



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 110272567 B

(45) 授权公告日 2022.04.15

(21) 申请号 201910682907.3

(51) Int.CI.

(22) 申请日 2018.02.14

C08L 5/06 (2006.01)

(65) 同一申请的已公布的文献号

C08L 1/02 (2006.01)

申请公布号 CN 110272567 A

C08B 37/06 (2006.01)

(43) 申请公布日 2019.09.24

(56) 对比文件

(30) 优先权数据

CN 1111261 A, 1995.11.08

62/459,136 2017.02.15 US

CN 1530376 A, 2004.09.22

62/617,860 2018.01.16 US

CN 105732841 A, 2016.07.06

15/892,639 2018.02.09 US

CN 102443074 A, 2012.05.09

(62) 分案原申请数据

CN 105713109 A, 2016.06.29

201880002701.5 2018.02.14

CN 103509132 A, 2014.01.15

(73) 专利权人 CP凯可股份公司

WO 0138400 A2, 2001.05.31

地址 丹麦小斯肯斯沃

CN 101518335 A, 2009.09.02

(72) 发明人 简·奥埃·斯塔斯特普

US 8323513 B2, 2012.12.04

J·E·特鲁德索

CN 101802018 A, 2010.08.11

唐纳德·F·希斯科克

CN 101518335 A, 2009.09.02

卡斯滕·克里特

CN 105639355 A, 2016.06.08

汤米·艾维·佩德森

CN 1048044 A, 1990.12.26

(续)

审查员 杨涵

(74) 专利代理机构 北京安信方达知识产权代理

权利要求书3页 说明书37页 附图2页

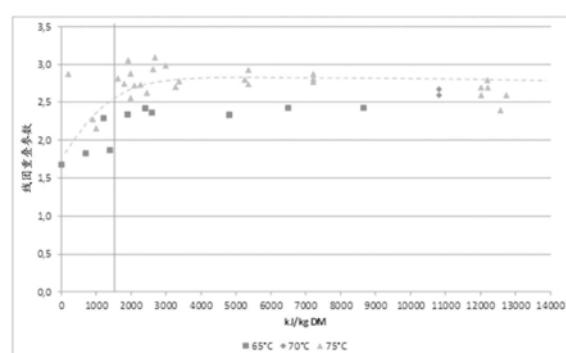
有限公司 11262

代理人 李慧慧 郑霞

(54) 发明名称

并且在步骤B)的活化期间;以及(D)从混合物中分离包含活化的果胶的生物质材料;其中在该方法期间,混合物中存在的醇为基于混合物的总重量的约40重量百分比或大于约40重量百分比。

包含活化的果胶的生物质组合物、产品及生产方法



(57) 摘要

本申请涉及一种包含活化的果胶的生物质组合物、产品及生产方法。该方法包括:(A)将包含不溶性纤维组分和不溶性原果胶组分的起始包含果胶的生物质材料与醇的水溶液混合以形成混合物;(B)通过使该生物质材料经受以下来活化该生物质材料以形成该包含活化的果胶的生物质材料:(i)通过向混合物中加入酸以将混合物的pH调节在从0.5至2.5的范围内而形成的活化溶液,和(ii)加热至高于40摄氏度的温度;和(C)施加机械能(i)至步骤A)的混合物,(ii)在步骤B)的活化期间,或(iii)至步骤A)的混合物

[转续页]

[接上页]

(56) 对比文件

GB 2311024 A2, 1997.09.17

潘雪峰 等.柚皮提取膳食纤维.《东北林业大学学报》.2005, 第40卷(第2期), 第110-111页.

