em volume do papel em dois pesos base diferentes feitos com e sem EFA-C.

A figura 15 mostra a resistência de durabilidade do papel em dois pesos base diferentes feitos com e sem EFA-C.

20 A figura 16 mostra o melhoramento da resistência de papel interno Scott Bond com a adição de EFA-C a 2%.

A figura 17 mostra a porosidade das folhas feitas com e sem EFA-C.

A figura 18 mostra a densificação do papel com 25 adição de EFA-C a 2%.

A figura 19 mostra uma imagem SEM com aumento de 800 vezes de uma folha de papel de 18.144 g sem EFA.

A figura 20 mostra uma imagem SEM com aumento de

800 vezes de uma folha de 18.144 g feita com EFA-C a 1% adicionado antes da etapa de refino.

A figura 21 mostra Espectros de Refletância de Infravermelho em Transformação de Fourier do papel com e sem EFA.

A figura 22 mostra Espectro de Correlação de Infravermelho Próximo do papel.

A figura 23 é uma impressão digital de imagens de Micrografia de Varredura de Elétron (SEM) de papel melhoradas com EFA e papel sem EFA.

A figura 24 mostra impressão digital preto e branco de uma imagem química infravermelha feita de papel não EFA.

A figura 25 mostra uma impressão digital em preto e branco de uma imagem química infravermelha feita de papel EFA.

A figura 26 é um gráfico de resposta NIR e quantidade de EFA adicionado para avaliação do papel.

A figura 27 é uma impressão digital de uma imagem TEM de uma amostra SBF, após formação de imagem em ouro e celulose.

A figura 28 é uma impressão digital de um TEM de uma amostra EFA após formação de imagem em ouro e celulose.

A figura 29 mostra os resultados do estudo para avaliar o efeito do EFA no teor de gordura e umidade de cogumelos fritos.

A figura 30 mostra os resultados de um estudo para avaliar o efeito de EFA no teor de gordura e umidade de

"zucchini" frito.

Descrição Detalhada

I - Comentários Gerais

A revelação provê um método para processamento de fibra obtida de grãos, tais como, milho, aveia, trigo, soja e arroz para obter um aditivo de fibra melhorado. O aditivo de fibra melhorado é apropriado para vários usos incluindo, porém não limitado ao uso como aditivo de papel ou como aditivo alimentício.

Conforme usado aqui, o termo "Fibra a Base de Semente" ou "SBF" se refere à fibra que não de madeira obtida de plantas. Fibra a Base de Sementes inclui vários polímeros, incluindo celulose, hemicelulose e lignina. "Celulose" é um polímero linear de glicose que forma uma estrutura de "esqueleto" da fibra. A ligação de hidrogênio entre os polímeros de celulose confere alta resistência às fibras de celulose. "Hemicelulose" se refere a uma classe de polímeros de açúcar incluindo açúcares de cinco carbonos, manose, galactose, glicose e ácido 4-O-metil-D-glucurônico e os açúcares de cinco carbonos xilose e arabinose. Os polímeros de hemicelulose são essencialmente lineares, exceto para cadeias laterais de açúcar simples e substituintes de acetila. Os polímeros de hemicelulose são mais solúveis e lábeis do que a celulose e podem ser solubilizados de paredes de células de plantas usando álcalis, tais como, hidróxido de sódio. "Holocelulose" é um termo que se refere à celulose total e teor de hemicelulose da fibra. "Lignina" é um polímero complexo de unidades de

fenoxipropanol que possuem uma estrutura tridimensional, amorfa. A lignina é um aditivo ou ligante que mantém as fibras juntas.

Como exemplo, um núcleo de milho típico contém (porcentagem em peso) cerca de 39-40% de hemicelulose (teor de hemicelulose alto, bom suplemento para polpa comercial); 11-30% de celulose (teor de celulose baixo, não é bom para papel); 3-6% de lignina (baixo, bom); < 1% de cinza (baixo, bom); 22-23% de amido; 3-4% de gordura e 10-12% de proteína.

10 II - Preparação do Aditivo de Fibra Melhorado (EFA)

II.A - Etapas de Processo

A revelação provê um processo para processamento de material de fibra a base de semente (SBF) para formar um aditivo de fibra melhorado (EFA). O processo inclui 15 tratamento de SBF com um ácido ("etapa de tratamento de ácido") para formar uma fibra tratada com ácido ou material de fibra a base de semente modificado. ("Modificado" neste contexto significa que a SBF não está mais em sua forma não tratada). A fibra tratada com ácido pode ser lavada e usada 20 como um aditivo de fibra melhorado. No processamento preferido, a fibra tratada com ácido é tratada com um agente de modificação ("uma etapa de modificação de superfície") para formar uma fibra modificada. A fibra modificada pode então ser lavada e usada como um aditivo de fibra melhorado 25 preferido (EFA). Um fluxograma do processo preferido e algumas variações selecionadas é mostrado na Figura 1. (Opcional e preferivelmente, a SBF pode ser lavada ou de outra forma tratada antes da etapa de tratamento com ácido).

Aqui o termo SBF se refere geralmente ao material de fibra antes do tratamento com ácido, sem importar se ele foi previamente lavado ou tratado de outra forma.

II.A.1 - Tratamento com Ácido

5 Na etapa de tratamento com ácido, SBF é tratada com um ácido para modificação. A modificação é observada no amaciamento e afrouxamento das fibras. Na etapa de tratamento com ácido, a SBF é misturada com uma solução de ácido diluída para formar uma pasta de ácido. A pasta de 10 ácido é deixada reagir por tempo suficiente para amaciá-la e afrouxá-la. Preferivelmente, a reação é realizada em uma temperatura elevada, isto é, uma temperatura acima de 80°C, tipicamente a 100°C a 140°C.

O termo "solução de ácido diluída" se refere a uma 15 solução na qual uma quantidade de ácido é combinada com um grande volume de água. A quantidade de ácido combinada com água pode variar dependendo da resistência do ácido, da fibra sendo tratada e das propriedades desejadas do aditivo de fibra melhorado. A quantidade de ácido pode ser calculada 20 com base no percentual em peso do peso seco de SBF. A solução de ácido diluída pode ser preparada por combinação de um ácido forte ou um ácido fraco com água. Geralmente, uma solução de ácido diluída preparada usando um ácido fraco tende a conter uma quantidade molar maior de ácido fraco do 25 que a solução de ácido diluída preparada usando um ácido forte.

Soluções de ácido diluídas utilizáveis, típicas, são ácido clorídrico, ácido sulfúrico, ácido acético, ácido perclórico e composições de ácido fosfórico.

Geralmente, o ácido na solução de ácido diluída está incluindo na quantidade de cerca de 0,001% a 5% em peso de SBF seco (por exemplo, cerca de 0,001 a 5 gramas de ácido são usadas para cada 100 gramas de peso seco de fibra), mais preferivelmente cerca de 1% a cerca de 4% em peso de SBF seco, mais preferivelmente cerca de 2% a cerca de 3% em peso de SBF seco. Preferivelmente, a solução de ácido diluída é combinada com a SBF na razão de 10:1, mais preferivelmente cerca de 6:1, mais preferivelmente cerca de 3:1.

Preferivelmente, a solução de ácido diluída possui um pH abaixo de 5, tipicamente dentro da faixa de cerca de 0,5 a cerca de 3, preferivelmente de cerca de 1 a cerca de 3 e, mais preferivelmente de cerca de 1 a cerca de 2.

A etapa de tratamento de ácido é preferivelmente realizada em uma temperatura elevada (cerca de 21°C tipicamente maior do que 80°C) e razão de pressões da atmosférica a 3.447 Kpa, tipicamente 69 Kpa a 207 Kpa para facilitar a penetração do ácido nas fibras e para diminuir o período necessário de tempo para a reação completar. Se a temperatura da reação for muito alta, pode haver uma diminuição indesejável no rendimento. Portanto, a reação é preferivelmente realizada a uma temperatura dentro da faixa de cerca de 100°C a cerca de 140°C, mais preferivelmente cerca de 110°C a cerca de 130°C, mais preferivelmente cerca de 115°C a cerca de 120°C. Preferivelmente, a etapa de tratamento com ácido é realizada em um recipiente de pressão vedado, capaz de operar a temperaturas maiores do que 100°C. Exemplos de recipientes de pressão apropriados incluem um

reator de circulação (por exemplo, Digestor da M/K Systems localizada em Danvers, MA) ou um reator de mistura enjaquetado (por exemplo, digestor Pandia da Beloit Corporation localizada em Nashua, NH). Pressões típicas 5 dentro do reator serão de 64 Kpa a 345 Kpa. Os reatores não precisam ser purgados com ar.

Após a temperatura desejada ser obtida, a reação pode continuar por um período de tempo apropriado, tipicamente por um tempo suficiente para observar um 10 amaciamento e afrouxamento significante das fibras. Geralmente, a reação de tratamento com ácido é realizada por menos que duas horas e meia, por exemplo, cerca de meia a cerca de 2 horas serão tipicamente suficientes. Tratamentos preferidos típicos serão de cerca de 1 a cerca de 2 horas, 15 por exemplo, cerca de 1 a cerca de 1 hora e 25 minutos. Após a reação continuar por um período de tempo desejado, o reator é resfriado à temperatura ambiente e é ventilado para pressão atmosférica. Alternativamente, a solução de ácido quente e esgotada pode ser soprada através de um condensador 20 sob pressão e o conteúdo de sólidos resfriado com água fria. A fibra tratada com ácido é então removida do recipiente de reação.

A fibra tratada com ácido pode ser lavada para remover a solução de ácido esgotada. Conforme usado aqui, 25 "solução de ácido esgotada" se refere à solução de ácido diluída após a etapa de tratamento com ácido. A solução de ácido esgotada contém, tipicamente, lignina extraída, amido, substâncias químicas residuais e outras impurezas não

encontradas na solução de ácido diluída. Preferivelmente, a fibra tratada com ácido é lavada com água. Mais preferivelmente, se a fibra tratada com ácido for para ser usada como um aditivo de fibra melhorado, a etapa de lavagem 5 é realizada até o filtrado possuir um pH neutro (por exemplo, um pH entre cerca de 6,0 e 8,0, preferivelmente cerca de 7,0). Tipicamente, um filtrado possuindo um pH neutro pode ser obtido por troca da solução de ácido esgotada com 3 a 4 volumes de água. A fibra tratada com 10 ácido lavada pode então ser usada como um aditivo de fibra melhorado. Opcionalmente, a fibra tratada com ácido lavada pode ser seca.

No processamento preferido, a fibra tratada com ácido é lavada e adicionalmente modificada em uma etapa de 15 modificação de superfície. Quando a fibra tratada com ácido deve ser adicionalmente modificada em uma etapa de modificação de superfície, é preferível que o ácido residual da etapa de tratamento com ácido permaneça com a fibra tratada com ácido para ajudar a manter um pH ácido durante a 20 etapa de modificação de superfície. Assim, quando a fibra tratada com ácido deve ser adicionalmente modificada em uma etapa de modificação de superfície, a lavagem preferivelmente remove a maioria de qualquer lignina extraída, amido e outra matéria em partículas, porém deixa 25 alguma solução de ácido esgotado para trás. Isto pode tipicamente ser realizado por troca da solução de ácido com cerca de 1 a 2 volumes de água. É especificamente desejável que o ácido residual da etapa de tratamento com ácido

permaneça com a fibra tratada com ácido quando o processo de modificação de superfície inclui um tratamento com clorito de ácido brando.

II.A.2 - Modificação de Superfície

5 A fibra tratada com ácido é preferivelmente tratada usando uma ou mais etapas de modificação de superfície. Uma finalidade das etapas de modificação de superfície é aperfeiçoar o brilho do aditivo de fibra melhorado resultante (EFA) e aperfeiçoar a hidrofilicidade 10 do EFA. Um exemplo de uma etapa de modificação de superfície é a etapa de alvejamento. Embora a SBF possa ser tratada em uma etapa de modificação de superfície sem uma etapa de tratamento com ácido anterior, é preferido que a etapa de modificação de superfície seja realizada após a SBF ter 15 sofrido uma etapa de tratamento com ácido.

Na etapa de modificação de superfície, a fibra tratada com ácido é contatada com um agente de modificação para formar o aditivo de fibra melhorado preferido. Conforme usado aqui, "agente de modificação" se refere a uma 20 composição ou solução que é capaz de alterar a hidrofobicidade, hidrofilicidade e/ou brilho da fibra. Um agente de modificação preferivelmente aumenta a hidrofilicidade (ou diminui a hidrofobicidade) da fibra, por exemplo, por adição de grupos hidrófilos ou remoção de 25 grupos hidrófobos da fibra ou por alteração da área de superfície da fibra, tal que, grupos mais hidrófilos (ou grupos menos hidrófobos) sejam expostos. O agente de modificação de superfície pode também aumentar o brilho da

fibra, por exemplo, removendo a lignina. Um exemplo de um agente de modificação de superfície é o agente alvejante. Os agentes alvejantes usados na indústria de polpa de madeira podem ser usados. Uma solução de clorito ácido branda é um 5 agente alvejante preferido. Peróxido (tipicamente peróxido de hidrogênio) é outro agente alvejante que pode ser utilizado. Fibra tratada com ácido pode ser tratada usando uma solução de clorito ácido branda; uma solução de peróxido; ou uma combinação de ambos. O uso de uma solução 10 de clorito ácido em combinação com uma solução de peróxido (em etapas separadas) como agente alvejante é preferido. O brilho e hidrofilicidade das fibras é tipicamente melhorado quando ambos os tratamentos são usados.

Durante um tratamento com clorito ácido típico, a 15 fibra tratada com ácido é combinada com uma solução de clorito ácido e aquecida. Conforme usado aqui, o termo "solução de clorito ácido" se refere a uma solução que inclui um sal de clorito, um ácido forte ou fraco e, opcionalmente, um veículo aquoso. Preferivelmente, a solução 20 de clorito ácido possui um pH abaixo de 5, preferivelmente dentro da faixa de cerca de 2 a cerca de 5, preferivelmente cerca de 2 a cerca de 4, mais preferivelmente cerca de 2,5 a cerca de 3.

A solução de clorito ácido é combinada com uma 25 fibra tratada com ácido para formar uma pasta de fibra. Água tipicamente será adicionada à solução de clorito ácido, tal que a pasta de fibra resultante inclui cerca de 1% a cerca de 20% de sólidos, mais preferivelmente cerca de 5% em peso

a cerca de 10% em peso de sólidos. Tipicamente, a pasta inclui cerca de 1% a cerca de 5% em peso de clorito, mais preferivelmente cerca de 1% a cerca de 3% em peso, mais preferivelmente cerca de 1% a cerca de 2% em peso. Estas 5 porcentagens em peso são relativas ao peso da fibra seca. Por exemplo, a pasta pode incluir cerca de 1 a 2 gramas de clorito para cada 100 gramas de fibra (peso seco).

Embora a etapa de modificação possa ser realizada a temperatura ambiente, é preferivelmente realizada em uma 10 temperatura elevada (>21°C) para aumentar a razão de reação. Uma diminuição indesejável no rendimento pode ser observada, se a temperatura for muito alta. Tipicamente, a etapa de alvejamento é realizada a uma temperatura dentro da faixa de cerca de 50°C a cerca de 80°C, mais preferivelmente cerca de 15 55°C a cerca de 75°C, mais preferivelmente cerca de 65°C a cerca de 75°C. A reação é tipicamente conduzida em um recipiente vedado, sob atmosfera de ar, com mistura intermitente do conteúdo. A reação é realizada por cerca de meia hora a cerca de 2 horas, mais preferivelmente cerca de 20 1 hora a cerca de 2 horas, mais preferivelmente cerca de 1 hora a cerca de 1 hora e meia.

Após o tratamento com clorito ácido ser completado, a fibra modificada pode ser lavada com água para remover materiais extraídos e substâncias químicas em 25 excesso e pode então ser usada sem tratamento adicional como um aditivo de fibra melhorado (EFA).

A etapa de modificação pode ser selecionada para incluir uma etapa de tratamento com peróxido.

Preferivelmente, se conduzido, o peróxido é peróxido de hidrogênio e é combinado com a fibra em quantidade de cerca de 1% a cerca de 10% em peso da fibra seca, mais preferivelmente cerca de 2% a cerca de 7% em peso, mais 5 preferivelmente cerca de 3% a cerca de 6% em peso. Preferivelmente, o peróxido está incluído em uma solução que inclui peróxido e um solvente aquoso tal como água. Tipicamente, a solução de peróxido possui um pH de pelo menos 9, por exemplo entre 9 e 11,5, preferivelmente entre 10 cerca de 9,5 e 11, mais preferivelmente entre cerca de 10 e cerca de 10,5. Preferivelmente, o peróxido é preparado como uma solução alcalina branda por adição de uma base à solução alvejante para obter o pH desejado.

Como com o tratamento com clorito-ácido, o tratamento com peróxido pode ser realizado a temperatura ambiente. Contudo, é novamente desejável realizar a reação em uma temperatura elevada (>21°C) para aumentar a razão de reação e reduzir o tempo de reação. Contudo, a temperatura não seria tão alta ou a reação realizada muito longa ou o rendimento poderá ser indesejavelmente diminuído. A etapa de tratamento com peróxido é tipicamente conduzida a uma temperatura entre cerca de 50°C e 80°C, freqüentemente 55°C a 75°C, preferivelmente cerca de 55°C e cerca de 65°C e por cerca de meia a cerca de 2 horas, tipicamente 1 a 2 horas, 20 preferivelmente cerca de 1 a cerca de 1 hora e meia. Após o tratamento com peróxido, as fibras são tipicamente lavadas com água para um pH de cerca de 7,0 para remover as substâncias químicas em excesso e extractivos residuais e 25

podem ser usadas como aditivo de fibra melhorado (EFA).

Se ambos os tratamentos com clorito ácido e peróxido são usados para modificação da superfície, o tratamento com clorito ácido é preferivelmente realizado 5 antes do tratamento com peróxido. Isto é para minimizar o ajuste do pH.

II.A.3 - Etapas de Processo Adicionais

O aditivo de fibra melhorado (EFA), preparado conforme descrito acima, pode ser seco e moído para formar 10 um pó. Preferivelmente, a EFA é seca em uma temperatura elevada para diminuir o tempo de secagem. Contudo, se a temperatura for muito alta, o brilho pode ser reduzido. Geralmente, EFA processado é seco por exposição da fibra a uma temperatura inferior a 35°C, tipicamente entre 40°C e 15 70°C, preferivelmente 45°C-65°C, mais preferivelmente cerca de 55°C a 60°C por até 8 horas, ou até o teor de mistura da fibra ser inferior a 6% em peso. EFA seco pode ser moído a qualquer tamanho apropriado, dependendo do uso pretendido. Por exemplo, a fibra pode ser moída a um tamanho de malha 20 100 (Padrão US) para prover um aditivo de pó semelhante a amido. (Moagem para malha 100 significa que o material é moído e que a fração que passa através de um crivo padrão US de malha 11 é usada). Um moinho Retsch ou qualquer outro tipo de desintegrador pode ser usado. Deve-se tomar cuidado 25 para não carbonizar ou queimar a fibra durante a desintegração.

II.B - Materiais Usados no Processamento

II.B.1 - Etapa de Tratamento com Ácido

Tanto um ácido forte como fraco pode ser usado na etapa de tratamento com ácido. Exemplos de ácidos fortes 5 apropriados incluem ácido clorídrico, ácido nítrico e ácido sulfuroso. Ácido acético (CH_3COOH), ácido cítrico, ácido sulfuroso e ácido carbônico (H_2CO_3) são exemplos de ácidos fracos apropriados. Preferivelmente o ácido é um ácido forte. Mais preferivelmente, o ácido é ácido sulfúrico ou 10 ácido clorídrico.

II.B.2 - Etapa de Tratamento de Superfície

São conhecidos os agentes alvejantes. "Handbook for Pulp & Paper Technologists", por G.A. Smook, publicado por TAPPI (1989) provê uma discussão de uma variedade de 15 protocolos alvejantes que são úteis e é desta forma incorporado como referência aqui. Exemplos de tratamentos com alvejantes apropriados incluem fibras de reação com cloro elementar em meio ácido; extração alcalina de produtos de reação com hidróxido de sódio; reação de fibras com hipoclorito em solução alcalina; reação das fibras com dióxido de cloro em meio ácido; reação das fibras com peróxidos em meio alcalino; reação das fibras com oxigênio elementar em pressão alta em meio alcalino; e reação das fibras com ozônio.

25 Uma solução de clorito de ácido branda é um agente de modificação preferido. Exemplos de cloritos apropriados incluem clorito de sódio, clorito de cálcio, clorito de magnésio e clorito de potássio. Um clorito preferido é

clorito de sódio. Preferivelmente, o clorito é combinado com um ácido forte, tal como, ácido clorídrico ou ácido sulfúrico e um veículo aquoso, tal como água. Por exemplo, a solução de clorito ácida inclui uma razão molar de 1:1 de 5 clorito de sódio e ácido clorídrico. Alternativamente, a solução de clorito ácida pode incluir uma razão de 2:1 de clorito de potássio e ácido sulfúrico.

Outro agente de modificação preferido inclui peróxido. Peróxido de hidrogênio é um exemplo de peróxido 10 apropriado. Preferivelmente, o peróxido é preparado como uma solução alcalina branda por combinação do peróxido com um veículo aquoso (água) e um material básico. Hidróxido de sódio e hidróxido de potássio são exemplos de materiais básicos apropriados.

15 Opcionalmente, um agente quelante pode ser incluído na solução de peróxido. Os agentes quelantes são conhecidos. Um exemplo de um agente quelante apropriado é metassilicato de sódio. O agente quelante ligará vários íons metálicos no sistema.

20 III - Propriedades Selecionadas de Aditivo de Fibra

Melhorado (EFA)

O processo provê uma fibra processada, modificada referida como aditivo de fibra melhorado (EFA). Se o EFA não tiver sido modificado por alvejamento, ele tipicamente 25 possui um brilho da mesma cor que o material de partida. O EFA preferido é geralmente branco à castanho claro e tipicamente possui um brilho de pelo menos cerca de 50 ISO, preferivelmente pelo menos cerca de 70 ISO e, mais

preferivelmente, é o resultado de clareamento para pelo menos cerca de 80 ISO. O brilho ou brancura da fibra pode ser medido por sua capacidade de refletir a luz azul, em comparação a um padrão conhecido de óxido de magnésio em um comprimento de onda de detecção específico e ângulo de refletância (Processos de Teste TAPPI T 452 om-87).

O EFA pode ser caracterizado por capacidade de reter água e óleo significante, conforme medido por uma modificação de AACC (American Association of Cereal Chemists) Processo 56-20. O processo é descrito no Exemplo 7. Tipicamente, o EFA possui uma capacidade de manter água de pelo menos 200% em peso, geralmente pelo menos cerca de 300% em peso e, quando preparado de acordo com o processamento preferido descrito aqui, cerca de 500% em peso. A capacidade de reter óleo do EFA tipicamente é de pelo menos 150% em peso, geralmente pelo menos 200% em peso e, quando preparado de acordo com o processamento preferido descrito aqui, cerca de 300%.

O EFA também exibe características de formação de viscosidade nas soluções aquosas sob condições de cisalhamento alto ou homogeneização. Uma solução aquosa homogeneizada inclui 1,5% em peso, EFA tipicamente exibe uma viscosidade de pelo menos 10 cP usando um viscosímetro Brookfield Corporation, geralmente pelo menos 100 cP e, quando preparado com EFA feito de acordo com o processamento preferido aqui, possui uma viscosidade de pelo menos cerca de 400 cP.

O EFA, quando preparado de milho, tipicamente é

pelo menos de cerca de 70% a 100%, em peso de carboidrato (incluindo celulose e hemicelulose), mais tipicamente cerca de 80% a cerca de 95% em peso, e em alguns exemplos cerca de 85% a cerca de 95% em peso. A maioria da fração de 5 carboidrato, cerca de 75% em peso a cerca de 95% em peso é constituída de fibra dietética insolúvel. Mais tipicamente, quando preparado de milho, o EFA possui cerca de 85% a cerca de 90% em peso de fibra dietética insolúvel.

EFA derivado de aveia é tipicamente pelo menos 80% 10 a 100% em peso de carboidrato (incluindo hemicelulose e celulose), mais tipicamente 80% a 90% em peso e, em alguns casos, cerca de 85% a 90% em peso. EFA derivado de soja é tipicamente 70% a 100% em peso de carboidrato (incluindo celulose e hemicelulose), mais tipicamente cerca de 80% a 15 95% em peso e, em alguns casos, cerca de 80% a 85% em peso.

Acredita-se que as características desejáveis do aditivo de fibra melhorado resultem de modificações químicas que conduzem às alterações na natureza da holocelulose, hemicelulose e celulose do material. Isto é descrito na 20 seção VIII a seguir. Em geral, observa-se que o processamento conduz a um caráter de celulose maior, versus caráter de hemicelulose, no material de fibra (quando comparando-se ao material de fibra antes e após processamento). Além disto, acredita-se que muitas das 25 observações relacionadas à estrutura, cor e exposição do caráter de celulose relacionem-se à modificação a lignina, pelo menos na superfície, como resultado de modificações físicas e químicas.

Quando examinada usando um Microscópio de Varredura de Elétron, a estrutura do aditivo de fibra melhorado moído (EFA) tende a ter uma área de superfície aumentada, quando comparado à fibra não processada, tal como, fibra de milho moída (SBF-C). Considerando-se que SBF-C tipicamente possui uma aparência semelhante a rocha, estruturada, o EFA tende a ter uma aparência florida, semelhante a plumas. Acredita-se que a superfície aumentada, seja responsável, em parte, por muitas das propriedades desejadas do EFA.

IV - Usos para o EFA

IV - A. Comentários Gerais de Uso

O EFA pode ser usado para modificar as propriedades adesivas ou reológicas de uma variedade de produtos comerciais. Por exemplo, o EFA pode ser usado nas formulações de revestimento de papel e nas tintas. O EFA pode também ser usado nas formulações alimentícias. Adicionalmente, o EFA é apropriado para melhorar as propriedades de resistência do papel.

IV.B. - Fabricação de Papel

Na indústria do papel, os aditivos são usados freqüentemente para modificar as propriedades do papel. Por exemplo, amidos de extremidade úmida são adicionados para dimensionamento interno; e cargas inorgânicas (por exemplo, carbonato de cálcio, dióxido de titânio e argilas) são adicionados para propriedades de melhoramento óptico e como materiais de substituição de fibra. Outros aditivos de melhoramento de resistência sintéticos são também

conhecidos.

O EFA é também apropriado para uso na fabricação de papel, preferivelmente como um material de substituição de fibra. O EFA é natural, possui baixo teor de cinza e peso leve. Em contraste com as cargas inorgânicas, o EFA pode ser usado de uma maneira que não adiciona peso significante ao peso da folha de papel. Na realidade, foi verificado que o EFA, fabricado conforme descrito aqui, mantém ou aumenta as propriedades de resistência do papel nas aplicações onde o peso base do papel é diminuído em mais do que 10%, por exemplo, até 33%. A capacidade do EFA de aumentar a resistência do papel nas aplicações sem aumentar concomitante o peso base é atraente para ambos as instalações de fabricação de papel e para o consumidor do papel. O fabricante de papel pode beneficiar-se obtendo custos de material e operacionais mais baixos, enquanto o consumidor do papel pode beneficiar-se obtendo custos de expedição e postagem mais baixos. Especificamente, os papéis para impressão de jornais e revistas e LWC (Revestidos de Peso Leve) poderiam se beneficiar do peso base de papel reduzido, devido ao uso do EFA.

Para algumas aplicações de fabricação de papel, há menos correlação com redução de fibra de madeira e mais correlação com melhoramento da resistência do papel. Foi verificado que o EFA melhora as propriedades de resistência do papel mesmo em níveis de adição catalíticos. Conforme usado aqui, o termo "níveis de adição catalíticos" significa que o EFA é adicionado ao papel em uma quantidade menor,

tipicamente em um nível inferior a 10% em peso, geralmente em uma concentração de 0,1% em peso a 10% em peso, com base no teor de polpa para fabricação de papel; mais geralmente cerca de 0,5% em peso a 3,0% em peso e, preferivelmente, 5 cerca de 0,5% em peso a 2,0% em peso. Mercados que beneficiam-se do melhoramento da resistência incluem embalagens de líquidos, papelão alvejado, papel fino, papelão para forração e papelão enrugado.

Adicionalmente, EFA é um aditivo de fabricação de 10 papel que não agride o ambiente. O uso da fibra de madeira pode ser reduzido, por exemplo, de 5% até 33% (porcentagem em peso), enquanto usando apenas quantidades catalíticas de EFA. A redução no consumo da fibra de madeira não apenas preserva o fornecimento de fibra de madeira, porém também 15 reduz seqüencialmente a quantidade de formação de polpa e/ou substâncias químicas alvejantes, B.O.D. de esgoto (Demanda Biológica de Oxigênio), consumo de energia (por exemplo, elétrica e/ou energia de combustível fóssil) e custos de expedição/transporte do produto.