António G. Sousa 等.The impact of rhamnogalacturonan-I side chain monosaccharides on the rheological properties of citrus pectin.《Food Hydrocolloids》.2015, 第47卷(第30期),

Siew Yin Chan 等.Pectin as a rheology modifier: Origin, structure, commercial production and rheology.《Carbohydrate

Polymers》.2016, 第161卷(第24期),

Xiaobing Guo. Using the high temperature resistant pH electrode to auxiliarily study the sugar beet pectin extraction under different extraction conditions.《Food Hydrocolloids》.2017, 第70卷

SAKAI, T 等.PECTIN, PECTINASE, AND PROTOPECTINASE – PRODUCTION, PROPERTIES, AND APPLICATIONS.《ADVANCES IN APPLIED MICROBIOLOGY》.1993, 第39卷

1. 一种从柑橘类果实中获得的包含活化的果胶的生物质组合物,包含:
不溶性纤维组分,所述不溶性纤维组分包含纤维素材料;和
可溶性果胶组分,所述可溶性果胶组分包含易溶性果胶;
其中所述包含活化的果胶的生物质组合物包含80重量百分比至55重量百分比的不溶性纤维组分和20重量百分比至45重量百分比的可溶性果胶组分;并且
其中所述包含活化的果胶的生物质组合物具有2或更大的线团重叠参数。
2. 根据权利要求1所述的包含活化的果胶的生物质组合物,其中所述不溶性纤维组分和所述可溶性果胶组分形成开放结构,所述开放结构允许液体接近所述易溶性果胶。
3. 根据权利要求1或2所述的包含活化的果胶的生物质组合物,其中所述可溶性果胶组分的酯化度是60%或更高。
4. 根据权利要求1或2所述的包含活化的果胶的生物质组合物,其中所述线团重叠参数是2.3或更大。
5. 根据权利要求1或2所述的包含活化的果胶的生物质组合物,其中所述线团重叠参数是2.5或更大。
6. 根据权利要求1或2所述的包含活化的果胶的生物质组合物,其中所述包含活化的果胶的生物质组合物包括以下组的一种或更多种性质:当使用布鲁克菲尔德粘度计在25摄氏度的温度和pH 4.0在水溶液中测量时,从150 mPa · s至3500 mPa · s的表观粘度;从14 g/g至27 g/g的水结合能力;以所述包含活化的果胶的生物质组合物的按重量计从20%至45%的量存在的所述可溶性果胶组分;以及从2.5至5.5的pH。
7. 根据权利要求3所述的包含活化的果胶的生物质组合物,其中所述包含活化的果胶的生物质组合物包括以下组的一种或更多种性质:当使用布鲁克菲尔德粘度计在25摄氏度的温度和pH 4.0在水溶液中测量时,从150 mPa · s至3500 mPa · s的表观粘度;从14 g/g至27 g/g的水结合能力;以所述包含活化的果胶的生物质组合物的按重量计从20%至45%的量存在的所述可溶性果胶组分;以及从2.5至5.5的pH。
8. 根据权利要求4所述的包含活化的果胶的生物质组合物,其中所述包含活化的果胶的生物质组合物包括以下组的一种或更多种性质:当使用布鲁克菲尔德粘度计在25摄氏度的温度和pH 4.0在水溶液中测量时,从150 mPa · s至3500 mPa · s的表观粘度;从14 g/g至27 g/g的水结合能力;以所述包含活化的果胶的生物质组合物的按重量计从20%至45%的量存在的所述可溶性果胶组分;以及从2.5至5.5的pH。
9. 根据权利要求5所述的包含活化的果胶的生物质组合物,其中所述包含活化的果胶的生物质组合物包括以下组的一种或更多种性质:当使用布鲁克菲尔德粘度计在25摄氏度的温度和pH 4.0在水溶液中测量时,从150 mPa · s至3500 mPa · s的表观粘度;从14 g/g至27 g/g的水结合能力;以所述包含活化的果胶的生物质组合物的按重量计从20%至45%的量存在的所述可溶性果胶组分;以及从2.5至5.5的pH。
10. 一种包含活化的果胶的生物质组合物,包含:
不溶性纤维组分,所述不溶性纤维组分包含纤维素材料;和
可溶性果胶组分,所述可溶性果胶组分包含易溶性果胶;
其中所述包含活化的果胶的生物质组合物(i)由选自苹果、菊芋或甜菜的起始包含果胶的生物质材料获得,(ii)具有在0.5至2.0的范围内的线团重叠参数,(iii)并且具有大于

所述起始包含果胶的生物质材料的线团重叠参数至少300%的线团重叠参数；并且

其中所述包含活化的果胶的生物质组合物包含80重量百分比至55重量百分比的不溶性纤维组分和20重量百分比至45重量百分比的可溶性果胶组分。

11. 根据权利要求1-2和7-10中任一项所述的包含活化的果胶的生物质组合物，是食品成分。

12. 根据权利要求3所述的包含活化的果胶的生物质组合物，是食品成分。

13. 根据权利要求4所述的包含活化的果胶的生物质组合物，是食品成分。

14. 根据权利要求5所述的包含活化的果胶的生物质组合物，是食品成分。

15. 根据权利要求6所述的包含活化的果胶的生物质组合物，是食品成分。

16. 根据权利要求1-2和7-10中任一项所述的包含活化的果胶的生物质组合物，被用作用于提取果胶的起始材料。

17. 根据权利要求3所述的包含活化的果胶的生物质组合物，被用作用于提取果胶的起始材料。

18. 根据权利要求4所述的包含活化的果胶的生物质组合物，被用作用于提取果胶的起始材料。

19. 根据权利要求5所述的包含活化的果胶的生物质组合物，被用作用于提取果胶的起始材料。

20. 根据权利要求6所述的包含活化的果胶的生物质组合物，被用作用于提取果胶的起始材料。

21. 一种产品，包含根据权利要求1-15中任一项所述的包含活化的果胶的生物质组合物。

22. 一种产品，包括包含活化的果胶的生物质组合物，其来源于用于生产所述包含活化的果胶的生物质组合物的方法，所述方法包括：

A) 将包含不溶性纤维组分和不溶性原果胶组分的起始包含果胶的生物质材料与醇的水溶液混合以形成混合物；

B) 通过使所述起始包含果胶的生物质材料经受以下来活化所述起始包含果胶的生物质材料以形成包含所述不溶性纤维组分和可溶性果胶组分的包含活化的果胶的生物质材料：(i) 通过向所述混合物中加入酸以将所述混合物的pH调节在从0.5至2.5的范围内而形成的活化溶液，和(ii) 加热至高于40摄氏度的温度；

C) 施加机械能(i)至步骤A)的所述混合物，(ii)在步骤B)的所述活化期间，或(iii)至步骤A)的所述混合物并且在步骤B)的所述活化期间；以及

D) 从所述混合物中分离所述包含活化的果胶的生物质组合物；

其中在所述方法期间，所述混合物中存在的所述醇为基于所述混合物的总重量的40重量百分比或大于40重量百分比；并且

其中所述包含活化的果胶的生物质组合物包含80重量百分比至55重量百分比的不溶性纤维组分和20重量百分比至45重量百分比的可溶性果胶组分。

23. 如权利要求22所述的产品，其中所述方法的步骤A)的所述起始包含果胶的生物质材料是醇洗涤的柑橘皮。

24. 如权利要求22或23所述的产品，其中所述方法的步骤C)的施加机械能是每千克的

所述起始包含果胶的生物质材料的干物质800千焦或更大,或者是每千克的所述混合物36千焦或更大。

25. 如权利要求22或23所述的产品,其中所述方法的步骤D)还包括将所述包含活化的果胶的生物质组合物的pH调节至从3.5至4.5的范围。

26. 如权利要求24所述的产品,其中所述方法的步骤D)还包括将所述包含活化的果胶的生物质组合物的pH调节至从3.5至4.5的范围。

包含活化的果胶的生物质组合物、产品及生产方法

[0001] 本申请是申请日为2018年02月14日,申请号为201880002701.5,发明名称为“包含活化的果胶的生物质组合物、产品及生产方法”的申请的分案申请。