20 IV.B.1 - O Processo de Fabricação de Papel

O papel é basicamente formado de uma trama de fibras de polpa. A polpa é uma matéria prima fibrosa para fabricação de papel e geralmente é de origem vegetal. Contudo, fibras animais, minerais ou sintéticas podem estar 25 incluídas. A polpa usada na fabricação de papel é em sua maior parte geralmente derivada de fontes de madeira. Fontes que não a madeira, tais como, palhas de cereais ou materiais, tais como, linho/fibra de linho; cânhamo e fibras

sintéticas (por exemplo, fibras de polietileno) podem ser usados de misturas brutas. No produto de papel, o resultado destes materiais é referido aqui como "fibra de papel". Tipicamente, tais fontes de não madeira são usadas em 5 quantidades significativamente menores. A polpa pode também ser derivada de fibras secundárias ou recicladas.

Papel é tipicamente formado de uma pasta aquosa ou polpa ou outras fibras, que são filtradas através de um crivo e secas. Os fabricantes de papel tipicamente obtém 10 polpa de matérias-primas, tais como, lascas de madeira, pranchas, pó de serra, juta, pano ou papel reciclado por umedecer e bater a matéria prima para separar as fibras de papel e para formar uma pasta de fibra. A pasta de fibra é então refinada em uma máquina de refino, de modo a tornar a 15 superfície das fibras mais grossa.

Uma vez que a polpa é obtida, o papel pode ser formado por processo manual ou por máquinas. As mesmas etapas básicas estão envolvidas para a fabricação manual do papel ou por máquinas: (1) formação; aplicação da pasta de 20 polpa a um crivo; (2) drenagem; permitindo que a água drene por meio de uma força, tal como a gravidade ou uma diferença de pressão desenvolvida por uma coluna de água; (3) prensagem; adicionalmente retirando a água por espremer a água da folha; e (4) secagem; secagem ao ar ou secagem da 25 folha sobre uma superfície quente. De modo importante, a polpa seria aplicada ao crivo em uma consistência baixa (por exemplo, cerca de 0,1% a cerca de 1,0% de sólidos) para prover uma distribuição uniforme de fibras e uniformidade do

papel (G.A. Smook; 2^a Edição Handbook for Pulp and Paper Technologists; Angus Wilde Publications Inc. 1994).

O processo de fabricação de papel pode ser químico, mecânico ou químico-mecânico dependendo da quantidade desejada de lignina removida. As polpas produzidas usando meios químicos são geralmente mais fortes e facilmente alvejáveis para aumentar o brilho. Polpas mecânicas, por outro lado, tendem a reter mais lignina. Polpas mecânicas assim tendem a ser mais fracas e mais difíceis de alvejar. Polpas químico-mecânicas geralmente possuem propriedades de resistência algo entre as polpas químicas e mecânicas. Diferentes classificações de papel são feitas com diferentes tipos de polpa. Por exemplo, classificações para impressão de jornais e revistas tipicamente usam polpas mecânicas. Papéis de classificação de escrita e impressão de alta qualidade tipicamente utilizam polpas químicas alvejadas.

Conforme indicado acima, as substâncias químicas são tipicamente adicionadas durante a formação de polpa para remover a lignina. Contudo, as substâncias químicas também tendem a remover hemicelulose das fibras. É geralmente desejável reter algum teor de hemicelulose uma vez que a hemicelulose é um agente de ligação natural, que fornece tensão adicional e resistência reforçada à polpa de papel. Portanto, pode ser desejável substituir a hemicelulose perdida com uma hemicelulose contendo aditivo, tal como EFA (Aditivo de Fibra Melhorado) feito de acordo com o processo descrito aqui.

IV.B.2 - Uso do EFA nos Comentários Gerais de
Fabricação de Papel

Preferivelmente, o aditivo de fibra para fabricação de papel possui baixo teor de gordura, proteína, lignina e cinza, porém alto teor de holocelulose e inclusive de hemicelulose. A hemicelulose é hidrófila e assim promove ligação de hidrogênio entre as fibras de papel individuais. Assim, a hemicelulose funciona como um ligante e aperfeiçoa a resistência do papel. Uma vez que a lignina é hidrófoba e adiciona uma cor amarelada ao papel resultante, é geralmente desejado minimizar a quantidade de lignina em um aditivo de papel. A lignina também atua como uma cola, que mantém as fibras individuais juntas. Em contraste, prefere-se que as fibras individuais sejam facilmente dispersáveis.

Embora outras fibras (com teor de lignina mais alto) possam ser usadas como aditivo de resistência, a fibra de milho é de interesse específico como um aditivo de papel, uma vez que a fibra de milho possui um teor de hemicelulose adequado e teor de lignina e cinza relativamente baixo. Por exemplo, considerando-se que a fibra de milho possui 3-6% de lignina, a madeira macia contém cerca de 25-31% de lignina e a madeira de lei contém cerca de 16-24% de lignina.

O processamento, de acordo com a presente invenção, conforme será aparente da discussão na seção VIII abaixo, pode ser conduzido para levar a um aditivo de fibra modificado ou melhorado, que possui modificação especificamente desejável da característica com relação ao caráter de holocelulose, caráter de hemicelulose e caráter

de celulose, versus a matéria prima SBF da qual ele é feito. O caráter de celulose relativamente alto significa que o material fibroso terá um comportamento algo semelhante ao das fibras de madeira, em capacidade de dispersão e alinhamento, dentro do papel. O caráter de hemicelulose definido em parte significa que o melhoramento de resistência desejável ocorrerá. O teor de holocelulose total geral significa que outros efeitos indesejáveis são reduzidos a um nível aceitável. Além disto, acredita-se que as modificações das características de superfície e características de lignina também facilitem a operação do material como um aditivo de papel.

IV.B.3. - Processamento

O EFA pode ser adicionado à pasta de polpa para fabricação de papel antes ou durante o refino ou estágio de batedura do processo de fabricação de papel (Figura 8B). Preferivelmente, EFA é refinado juntamente com a pasta de polpa de fabricação de papel para melhorar a mistura e o contato entre o EFA e as fibras de polpa de fabricação de papel. O EFA é preferivelmente adicionado em uma quantidade que é suficiente para melhorar as propriedades do papel resultante, porém não tão algo que indesejavelmente iniba a drenagem da polpa de fabricação de papel ou afete adversamente a operação do equipamento. Preferivelmente, o EFA é adicionado à polpa de fabricação de papel a uma concentração de cerca de 0,1% em peso a cerca de 10% em peso, com base o teor de polpa para fabricação de papel, mais preferivelmente cerca de 0,5% em peso a cerca de 3,0%

em peso, mais preferivelmente cerca de 0,5% em peso a cerca de 2,0% em peso.

Opcionalmente, além do EFA, um amido catiônico pode ser adicionado ao sistema de pasta de papel para prover 5 flocação para a fibra, ajudar na drenagem do papel e reter fibras e material de carga. Amidos catiônicos são produzidos por uma reação química de amido com reagentes contendo amino, imino, amônio, sulfônio ou grupos de fosfônio, todos os quais podem transportar uma carga positiva.
10 Correntemente, os derivados comercialmente significantes são o amino terciário e éteres de amido de amônio quaternários. Um fator chave em sua utilidade é uma afinidade para substratos carregados negativamente (O.B. Wurzburg; Modified Starches: Properties and Uses; CRC Press Inc., 1986).

15 O EFA provê a opção de redução na polpa de fabricação de papel, por exemplo, até 33%, enquanto mantém as propriedades de resistência a tensão e ruptura do papel. Adicionalmente, EFA aumenta a resistência à umidade e capacidade de operação durante o processo de fabricação do 20 papel, tal que a velocidade da máquina pode ser aumentada e a ruptura da trama para papéis de classificação de peso leve reduzida.

Com referência à figura 8A, é mostrada a operação da máquina de fabricação de papel Lou Calder. Tal máquina 25 seria usada para obter produção com uma velocidade de máquina de 2 m/minuto a 46 m/minuto, para produzir 34 kg por hora a 91 kg por hora de papel possuindo um peso base de 8 kg a 181 kg.

Na referência número 1 é ilustrado um alimentador Hollander. A câmara da máquina é indicada em 2, a câmara batedora em 3 e a câmara posterior em 4. A caixa de bandeja de água é indicada em 5, com um pH de controle em 6, os 5 cilindros de bancada em 7, o cilindro dandy em 8, a primeira prensa em 9, a segunda prensa em 10, a prensa de dimensionamento em 11, o primeiro secador em 12, o segundo secador em 13 e o cilindro de enrolar em 14. O recipiente de sucção é indicado em 15.

10 Tal equipamento é o equipamento de fabricação de papel padrão e pode ser utilizado nos processos de fabricação de papel de acordo com as descrições aqui.

IV.B.4 - Produto

Esta revelação também provê um produto de papel que inclui o EFA. O EFA pode ser usado para aperfeiçoar muitas propriedades do papel, por exemplo, a resistência de ligação interna do papel tal como, ruptura, ligação Scott e tensão; além de propriedades de volume/empacotamento, tais como, densidade de volume. Todas estas propriedades do papel 20 podem ser medidas usando os processos de teste TAPPI publicados.

O EFA é apropriado para uso em uma variedade de materiais de papel. Os materiais de papel são classificados como papel para (impressão de jornais e revistas, 25 estacionário, tecido, sacos, toalhas, guardanapos, etc.) ou papelão para (papelão revestimento, papelão enrugado, tubos, tambores, caixas de leite, papelão reciclado usado em caixas de sapatos e cereais, papelão alcatroado para revestimento

de telhados, cartão de fibra, etc.). A indústria tipicamente divide o papel em amplas categorias, com base nos tipos de fibras usados no papel e no peso do papel. O EFA é apropriado para uso em todas as classes de papéis. Contudo, 5 ele tipicamente será usado para melhorar as propriedades de papéis de classificação superior, tais como, papéis de ligação, papéis finos e papelão, tais como, papelão para revestimento ou papelão enrugado.

Papéis de ligação são uma ampla categoria de 10 papéis para impressão ou escrita de alta qualidade. Eles são feitos de polpas químicas alvejadas e fibras de algodão e podem possuir marca d'água. Papéis finos se destinam a escrita, datilografia e impressão. Eles podem ser brancos ou coloridos, serem feitos de polpas de madeira macia de 15 sulfito ou Kraft alvejadas e podem conter polpas de madeira de lei para maciez e opacidade. Papelão para revestimento é uma folha de madeira macia Kraft sem alvejante de pinho sulino ou abeto Douglas fabricado em vários pesos. Freqüentemente, o papel para revestimento é uma folha de 20 duas dobras. A resistência à compressão e resistência à ruptura do papelão para revestimento são importantes. O papelão enrugado é feito de polpa semi-química, não alvejada. Ele é formado em uma estrutura ondulada e intercalado entre dobras de papelão para revestimento para 25 formar uma estrutura enrugada. O papelão enrugado é geralmente usado para fabricar caixas.

IV.B.5 - Observações Adicionais

Em geral, para que o material tenha boas

propriedades como aditivo para fabricação de papel, da maneira que o uso do EFA como um aditivo, o material precisaria fornecer o seguinte:

- (A) Boa hidrofilicidade de hemicelulose;
- 5 (B) Propriedade de fibra semelhante a celulose; e
- (C) Estrutura de fibra capaz de formar microfibrilas de ligação no papel.

A hidrofilicidade da hemicelulose ajuda as capacidades de dispersão dos materiais bem como a ligação de hidrogênio ao material de celulose na polpa. As propriedades da fibra semelhante a celulose fornecem boa intercombinação com outras fibras de celulose na polpa. Uma estrutura de microfibra apropriada permite a formação de microfibrilas que podem auxiliar à resistência total do papel por formação de uma rede de ligação em ponte entre as fibras de polpa (celulose).

Conforme indicado acima e através dos experimentos que se seguem, o aditivo de fibra melhorado (EFA) feito de acordo com a presente invenção provê tal material. Em geral, 20 como resultado de modificação: (a) o percentual do caráter de celulose no material de fibra total é tipicamente maior do que ele era antes do tratamento; (b) a razão do caráter de celulose para caráter de hemicelulose é tipicamente aumentado em relação à fibra de partida e (c) o caráter de 25 holocelulose é tipicamente aumentado. O material possui uma microestrutura distinta, observável e provê a formação de uma estrutura de microfibrilas no produto de papel, conforme indicado pelos exemplos abaixo e ilustrado nas comparações

das figuras 19 e 20. A estrutura semelhante à celulose observável permite que os materiais sejam alinhados com os materiais de polpa de celulose, conforme caracterizado abaixo, em conexão com os Exemplos.

5 IV.C. Uso de EFA como um Aditivo Alimentício

A fibra dietética é importante para o processo digestivo e possui um papel importante na prevenção de doenças, tais como, câncer do cólon. Acredita-se que a fibra dietética reduz os níveis de colesterol no sangue, o que é 10 importante na prevenção de doenças cardíacas. "Fibras dietéticas" incluem componentes solúveis e insolúveis de paredes de células de planta que não são digeridos pelas enzimas endógenas (não bacterianas) do trato digestivo humano. Fibras dietéticas não são absorvidas no intestino 15 delgado e assim entram no intestino grosso (cólon). "Fibras insolúveis" incluem oligo e polissacarídeos tais como, celulose e hemicelulose. "Fibra solúvel" é empregado para indicar fibra que é pelo menos 50% solúvel de acordo com o processo descrito por L. Prosky e outros, J. Assoc. Off. 20 Anal. Chem., 71, 1017-1023 (1988). Exemplos de fibra solúvel incluem pectina, beta-glucanos (polímeros de glicose misturada do tipo celulose pequena) e gomas, tais como, goma de xantana. Os usos dos aditivos de fibras em alimentos são 25 reportados como fibra dietética de acordo com a Nutrition Labeling and Education Act (NLEA) de 1990.

É comum para os fabricantes de alimentos usar uma combinação de fibra insolúvel e solução na formulação dos alimentos. Os produtos de fibra insolúvel são usados

amplamente para fortificação e os produtos de fibra solúvel para funcionalidade. A funcionalidade inclui aparência, capacidade de formação de viscosidade, capacidade de retenção de água e capacidade de retenção de óleo.

5 Uma vez que o EFA possui capacidade de retenção de água significante (isto é, caráter hidrófilo) e capacidade de retenção de óleo significante (isto é, caráter lipófilo) não apenas pode ser usado como um emulsificante, formador de viscosidade ou para razões semelhantes, porém também pode
10 ser melhorado ou fortificado com outros materiais e usado como parte do veículo de liberação, por exemplo, para liberar um nutracêutico. Assim, ele pode ser fortificado com vários nutracêuticos, suplementos dietéticos, etc., antes da incorporação aos produtos alimentícios ou antes da ingestão
15 direta.

 O EFA é apropriado para uso como suplemento de fibra dietético. Diferente de muitos aditivos de fibra disponíveis comercialmente, o EFA provê fortificação e funcionalidade. Mais especificamente a textura, espessamento
20 e sensação na boca são aperfeiçoados devido à sua absorvência.

 Tipicamente, o EFA será usado em uma quantidade de pelo menos 0,5% por exemplo, cerca de 1% em peso do conteúdo total de uma mistura de preparação alimentícia antes do
25 processamento, quer de sólido ou líquido, a partir do qual o alimento é preparado. Em alimentos assados, pelo menos 0,5%, por exemplo, 1% ou mais, tipicamente pelo menos 3% em peso com base nos componentes de farinha são utilizáveis.

IV.C.1 – Processamento

EFA pode ser incluído em uma formulação alimentícia ou suplemento nutricional. Ele pode ser usado em qualquer formulação alimentícia corrente que incorpore fibra insolúvel e, devido as suas propriedades de formação de viscosidade, pode substituir, total ou em parte, os produtos de fibra solúvel nas formulações alimentícias atuais.

IV.C.2 – Produtos Alimentícios

A revelação também provê um produto alimentício que inclui EFA. Em razão de suas características de formação de viscosidade, EFA é apropriado para uso em bebidas nutritivas para fornecer uma sensação cremosa e espessa na boca, para ajudar a suspender os sólidos finos como pó de cacau e minerais e para ajudar a estabilizar a emulsão. Ele pode também ser usado como um agente de enevoamento, em sucos. Devido à sua característica de formação de viscosidade, EFA é também apropriado para uso na obtenção de uma textura desejável e aglutinação em molhos para saladas ou molhos semelhantes e cargas.

A capacidade de retenção de água do EFA torna o mesmo apropriado para uso como um aditivo para impedir deterioração em artigos assados, tais como, pães e baguetes. Vantajosamente, o EFA é apropriado para uso em artigos assados e itens de padaria que são geralmente consumidos para fortificação de fibra. Adicionalmente, a capacidade de retenção de água do EFA torna o mesmo apropriado como um componente para prover estabilidade em congelamento/descongelamento em artigos congelados e para

aumentar o rendimento do cozimento em carnes tais como, carne de boi moída.

Em geral, para produtos alimentícios contendo farinha, o EFA tipicamente será utilizável em qualquer 5 quantidade aceitável. Por exemplo, pelo menos 0,5% ou mais por peso de ingrediente de farinha. Nas preparações alimentícias em geral, incluindo bebidas e misturas alimentícias sólidas, o EFA tipicamente será utilizável em quaisquer quantidades aceitáveis, por exemplo, pelo menos 10 0,5% em peso com base no peso do ingrediente total antes do processamento, tal como qualquer cozimento.

IV.D. Outros Usos de EFA

O EFA pode também ser usado em formulações adesivas para aperfeiçoar a resistência à ligação e 15 características de retenção de água. O EFA pode ser usado para aperfeiçoar propriedades reológicas de formulações de tinta, sem contribuir para VOC's (Compostos Orgânicos Voláteis). As formulações de revestimento de papel freqüentemente contêm compostos (por exemplo, CMC 20 (Carboximetilcelulose) para modificar a capacidade de reter água da cor do revestimento. Devido à sua alta capacidade de retenção de água, EFA pode ser benéfico nas aplicações de revestimento de papel.

V - EXEMPLOS

25 EXEMPLO 1: Tratamento de Ácido

EFA pode ser preparado usando fibra de milho, por exemplo, SBF de operações de moagem úmida de milho. A fibra de milho (SBF-C) obtida da Cargill Corn Milling, Cedar

Rapids, Iowa. A fibra de milho (SBF-C) foi lavada em uma peneira de malha 70 usando uma fina aspersão de água para remover partículas finas de fibra, amido livre e proteína. O teor de umidade da fibra lavada resultante foi determinado como sendo de 50%. Aproximadamente 1.200 gramas (600 gramas em bases secas) da fibra foram então carregadas em uma cesta de classificação (possuindo um fundo classificado com malha 100) de um digestor M/K e inseridas em um recipiente de pressão.

Uma solução de ácido diluída contendo ácido sulfúrico a 2% (com base no peso seco da fibra) foi combinada com o SBF em uma razão de solução de ácido diluída de SBF de 10:1 (base de peso). A solução de ácido diluída continha 12 gramas de ácido sulfúrico a 100% (ou 12,5 gramas de ácido adquirido em uma concentração de 96%) e 5.387,5 gramas de água. A quantidade de ácido sulfúrico e água na solução de ácido diluída foi determinada como se segue:

Peso total da solução de ácido

diluída: $600\text{ g} \times 10 = 6.000\text{ gramas}$

Quantidade de água necessária: $6.000 - 600\text{g (da fibra úmida)} - 12,5\text{ g de H}_2\text{SO}_4 = 5.387,5\text{ g de água.}$

A solução de ácido diluída foi lentamente adicionada à fibra de milho no digestor e a bomba de circulação foi ligada. Após confirmar que a solução de ácido diluído estava sendo circulada no reator, a tampa do reator foi vedada. A temperatura de reação foi ajustada a 120°C e o

tempo para alcançar a temperatura de reação foi ajustado para 45 minutos e então foi ajustado para ser mantido por 1 hora. O aquecedor no recipiente de reação foi ligado. A temperatura e pressão dentro do reator foram registradas como uma função do tempo. Após alcançar a temperatura alvo de 120°C, a reação continuou por 1 hora. Após 1 hora, o fornecimento de água de resfriamento para o reator foi ligado para resfriar o conteúdo do reator. A solução de ácido diluído esgotado foi drenada do reator por abertura da válvula de dreno no reator. O teor de fibra na cesta do reator foi cuidadosamente removido e lavado usando duas bateladas de lavagem de 6 litros de água cada. A lavagem continuou até a água de lavagem ter um pH neutro (por exemplo, entre 6,0 e 8,0 tipicamente cerca de 7,0).

15 EXEMPLO 2 - Primeira Modificação da Superfície: Tratamento com Clorito Ácido

A fibra tratada com ácido do Exemplo 1 foi então tratada em uma etapa de modificação de superfície. A fibra tratada com ácido foi combinada com uma solução de clorito ácido para formar uma pasta de fibra que incluiu fibra a 10% e solução de clorito de ácido a 90%. A solução de clorito ácido incluiu 1,5% em peso (com base na fibra seca) de clorito de sódio e 0,6% em peso (de fibra seca) de ácido clorídrico. A reação foi realizada em um saco plástico vedado a uma temperatura de 65-75°C por 1 hora a um pH entre cerca de 2 e 3. Após tratamento com a solução de clorito ácido, a pasta de fibra foi diluída com 2 litros de água e filtrada em um funil do tipo Buchner. Esta etapa foi

repetida até o filtrado resultante estar límpido e a um pH neutro (por exemplo, pH 6,0 a 8,0, preferivelmente cerca de 7,0).

EXEMPLO 3 - Segunda Modificação de Superfície: Tratamento

5 com Peróxido

As fibras tratadas com clorito ácido do Exemplo 2 foram então tratadas com uma solução de peróxido alcalino. As fibras foram combinadas com 3-8% em peso (da fibra seca) de peróxido de hidrogênio e 2% em peso (da fibra seca) de hidróxido de sódio a um pH entre cerca de 10-10,5 a uma concentração de sólidos de 10-20%. O metassilicato de sódio foi adicionado (3% em peso da fibra seca) como um agente quelante. A etapa de tratamento de peróxido foi conduzida em um saco de plástico vedado a 60-65°C por 1 hora. Após a reação, a pasta de fibra foi diluída com 2 litros de água e filtrada em um funil Buchner. Esta etapa foi repetida até o filtrado resultante ficar límpido e em pH neutro. A fibra processada, alvejada foi seca em um forno circulado a ar, a uma temperatura de 35-60°C e então moída em tamanho de malha 100 (por exemplo, 150-250 micra) usando um moinho Retsch.

EXEMPLO 4. Estrutura: Microscópio de Varredura de Elétron

A estrutura de fibra de milho moída (SBF-C) do processo de moagem a úmido e a estrutura do aditivo de fibra melhorado moído (EFA-C) do Exemplo 3 foram examinadas em 25 aumento de 100 vezes usando um Microscópio de Varredura de Elétron (SEM). As amostras foram secas e preparadas usando técnicas de preparação de amostra SEM padrão. As figuras 2 e 3 mostram as Micrografias de Varredura de Elétron para fibra

de milho moída (SBF-C) e aditivo de fibra melhorado (EFA-C), respectivamente. A fibra de milho moída (SBF-C) tinha uma aparência dentada e semelhante a pedra. A fibra não processada é muito estruturada (em feixes) (figura 2). A 5 estrutura do aditivo de fibra moída melhorado é substancialmente diferente quando comparado ao SBF-C. Considerando-se que o SBF-C possui uma aparência dentada e semelhante a pedra, o EFA-C possui uma aparência mais leve, mais delicada. Como resultado o EFA-C tem uma área de 10 superfície aumentada quando comparada à fibra não tratada.

Aqui, o tipo de estrutura observado para EFA sob um Microscópio de Varredura de Elétron (SEM) ampliado 100 vezes e exemplificado na figura 3 (comparando-se à figura 2) será referida como uma estrutura delicada. É uma 15 característica de aditivos de fibra melhorados, de acordo com a invenção, que, quando visto de acordo com o experimento caracterizado acima, tal aparência seja observada, pelo menos em uma porção das partículas. Geralmente, a aparência é mais observada nas partículas 20 maiores da amostra, especialmente aquelas exibindo uma dimensão de partícula no SEM de 100 micrômetros ou mais.

EXEMPLO 5. Composição: Espectros Raman

Os espectros de difusão Raman de SBF-C e EFA-C foram comparados. Uma comparação espectral Raman de 25 transformação Fourier de duas fibras é mostrada na figura 4. A diferença mais proeminente entre os dois espectros está no desaparecimento das faixas associadas à lignina a 1.600 cm^{-1} e 1.630 cm^{-1} (U.P. Agarwal e Sally A. Ralph, Appl. Spectrosc.,

51, 1648, 1997).

EXEMPLO 6. Composição: Efeito no Teor de Lignina

O número Kappa e % Klason para a SBF-C e o EFA-C foram determinados usando os processos descritos no processo 5 de Teste Tappi T236 cm-85, publicado pela Tappi e incorporado aqui como referência. Os resultados são mostrados na tabela 1. Como pode ser visto da Tabela 1, quase 90% da lignina de SBF-C foram removidos pelo processo de modificação. Isto corrobora os dados vistos na análise de 10 reflexão FT-Raman do Exemplo 5.

TABELA 1. Comparação do Número Kappa (KN) de SBF-C e EFA-C

Amostra	KN	% Klason calculada	% Klason normalizada	% de Lignina removida
SBF-C	72,7	10,9	10	0
EFA-C	15,3	2,3	1	89

EFA-C neste Exemplo foi preparado de acordo com os Exemplos 1, 2 e 3; isto é, com tratamento com ácido, clorito e peróxido.

15 EXEMPLO 7. Análise Química e de Fibras Dietéticas

As amostras do EFA-C foram submetidas ao Medallion Labs (Minneapolis, MN) para análise química aproximada e de fibra dietética consistente com os processos NLEA (Nutritional Labeling and Education Ac). Os resultados das 20 análises químicas aproximada e nutricional da fibra processada, alvejada são resumidos na Tabela 2. Referências

aos processos oficiais, publicados pela AOAC International estão incluídos na Tabela.

TABELA 2 - Composição e Propriedades de EFA-C

Componente	Porcentagem base de sólidos secos (%)	Referência de Processo
Total de carboidratos	88,3	Calculado por diferença
Total de fibra dietética (insolúvel)	87,2	AOAC991,43
Total de gordura	6,39	AOAC996,06
Umidade	2,5	AOAC926,08
Proteína	2,38	AOAC968,06
Cinzas	0,44	AOAC923,03
Capacidade de retenção de óleo %	300%	Vide abaixo
Capacidade de água %	540%	Vide abaixo

A análise mostra que o aditivo de fibra melhorado é fibra amplamente insolúvel, ou fibra dietética de acordo com as diretrizes do NLEA. Este é um componente desejável para um aditivo alimentício de fibra.

Os percentuais de capacidade de retenção de água (WHC) das fibras foram determinados usando uma modificação do Processo AACC (American Association of Cereal Chemists) 56-20. No teste de capacidade de retenção de água, 1,25 g de fibra foram misturados com um excesso de água (12,5 ml) em um tubo de centrífuga pesado anteriormente de 50 ml. O pH da

mistura foi ajustado para 7,0 e a amostra foi deixada hidratar a temperatura ambiente com mistura intermitente por 60 minutos. A amostra foi então centrifugada a 6.000xg por 25 minutos. Água em excesso foi removida por inversão do 5 tubo a um ângulo de 45 graus por 30 segundos. A WHC percentual foi determinada por divisão do peso final do teor do tubo pelo peso inicial da amostra de fibra e multiplicando por 100. WHC percentual é interpretado como a quantidade máxima de água que 1 grama de fibra reterá abaixo 10 da centrifugação de velocidade baixa.

A capacidade de retenção de óleo (OHC) foi determinada usando a mesma abordagem que a da capacidade de retenção de água, exceto que o pH não foi ajustado e o óleo de milho foi substituído pela água deionizada.

15 EXEMPLO 8. Fabricação de Papel: Investigação Laboratorial de
EFA-C

Preparação do Fornecimento para Fabricação de
Papel: Polpa de mercado comercialmente disponível Kraft alvejada de madeira macia e madeira de lei foi recebida da 20 Georgia Pacific. Uma combinação de madeira de lei a 50% e madeira macia a 50% foi transformada em pasta com água destilada para 1,2% em peso de consistência em um recipiente de 22,7 litros. 0,5% em peso de EFA-C (Aditivo de Fibra Melhorado fabricado da Corn Fiber) foi adicionado à pasta de 25 fabricação de papel de madeira de lei/madeira macia de 1,2% de consistência.

Refino: O Processo Tappi T-200 descreve o procedimento usado para bater a polpa usando um batedor

Valley. O fornecimento de polpa para fabricação de papel de madeira de lei/madeira macia contendo o EFA-C foi refinado usando um batedor Valley. O fornecimento foi refinado para 450 ml CSF (Canadian Standard Freeness). A soltura da polpa 5 foi determinada usando o processo de teste TAPPI T-227. Uma vez que 450 ml CSF foram obtidos, o fornecimento foi diluído a 0,3% de consistência com água destilada e gentilmente agitado com um misturador Lightning para manter as fibras suspensas no fornecimento para fabricação de papel.

10 Fabricação de Folhas de Papel: Papel foi fabricando usando o seguinte procedimento para folhas de papel de acordo com o Processo de Teste TAPPI T-205. Pesos base de folhas de papel de 1,2 gramas (folha de 40 lb ou 40 lb/3.300 ft² ou 60 g/m²) e folhas de papel de 1,8 grama 15 (folha de 60 lb ou 60 lb/3.300 ft² ou 90 g/m²) foram usadas para comparação. Em alguns casos, 0,0091 g de um amido de milho dentado catiônico (Charge + 100 da Cargill) foi adicionado ao molde da folha de papel para auxiliar na drenagem e retenção.

20 Teste de Folha de Papel: As folhas de papel foram apresentadas a Integrated Paper Services (IPS, Appleton, WI). As folhas de papel foram condicionadas e testadas de acordo com o processo de teste TAPPI - Teste Físico de Folhas de Papel de Polpa T-220. Instrumentos usados: 25 Calibrador - Emveco Electronic Microguage 200A; Ruptura - Teste de Ruptura Mullen Modelo "C"; Esgarçamento - Testador de Esgarçamento Elmendorf; Tensão - SinTech.

Resultados: A tabela 3 representa as propriedades

do papel a partir da avaliação da folha de papel com e sem o EFA-C.

TABELA 3. Resultados de Teste de Folha de papel

Folha de papel	Calibrador (mm)	Peso Base (g/m ²)	Índice de Ruptura (Kpa m ² /g)	Índice de Esgarçamento (mN m ² /g)	Índice de Tensão (N·m/g)
	Sem Amido (g)	0,0091 g/t CH+110	Sem Amido CH+110	Sem Amido CH+110	Sem Amido CH+110
Controle	18.144	0,51	63,22	64,72	3,38
Controle	27.215	0,74	97,75	95,21	3,76
EFA-C	18.144	0,51	66,01	69,42	3,80
EFA-C	27.215	0,73	101,65	102,35	4,05
					4,67
					13,58
					12,39
					57,78
					59,14

A resistência à ruptura das folhas de papel com e sem EFA-C é mostrada na figura 5. A figura também demonstra a resistência a ruptura melhorada com a adição de 0,0091 g de amido catiônico. Observe que a folha de 27.216 g sem o EFA-C (controle) possui resistência a ruptura equivalente à folha de 18.144 g com 0,5% de EFA-C.

A resistência à tração exibida pelas folhas de papel com e sem o EFA-C é mostrada na figura 6. A figura também demonstra resistência a tensão melhorada com a adição de 0,0091 g de amido catiônico. Observe que a folha de 27.216 g sem EFA-C (controle) possui resistência a tensão pelo menos equivalente à folha de 18.144 g com 0,5% EFA-C.

Conclusão: Uma folha de 18,144 g feita no laboratório com 0,5% de EFA-C mantém resistências a ruptura e tensão como uma folha de 27.216 g sem EFA-C. Uma quantidade catalítica de EFA-C (0,5%) substitui 33% da fibra de madeira Kraft em uma folha padrão de 27.216 g, sem sacrificar as resistências a ruptura e tensão. A adição de 0,0091 g de amido catiônico também levou as propriedades de ruptura e tensão.

EXEMPLO 9. Fabricação de Papel: Investigação Laboratorial de EFA-Soja e EFA-Trigo

Preparação de Fornecimento para Fabricação de Papel: Polpa de mercado comercialmente disponível Kraft alvejada de madeira macia e madeira de lei foi recebida da Georgia Pacific. Uma combinação de madeira de lei a 50% e madeira macia a 50% foi transformada em pasta com água destilada para 1,2% em peso de consistência em um recipiente

de 22,7 litros. 0,5% em peso de EFA-S (Aditivo de Fibra Melhorado fabricado de Cascas de Soja) foi adicionado à combinação de pasta de madeira de lei/madeira macia. Outra combinação de madeira de lei/madeira macia foi preparada 5 conforme descrito acima, com 0,5% em peso de EFA-W (Aditivo de Fibra Melhorado fabricado de produtos de trigo).

Refino: O Processo Tappi T-200 descreve o procedimento usado para bater a polpa usando um batedor Valley. Os fornecimentos de polpa para fabricação de papel 10 de madeira de lei/madeira macia contendo o EFA-S e o EFA-W foram refinados usando um batedor Valley. Os fornecimentos foram refinados para 450 ml CSF (Canadian Standard Freeness). A soltura da polpa foi determinada usando o processo de teste TAPPI T-227. Uma vez que 450 ml CSF foram 15 obtidos, os fornecimentos foram diluídos a 0,3% de consistência com água destilada e gentilmente agitados com um misturador Lightning para manter as fibras suspensas no fornecimento para fabricação de papel.

Fabricação de Folhas de Papel: Papel foi 20 fabricando usando o seguinte procedimento para folhas de papel de acordo com o Processo de Teste TAPPI T-205. Pesos base de folhas de papel de 1,2 gramas (folha de 40 lb ou 40 lb/3.300 ft² ou 60 g/m²) e folhas de papel de 1,8 grama (folha de 60 lb ou 60 lb/3.300 ft² ou 90 g/m²) foram usadas 25 por razões comparativas. 0,0091 g de amido de extremidade úmida catiônico (AltraCharge +130 da Cargill) foi adicionado ao molde da folha de papel para auxiliar na drenagem e retenção.

Teste de Folha de Papel: As folhas de papel foram apresentadas a Integrated Paper Services (IPS, Appleton, WI). As folhas de papel foram condicionadas e testadas de acordo com o processo de teste TAPPI - Teste Físico de Folhas de Papel de Polpa T-220. Instrumentos usados: Calibrador - Emveco Electronic Microguage 200A; Ruptura - Teste de Ruptura Mullen Modelo "C"; Esgarçamento - Testador de Esgarçamento Elmendorf; Tensão - SinTech.

Resultados: Os resultados da avaliação da folha de papel com e sem o EFA-S e EFA-W foram registrados na Tabela 4.

TABELA 4. Resultados de Teste de Folha de papel

Amostra	Peso Alvo Base (g/m ²)	Peso Base (g/m ²)	Índice de Ruptura (kpa m ² /g)	Índice de Esgarçamento (mN m ² /g)	Índice de Tensão (N-M/g)
Controle	59,18 g/m ²	66,13	3,61	9,86	56,30
Controle	88,77 g/m ²	100,69	3,85	11,77	59,12
EFA-S	59,18 g/m ²	64,68	3,87	11,15	55,32
EFA-S	88,77 g/m ²	100,72	4,20	10,89	57,72
EFA-W	59,18 g/m ²	61,97	3,98	8,60	55,95
EFA-W	88,77 g/m ²	93,61	4,54	10,25	59,61

A resistência à ruptura exibida pelas folhas de papel com e sem EFA-S e EFA-W é mostrada na figura 7.

Observe que a folha de controle 27.216 g sem EFA-S ou EFA-W possui resistência a ruptura equivalente como uma folha

18.144 g com 0,5% EFA-S ou EFA-W.

Conclusão: Uma folha de 40 lb feita no laboratório com 0,5% de EFA-S e EFA-W mantém resistência à ruptura como uma folha 27.216 g sem EFA-S ou EFA-W. Nenhum melhoramento 5 na tensão com EFA-S ou EFA-W foi medido no laboratório conforme visto anteriormente com o EFA-C.

EXEMPLO 10. Fabricação de Papel: Investigação de EFA-C em
Máquina de Papel Piloto

Uma experiência com máquina de papel piloto foi 10 realizada na Western Michigan University no Paper Science & Engineering Department. As capacidades de produção foram como se segue: Razão de produção: 34 g/hora a 91 g/h, peso base de aparas 27 g/m² a 592 g/m², velocidades da máquina de 2 m/minuto a 46 m/minuto. A figura 8A mostra um esquema 15 da planta da máquina para fabricar papel piloto.

Com referência à figura 8A, o fluxo do fornecimento espesso é indicado em 30, a válvula de controle de peso base em 31, tanques de mistura e adição em 32 e 33, o sistema de caixa superior em 35, o cilindro dandy em 36, o 20 cilindro de enrolar em 37 com uma caixa de drenagem em 38, o dreno para a tubulação de esgoto em 39. O equipamento seria usado para obter uma produção de cerca de 0,0202 kg/s.

Preparação de Fornecimento para Fabricação de Papel: Polpa de mercado disponível comercialmente Kraft 25 alvejada de madeira de lei e madeira macia foi fornecida pela Western Michigan University. Duas bateladas diferentes de um fornecimento de madeira de lei a 60% e de madeira macia a 40% foram preparadas para o estudo. Uma batelada não

continha EFA-C e foi rotulada de "Controle". A outra batelada continha EFA-C a 0,5% e foi rotulada batelada "EFA-C". Cada batelada foi preparada como se segue: uma consistência de 5% em peso e 60% de madeira de lei e 40% de madeira macia foi combinada e misturada em conjunto no Batedor Hollander. Água de torneira foi usada para obter a consistência de 5%. Uma vez que a polpa foi combinada e reidratada com água, a pasta de polpa foi transferida para uma Câmara Posterior e diluída a uma consistência de 1,5% em peso com água de torneira. O pH da pasta foi ajustado para 7,5 por adição de H_2SO_4 . Da Câmara Posterior, a pasta de polpa foi enviada através do refinador Jordon de disco simples até uma soltura de 450 ml CSF ser obtida. A soltura foi determinada pelo Processo de Teste TAPPI T-227. Um peso de carga de 18.143 g e uma razão de fluxo de 60 g/m foram os parâmetros de operação no refinador Jordon. O tempo de refino de cada batelada foi mantido constante (12 minutos). O material EFA-C foi adicionado à Câmara Posterior antes do refino em um nível de dosagem de 0,5% em peso. Uma vez que o refino estava completo, a pasta de polpa foi transferida para a Câmara da Máquina e diluída a 0,5% em peso de consistência.

Fabricação do Papel: Duas classificações diferentes de peso base de papel eram desejadas, uma de 25 52,26 g/m² e uma de 108,0 g/m². Os pesos base foram obtidos por controle da velocidade da máquina. Quando foi necessário durante o experimento, 0,0050 g/t de amido catiônico (Charge +110) foi adicionado à Caixa de Matéria. A pasta a 0,5% (em

peso) foi transferida da Câmara da Máquina para a Caixa Superior. Da Caixa Superior, a pasta foi transferida para o Fourdrinier, onde os primeiros estágios de retirada de água foram realizados. A trama de papel úmido passou através do cilindro Dandy e caixas de succão, onde mais água foi removida da trama. A trama processada para o Cilindro de Enrolar onde ela foi transferida para os feltros e para dentro da Primeira Seção de Prensa. Da Primeira Seção de Prensa, a trama foi transferida para outro conjunto de feltros na segunda seção de prensa e de lá para dentro da Primeira Seção Secadora. As Seções de Prensa de Dimensionamento e Segunda Secadora foram desviadas. No estágio final a trama passou através do Empilhamento de Calandra e para o Carretel ou Cilindro.

Teste do Papel: Todo o teste do papel foi realizado pela Western Michigan University-Paper Science & Engineering. A tabela 5 representa as referências aos Procedimentos de Teste TAPPI e número de cópias realizadas em cada teste.

20 TABELA 5 – Processos de Teste TAPPI

Identificação do Teste	Processo TAPPI	Cópias
Peso base	T-410 om-93	5
Teor de cinza	T-413-om93	3
Volume	T-220 sp-96 14,3,2	10
Porosidade Gurley	T-460 om-96	10
Calibrador	T-411 om-89	10
Resistência a tensão	T-494 om-88	10 MD / 10 CD

Continuação da TABELA 5

Identificação do Teste	Processo TAPPI	Cópias
Opacidade	T-425 om-91	5
Força de Esgarçamento	T-414 om-88	5
Scott Bond	T-541 om-89	5
Resistência à ruptura	T-403 om-91	10 lados de fio/ 10 lados de feltro
Rigidez Gurley	T-543 om-94	5 MD / 5 CD
Resistência à dobra	T-511 om-96	10 MD/ 10 CD
Aspereza Sheffield	T-538 om-96	10 lados de fio/ 10 lados de feltro

Resultados: Os resultados do teste do papel são mostrados na Tabela 6.

TABELA 6 – Experiência em Máquina para Fabricar Papel Piloto
da Western Michigan University

ID	Classificaç ão (g/m²)	Peso Base	Volume	Porosidade	Calibrador	Resistência a Tensão (kN/m)	Scott Bond (g/m)	
		Real (g/m²)	(cm³/g)	Gurley (seg./100 ml)	(mm)	MD	CD	
Controle	53,26	36,85	2,79	3,04	0,085	1,99	1,17	2.782
EFA-C	53,26	39,80	2,58	3,90	0,086	3,06	1,24	2.871
Controle	108	73,53	2,84	6,33	0,174	5,62	2,70	2.534
EFA-C	108	76,34	2,61	7,74	0,166	6,19	3,02	2.817

ID	Classificação (g/m ²)	Índice de Tensão (N m/g)		Resistência a Dobra (log 10 MITT)		Opacidade (%)		Força de Esgarçamento (gf)		
		MD	CD	MD	CD			MD	CD	
		Controle	53,26	6,19	3,64	1,62	0,90	76,18	65	81
EFA-C	53,26			8,78	3,55	1,80	1,06	79,12	74	88
Controle	108			8,75	4,20	2,17	1,48	88,26	157	167
EFA-C	108			9,27	4,51	2,33	1,49	88,52	173	185

A figura 9 mostra a resistência à ruptura do papel em dois pesos base diferentes feitos com e sem EFA-C. Um aperfeiçoamento estatisticamente significante foi medido em uma folha de 16.329 g, porém não na folha de 33.112 g.

5 A figura 10 mostra a resistência à tração do papel em dois pesos base diferentes feitos com e sem EFA-C. Um aperfeiçoamento estatisticamente diferente na resistência à tração foi medido na direção da máquina para ambas as folhas de 16.329 g e 33.112 g, porém apenas para a folha de 33.112
10 g na direção transversal da máquina.

A figura 11 mostra a resistência ao esgarçamento do papel em dois pesos base diferentes feitos com e sem EFA-C. Um aperfeiçoamento estatisticamente significante na resistência ao cisalhamento foi feito para ambas as folhas
15 de 16.329 g e 33.112 g.

A figura 12 representa a resistência Scott Bond do papel em dois pesos base diferentes feitos com e sem EFA-C. Um aperfeiçoamento estatisticamente significante em Scott Bond ocorreu para ambas as folhas de 16.329 g e 33.112 g.

A figura 13 mostra a porosidade do papel em dois pesos base diferentes feitos com e sem EFA-C. Um aperfeiçoamento estatisticamente significante na porosidade ocorreu para ambas as folhas de 16.329 g e 33.112 g.

5 A figura 14 mostra a densidade em volume do papel em dois pesos base diferentes feitos com e sem EFA-C. Um aperfeiçoamento estatisticamente significante na densidade em volume ocorreu para ambas as folhas de 16.329 g e 33.112 g.

10 A figura 15 mostra a resistência à dobra do papel em dois pesos base diferentes feitos com e sem EFA-C. Um aperfeiçoamento estatisticamente significante ocorreu para ambas as folhas de 16.329 g e 33.112 g, exceto para a folha de 33.112 g na direção transversal da máquina.

15 Conclusões: A experiência com a máquina para fabricar papel piloto na Western Michigan University (WMU) validou estatisticamente as observações do laboratório de que 0,5% de EFA-C melhorou estatisticamente as propriedades de resistência à tração e à ruptura do papel. Além disto, o 20 estudo piloto também validou estatisticamente o melhoramento das propriedades do papel que se seguem, quando EFA-C a 0,5% foi adicionado ao fornecimento para fabricação de papel alvejado de madeira de lei-madeira macia padrão: Scott Bond, Esgarçamento, Dobra, Porosidade e Volume.

25 EXEMPLO 11 – Fabricação de Papel: Investigação Piloto de EFA e Amido Catiônico

Uma experiência com máquina para fabricação de papel piloto foi realizada na Western Michigan University no

Papel Science & Engineering Department. O objetivo da experiência foi o de determinar se as propriedades de melhoramento da resistência do papel de EFA-C seriam alteradas por adição de amido catiônico.

5 Preparação de Fornecimento para Fabricação de Papel: Polpa de mercado disponível comercialmente Kraft alvejada de madeira de lei e madeira macia foi fornecida pela Western Michigan University. Duas bateladas diferentes de um fornecimento de madeira de lei a 60% e de madeira macia a 40% foram preparadas para o estudo. Uma batelada não continha EFA-C e foi rotulada de "Controle". A outra batelada continha EFA-C a 2,0% e foi rotulada batelada "EFA-C". Cada batelada foi preparada como se segue: uma consistência de 5% em peso e 60% de madeira de lei e 40% de madeira macia foi combinada e misturada em conjunto no Batedor Hollander. Água de torneira foi usada para obter a consistência de 5%. Uma vez que a polpa foi combinada e reidratada com água, a pasta de polpa foi transferida para uma Câmara Posterior e diluída para 1,5% com água de 20 torneira. O pH da pasta foi ajustado para 7,5 por adição de H_2SO_4 . Da Câmara Posterior, a pasta de polpa foi enviada através do refinador Jordon de disco simples até uma soltura de 450 ml CSF ser obtida. A soltura foi determinada pelo Processo de Teste TAPPI T-227. Um peso de carga de 18.144 g 25 e uma razão de fluxo de 60 g/m foram os parâmetros de operação no refinador Jordon. O tempo de refino de cada batelada foi mantido constante (12 minutos). O material EFA-C foi adicionado à Câmara Posterior antes do refino em um

nível de dosagem de 2,0% em peso de EFA-C. Uma vez que o refino estava completo, a pasta de polpa foi transferida para a Câmara da Máquina e diluída a 0,5% de consistência.

Fabricação do Papel: Duas classificações

5 diferentes de peso base de papel eram desejadas, uma de 53 g/m² e uma de 108 g/m². Os pesos base foram obtidos por controle da velocidade da máquina. Quando foi necessário durante o experimento, 0,0050 g/t de amido catiônico (Charge +110) foi adicionado à Caixa de Matéria. A pasta a 0,5% foi
10 transferida da Câmara da Máquina para a Caixa Superior. Da Caixa Superior, a pasta foi transferida para o Fourdrinier, conforme descrito anterior. As seções de Prensa de Dimensionamento e Segunda Secadora foram desviadas, como anteriormente. No estágio final a trama passou através do
15 Empilhamento de Calandra e para o Carretel ou Cilindro.

Teste do Papel: Todo o teste do papel foi realizado pela Western Michigan University-Paper Science & Engineering. A tabela 7 representa as referências aos Procedimentos de Teste TAPPI e número de cópias realizadas
20 em cada teste.

TABELA 7 - Processos de Teste TAPPI

Identificação do Teste	Processo TAPPI	Cópias
Peso base	T-410 om-93	5
Teor de cinza	T-413-om-93	3
Volume	T-220 sp-96 14,3,2,	10
Porosidade Gurley	T-460 om-96	10

Continuação da TABELA 7

Identificação do Teste	Processo TAPPI	Cópias
Calibrador	T-411 om-89	10
Resistência a tensão	T-494 om-88	10 MD / 10 CD
Opacidade	T-425 om-91	5
Força de Esgarçamento	T-414 om-88	5
Scott Bond	T-541 om-89	5
resistência a ruptura	T-403 om-91	10 lados de fio/ 10 lados de feltro
Rigidez Gurley	T-543 om-94	5 MD / 5 CD
Resistência a dobra	T-511 om-96	10 MD / 10 CD
Aspereza Sheffield	T-538 om-96	10 lados de fio/ 10 lados de feltro

Resultados: Os resultados do teste do papel são mostrados na Tabela 8.

TABELA 8 - Experiência em Máquina para Fabricar Papel Piloto da Western Michigan University

5

Classificação (g/m ²)	EFA-C (%)	Amido catiônico (g/t)	Peso Base Real (g/m ²)	Volume (cm ³ /g)	Porosidade Gurley (Seg/100 ml)	Calibrador (mm)	Índice de tensão (N m/g) MD CD
53	0	0	55,65	2,82	3,28	0,088	29 13
53	0	0,0050	54,48	2,79	3,04	0,085	54 32

Continuação da TABELA 8

Continuação da TABELA 8

Classifi- cação (g/m²)	EFA-C (%)	Amido catiônico (g/t)	Peso Base Real (g/m²)	Volume (cm³/g)	Porosidade Gurley (Seg/100 ml)	Calibrador (mm)	Índice de tensão (N m/g)	MD	CD
53	2	0	55,42	2,63	3,54	0,082	29	12	
53	2	0,0050	55,14	2,69	4,10	0,084	37	15	
108	0	0	103,02	2,78	6,02	0,161	58	31	
108	0	0,0050	108,77	2,84	6,33	0,174	76	37	
108	2	0	108,68	2,62	7,72	0,160	60	29	
108	2	0,0050	107,13	2,71	8,52	0,157	78	37	

Classifica ção (g/m²)	EFA-C (%)	Amido catiônico (g/t)	Opacidade	Força de Esgarçamento		Scott Bond (g/m)	Índice de tensão (kpa g/m²)	
				MD	CD		Fio	Feltro
53	0	0	77	67	67	1.878	1,17	0,97
53	0	0,0050	76	65	81	2.534	2,87	2,99
53	2	0	74	54	68	2.232	1,03	1,00
53	2	0,0050	74	61	69	3.066	1,37	1,35
108	0	0	89	143	132	1.931	2,37	2,39
108	0	0,0050	88	157	167	2.782	3,01	3,29
108	2	0	86	126	128	2.233	2,45	2,30
108	2	0,0050	85	136	143	2.835	3,24	3,10

Classifica- ção (g/m ²)	EFA-C (%)	Amido catiônico (g/t)	Rigidez Gurley		Resistência a dobra (log 10 MIT)		Aspereza Sheffield (ml/min)	
			MD	CD	MD	CD	Fio	Feltro
53	0	0	225	71	1,22	0,58	202	230
53	0	0,0050	204	98	1,62	0,90	192	230
53	2	0	215	68	1,12	0,54	177	207
53	2	0,0050	185	38	1,53	0,88	180	213
108	0	0	390	164	1,73	1,11	232	284
108	0	0,0050	420	194	2,17	1,48	237	287
108	2	0	330	158	1,55	0,90	222	279
108	2	0,0050	376	165	1,99	1,29	223	264

A figura 16 mostra o melhoramento da resistência interna Scott Bond do papel com a adição de 2,0% EFA-C. Um aumento adicional foi medido quando 0,0050 g/t de amido catiônico foram adicionados.

A figura 17 mostra a capacidade de EFA-C de fabricar a folha menos porosa. A porosidade, conforme medida pelo processo de teste TAPPI de Porosidade de Gurley, foi medida pelo período de tempo que se leva para passar 100 ml de ar através de uma dada área da folha. Quanto mais tempo o ar levar para passar através da folha, menos porosa ela é. Quanto maior a Porosidade Gurley, maior resistência do revestimento.

A figura 18 mostra a densificação do papel com a adição de 2,0% EFA-C.

Conclusões: A adição de 2,0% de EFA-C aumentou a

resistência de ligação interna do papel conforme medida pelo processo de teste TAPPI de Scott Bond. Quando 2,0% EFA-C foi incorporado ao papel, a folha tornou-se menos porosa. A densidade de volume do papel aumentou com a adição de 2,0% 5 EFA-C. A incorporação de amido catiônico com 2,0% EFA-C no papel melhora as propriedades descritas acima. O estudo da máquina para fabricar papel piloto também indicou que existe um efeito sinergístico de uso de EFA em conjunto com o amido catiônico, com relação aos parâmetros de capacidade 10 operacional da máquina de drenagem e retenção.

EXEMPLO 12 - Fabricação de Papel: Análise de EFA-C nos Produtos de Papel

O objetivo do estudo foi o de determinar se um processo de teste seria desenvolvido, o qual identificasse a 15 tecnologia EFA em um produto de papel usando tanto uma técnica microscópica e/ou espectroscópica. O papel foi feito com diferentes concentrações de EFA-C na máquina para fabricar papel piloto na Western Michigan University Paper Science & Engineering Departament.

20 Preparação do Fornecimento para Fabricação de Papel: Polpa de mercado disponível comercialmente Kraft alvejada de madeira de lei e madeira macia foi fornecida pela Western Michigan University. Diferentes bateladas de madeira de lei a 60% e de madeira macia a 40% foram 25 preparadas para o estudo. Cada batelada continha um dos níveis que se seguem de EFA-C: 0%, 0,5%, 1,0% e 2,0%. Cada batelada foi preparada como se segue: uma consistência de 5% em peso de 60% de madeira de lei e 40% de madeira macia foi

combinada e misturada em conjunto no Batedor Hollander. Água de torneira foi usada para obter a consistência de 5%. Uma vez que a polpa foi combinada e reidratada com água, a pasta de polpa foi transferida para uma Câmara Posterior e diluída a uma consistência de 1,5% em peso com água de torneira. O pH da pasta foi ajustado para 7,5 por adição de H_2SO_4 . Da Câmara Posterior, toda a pasta de polpa foi enviada através do refinador Jordon de disco simples três vezes. A soltura de 480 ml CSF (Processo de Teste TAPPI T-227) foi medida.

Um peso de carga de 9.071 g e uma razão de fluxo de 60 g/m foram os parâmetros de operação no refinador Jordon. O tempo de refino de cada batelada foi mantido constante. O fornecimento foi drenado da Câmara Posterior através de um refinador Jordon de disco simples e para a Câmara da Máquina. Uma vez que a Câmara Posterior ficou vazia, o refinador Jordon foi desligado. A batelada então foi transferida da câmara da Máquina de volta para a Câmara Posterior. Este processo foi repetido três vezes para cada batelada contendo níveis diferentes de EFA-C. Uma vez que o refino estava completo, a pasta de polpa foi transferida para a Câmara da Máquina e diluída a 0,5% de consistência.

Fabricação do Papel: Três classificações diferentes de peso base de papel eram desejadas, uma de 0,0091 g, 59,18 g/m² e 88,77 g/m². Os pesos base foram obtidos por controle da velocidade da máquina. Para fins de capacidade operacional, 0,0045 g de amido catiônico (Charge +110) foram adicionados à Caixa de Matéria. A pasta a 0,5% foi transferida da Câmara da Máquina para a Caixa Superior.

Da Caixa Superior, a pasta foi transferida para o Fourdrinier, conforme descrito anteriormente. As Seções de Prensa de Dimensionamento e Segunda Secadora foram desviadas como antes. No estágio final a trama passou através do Empilhamento de Calandra e para o Carretel ou Cilindro.

EXEMPLO 13 - Propriedades do Papel: Exame Microscópico

As amostras de papel do Exemplo 12 foram submetidas ao exame de Microscopia de Varredura de Elétron, a fim de determinar se quaisquer mudanças estruturais haviam ocorrido como resultado do uso de EFA-C no processo de fabricação de papel. A figura 19 mostra uma imagem SEM a 800X de uma folha de 18.144 g feita da maneira descrita acima. Observe as pequenas micro-fibrilas que conectam as fibras, bem como os amplos espaços vazios conforme as fibras eram sobrepostas para fabricar a superfície do papel. A presença de micro-fibrilas é conhecida por aumentar a resistência da folha de papel (T.E. Conners e S. Banerjee em *Surface Analysis of Paper*, CRC Press, 1995). A figura 20 mostra uma imagem SEM a 800X de uma folha de 18.144 g feita com EFA a 1% adicionado antes da etapa de refino. Observe o aumento na produção de micro-fibrilas neste exemplo. Também observe que os espaços vazios vistos na figura 19 são agora reduzidos, indicando uma melhor formação da folha de papel.

No total, um aumento de 23% na produção de micro-fibrilas foi observado nas folhas de papel acima. Os cálculos foram realizados em imagens de campo 20 SEM de papel, sem adição de EFA e imagens de campo de 20 SEM de papel com adição de EFA-C a 1%. Papel sem EFA media 13

micro-fibrilas por campo de micrografia e papel com EFA-C a 1% tinha media de 16,5 micro-fibrilas por campo de micrografia, assim um aumento de 23% sobre o papel não-EFA.

EXEMPLO 14: Propriedades do Papel: Análises Espectrais

5 Infravermelhas de Transformação Fourier

Análises espectrais infravermelhas das folhas de papel foram realizadas para determinar se um processo para detecção de uso de EFA no papel seria desenvolvido. Os espectros de reflectância infravermelho de transformação Fourier da folha de 18.144 g sem EFA-C adicionado e da folha de 18.144 g com EFA-C a 1% foram escaneados. A figura 21 mostra os resultados do teste. O espectro superior é de papel sem EFA-C adicionado, o espectro médio é de papel com aditivo a 1%, e o espectro inferior é do residual após 10 subtração espectral usando um fator de razão simples de 1:1. 15 A região de maior diferença nos dois espectros é circundada por 15 na figura.

EXEMPLO 15 – Propriedades do Papel: Análise de Reflectância

Infravermelha Próxima

20 Embora a análise de reflectância FTIR seja apropriada para trabalho quantitativo, é menos apropriada para quantificação, especificamente em amostras com teor de umidade alto ou variável. Uma vez que a análise FTIR mostra que existem regiões de diferença, a análise de reflectância 25 infravermelha próxima foi usada para estudos de quantificação.

Um conjunto de folhas de papel foi submetido à análise de reflectância infravermelha próxima. No total,

seis conjuntos de folhas diferentes foram usados, folhas de 9.071 g, 18.144 g e 27.215 g sem adição de EFA-C, e folhas de 9.071 g, 18.144 g e 27.215 g com EFA-C a 1% adicionado. Amostras representativas foram cortadas de folhas múltiplas e os espectros de reflectância infravermelha próximos foram escaneados. Três regiões de cada papel foram usadas, fornecendo um total de 18 amostras que foram analisadas.

A figura 22 foi gerada usando uma análise de correlação simples de um processo comum para visualizar os dados infravermelhos próximos para análise quantitativa. O coeficiente de correlação simples (grau de linearidade) em cada comprimento de onda foi fornecido. Isto é útil na determinação de que os comprimentos de onda são mais apropriados para desenvolver um modelo de calibração quantitativo.

Observe as duas regiões de correlação maior. Se é aplicado aqui um algoritmo de regressão linear múltiplo aos dados, uma relação linear pode ser desenvolvida usando estes dois comprimentos de onda. A relação linear desenvolvida nestes dados possui um coeficiente de correlação de 0,96 e um erro padrão a 95% de confiabilidade de 0,14. Isto é uma evidência definitiva de que o teor de EFA no papel pode ser determinado por análise independente.

EXEMPLO 16: Comparação de EFA-C aos Aditivos de Fibra

25 Comercialmente Disponíveis

O EFA foi comparado às outras fontes comercialmente disponíveis da fibra dietética insolúvel, incluindo "solka floc", celulose microcristalina, fibra de

aveia, farelo de milho e farelo de trigo. Uma comparação é fornecida na Tabela 9.

TABELA 9 - Comparação de EFA-C aos Produtos de Fibra
Insolúveis Disponíveis Comercialmente

	EFA-C	Celulose Microcrista lina	Solka Floc	Farelo de Milho	Farelo de Trigo	Fibra de Aveia
% de TDF (base seca)	87,2	93-97	100	81	38-50	93
% de solúveis	0	0-9	0	2	4	0
% de insolúveis	87,2	84-97	100	79	34-46	93

5 O teor de fibra dietética total (TDF) dos produtos
comercialmente disponíveis variou de cerca de 81% a 100%,
exceto farelo de trigo que contém apenas 38-50% TDF. Todos
estes produtos são usados na fortificação de alimentos como
fontes concentradas de fibra dietética. A análise aproximada
10 descrita no Exemplo 7 confirmou que EFA-C contém cerca de
87,2% de fibra dietética insolúvel, comparável aos outros
produtos de fibra comercial.

EXEMPLO 17 - Funcionalidade

É comum aos fabricantes alimentícios usar uma
15 combinação de fibra solúvel e insolúvel na formulação dos
alimentos. Os produtos de fibra insolúvel são usados
amplamente para fortificação e os produtos de fibra solúveis

para funcionalidade. Testes de funcionalidade básicos foram conduzidos para avaliar a formação de viscosidade, capacidade de retenção de água e capacidade de retenção de óleo dos vários produtos. Os protocolos de teste são descritos no Exemplo 7.

A classificação preliminar revelou que EFA possui formação de viscosidade maior, capacidade de retenção de água e capacidade de retenção de óleo do que alguns outros produtos de fibra insolúveis comercialmente disponíveis incluindo celulose microcristalina, solka floc e farelo de milho. A funcionalidade observada de EFA sugere que ela pode prover propriedades organolépticas aperfeiçoadas, tais como, sensação na boca, mais propriedades de produto desejáveis, tais como, estabilização de emulsão, aglutinação, enevoamento, anti-degradação, estabilidade em congelamento/descongelamento e rendimento de cozimento em alimentos. Os resultados dos testes de funcionalidade são resumidos na Tabela 10.

TABELA 10 - Classificação de Funcionalidade de Vários

20 Produtos de Fibra Insolúveis

	Viscosidades de 24 horas (cP)			Capacidade de água % *	Capacidade de óleo % @
	Agitada	Cisalhada	Homogeneizada		
EFA-C	10	20	440	550b	300b
Continuação da TABELA 10					

	Viscosidades de 24 horas (cP)			Capacidade de água % *	Capacidade de óleo % @
	Agitada	Cisalhada	Homogeneizada		
Avicel CL- 611F	130	130	130	480c	80g
Avicel RC- 581F	212	1.330	680	1360a	80g
Avicel FD-100	<10	<10	<10	180f	100e
Solka Floc 40 FCC	<10	<10	<10	530bc	340a
Solka Floc 200 FCC	<10	<10	<10	350d	220c
Solka Floc 300 FCC	<10	<10	<10	310d	200d
Farelo de milho Ultra	<10	<10	<10	210 d,f	100e
Farelo de milho fino	<10	<10	<10	170e	100e
Farelo de milho médio	<10	<10	<10	250e	95e

* valores com a mesma letra não são significativamente diferentes ao limite de confiabilidade de 95%.

@ valores com a mesma letra não são significativamente diferentes ao limite de confiabilidade de 95%.

As amostras foram preparadas para análise de formação de viscosidade por dispersão de 3 g da fibra em 200 g de água deionizada usando um dos três procedimentos que se seguem:

- 5 1. agitação por um minuto na placa de agitação magnética ("agitada")
- 10 2. cisalhamento em alta velocidade em um misturador Warring por 1 minuto ("cisalhado")
- 15 3. homogeneização de passagem simples a 34.473,8 kpa ("homogeneizado").

As viscosidades das amostras, em bequers de 250 ml, foram medidas após 24 horas a temperatura ambiente usando um viscometro Brookfield RV, Eixo número 2 a 20 rpm.

Dois dos produtos Avicel MCC mostraram a capacidade de formação de viscosidade maior de todas as fibras. Avicel RC581F alcançou mais de 1.000 cP e Avicel CL-611F alcançou 130 cP com cisalhamento alto. Contudo, estes produtos também contêm 59% de carboximetilcelulose (CMC) que é uma fibra solúvel que seria responsável pela formação da viscosidade. Estas amostras pareciam suspensões opacas, brancas e leitosas que precipitaram ligeiramente após 24 horas. Avicel FD-100, solka floc e farelo de milho, que não contém fibra solúvel, não formou viscosidade sob quaisquer condições de mistura/cisalhamento e precipitou rapidamente para o fundo do béquer.

A viscosidade de EFA-C alcançou mais do que 400 cP com homogeneização e tinha uma aparência floculada suspensa, translúcida e branca que não precipitou da solução. Esta é

uma funcionalidade para um produto de fibra puramente insolúvel. Devido à característica de formação de viscosidade de EFA, isto é apropriado para uso nas bebidas de nutrição para fornecer uma sensação cremosa na boca, 5 espessada, para ajudar a suspender os sólidos finos como pó de cacau e minerais e para ajudar a estabilizar a emulsão. A aparência floculada do aditivo lembra polpa de fruta. Assim, o aditivo pode ser usado como um agente enevoador nos drinques de suco ou bebidas esportivas.

10 **EXEMPLO 19 - Exemplo de Aplicação de Alimentos de Propriedades de Retenção de Áqua de EFA**

A capacidade de EFA de ligar cinco vezes seu peso em água conduz a aperfeiçoamentos significantes na vida útil em prateleira de produtos assados e uma oportunidade de 15 enriquecer tais produtos com níveis baixos a moderados de fibra insolúvel.

Cinco pães feitos em casa foram preparados com os ingredientes que se seguem neste Exemplo:

Farinha de pão	40,8
Água	23,1
Farinha de trigo integral	13,0
Ovos	8,9
Mel	7,9
Leite seco sem gordura	1,9
Manteiga sem sal	1,4
Sal	1,2
Suco de limão	0,9

Levedura seca ativa	0,9
	100%

A levedura foi dissolvida em água e ajustada a parte. Os ingredientes úmidos foram combinados e adicionados aos ingredientes secos e misturados por 1 minuto usando um misturador Hobart e a massa sovada. A massa foi deixada crescer duas vezes antes de ser assada a 191°C por 50 minutos.

A Amostra A, EFA a 1% (base de farinha) foi adicionado à mistura do pão. Amostras B, C e D continha 3%, 5% e 7% EFA (base de farinha), respectivamente. A quinta amostra não continha EFA e serviu como o controle. Nenhuma água adicional ou outros ingredientes foram adicionados às formulações, nem foram feitas alterações de processamento para quaisquer um dos pães. Os produtos finais foram analisados pelo Medallion Laboratories quanto a percentual e umidade e fibra dietética solúvel, insolúvel e total. Os resultados foram como se segue:

	% de Umidade	% Total de fibra dietética	% de Fibra dietética insolúvel	% de Fibra dietética solúvel
Controle	33,2	3,9	2,9	1,0
Amostra A	33,0	4,3	3,3	1,0
Amostra B	34,0	5,1	4,2	0,9
Amostra C	33,6	5,7	4,6	1,1
Amostra D	34,4	5,8	5,5	0,3

Conforme pode ser visto na tabela acima, os níveis

de umidade foram maiores no pão contendo EFA 3-7%. Os dados também mostram que é possível aumentar moderadamente o teor de fibra insolúvel dos pães por adição de uma quantidade relativamente pequena de EFA. Uma observação semelhante foi
5 vista no bolo amarelo e biscoitos de aveia do tipo macio.

Para ilustrar adicionalmente as propriedades de ligação de água de EFA, foram preparadas massas para salgadinhos com os ingredientes que se seguem no Exemplo 2:

Leite	52,3
Farinha	35,2
Ovos	11,4
Pó para assados	0,9
Sal	0,2
	100%

A amostra A continha EFA a 1%, a amostra B
10 continha EFA a 1,5% e a Amostra C continha EFA a 2% no peso base total das massas. As massas foram misturadas em conjunto, até ficarem lisas e descansaram por 10 minutos. Cebolas, cogumelos, "zucchini" e ovos foram revestidos com a massa e imersos em óleo geral a 191°C por 4 minutos. Os
15 produtos fritos foram removidos do óleo quente e colocados sobre papel toalha para esfriarem. A massa frita foi então removida e analisada quanto a percentual de gordura (hidrólise de ácido) e percentual de umidade (forno a vácuo). Os resultados para cogumelos e "zucchini" são
20 mostrados nas figuras 29 e 30.

Uma vez que EFA é mais hidrófilo do que lipófilo, foi observada uma redução no teor de gordura dos produtos alimentícios fritos contendo EFA. Além disto, a adição de EFA pode prover resistência adicional aos produtos fritos 5 devido à sua natureza fibrosa, resultando em menos rompimento durante a fritura e embarque.

EXEMPLO 20 – Exemplo de Aplicação Alimentício Usando Propriedades de Retenção de Óleo de EFA

Uma vez que EFA é capaz de ligar até 3 vezes seu 10 peso em gordura e 5 vezes seu peso em água, a adição de EFA aos produtos de carne processados conduz a aumentos diretos no rendimento de cozimento e aperfeiçoamentos no teor de umidade e de gordura de tais produtos, quando EFA está presente em níveis de 1% a 3%, com base no peso total da 15 mistura de carne.

Quatro amostras usando 80% de carne moída magra sem aditivos ou preservantes foram usadas como base para os testes conduzidos neste Exemplo. Para a amostra A, EFA moído exatamente a 1% (peso/peso) foi adicionado a carne moída. De 20 modo semelhante, EFA moído a 2% e 3% (peso/peso) foi adicionado às amostras de carne moída B e C respectivamente. A quarta amostra não continha EFA adicionado e serviu como controle. Todas as misturas de amostra foram combinadas em velocidade baixa usando um misturador Hobart com anexação de 25 pá por 10 minutos para garantir que cada amostra fosse bem misturada. Nenhuma água adicional ou outros ingredientes foi adicionada às misturas. As misturas de carne foram então formadas em salgados de 125 gramas. Os salgados foram

mantidos em armazenamento a frio para assegurar que todas as amostras tivessem a mesma temperatura de cozimento inicial. Quatro salgados de carne de cada tipo foram fritos a 191°C por 6 minutos de cada lado. Os salgados fritos foram 5 colocados em prateleiras de arame e deixados resfriar a temperatura ambiente antes da pesagem de cada um para determinar a alteração no rendimento do cozimento. As amostras foram analisadas quanto à umidade (processo AOAC 960.39) e gordura (processo AOAC 950.46). Os resultados das 10 análises são mostrados abaixo.

	% de diminuição no Rendimento do Cozimento	% de Gordura	% de Umidade
Controle	38,3	18,0	51,8
Amostra A	33,9	18,4	53,8
Amostra B	29,8	18,3	54,0
Amostra C	29,7	18,8	54,2

Conforme pode ser visto nos resultados acima, a adição de EFA à carne moída levou a aperfeiçoamentos no rendimento de cozimento. A adição de EFA também aumentou o teor de lipídeos e de umidade dos salgados. Além disto, 15 todos os salgados de carne que continham EFA pareceram mais suculentos e apetitosos do que os de controle.

Produção de Papel

Conforme indicado pelos Exemplos 8 e 9, foi verificado que uma folha de 18.144 g (número 40) com EFA a 0,5% retém a mesma tensão e resistência a ruptura que a 5 folha de 27.216 g (número 60) sem qualquer EFA e, assim, fibra de milho melhorada a 0,5% (EFA-C) possui potencial para substituir 33% da fibra de madeira em uma folha número 60 padrão, sem perder a resistência na mesma CSF. Assim, o material EFA possui um potencial significante como um valor 10 superior adicionado ao produto aditivo. Nesta seção, foi feita análise do possível modo de ação das propriedades de melhoramento de resistência do material EFA e suas possíveis interações com a fibra de papel.

VI.A - Propriedades de Superfície

15 A figura 23 mostra uma imagem de Micrografia de Varredura de Elétron (SEM) de papel melhorado com EFA e papel sem EFA. Todos os papéis neste estudo foram gerados durante uma experiência da máquina para fazer papel piloto na Western Michigan University, conforme caracterizado acima 20 em conexão com o Exemplo 10. A primeira vista, em aumento de 100X, não há diferença aparente na morfologia da superfície.

Contudo, sob aumento mais intenso, uma propriedade surpreendente é vista. Isto foi discutido acima em conexão 25 com o Exemplo 13 e é aparente em comparação as figuras 19 e 20. A figura 90 mostra uma SEM de aumento de 800X do papel não-EFA. As microfibrilas que juntam-se as fibras maiores, em conjunto, são observadas. Tais fibras são bem conhecidas e documentadas nos processo de fabricação de papel e são

atribuídas às propriedades de formação de resistência. Estas microfibrilas são depositadas durante a formação da folha, assim aumentando os efeitos de ligação de hidrogênio.

A figura 20 mostra a imagem SEM do papel melhorado EFA a 1%. Há um aumento observável na formação da microfibrila. Para determinar se a formação é um efeito consistente, campos SEM múltiplos e folhas de papel múltiplas foram representados em imagem e as microfibrilas contadas. Os papéis feitos com o material EFA possuam um aumento de produção de microfibrila de mais do que 10% (tipicamente superior a 15%, por exemplo, cerca de 23%) sobre os papéis de não EFA. É razoável concluir-se que este aumento na produção de microfibrilas desempenha um papel significante nas propriedades de melhoramento de resistência da EFA, geralmente pela provisão de uma rede de ligação em ponte das microfibrilas entre fibras de polpa maior (celulose).

VI.B - Propriedades de Imersão

Embora SEM seja uma técnica de superfície poderosa, ela é limitada à sua capacidade de determinar detalhes estruturais, especificamente detalhes que não são visíveis sobre a superfície. Outra técnica para análise de papel é a Microscopia de Varredura Confocal a Laser (CLSM ou LCSM). Esta técnica não apenas permite a visualização de detalhes da superfície, porém também pode escanear o material na direção Z para reconstruir as representações tridimensionais da estrutura.

Foi conduzido um experimento para gerar imagens

fluorescentes LSCM de papel sem EFA e papel com EFA a 1%. Dois comprimentos de onda de excitação foram usados. O primeiro foi de um laser de 542 nanometros e o segundo era de um laser de 488 nanômetros. Combinando-se as duas 5 imagens, uma imagem composta foi gerada. Cores diferentes foram usadas para apresentar a formação de imagens dos lasers de nanômetro diferentes. Pedaços em série de até 20Z foram retirados e então adicionados aos compostos para melhorar a profundidade do campo.

10 Quando as diferenças morfológicas nas fotografias foram examinadas, nenhum aspecto de batida apareceu. Ambos o papel de EFA e o de não-EFA foram observados como possuindo aspectos estruturais semelhantes, embalagem de fibra e densidades. Isto é, a morfologia bruta do papel com EFA e 15 não EFA foi semelhante como sendo não detectável deste ponto de observação. Isto é significante para muitas aplicações de papel, uma vez que isto indica que o aditivo EFA provavelmente não causará alterações estruturais grosseiras 20 significantes no papel, embora conforme indicado acima, isto causará modificações no efeito de microfibrila. Na realidade, conforme ficará claro das discussões na próxima seção, uma razão para que as diferenças morfológicas grosseiras não sejam observadas é porque o EFA opera revestindo parcialmente as fibras do papel (isto é, 25 alinhando com as fibras de celulose grandes) e então, devido, em parte, ao teor de hemicelulose de EFA, formando microfibrilas de ligação em ponte.

VI.C. Detecção Química

Embora aspectos morfológicos não detectáveis sejam uma observação positiva com relação a avaliação se o aditivo EFA causa qualquer alteração morfológica significante , a 5 detecção química de EFA no papel é importante para o entendimento de suas interações químicas, bem como provendo um mecanismo para determinação da presença e localização do aditivo EFA nos papéis.

O exame espectroscópico do material de papel provê 10 um meio para determinar as diferenças químicas e similaridades de papel EFA e não EFA. Conforme discutido em conexão com o Exemplo 14, a figura 21 mostra espectros de reflectância de FTIR do papel: (a) com aditivo EFA; (b) sem aditivo EFA; e (c) na linha inferior da figura 21, 15 diferenças entre os dois espectros. Em uma região indicada na linha inferior, os dois espectros são bem diferentes. Esta é a região $1.200\text{-}1300\text{ cm}^{-1}$. As diferenças que aparecem são devidas às diferenças químicas, não meramente diferença de reflectância grosseira.

20 Na linha inferior da figura 21, que ilustra as diferenças, observe as faixas maiores de diferença em 1.137 cm^{-1} e 1.220 cm^{-1} . Estas diferenças podem ser usadas de vários modos. Por exemplo:

- 25 1. Utilizando-se estes comprimentos de onda em conjunto com o sistema de formação de imagem química, pode ser gerado um mapeamento químico da distribuição de EFA no papel; e
2. Um processo analítico quantitativo pode ser

desenvolvido por medir-se diretamente o teor de EFA do papel fabricado.

VI.D - Formação de Imagem Química

A formação de imagem química é uma tecnologia que 5 pode ser usada para visualizar interações de composição química nos materiais. Ambos os sistemas de formação de imagem infravermelha estão disponíveis. Uma vez que as amostras de papel tendem a ter fundos de fluorescência alta (conseqüentemente a capacidade de realizar CLSM), a formação 10 de imagem Raman não é prática. Contudo, a formação de imagem infravermelha pode prover um mapa muito detalhado da morfologia química da superfície.

A figura 24 mostra uma imagem química infravermelha tomada de um papel não EFA e a figura 25 15 mostra uma imagem química infravermelha tomada do papel EFA. As imagens foram geradas por uso de uma técnica quimiométrica denominada de análise dos componentes principais (PCA). Este tipo de técnica melhora as diferenças 20 químicas encontradas nos "componentes principais" das variações no material examinado. As imagens mostradas nas figuras 24, 25 são do terceiro componente principal de imagem de papel. Na imagem química, o contraste gerado na imagem é de diferenças químicas ao invés de morfológicas. As medições usadas e análise de formação de imagem, foram 25 realizadas por ChemIcon, Inc. em Pittsburg, PA usando aquelas instalações e software da companhia, sob a supervisão da Cargill, Inc. a cessionária do presente pedido.

Observe que o material não EFA (figura 24) mostra pouco contraste de morfologia química. Isto implica em uma fabricação química homogênea. Contudo, a imagem de papel com EFA adicionado (figura 25) mostra contrastes marcados. Isto é, estão localizadas diferenças químicas através desta imagem. De fato, no exame próximo da imagem de EFA, pode-se ver que as alterações químicas geradas pela presença de material EFA estão localizadas ou ordenadas como se segue (ou para alinhar e definir) cordões de fibras de papel individual (neste caso polpa ou celulose). Isto é, o EFA está localizado, tal que seus revestimentos, ou pelo menos revestimentos parciais, várias fibras de papel (isto é, fibras de celulose ou polpa neste exemplo). Uma vez que o material EFA possui um caráter de holocelulose significante, ele prontamente interage com as fibras de madeira (celulose). Em virtude de seu caráter de hemicelulose, o EFA atua como "cola" na fabricação de papel. Assim, pode ser concluído que o aditivo EFA reveste efetivamente (ou reveste parcialmente) cada fibra de papel (holocelulose) com uma película fina de "cola" hemicelulósica e, desta maneira, adiciona-se à resistência total do papel.

A fim de garantir que o contraste de imagem de PCA seja de EFA, uma pequena peça de material EFA moído foi colocada no papel e foi formada imagem no espaço de componente principal.

É observado que, quando o experimento foi realizado e as diferenças foram colocadas em gráfico pelos pesquisadores, as diferenças químicas foram colocadas em

gráfico colorido, para melhorar o contraste na imagem gerada. Uma imagem em branco e preto é provida nas figuras atuais.

VI.E - Análise Quantitativa

5 Uma vez que foi observado que EFA seria detectado espectralmente e mesmo formado em imagem espectralmente, foi concluído que um modelo espectral quantitativo seria desenvolvido. Tal modelo permitiria determinar não apenas se o material EFA estava presente no papel, porém determinar
10 quanto EFA está presente.

Um conjunto de dados de calibração foi colocado junto com 0% e 1% de aditivo EFA para demonstrar que um modelo de espectros quantitativos poderia ser desenvolvido. Registrando-se o espectro infravermelho próximo a
15 reflectância de cada amostra de papel, um gráfico de correlação de espectro foi desenvolvido.

A figura 22, discutida no Exemplo 15 acima, mostra o gráfico de correlação gerado. Observe as duas áreas de correlação mais alta com EFA. Estes dois comprimentos de
20 onda correlacionam-se diretamente aos terceiros tons das faixas fundamentais de diferença na subtração espectral FTIR (da figura 21).

Tomando-se estes dados infravermelhos próximos e usando um algoritmo de regressão linear múltiplo, um
25 relacionamento linear foi descoberto usando os dois comprimentos de onda. A figura 26 mostra o gráfico linear gerado deste cálculo.

VI.F - Conclusões

As conclusões que se seguem podem ser feitas a respeito da aplicação de EFA ao papel, com base nos experimentos e análises acima:

- 5 1. Os melhoramentos de EFA no papel ocorrem com muito poucas diferenças ocorrendo visualmente (SEM a 800X) na estrutura de volume entre o papel com e sem EFA.
- 10 2. Existe um elo estatisticamente válido entre a produção de microfibrila e o teor de EFA. Este efeito contribui, pelo menos parcialmente para as características de formação de resistência do EFA.
- 15 3. Diferenças nas características de espectros infravermelhos são observáveis, mostrando que existem diferenças químicas entre EFA e celulose.
- 20 4. Diferenças nos espectros FTIR são reais como os tons destas faixas estão presentes na análise de correlação NIR.
- 25 5. A formação de imagem NIR graficamente mostra diferenças químicas localizadas EFA da adição de EFA na forma de "revestimento" das fibras de papel (celulose). Este efeito contribui para as características de formação de resistência de EFA.
6. As diferenças espetrais são grandes o suficiente para desenvolver um processo

analítico para EFA no papel usando NIR.

VII - Sondas de Afinidade Química

Outra ferramenta para avaliação útil com relação as características EFA de avaliação são as sondas de 5 afinidade química. Especificamente, existem sondas de afinidade de enzima que podem ser usadas com formação de imagem microscópica de transmissão de elétron (TEM).

Mais genericamente, as sondas de afinidade citoquímica podem se usadas para distinguir propriedades 10 químicas nas amostras. Especificamente, uma sonda de afinidade de ouro-celulase liga-se seletivamente ao material celulósico e não outro material de cutina ou hidrófobo.

Uma premissa razoável para tal investigação é que a ligação de uma sonda de ouro de afinidade ao substrato na 15 superfície de seção seja afetada pela hidrofilicidade da parede. Isto é suportado pela observação de que as paredes contendo suberina ou cutina não se rotulam com ouro-celulase, mesmo que eles contenham celulose. Por outro lado, as paredes lignificadas tais como aquelas dos elementos de 20 xíleno rotulam-se com ouro-celulase. Dada a informação de que o tratamento preferido para converter SBF em EFA pode remover ou modificar a presença de lignina e afetar a hidrofilicidade da fibra, foi conduzido um teste para avaliar se existe uma diferença detectável por ligação 25 usando uma sonda de ouro-celulase.

Na figura 27, uma imagem digital de uma amostra de SBF-Milho avaliada por uma sonda de afinidade de ouro milho-celulose é ilustrada. Na figura 28, é ilustrada uma imagem

digital de uma amostra de Milho-EFA similarmente tratada. A densidade maior da sonda na figura 28 indica que o EFA foi modificado em uma maneira que torna o mesmo mais suscetível à sonda. É teorizado que isto resulta do material sendo modificado ter um caráter de celulose e holocelulose maior e mais acessível. Isto é suportado pela análise na Seção VIII.

VIII - Determinação de Monossacarídeos Simples em Materiais Lignocelulósicos (isto é, SBF e EFA) por Cromatografia de Troca de Ânion de Alto Desempenho com Detecção Amperométrica Pulsada (HPAE-PAD)

A abordagem caracterizada nesta seção pode ser usada para separar e quantificar os monossacarídeos geralmente encontrados nos componentes lignocelulósicos das plantas. Estes componentes incluem, porém não são limitados aos componentes de arabinano, galactano, glucano, xilano e manano. O processo envolve hidrólise do material lignocelulósico com ácido sulfúrico, seguido por análise direta dos monossacarídeos resultantes por Cromatografia de Troca de Ânion de Alto Desempenho com Detecção Amperométrica Pulsada (HPAE-PAD). Este processo é uma adaptação dos procedimentos publicados anteriormente na literatura. Vide K.A. Garlab, L.D. Bourquin, G.C. Fahey, Jr., J. Agric. Food Chem., 37, 1287-1293, 1989 e M.W. Davis, J. Wood Chem. Technol., 18(2), 235-252, 1998. A revelação completa destas citações é incorporada aqui como referência.

Materiais

Hidróxido de sódio, 50% (peso/peso) e ácido sulfúrico concentrado foram adquiridos da Fisher Scientific.

Água deionizada ($> 18 \text{ M}\Omega\text{-cm}$) foi obtida de um sistema de purificação de água Barnstead/Termolyne NANOpure Infinity. D-arabinose, D-galactose, D-glicose, D-xilose e D-manoose foram adquiridos da Sigma Chemical Co. Todos os carboidratos 5 tinham $> 99\%$ de pureza.

Amostra e Preparação Padrão

Cada amostra foi seca e moída para passar através de um crivo de malha 40. A umidade de cada amostra foi determinada usando um ajuste de equilíbrio de umidade NIR a 10 130°C . As amostras foram hidrolisadas de acordo com o processo TAPPI T249 cm-85, Processos de Teste Tappi, Tappi Press, Atlanta, Ga, 1985. (A revelação completa deste processo Tappi sendo incorporada aqui como referência). Para resumir, 40-60 miligramas da amostra foram pesadas em um 15 tubo de ensaio de vidro. Ao material no tubo, exatamente 1 ml de ácido sulfúrico a 72% foi adicionado. As amostras foram mantidas em um banho de água por 1 hora a 30°C , com agitação ocasional usando uma barra agitadora de vidro para facilitar a dissolução do material de amostra. Os 20 hidrolisados foram então diluídos em ácido sulfúrico a 4% (peso/peso) com água deionizada e colocados em uma autoclave a $103 \pm 7 \text{ kPa}$ por 60 minutos. Após hidrólise, as amostras foram diluídas a 1.000 ml em um frasco volumétrico e filtradas através de um filtro de seringa de nylón 0,45 25 micron antes da injeção. Soluções padrão foram hidrolisadas da mesma maneira que as amostras.

Condições Cromatográficas

Os carboidratos foram separados e quantificados

usando Cromatografia de Troca de Ânion de Alto Desempenho com Detecção Amperométrica Pulsada (HPAE-PAD). O sistema de cromatografia DX-500 (Dionex Corporation, Sunnyvale, CA) consistia de bomba gradiente (modelo GP50), um autoamostrador (modelo AS-50) equipado com uma válvula de injeção Rheodyne e um detector eletroquímico (modelo ED-40) com Detecção Amperométrica Pulsada equipado com uma combinação de eletródo de referência pH-Ag/Ag-AgCl. Uma coluna analítica CarboPac PA-1 (250 mm x 4 mm diâmetro interno) e coluna de guarda (50 mm x 4 mm diâmetro interno) foram usadas para separar os carboidratos. Os ajustes de comprimento de onda amperométricos pulsados E1, E2, E3 e E4 foram estabelecidos em +0,1, -2,0, +0,6 e -0,1 V por durações de 400, 10, 30 e 60 mseg, respectivamente, para um total de 500 mseg, de acordo com o Dionex Technical Note 21 publicado, incorporado aqui como referência. Os eluentes foram preparados usando água filtrada, desgasificada e deionizada de alta pureza e armazenados sob Hélio pressurizado. Para limpar a coluna, 100 mM de NaOH foram bombeados a 1 ml/minuto por 10 minutos, água deionizada foi bombeada a 1 ml/minuto por 10 minutos para reequilibrar a coluna e os carboidratos foram eluídos por bombeamento de água deionizada em 1 ml/minuto por 40 minutos. Para estabilizar a linha de base e otimizar a sensibilidade do detector, 300 mM de NaOH foram adicionados após a coluna em 0,6 ml/minuto, de acordo com Dionex Technical Note 20, incorporado aqui como referência. O tempo total de operação por amostra foi de 60 minutos.

Resultados

Os fatores de resposta (RF) para cada monossacarídeo foram determinados por divisão da área máxima de cada carboidrato por sua concentração correspondente.

Concentrações de analito baseiam-se no peso seco do material de amostra e reportaram para o mais próximo 0,1% como a média de duas determinações em duplicata usando técnicas de cálculo externas. Todas as concentrações baseiam-se no equivalente de peso anidro de cada carboidrato, por exemplo, 0,88 para arabinose e xilose e 0,90 para galactose, glicose e manose. Os dados de porcentagem são reportados como uma porcentagem do material de carboidrato total na amostra.

1. Controle de Fibra a Base de Semente (SBF) -
 15 (isto é, não processada conforme descrito acima)

	Arabinano	Galactano	Glucano	Xilano	Manano	Holocelulose total	Hemicelulose total
Milho ¹ (SBF-C)	14,1-17,0	4,0-5,0	20,5-29,0	24,2-31,1	0,6-0,9	68,1-77,5	43,1-53,0
Soja ² (SBF-S)	5,3	3,7	39,1	8,8	6,9	63,8	24,7
Aveia ³ (SBF-O)	3,3-3,7	1,2-1,3	33,0-35,2	29,1-33,0	0,1	66,7-73,3	33,7-38,1

1 - Os resultados reportados são de análises de seis amostras.

2 - Os resultados reportados são de análise de uma amostra.

3 - Os resultados reportados são de análises de duas amostras.

2. Aditivo de Fibra melhorado (EFA) - (isto é,
processado geralmente de acordo com os Exemplos 1-3)

	(%) Arabinano	Galactano	Glucano	Xilano	Manano	Holocelulo se total	Hemicelulo se total
Milho ⁴ (SBF-C)	0,2-0,4	0,7-0,9	64,5-80,9	5,3-6,4	1,6-2,0	73,3-89,0	8,1-9,2
Soja ⁵ (SBF-S)	1,2-1,8	1,1-1,4	58,4-63,2	11,3-12,5	3,4-6,2	76,9-83,6	18,5-20,4
Aveia ⁶ (SBF-O)	0,6-0,8	0,1	68,9-74,3	11,3-15,2	0,1	85,1-86,0	12,1-16,2
4 - Os resultados reportados são de análises de sete amostras.							
5 - Os resultados reportados são de análise de quatro amostras.							
6 - Os resultados reportados são de análises de duas amostras.							

Observações Gerais com Relação a Análise

Em geral, a análise caracterizada acima é utilizável para identificar e distinguir materiais EFA preferidos de meros materiais SBF, quando processados de acordo com as técnicas descritas aqui. Especificamente, aqui, as porcentagens de arabinano, galactano, glucano, xilano e manano, quando avaliadas de acordo com o processo descrito e resumido, serão consideradas para identificar o "fator de holocelulose" ou "caráter de holocelulose" de uma amostra. Este fator refere-se genericamente à quantidade total de carboidratos na amostra, o que pode estar correlacionado tanto a presença de hemicelulose quanto

celulose. Isto se deve ao fato de que os valores de monossacarídeo indicados refletem os componentes de celulose e hemicelulose.

O valor obtido para a análise de glucano será 5 geralmente caracterizado aqui como o "fator de celulose" ou "caráter de celulose". Isto se deve ao fato do monossacarídeo de glicose ser o que mais proximamente se correlaciona à presença de celulose.

A soma de arabinano, galactano, xilano e manano 10 presentes será referida aqui como o "fator de hemicelulose" ou "caráter de hemicelulose". Isto se deve ao fato de que os monossacarídeos indicados geralmente correlacionam-se a presença de hemicelulose¹ na amostra avaliada.

Isto não significa que foi sugerido acima que a 15 porcentagem precisa de celulose na amostra ou porcentagem precisa de hemicelulose, especialmente correlacione-se aos fatores medidos. Ao invés disto, os fatores são geralmente indicativos de quantidades relativas destes materiais presentes, um em relação ao outro e também em relação aos 20 outros carboidratos que podem ser encontrados na amostra.

Para os experimentos indicados acima, as comparações podem ser feitas entre o material que foi e que 25 não foi tratado através de um tratamento com ácido, tratamento com clorito de ácido e tratamento de peróxido, de acordo com os princípios descritos aqui (Vide Exemplos 1-3). Especificamente, fibra-milho com base semente (ou SBF-C) é genericamente um material que não era ácido, clorito de ácido ou peróxido tratado. Milho com aditivo de fibra

melhorado (ou EFA-C) é o mesmo material, porém após tratamento de acordo com os princípios aqui, isto é, em geral de acordo com os Exemplos 1-3. Similarmente neste experimento SBF-Soja foi comparado ao EFA-Soja e SBF-Aveia 5 foi comparado à EFA-Aveia.

Determinadas observações gerais são prontamente claros dos experimentos. Por exemplo:

1. Conversão de SBF em EFA geralmente resulta em um aumento observável no fator de celulose medido, como uma 10 porcentagem.

2. Os materiais SBF geralmente exibem um fator de celulose total não superior a 45%, tipicamente 20-40%; considerando-se que os materiais EFA exibem um fator de celulose total de pelo menos 50%, tipicamente 50-85%.

15 3. Materiais SBF geralmente exibem um fator de hemicelulose que é maior do que os materiais EFA relacionados. ("Relacionados" neste contexto significa a mesma amostra, porém após tratado de acordo com os processos descritos aqui (Exemplos 1-3) para converter a amostra em 20 EFA).

4. Materiais SBF geralmente indicam um fator de hemicelulose total maior do que 23%, considerando-se que os materiais EFA geralmente indicam um fator de hemicelulose total de pelo menos 5%, porém não superior a 23%, 25 tipicamente não maior do que 21%.

5. Processamento convertendo SBF em EFA geralmente indica o fator de holocelulose mensurável total, como uma porcentagem.

6. Com relação ao milho, o caráter de celulose total de SBF-C é tipicamente inferior a 30%, considerando-se o caráter de celulose total para EFA-C é tipicamente pelo menos de 60%, isto é, 64-81%.

5 7. Para milho, o caráter de hemicelulose total para SBF-C é tipicamente pelo menos 40%, isto é, 43-53%, considerando-se que para EFA-C, o caráter de hemicelulose total tipicamente não é inferior a 5% e tipicamente não superior a 15%, isto é 8-9,2%.

10 8. Para milho, o caráter de holocelulose total para SBF-C está tipicamente na faixa de 68-78%, considerando-se que para EFA-C, o caráter de holocelulose total está tipicamente na faixa de 73-90%.

9. Para SBF-Soja, o caráter de holocelulose típico
15 está abaixo de 70%, por exemplo 63,8%, considerando-se que no EFA-Soja, o teor de holocelulose total é tipicamente de pelo menos 70%, para exemplo 75-85%.

10. Para EFA-Soja, um teor de hemicelulose não inferior a 5% é tipicamente encontrado, por exemplo 18,5-
20 20,4%.

11. Para soja, o processo de conversão de SBF em EFA, tipicamente resulta em um caráter de celulose total medido que é aumentado; por exemplo, SBF-soja tipicamente possui um caráter de celulose total na faixa de 35-45%,
25 considerando-se que EFA-Soja tipicamente possui um caráter de celulose total de pelo menos 50%, tipicamente dentro da faixa de 55-65%.

12. Para aveia, o SBF-Aveia geralmente exibe um

caráter de celulose total de menos que 40%, tipicamente 30-36%, considerando-se que aveia EFA (EFA-O) tipicamente exibe um caráter de celulose total de pelo menos 60%, tipicamente 65-75%.

5 13. Para aveia, o processo de conversão de SBF em EFA geralmente conduz a uma redução no caráter de hemicelulose total.

10 14. Para SBF-Aveia, o caráter de hemicelulose total é tipicamente maior do que 25%, isto é, 30-40%, considerando-se que para EFA-aveia, o caráter de hemicelulose total não é inferior a 5% e tipicamente não é maior do que 20%, isto é, 10-17%.

15 15. Para fibra de aveia, o processo de conversão da fibra de aveia SBF para a fibra de aveia EFA conduz a um aumento de caráter de holocelulose total. Tipicamente SBF-Aveia possui caráter de holocelulose total de 65-75%, considerando-se que EFA-aveia tipicamente possui um caráter de holocelulose total de pelo menos 80%, tipicamente 84-88%

20 Quando as observações acima são consideradas adiante, determinados padrões emergem, por exemplo:

A. Tipicamente para EFA em relação a SBF, a razão do fator de celulose total para o fator de hemicelulose total é aumentado. Isto é, o processo de conversão de um material de fibra SBF em material de fibra EFA está se processando, o que gera um caráter de razão de celulose total/caráter de hemicelulose total que aumenta, embora ao mesmo tempo, deixando um caráter de hemicelulose de pelo menos 5%. Tipicamente uma razão de pelo menos 2:1 é

alcançada.

1. Para milho, a razão aumentou para menos que 1:1 a pelo menos 5:1, tipicamente pelo menos 7:1.

2. Para soja, a razão aumentou de cerca de 5 1,5:1 a pelo menos 2:1; tipicamente pelo menos 2,5:1.

3. Para aveia, a razão aumentou de cerca de 1:1 a pelo menos 4:1.

B. Como uma porcentagem para o caráter de holocelulose total, o caráter de hemicelulose total 10 geralmente diminui com um processamento de SBF para EFA.

1. Para milho, a razão de caráter de hemicelulose total para caráter de holocelulose total diminui de um dado para SBF maior do que 0,5:1 (tipicamente 0,6:1 ou maior) para um dado que não era tipicamente 15 superior a 0,2:1.

2. Para soja, a razão diminuiu de um dado que era maior do que 0,3:1 a um dado que não era tipicamente superior a 0,3:1.

3. Para aveia, a razão diminuiu de um dado que 20 estava tipicamente em pelo menos 0,45:1 a um dado que não era superior a 0,3:1, tipicamente de 0,2:1 ou menos.

C. O processo de conversão de um SBF a EFA, de acordo com os presentes princípios, geralmente provê aumentos correspondendo ao caráter de celulose total e a 25 razão de caráter de celulose total para o caráter de holocelulose total. Por exemplo:

1. Para milho, SBF-C tipicamente exibe uma razão de caráter de celulose total para caráter de

holocelulose total de não mais do que cerca de 0,5:1, considerando-se que EFA milho exibe um caráter de celulose total para caráter de holocelulose total que é tipicamente de pelo menos 0,7:1.

5 2. Para soja, a razão do caráter de celulose total para caráter de holocelulose total para SBF não era superior a 0,65:1, considerando-se que para EFA-soja, o dado era menor do que cerca de 0,69:1.

10 3. Para aveia, a razão de caráter de celulose total para caráter de holocelulose total, em SBF-O, é tipicamente não superior a cerca de 0,6:1, considerando-se que para EFA-aveia, a razão de caráter de celulose total para caráter de holocelulose total não é tipicamente inferior a cerca de 0,75:1.

15 IX. Outras Modificações para SBF na Formação de EFA

Processamento antes da formação de EFA pode ser conduzido para obter redução em níveis de óleo naturais presentes nas fibras. Um processo para remover estes óleos naturais seria por extração de Soxlet. A extração de Soxlet pode ser carregada com material SBF e os solventes adicionados ao reservatório e o refluxo iniciado. Por um período de 24 horas, óleos naturais solúveis no solvente de escolha, podem ser extraídos na fração de solvente. Em um procedimento usado para remover óleos de polaridade diferente, uma série de extrações no mesmo material SBF pode ser realizada. Por exemplo, um solvente não polar, tal como pentano ou hexano pode ser usado para remover óleos não

polares. Após a extração por 24 horas, a fração de pentano ou hexano seria removida e o Soxlet carregado com um solvente mais polar, tal como, diclorometano. Após um período de 24 horas, este solvente seria removido e 5 substituído com um ou mais solventes polares, tal como metanol. Após um processo de extração de 24 horas, este solvente é removido e o material SBF é deixado secar. As frações de três solventes são evaporadas para render óleos fracionados específicos para o sistema solvente específico. O 10 material SBF pode então ser utilizado no processo para fabricação de EFA sem a contaminação dos óleos naturais residuais.

Também, devido à sua natureza hidrófila e hidrófoba, o EFA pode ser melhorado ou fortificado com 15 aditivos, antes do uso. Por exemplo, ele pode ser ligado a um nutriente.

É antecipado que, em alguns casos, modificações adicionais ao SBF usado para formar o EFA ou ao EFA após formação podem ser desejáveis. Por exemplo, o processamento 20 antes da formação de EFA pode envolver a redução aos níveis de óleo naturais presentes nas fibras. Alternativamente, os níveis de óleo podem ser reduzidos após formação de EFA.

REIVINDICAÇÕES

1. Produto de fibra, **CARACTERIZADO** pelo fato de que compreende um material de fibra a base de semente tratado com ácido possuindo um caráter de celulose total de 5 pelo menos 50% e um caráter de hemicelulose total de 5-23%.

2. Produto de fibra, de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o material de fibra a base de semente tratado com ácido possui uma razão de caráter de celulose para caráter de hemicelulose de pelo menos 2:1.

10 3. Produto de fibra, de acordo com a reivindicação 2, **CARACTERIZADO** pelo fato de que:

(a) o material de fibra a base de semente tratado com ácido compreende fibra de milho tratada com ácido; e

15 (b) a fibra de milho tratada com ácido possui um caráter de celulose total de pelo menos 60%.

4. Produto de fibra, de acordo com a reivindicação 3, **CARACTERIZADO** pelo fato de que:

(a) o material de fibra de milho tratado com ácido possui um caráter de hemicelulose total de pelo menos 5%; e

20 (b) o material de fibra de milho tratado com ácido possui uma razão de caráter de celulose para caráter de hemicelulose de pelo menos 5:1.

5. Produto de fibra, de acordo com a reivindicação 2, **CARACTERIZADO** pelo fato de que:

25 (a) o material de fibra a base de semente tratado com ácido compreende a fibra de soja tratada com ácido; e

(b) a fibra de soja tratada com ácido possui um caráter de celulose total de pelo menos 50%.

6. Produto de fibra, de acordo com a reivindicação
5, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o material de fibra de
soja tratado com ácido possui uma razão de caráter de
celulose para caráter de hemicelulose de pelo menos 2:1.

5 7. Produto de fibra, de acordo com a reivindicação
2, **CARACTERIZADO** pelo fato de que:

(a) o material de fibra a base de semente tratado
com ácido compreende fibra de aveia tratada com ácido; e

10 (b) a fibra de aveia tratada com ácido possui um
caráter de celulose total de pelo menos 60%.

8. Produto de fibra, de acordo com a reivindicação
7, **CARACTERIZADO** pelo fato de que:

(a) o material de fibra de aveia tratado com ácido
possui um caráter de hemicelulose total de pelo menos 5%; e

15 (b) o material de fibra de aveia tratado com ácido
possui uma razão de caráter de celulose para caráter de
hemicelulose de pelo menos 4:1.

9. Produto de fibra, de acordo com a reivindicação
1, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o material de fibra a base
20 de semente tratado com ácido compreende material tratado com
ácido selecionado do grupo consistindo essencialmente em:
fibra de milho tratada com ácido; fibra de aveia tratada com
ácido; fibra de soja tratada com ácido e misturas dos
mesmos.

25 10. Produto de fibra, de acordo com qualquer uma
das reivindicações 1 a 9, **CARACTERIZADO** pelo fato de que
compreende um material de fibra a base de semente tratado
com ácido, moído, conforme definido em qualquer uma das

reivindicações 1 a 9, tendo uma aparência de superfície em flor, quando examinado por SEM, a 100X.

11. Produto de papel produzido a partir de uma polpa, **CARACTERIZADO** pelo fato de que compreende 0,1 a 10% de material de fibra a base de semente tratado com ácido, conforme definido em qualquer uma das reivindicações 1 a 9, com base no restante do teor de fibra em uma composição para fabricação de papel, a partir da qual o papel é formado.

12. Produto de papel que compreende fibras de polpa, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o produto de papel também inclui um material de fibra a base de semente tratado com ácido, conforme definido em qualquer uma das reivindicações 1 a 9.

13. Produto de papel, de acordo com a reivindicação 12, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o material de fibra a base de semente tratado com ácido possui um caráter de celulose total dentro da faixa de 50-85%.

14. Produto de papel que compreende fibras de papel, **CARACTERIZADO** pelo fato de que as referidas fibras de papel são revestidas, pelo menos parcialmente, com um material de fibra a base de semente modificado, com o material de fibra a base de semente orientado ao longo das fibras de papel; o material de fibra a base de semente sendo um material de fibra a base de semente modificado, conforme definido em qualquer uma das reivindicações 1 a 9.

15. Produto de papel, de acordo com a reivindicação 14, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o material de fibra a base de semente modificado é selecionado do grupo

consistindo essencialmente em: fibra de milho modificada, fibra de aveia modificada, fibra de soja modificada e misturas das mesmas.

16. Composição alimentícia compreendendo 5 ingredientes comestíveis, **CARACTERIZADA** pelo fato de que compreende pelo menos 0,5% em peso, com base nos ingredientes totais, não processados, de material de fibra a base de semente tratado com ácido, conforme definido em qualquer uma das reivindicações 1 a 9.

10 17. Composição alimentícia, de acordo com a reivindicação 16, **CARACTERIZADA** pelo fato de que compreende:

(a) farinha; e

(b) pelo menos 0,5% de um material de fibra a base de semente tratado com ácido, conforme definido em qualquer 15 uma das reivindicações 1 a 9, por peso da farinha presente em uma mistura da qual o produto alimentício é formado.

18. Composição alimentícia, de acordo com a reivindicação 17, **CARACTERIZADA** pelo fato de que compreende pelo menos 3% do material de fibra a base de semente tratado 20 com ácido, por peso de farinha presente em uma mistura a partir da qual o produto alimentício é formado.

19. Método para processamento de fibra a base de semente, para obter um produto conforme definido em qualquer 25 uma das reivindicações 1 a 10, **CARACTERIZADO** pelo fato de que compreende as etapas de:

(a) combinação, a uma temperatura entre 100° e 140°C, da fibra a base de semente com uma solução de ácido diluída para formar uma pasta de ácido; e

(b) lavagem da fibra tratada com ácido resultante da etapa (a).

20. Método, de acordo com a reivindicação 19, **CARACTERIZADO** pelo fato de que compreende, adicionalmente,

5 uma etapa de um processamento de acompanhamento após a etapa

(b) por uma etapa de modificação de superfície, que compreende contatar a fibra tratada com ácido resultante da etapa (b) com um agente modificador para formar um aditivo de fibra aperfeiçoado.

10 21. Método, de acordo com a reivindicação 20, **CARACTERIZADO** pelo fato de que a etapa de modificação da superfície, compreende pelo menos um de:

(i) tratamento da fibra com uma solução de clorito de ácido;

15 (ii) tratamento da fibra com uma solução de peróxido; e

(iii) tratamento da fibra, em etapas de tratamento separadas, com uma solução de clorito de ácido e uma solução de peróxido.

20 22. Método, de acordo com qualquer uma das reivindicações 19 a 21, **CARACTERIZADO** pelo fato de que a etapa de combinação da fibra a base de semente com uma solução de ácido diluída compreende combinação com uma seleção de solução de ácido do grupo consistindo 25 essencialmente em ácido clorídrico, ácido sulfúrico, ácido acético, ácido perclórico e ácido fosfórico.

23. Método, de acordo com qualquer uma das reivindicações 19 a 22, **CARACTERIZADO** pela etapa de

combinar a fibra a base de semente com uma solução de ácido diluída com um pH abaixo de 5.

24. Método, de acordo com qualquer uma das reivindicações 19 a 23, **CARACTERIZADO** pelo fato de que a 5 etapa de combinar a fibra a base de semente com uma solução de ácido diluída é conduzida, por um período de tempo na faixa de 0,5 a 2,0 horas.

25. Método, de acordo com qualquer uma das reivindicações 19 a 24, **CARACTERIZADO** pelo fato de que 10 seguindo-se a etapa de lavagem da fibra tratada com ácido resultante da etapa (a), a fibra tratada com ácido é tratada com um clorito de ácido selecionado do grupo consistindo essencialmente em: solução de clorito de sódio; solução de clorito de potássio; solução de clorito de magnésio; e uma 15 solução de clorito de cálcio.

26. Método, de acordo com a reivindicação 25, **CARACTERIZADO** pelo fato de que a etapa de tratar com uma solução de clorito de ácido inclui tratamento com clorito a 1%-5% em peso, da fibra tratada com ácido que está sendo 20 tratada.

27. Método, de acordo com qualquer uma das reivindicações 19 a 26, **CARACTERIZADO** pelo fato de que após a etapa (b), é conduzida uma etapa para tratamento com solução de peróxido.

25 28. Método, de acordo com a reivindicação 27, **CARACTERIZADO** pelo fato de que uma etapa de tratar com solução de clorito de ácido é conduzida entre a etapa (b) e a etapa de tratamento com solução de peróxido.

29. Método, de acordo com qualquer uma das reivindicações 27 e 28, **CARACTERIZADO** pelo fato de que a etapa de tratamento com solução de peróxido comprehende tratamento com peróxido de hidrogênio.

5 30. Método, de acordo com qualquer uma das reivindicações 19 a 29, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o tratamento total é conduzido adequadamente, de modo a reduzir o teor de lignina no material de fibra a base de semente.

10 31. Método, de acordo com qualquer uma das reivindicações 19 a 30, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o dito material de fibra a base de semente tratado com ácido comprehende material de fibra resultante de um processo que inclui as etapas de:

15 (i) combinar a fibra com base em semente com uma solução ácida diluída, incluindo pelo menos cerca de 0,1% de ácido, em peso seco da fibra com base em semente,

(ii) lavar a fibra tratada com ácido resultante da etapa (i),

20 (iii) tratar o material resultante da etapa (ii) com clorito ácido, e

(iv) tratar o material resultante da etapa (iii) com peróxido.

32. Processo para fabricação de papel
25 compreendendo preparação de uma mistura de polpa, **CARACTERIZADO** pelo fato de que comprehende uma etapa de proporcionar, no papel, material de fibra a base de semente tratado com ácido, tendo um caráter de celulose total de

pelo menos 50% e um caráter de hemicelulose total de pelo menos 5%, conforme definido em qualquer uma das reivindicações 1 a 9, ou um material de fibra a base de semente tratado com ácido preparado conforme definido em 5 qualquer uma das reivindicações 19 a 31.

33. Processo, de acordo com a reivindicação 32, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o material de fibra a base de semente tratado com ácido é proporcionado na mistura de polpa.

10 34. Processo, de acordo com a reivindicação 33, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o material de fibra a base de semente tratado com ácido é proporcionado na mistura de polpa, em um quantidade de pelo menos 0,1% em peso de polpa na mistura.

15 35. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações 32 a 34, **CARACTERIZADO** pelo fato de que a dita etapa de proporcionar material de fibra tratado com ácido no papel inclui uma etapa de proporcionar pelo menos um revestimento parcial de fibras de papel, com o material 20 de fibra a base de semente tratado com ácido.

36. Processo para preparar um produto alimentício compreendendo ingredientes alimentícios, **CARACTERIZADO** pelo fato de que inclui uma etapa de proporcionar, no produto alimentício, um material de fibra a base de semente tratado 25 com ácido, conforme definido em qualquer uma das reivindicações 1 a 9, ou um material de fibra a base de semente tratado com ácido, preparado conforme qualquer uma das reivindicações 19 a 31.

FIG. 1.

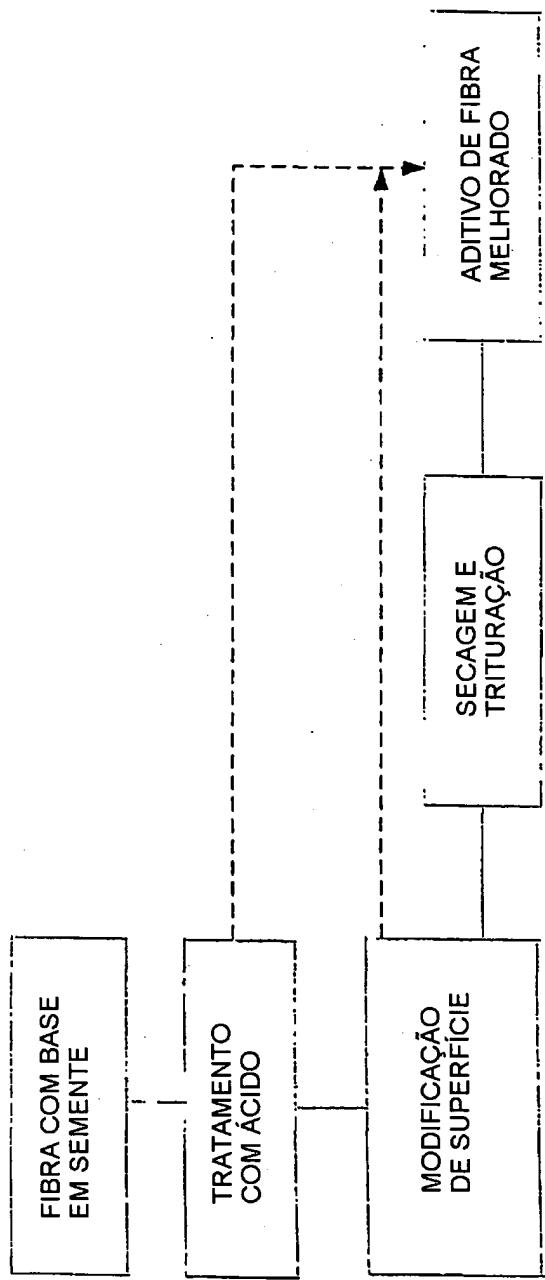


FIG. 2

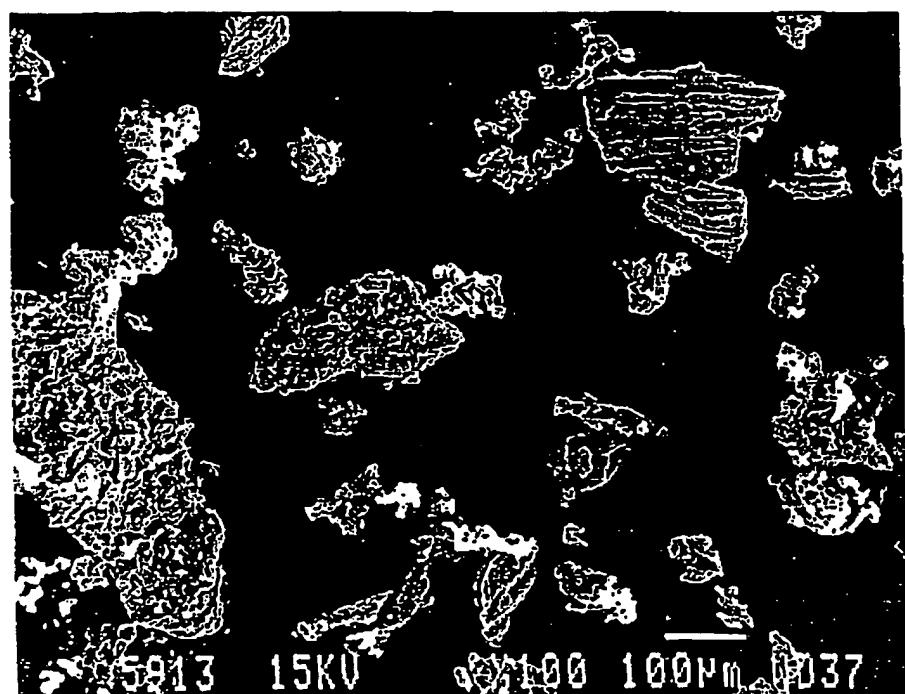


Fig. 3

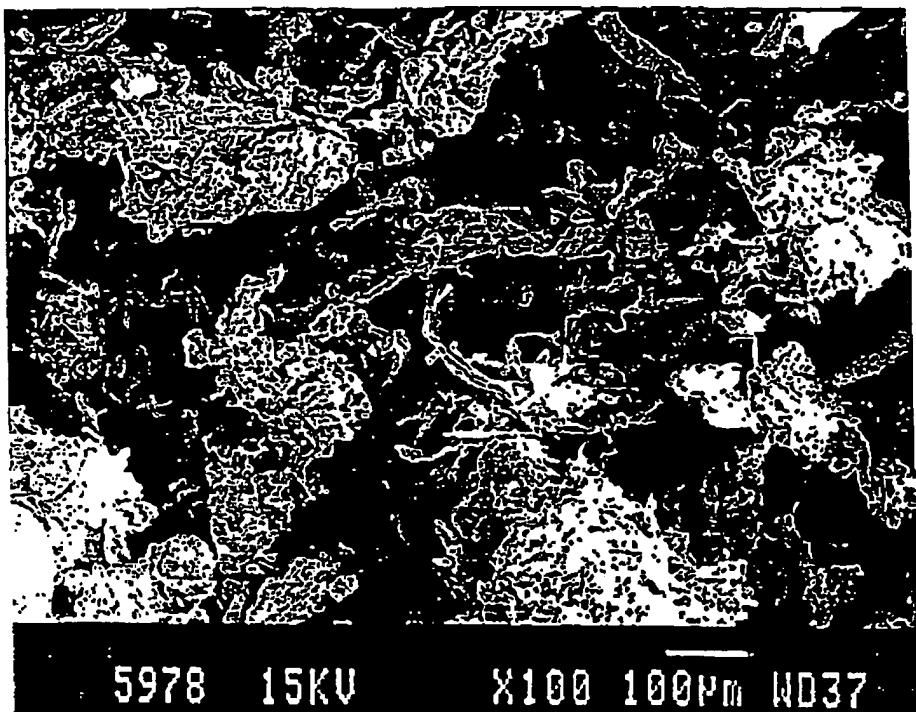


FIG. 4

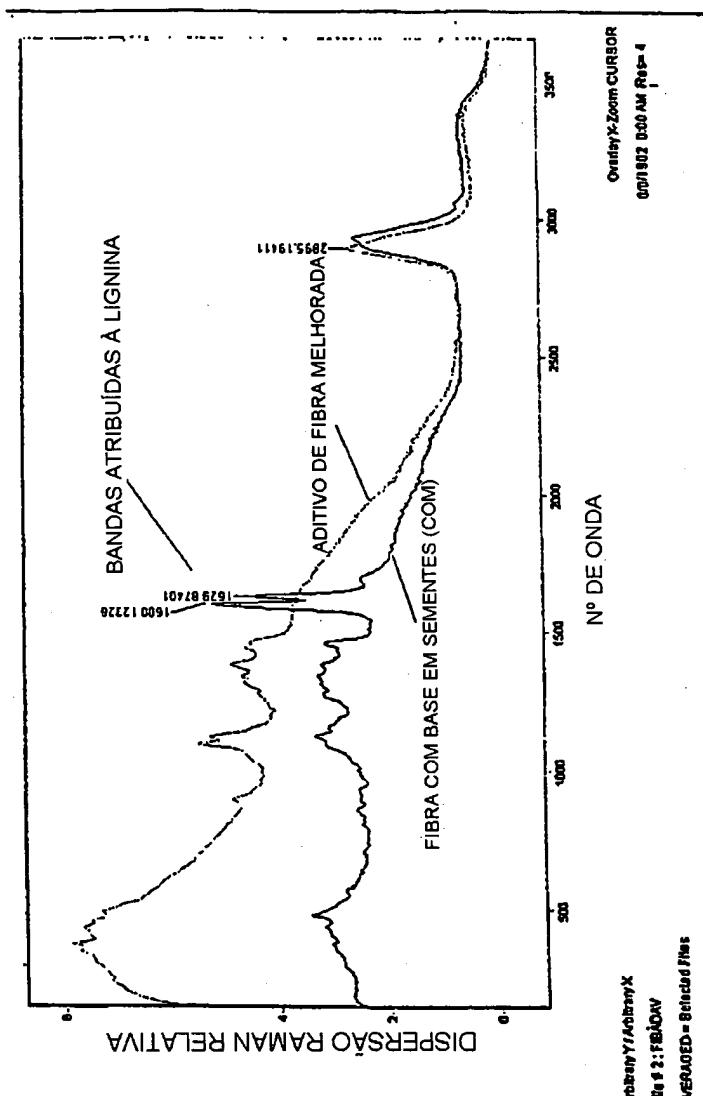


FIG. 5

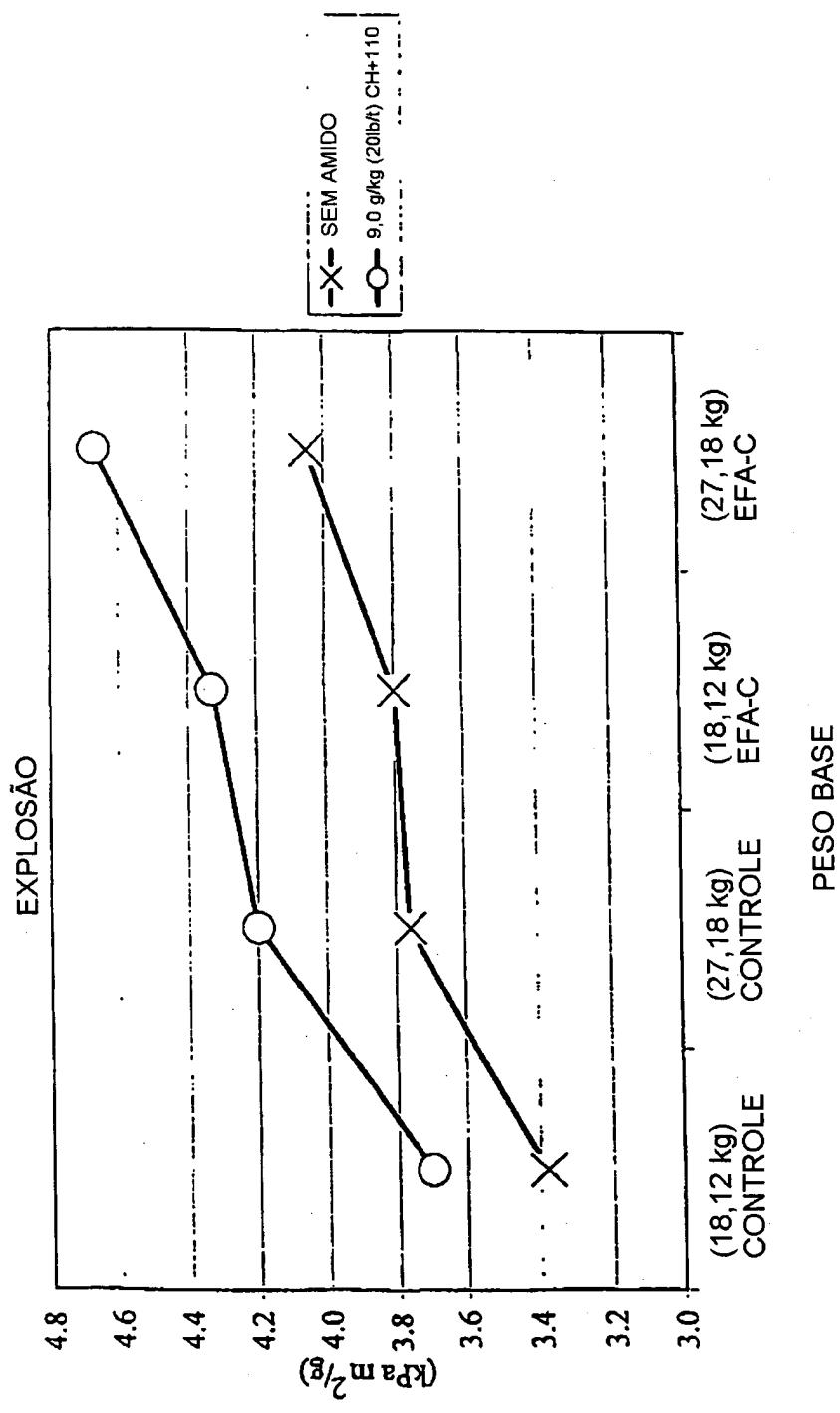


FIG. 6

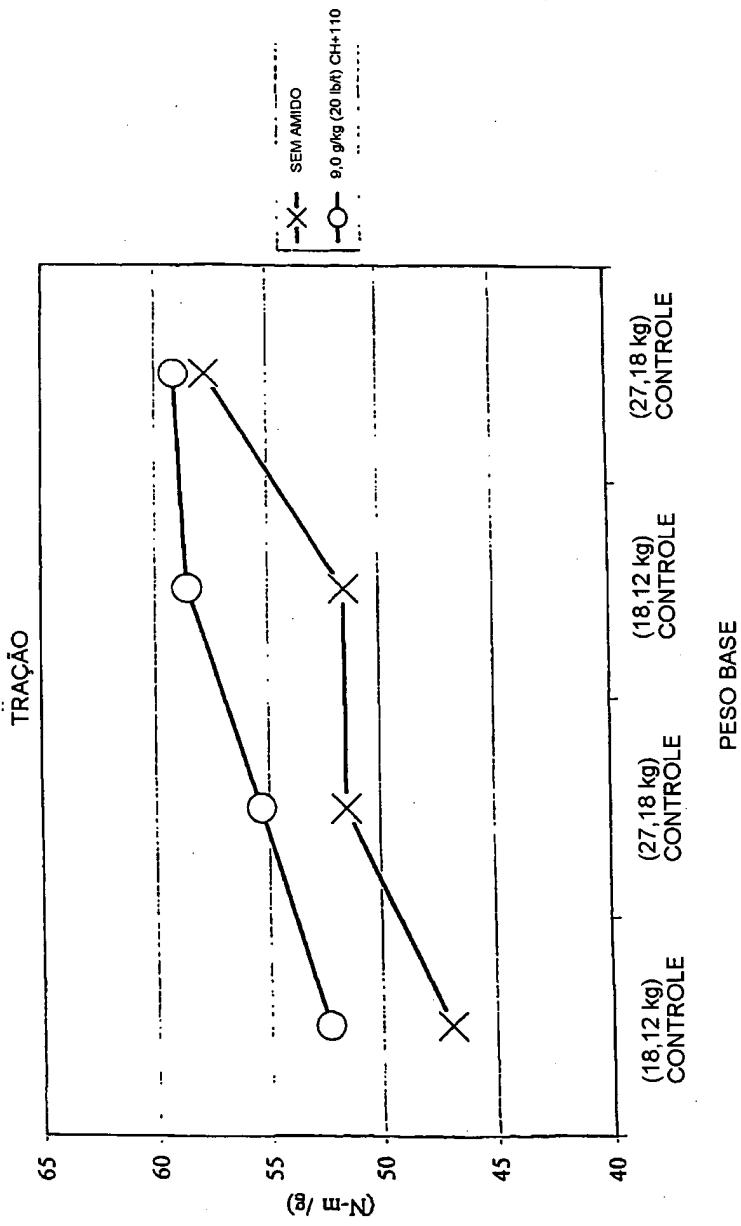


FIG. 7

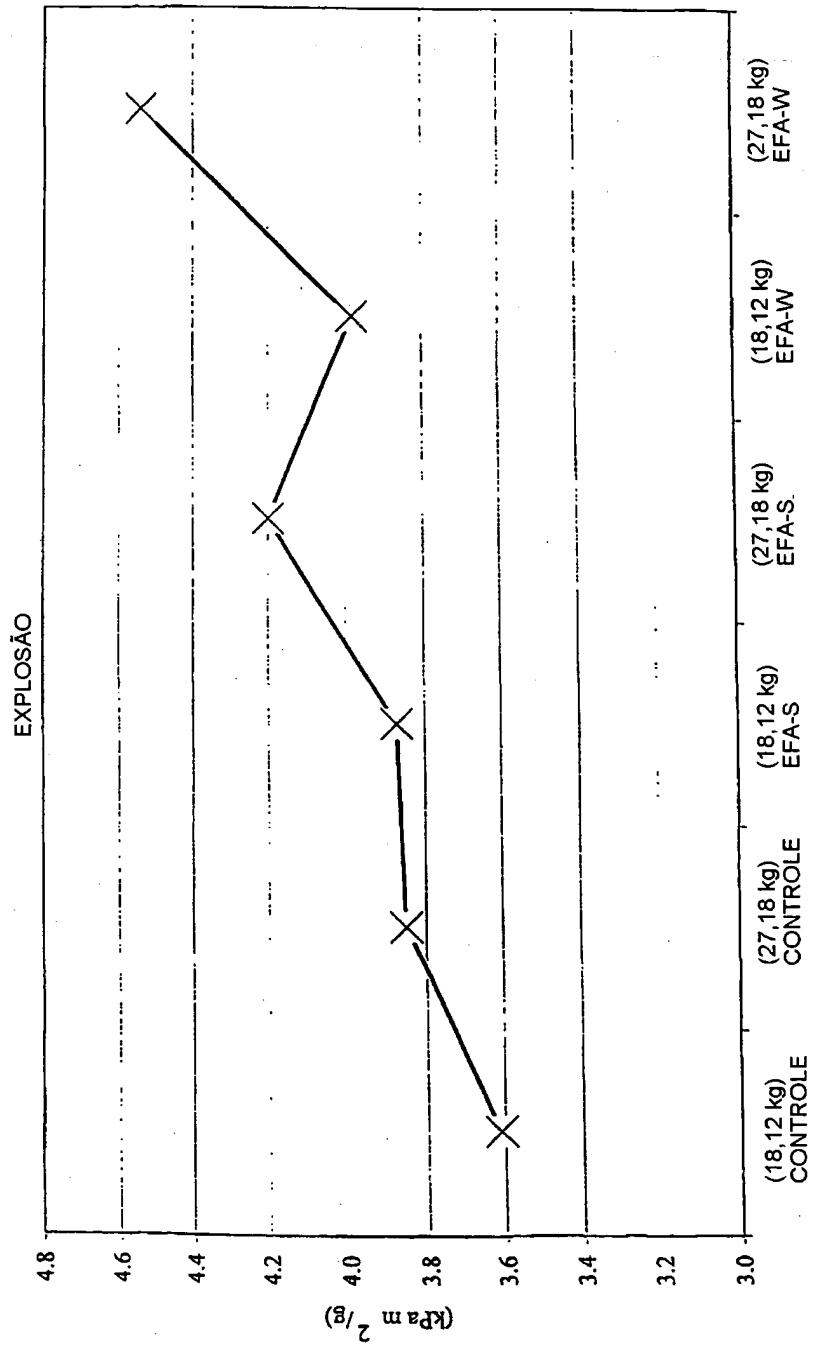
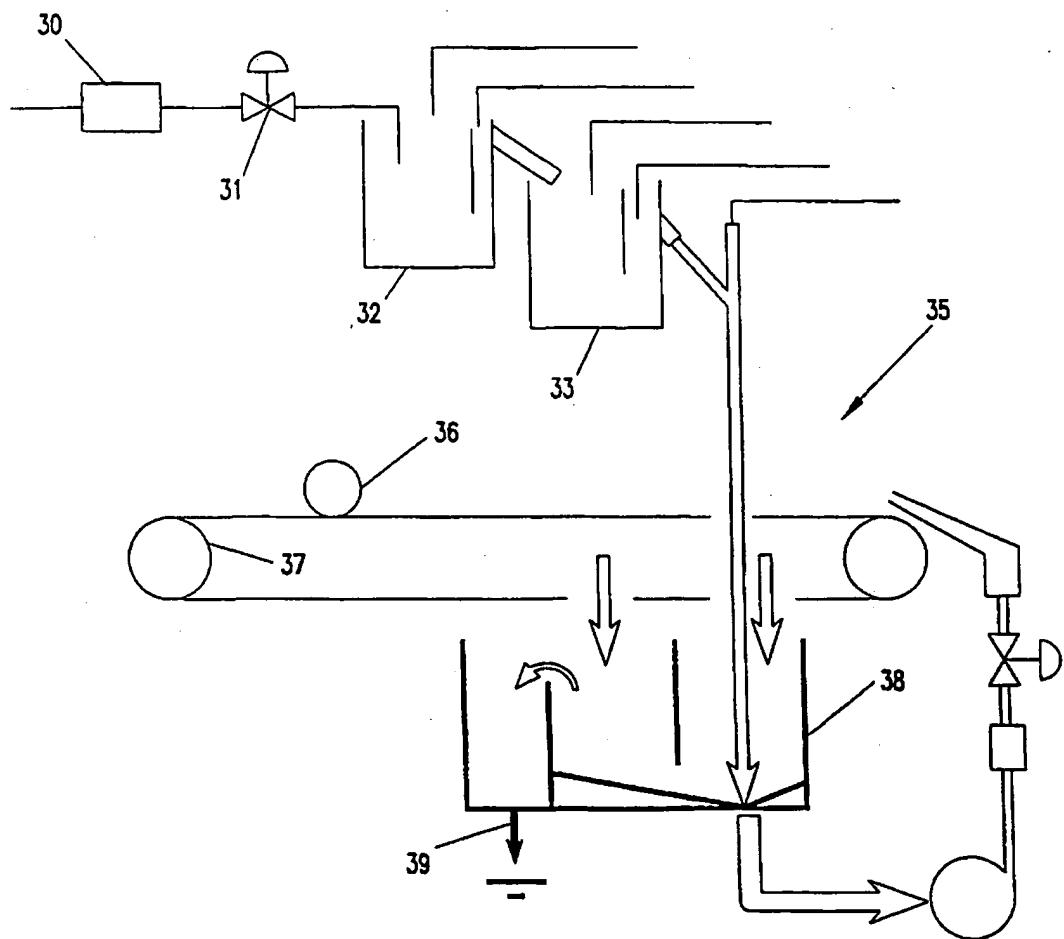


FIG. 8A



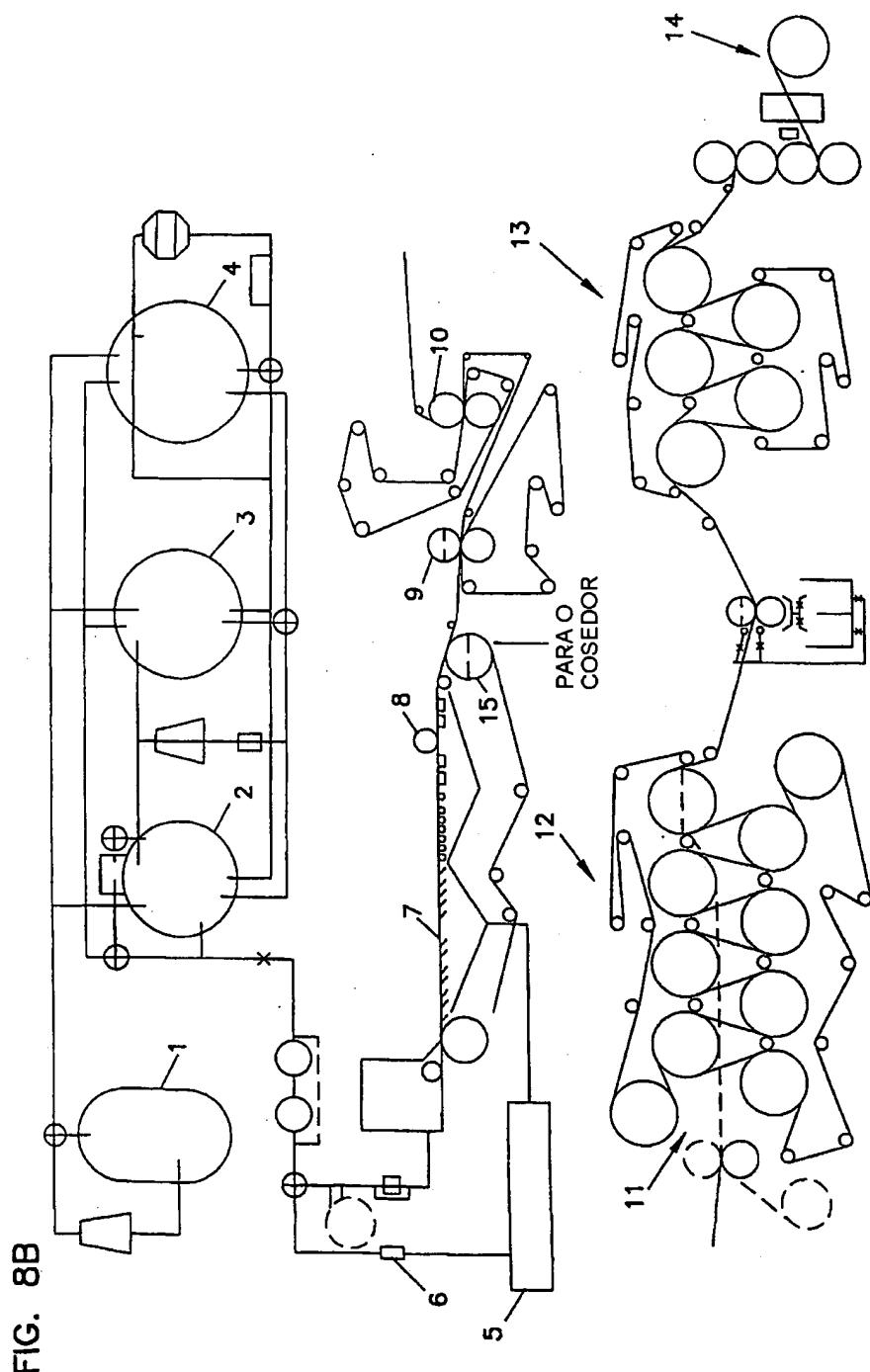


FIG. 9
EXPLOSÃO

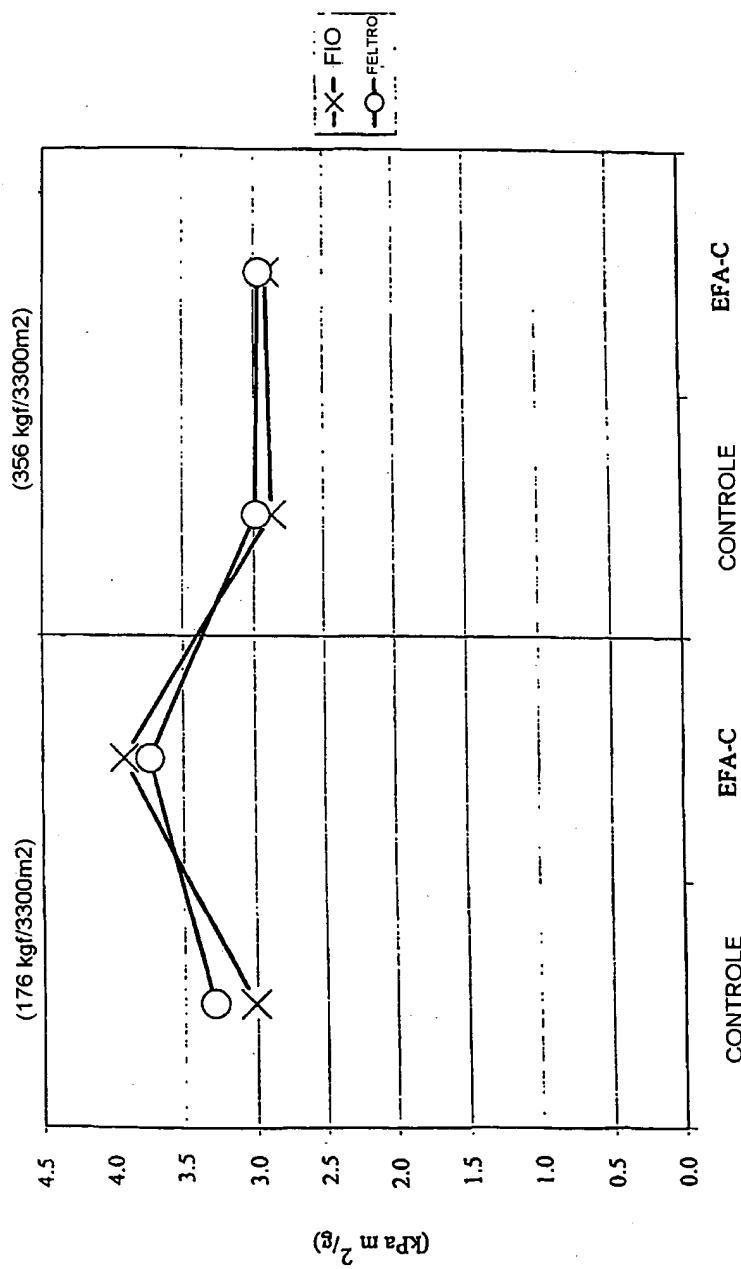
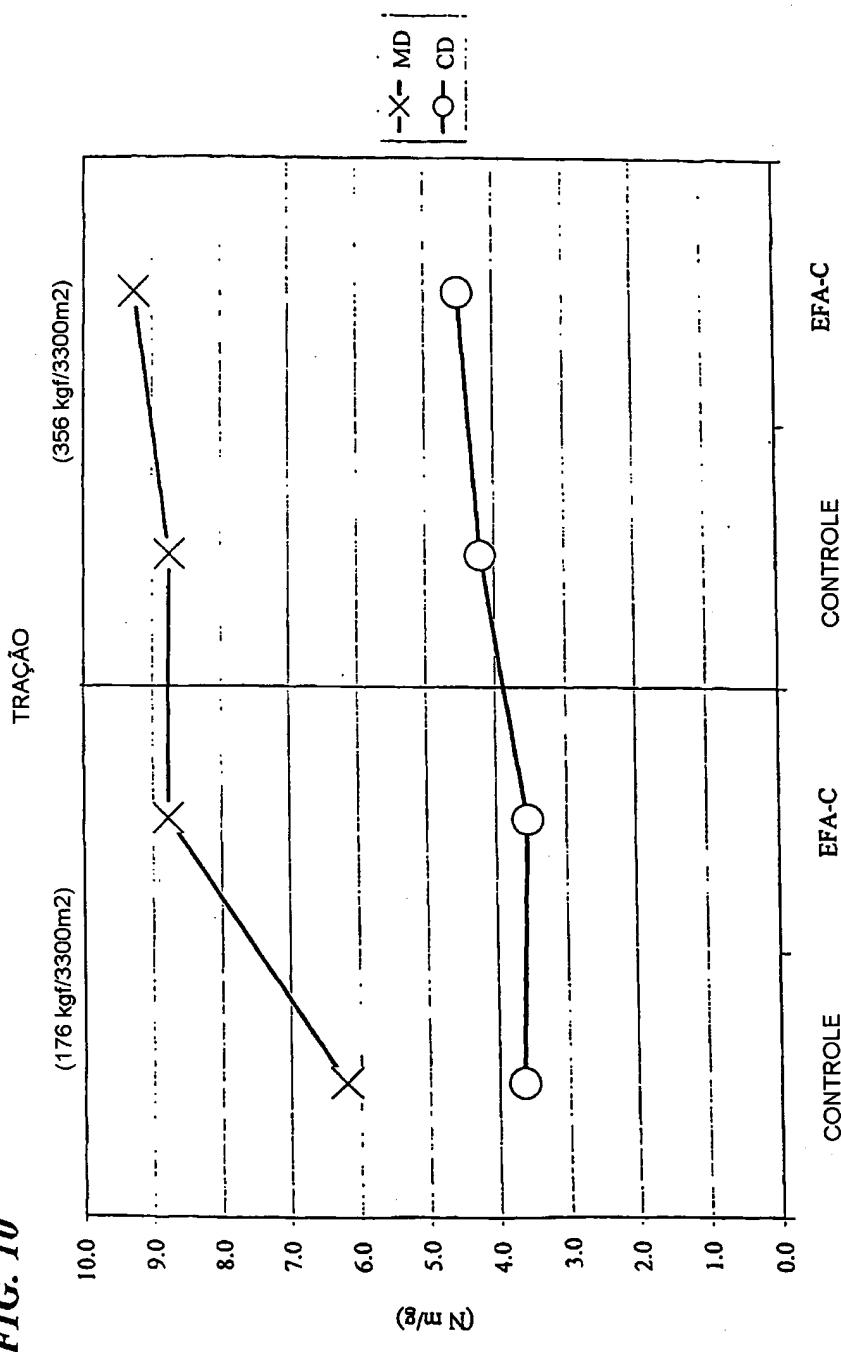
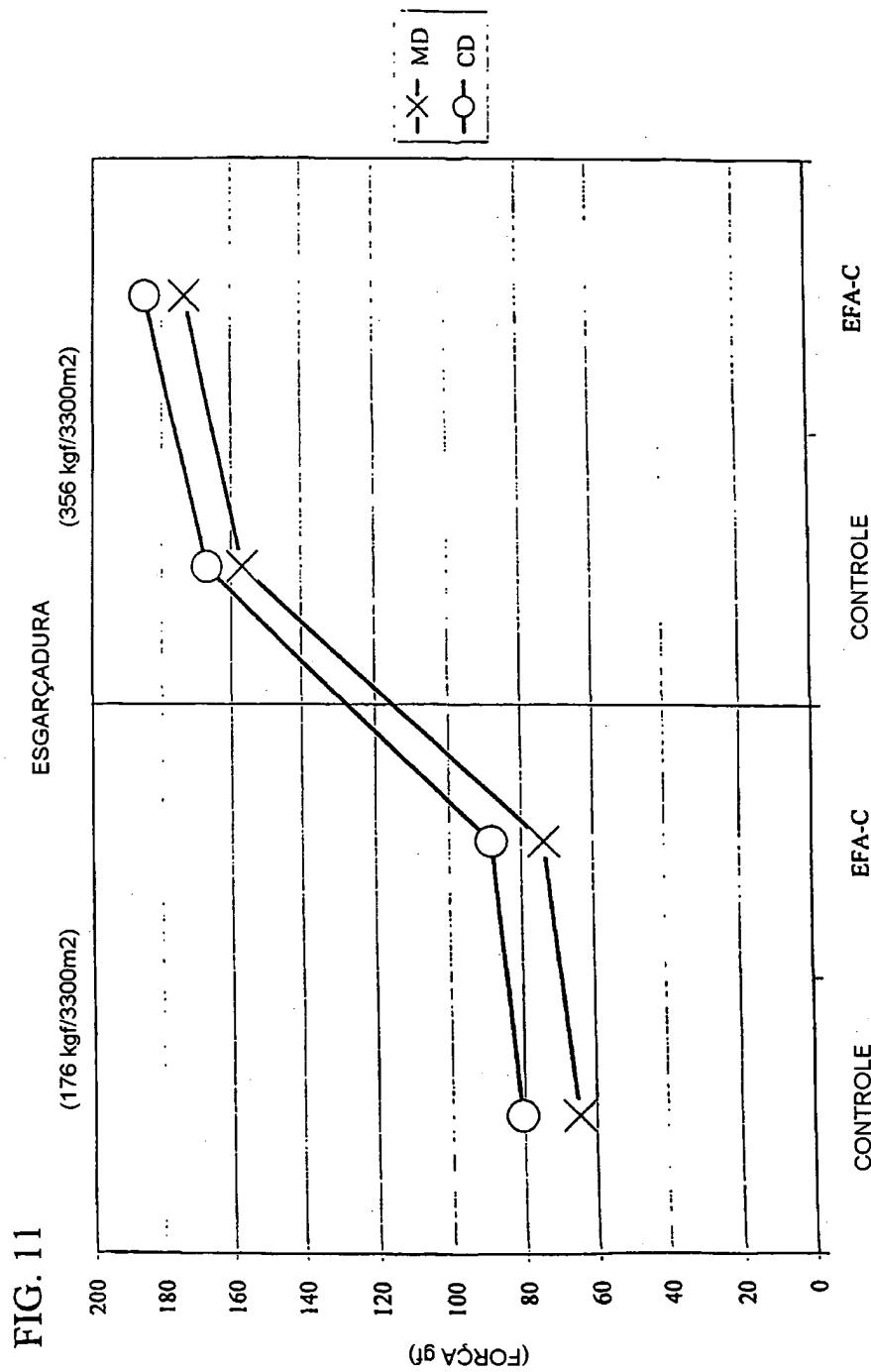


FIG. 10





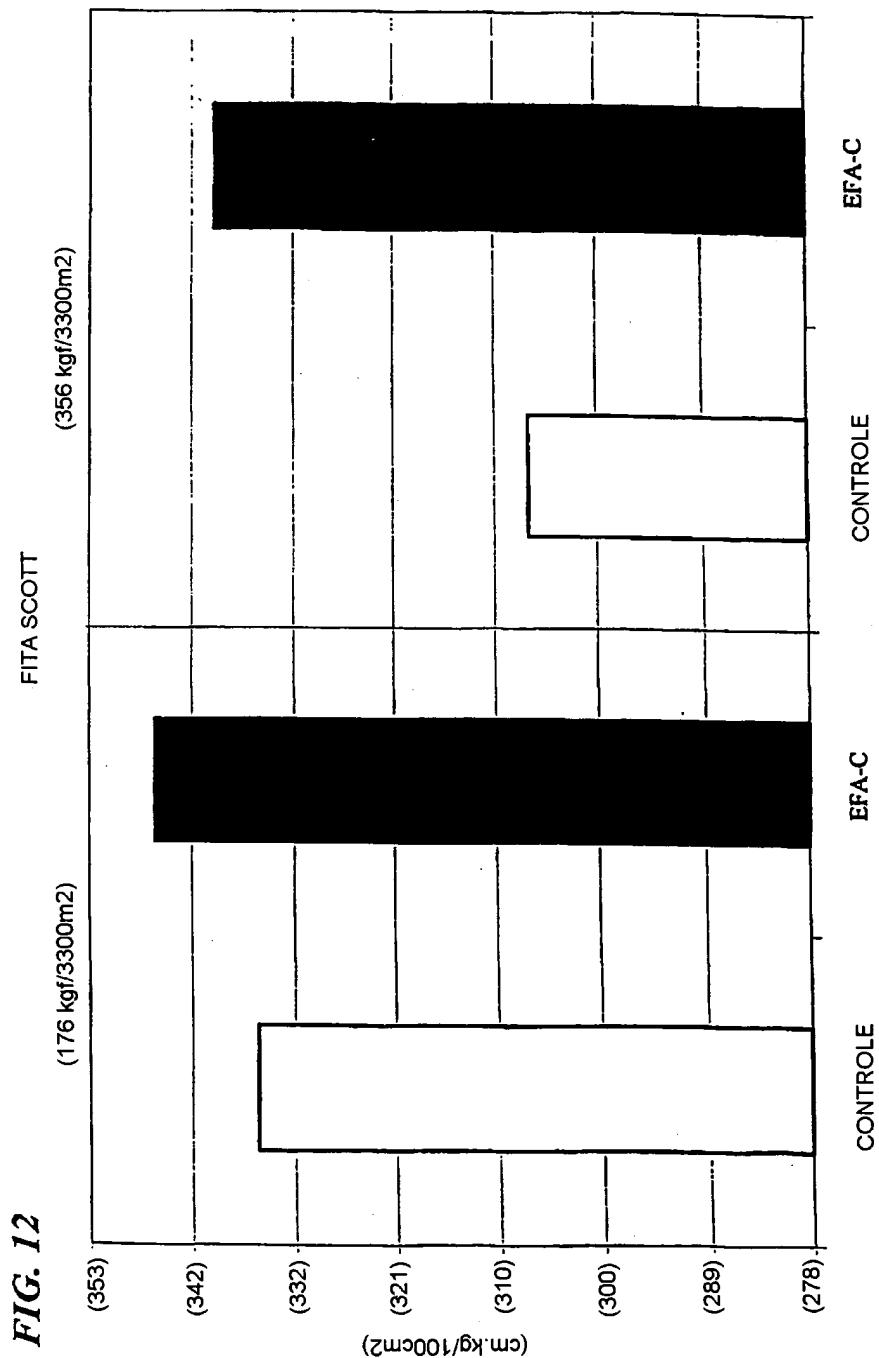


FIG. 13

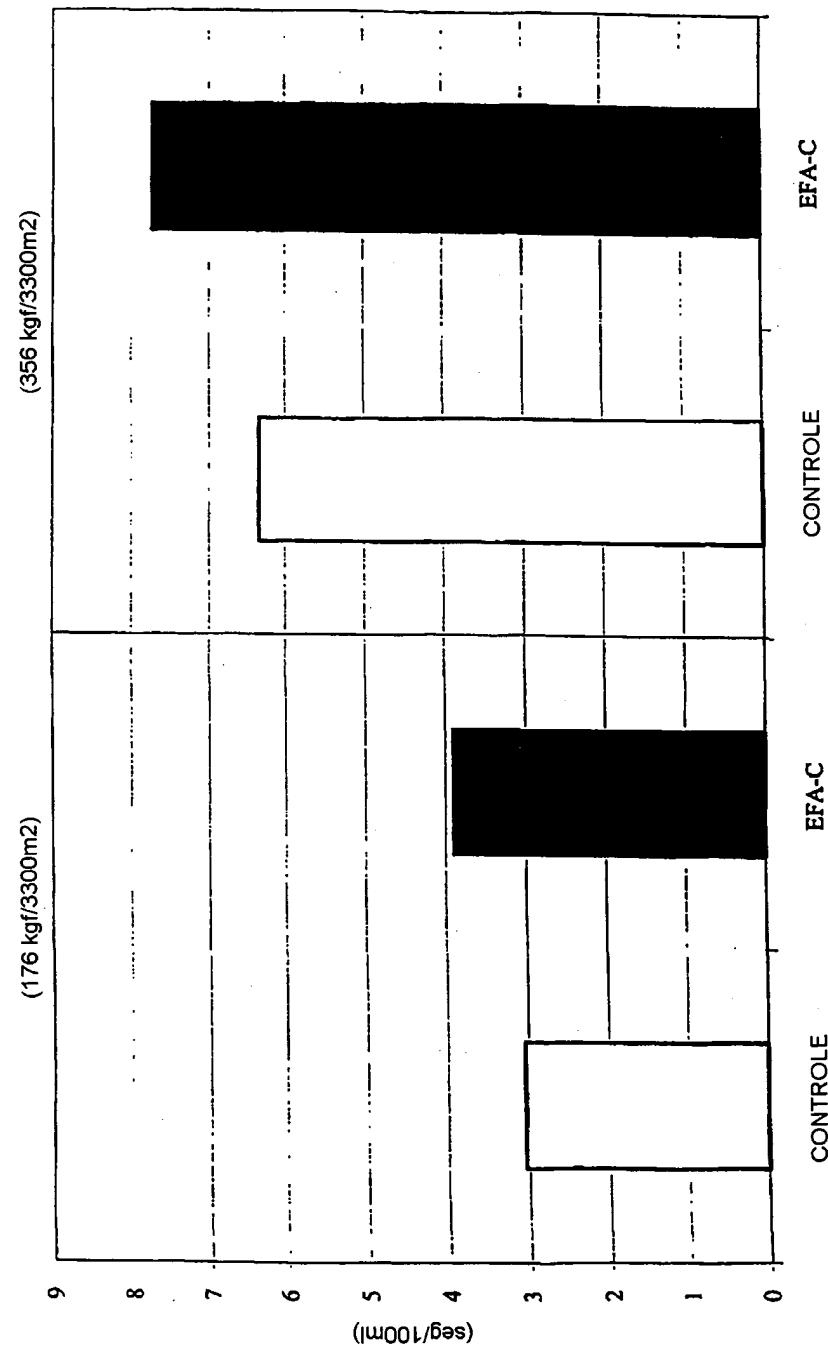
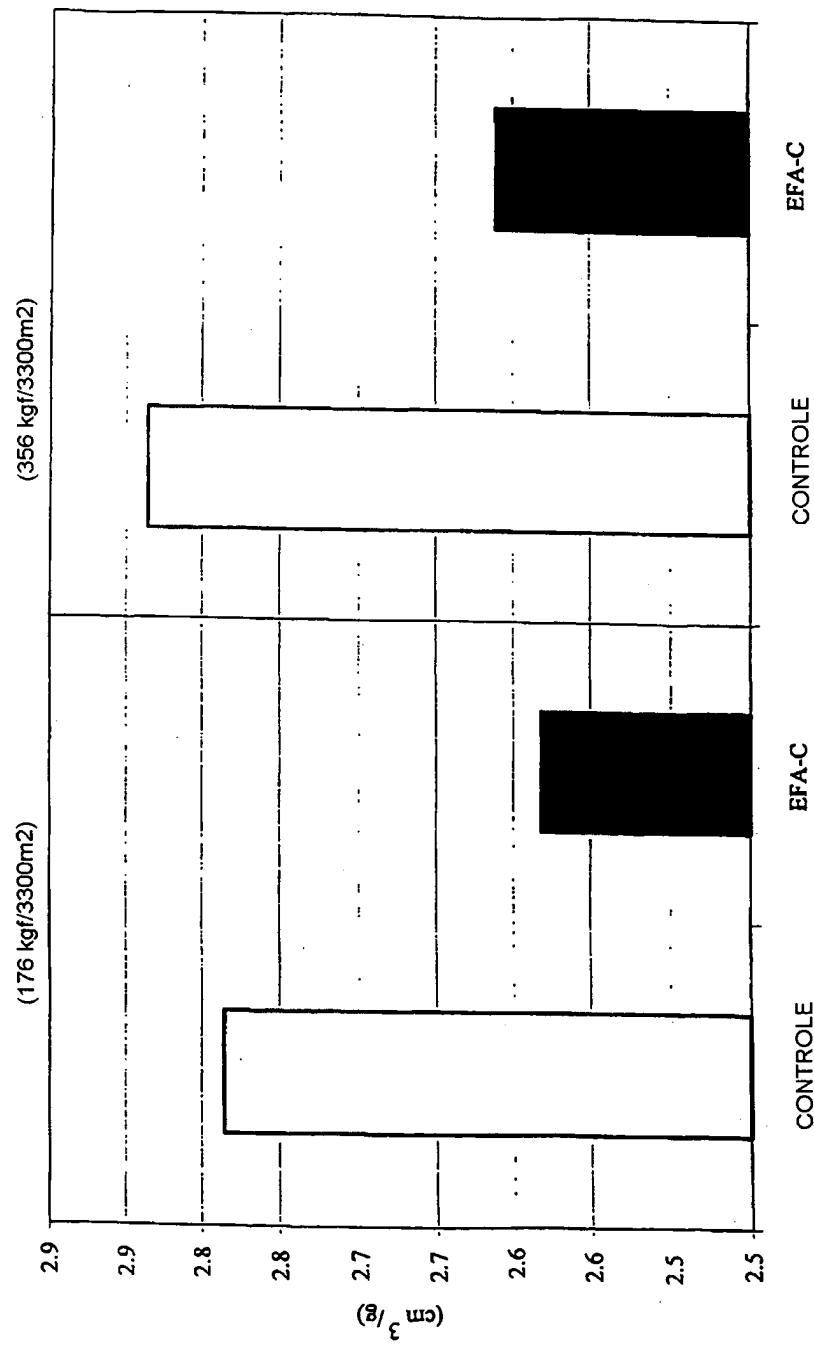


FIG. 14



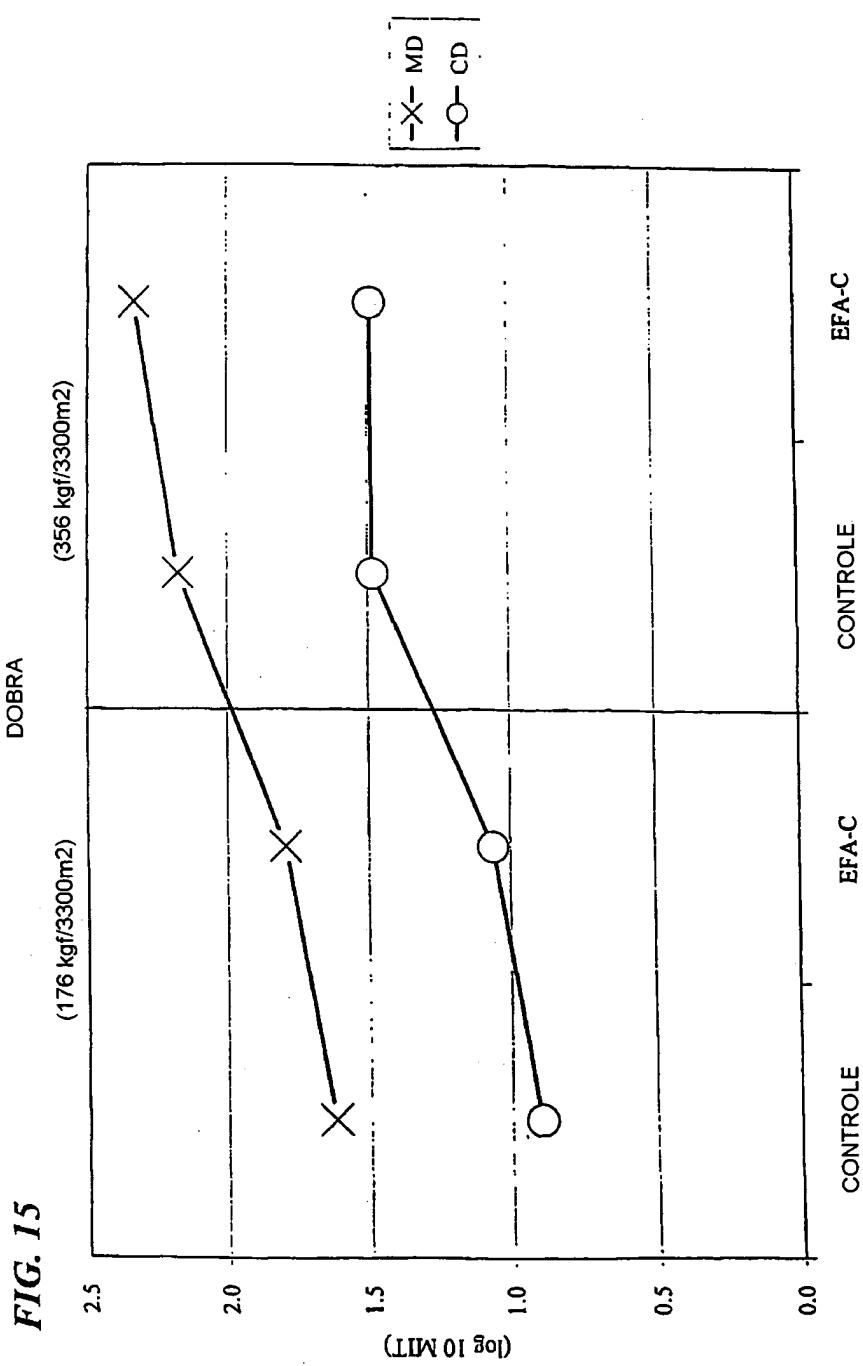


FIG. 16

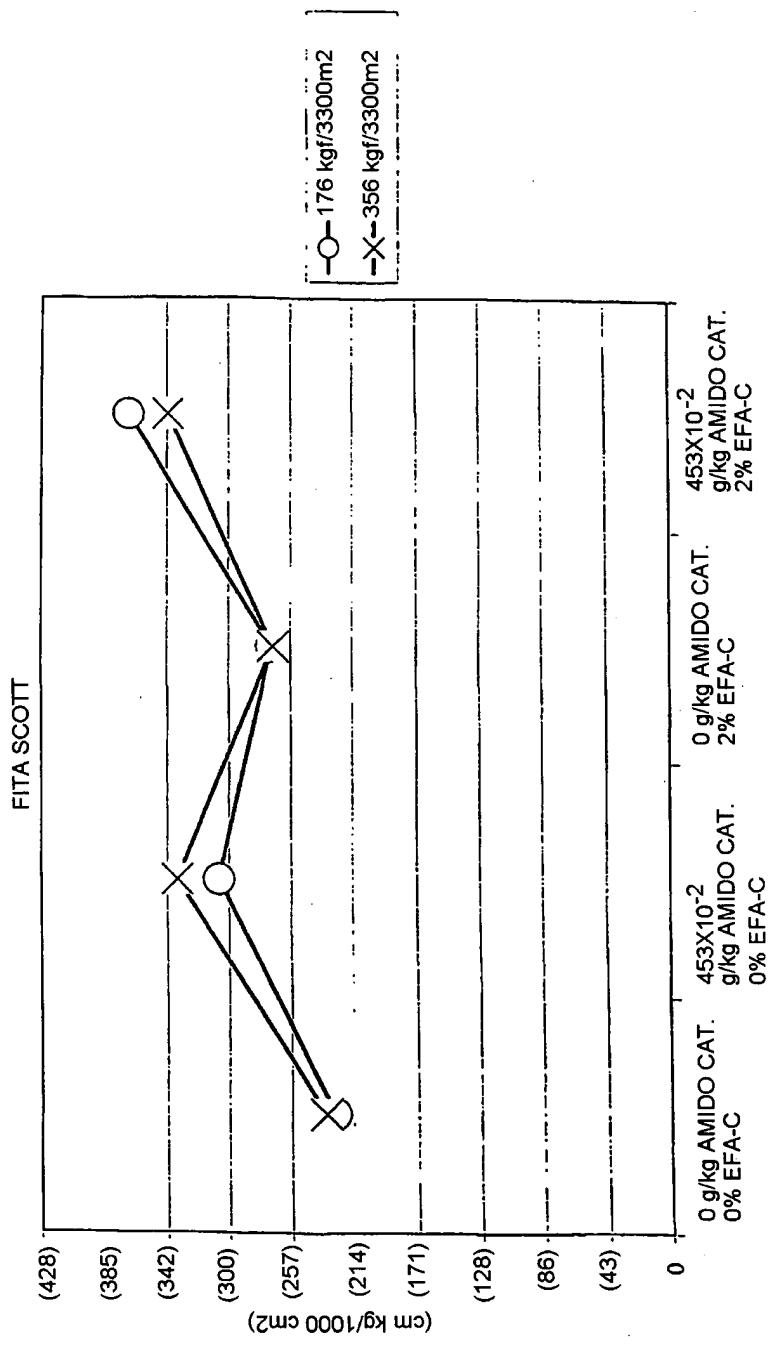


FIG. 17

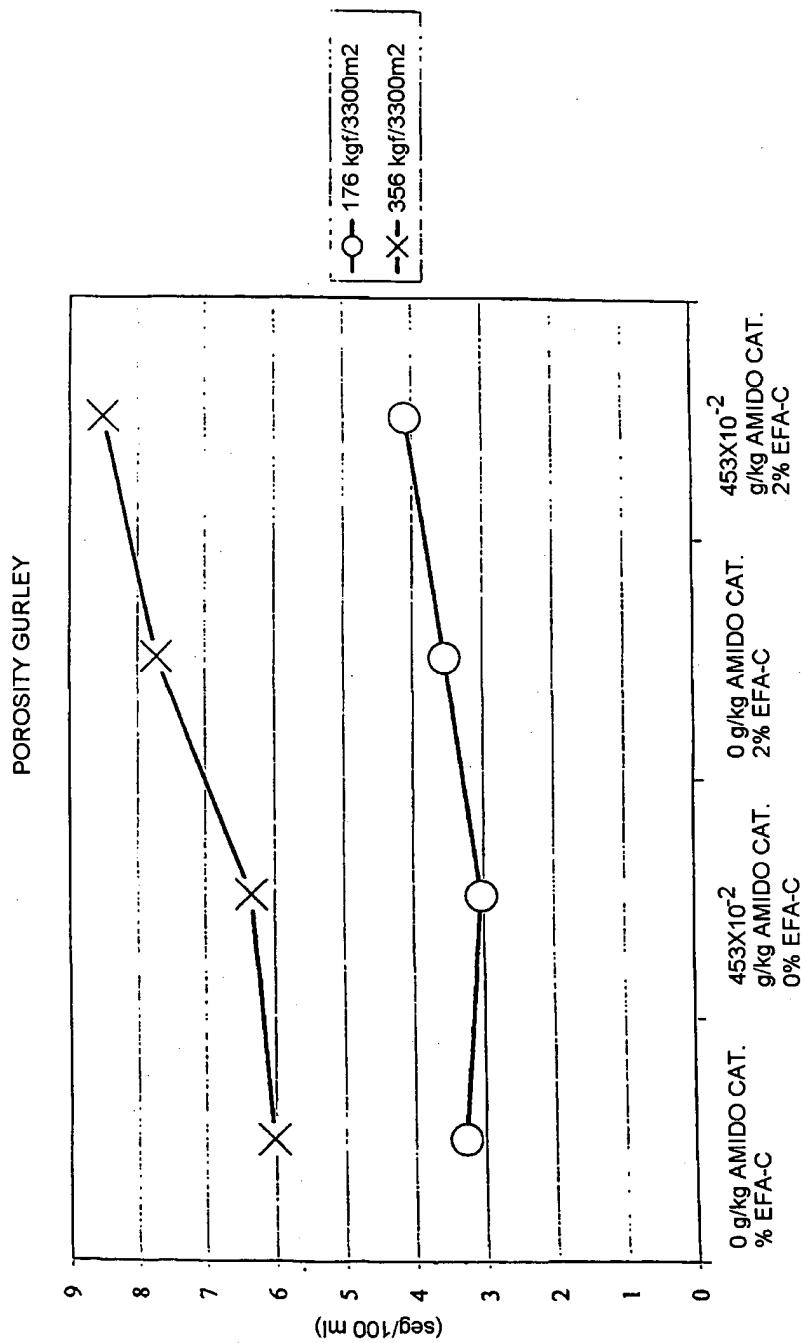


FIG. 18

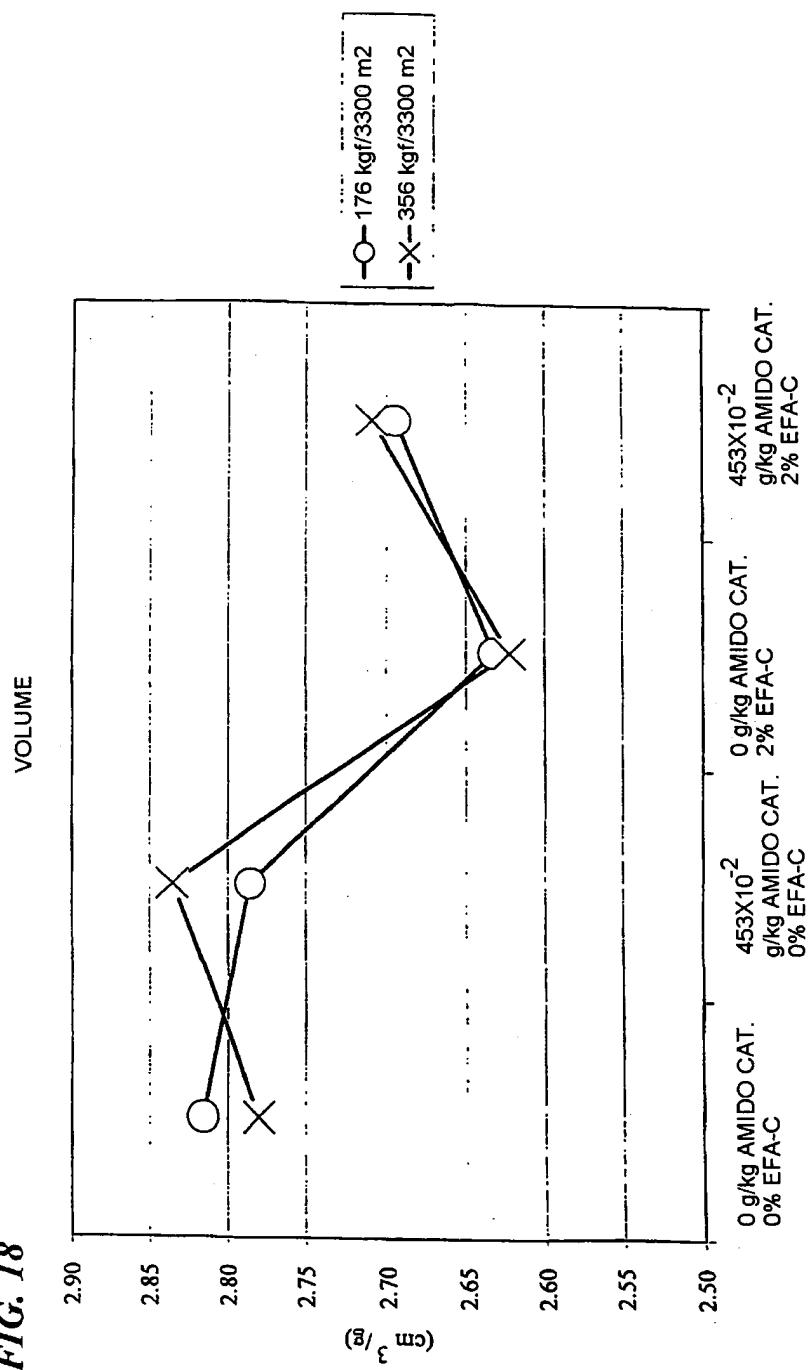


FIG. 19

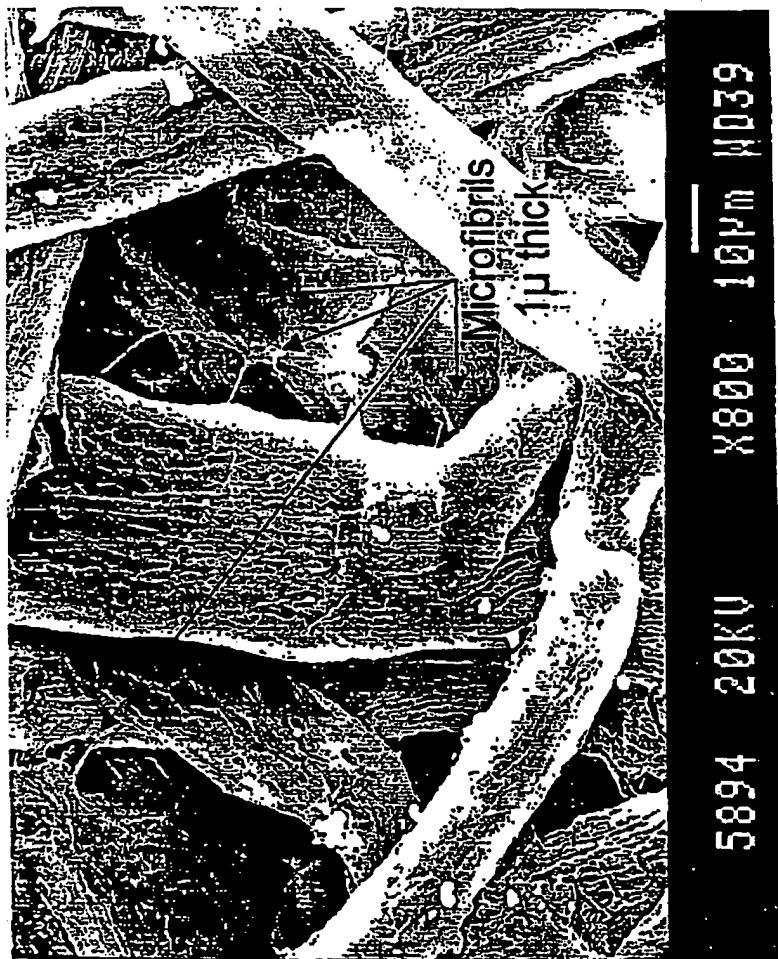


FIG. 20

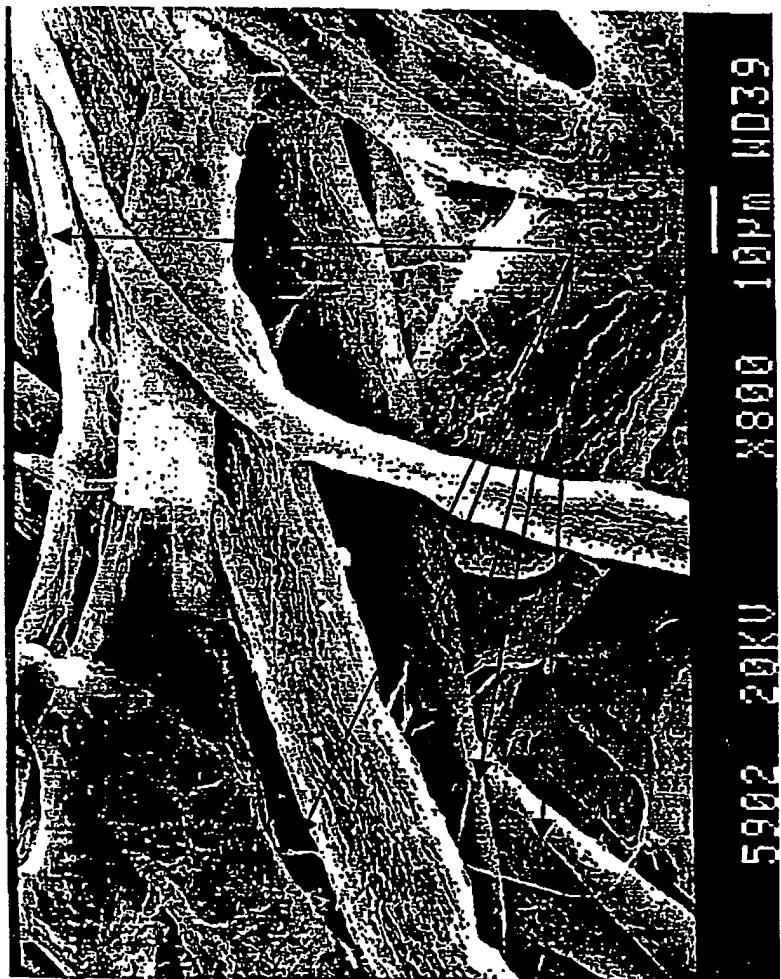


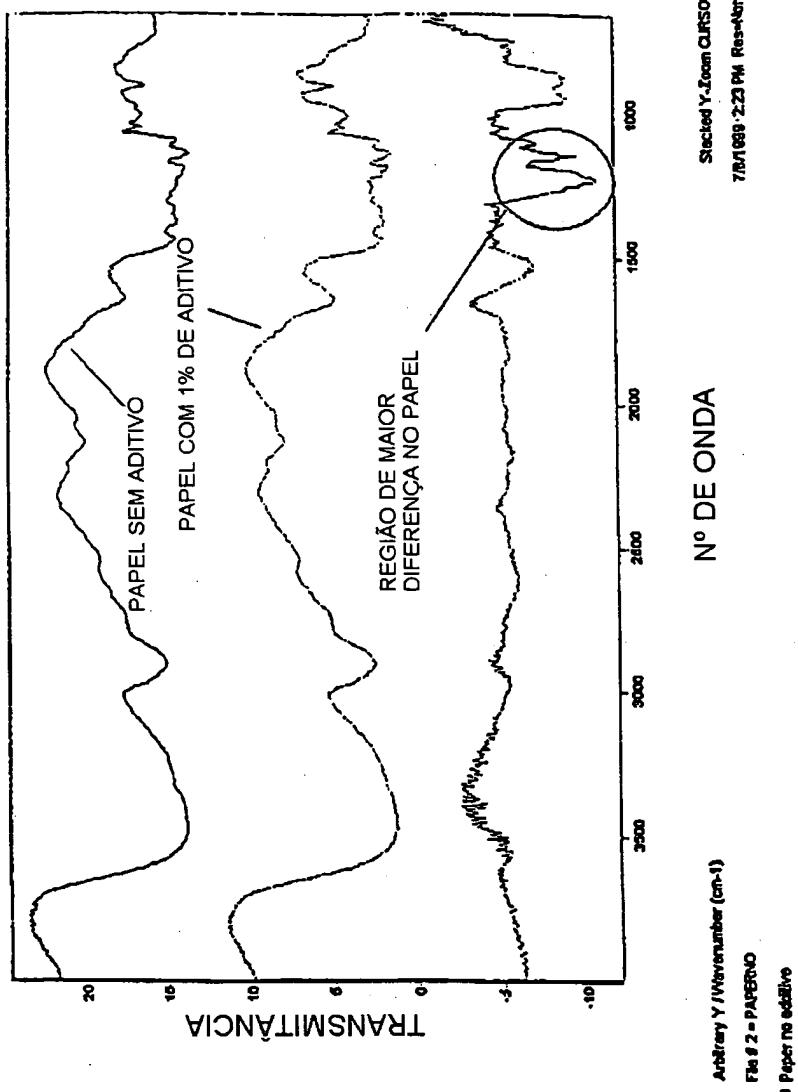
FIG. 21

FIG. 22

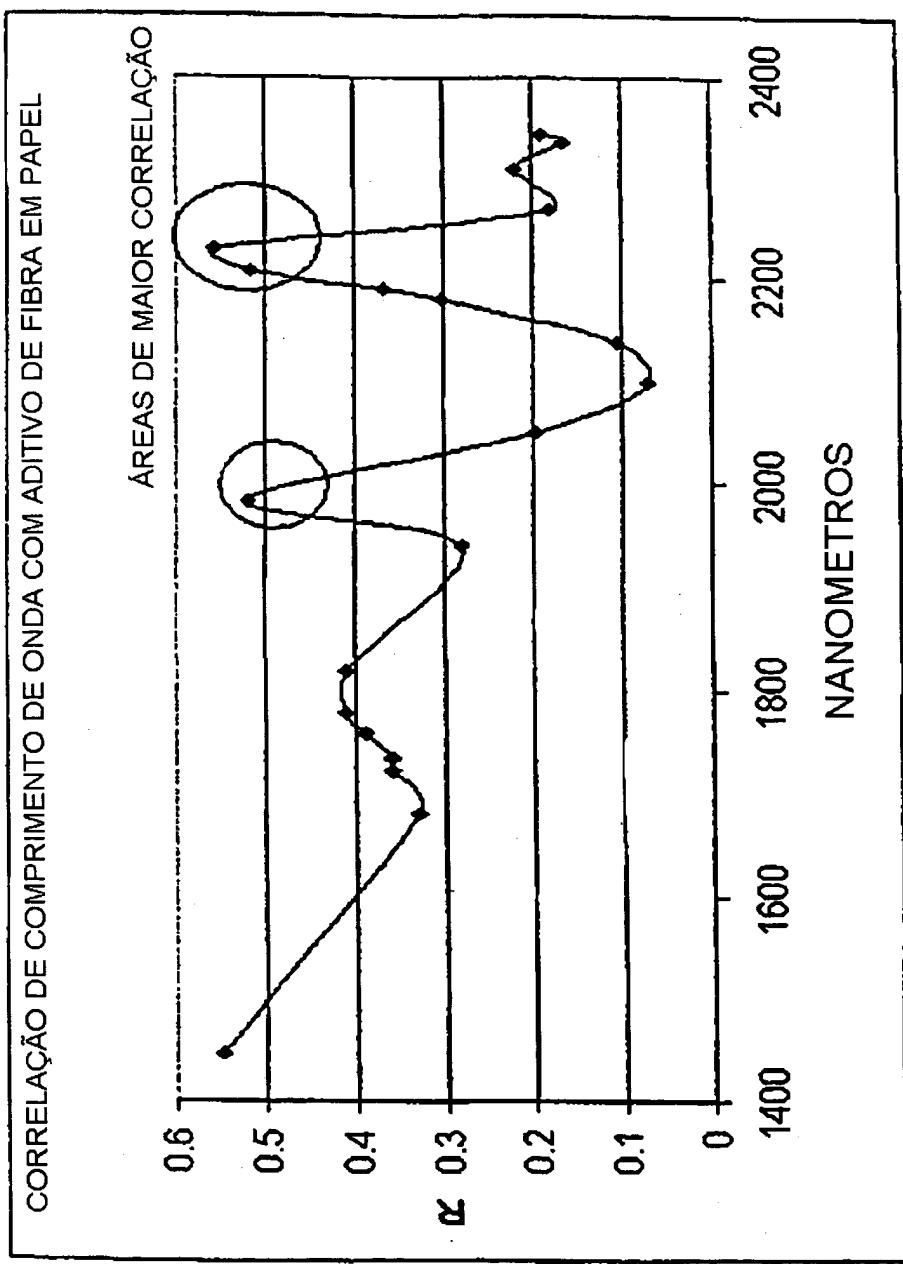


FIG. 23

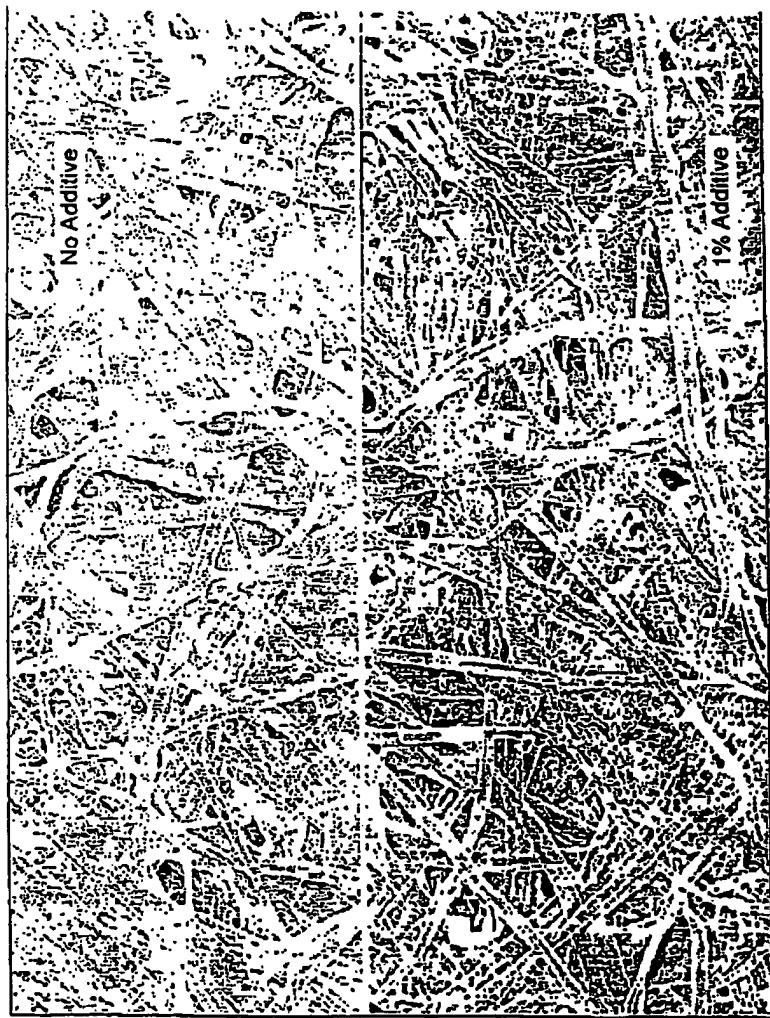


FIG. 24



IMAGEM COMPÓSITA DE COR RGB
(PAPEL SEM EFA)

FIG. 25

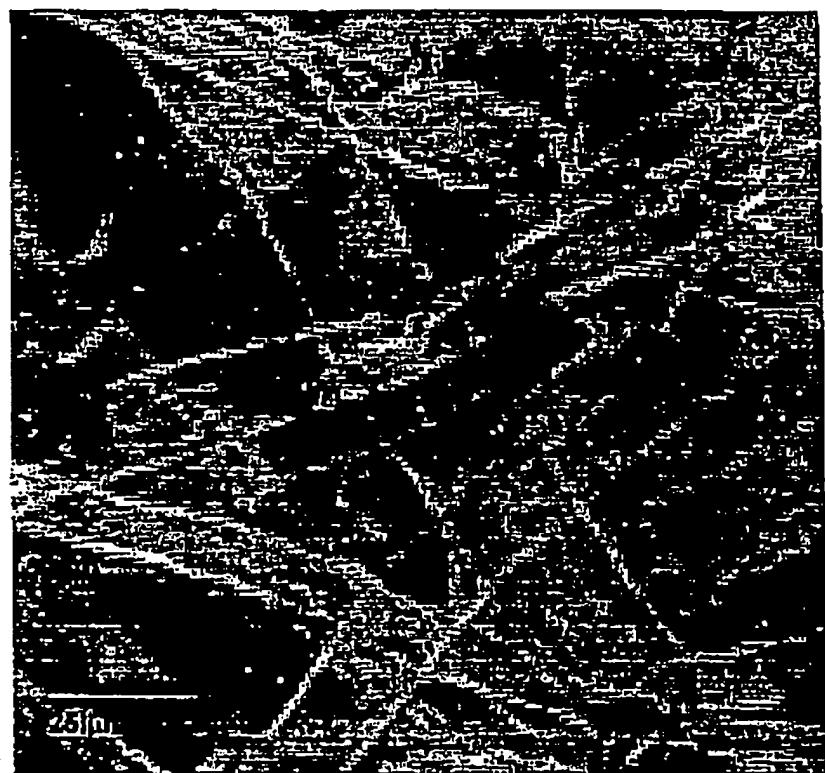


IMAGEM COMPÓSITA DE COR RGB
(PAPEL COM 1% EFA)

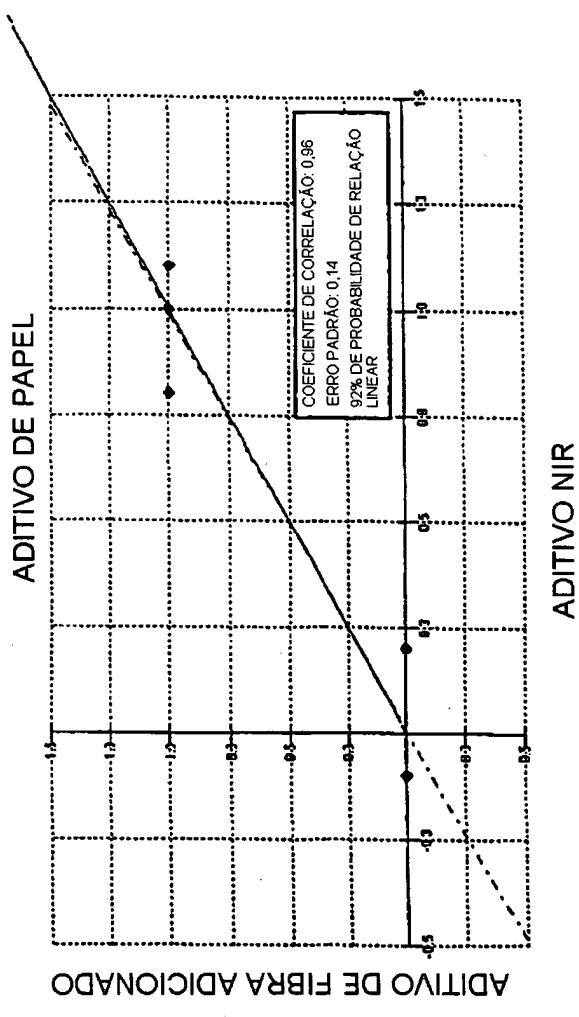
FIG. 26

FIG. 27

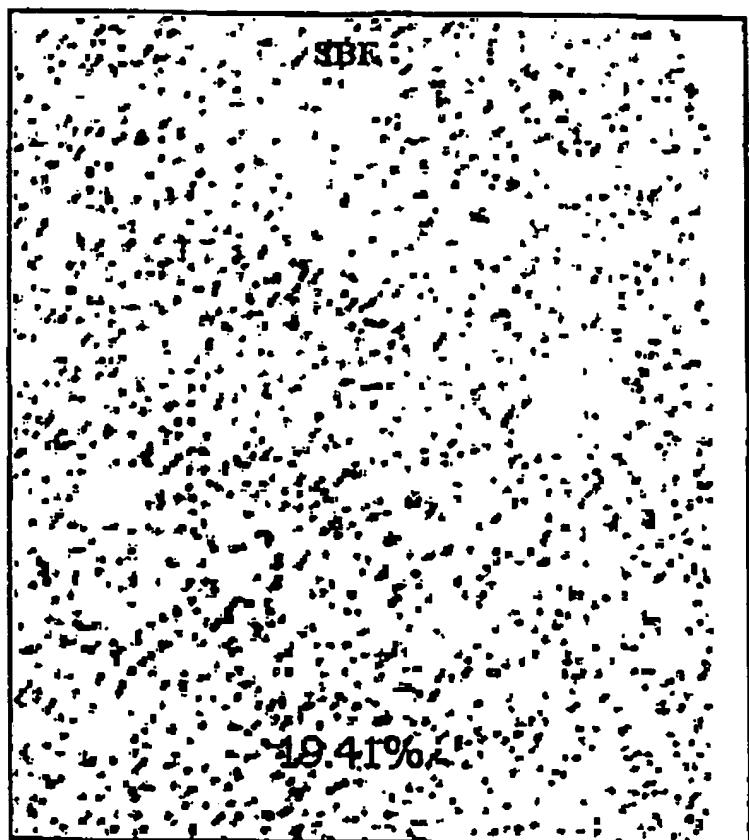


FIG. 28

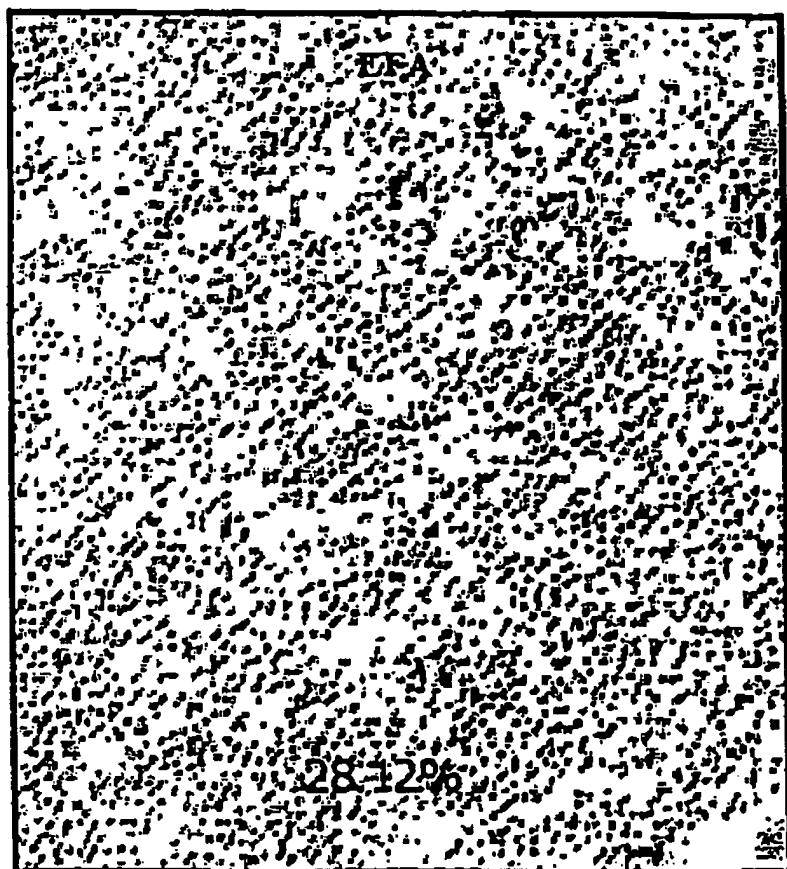


FIG. 29

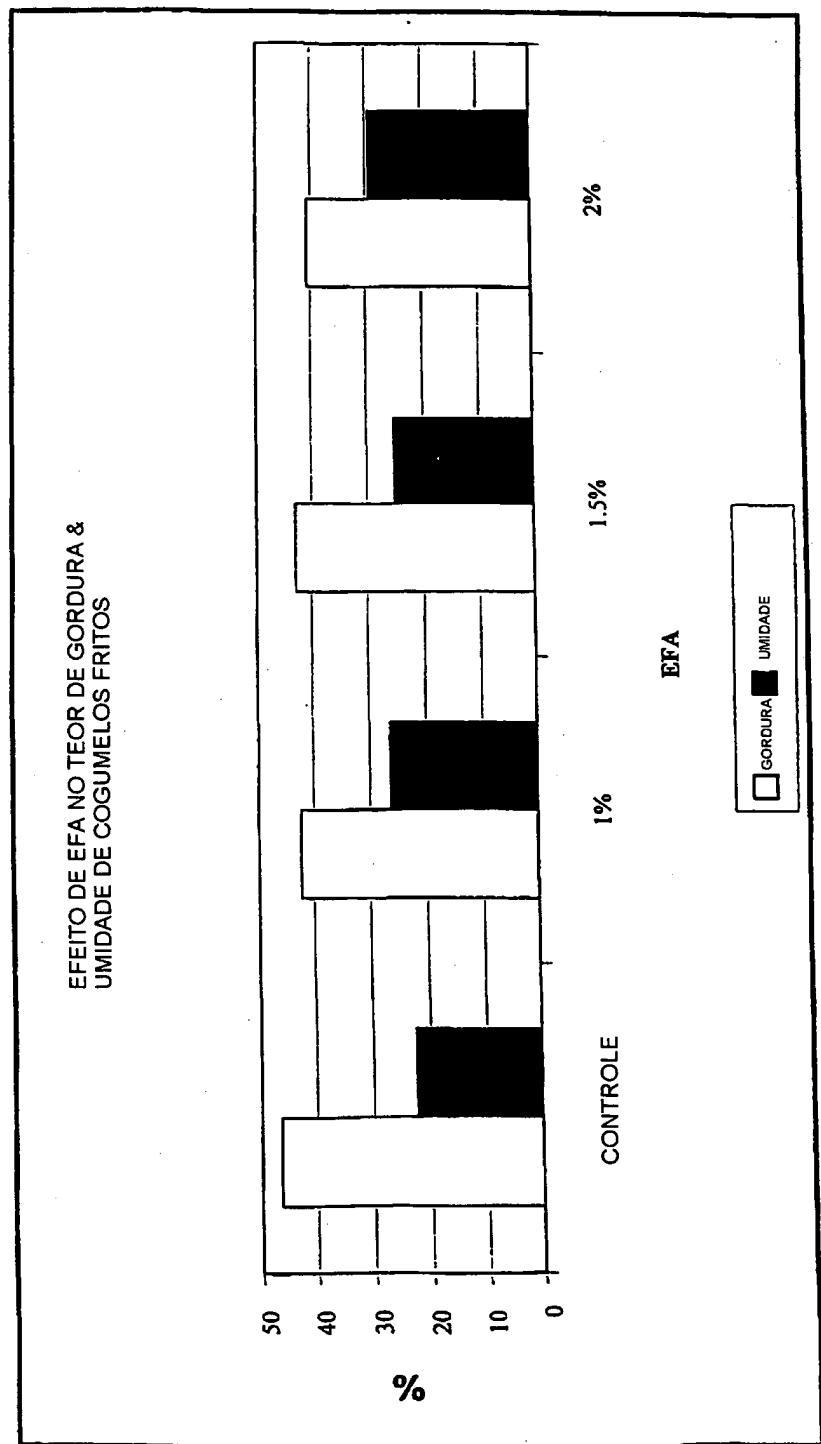
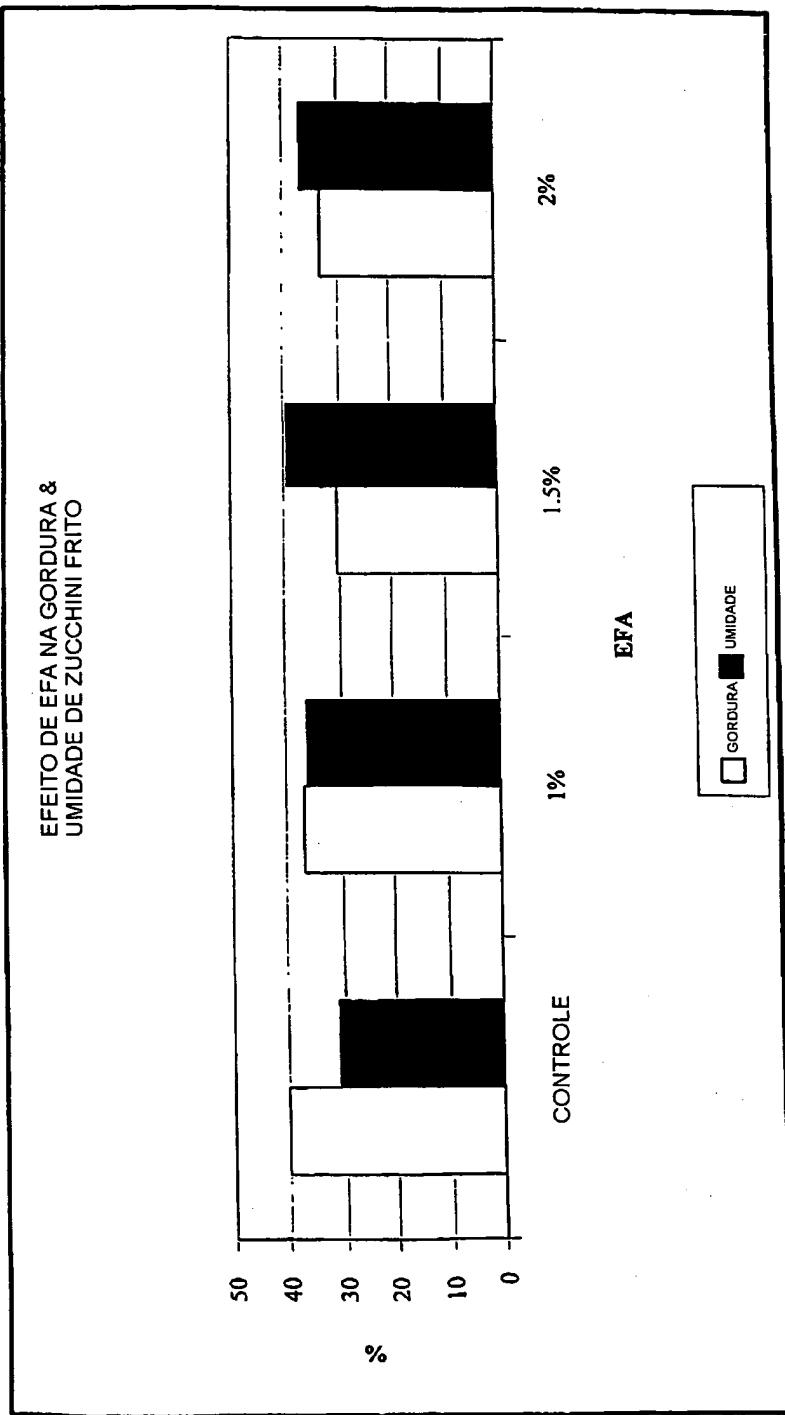


FIG. 30



RESUMO

"PRODUTO DE FIBRA, PROCESSO PARA FABRICAÇÃO DE PRODUTO DE FIBRA, PRODUTO DE PAPEL, COMPOSIÇÃO ALIMENTÍCIA E PROCESSO PARA FABRICAÇÃO DE PRODUTO ALIMENTÍCIO"

5 A invenção fornece um processo para modificação de uma fibra a base de semente (SBF) para formar um aditivo de fibra melhorado (EFA). O processo inclui uma etapa de tratamento com ácido e opcionalmente, pelo menos uma etapa de modificação da fibra. São descritos os produtos EFA
10 preferidos e usos dos mesmos.