[0002] 背景

[0003] 膳食纤维或粗粮是源自植物的食物的不易消化的部分。已经发现消耗高纤维的食物会降低食欲。膳食纤维由可溶性纤维和不溶性纤维构成。溶于水的可溶性纤维在结肠中容易发酵成气体和生理活性的副产物,并且可以是益生元(*prebiotic*)和粘性的。不溶于水的不溶性纤维是代谢上惰性的并且提供膨胀,或者可以是益生元并且在大肠中被代谢发酵。

[0004] 膳食纤维可以通过改变胃肠道的内容物的性质以及通过改变其他营养物和化学物质的吸收方式来发挥作用。一些类型的可溶性纤维吸收水分以变成凝胶状的粘性物质,该粘性物质通过消化道中的细菌被发酵。一些类型的不溶性纤维具有膨胀作用,并且不被发酵。木质素,一种主要的膳食不溶性纤维源,可以改变可溶性纤维的速率和代谢。其他类型的不溶性纤维,尤其是抗性淀粉,完全被发酵。

[0005] 化学上,膳食纤维由非淀粉多糖,例如阿拉伯木聚糖、纤维素和许多其他植物组分,例如抗性淀粉、抗性糊精、菊粉、木质素、蜡、几丁质、果胶、 β -葡聚糖和寡糖组成。美国农业部已经采取了新的态度,将功能性纤维包含作为可以包含在膳食中的独立的纤维源。术语“纤维”在某种意义上是误称,因为许多类型的所谓的膳食纤维实际上不是含纤维的。

[0006] 膳食纤维的食物源通常根据它们主要提供可溶性纤维还是不溶性纤维来划分。根据植物的特性,植物性食物含有不同程度的两种类型的纤维。

[0007] 消耗纤维的优点是在可溶性纤维的发酵期间产生有益健康的化合物,以及不溶性纤维的增加体积、软化粪便和缩短经过肠道的运送时间的能力(经由其被动吸湿特性)。

[0008] 膳食纤维组合物由于它们的功能性质而经常被用于食品或消费品工业,所述功能性质包括增粘性质、吸水性质、膨胀性质、乳化性质以及甚至胶凝性质。添加功能性膳食纤维可以提供质构上的益处(*textural benefit*)、营养上的益处,并且在某些情况下,更简单的标签替代不太方便消费者的选项。

[0009] 一些植物包含果胶作为可溶性纤维组分。果胶是在诸如以下的许多应用中可用作胶体的多糖:食品、饮料、个人护理产品、药品和洗涤剂。典型地,果胶通过提取从包含果胶的生物质材料中以其水溶性形式在商业上被回收。

[0010] 不幸地,果胶提取工艺经常很苛刻,导致作为特性粘度衡量的果胶品质的下降。具有较高特性粘度的果胶经常是合意的,因为高特性粘度表明提取的果胶更接近其在原料中的原始状态,并且因此在提取工艺期间没有降解。从成本优化的角度来看,提取工艺应当被设计成提取从植物中可用的最大量的果胶,但是果胶收率经常受到限制以换取果胶品质。此外,由于果胶与水结合的倾向,植物的加工也是有挑战性的。

[0011] 因此,仍然存在对从包含果胶的植物中提供膳食纤维的需求,该膳食纤维可以容易地加工并且保留具有高品质性质的可溶性纤维组分和不溶性纤维组分两者。

[0012] 概述

[0013] 本公开内容的目的是提供从起始包含果胶的生物质材料 (starting pectin-containing biomass material) 生产包含活化的果胶的生物质组合物 (activated pectin-containing biomass composition) 的方法、该包含活化的果胶的生物质组合物以及包含这样的包含活化的果胶的生物质组合物的产品。这可以通过如由独立权利要求限定的特征来实现。另外的改进由从属权利要求来表征。现在已经令人惊讶地发现,包含不溶性原果胶和不溶性纤维(例如,来自柑橘皮的纤维素纤维)的起始包含果胶的生物质材料可以在某些条件下用包含醇和酸的活化溶液 (activating solution) 处理,并且在非层流下暴露于一定量的机械能以将不溶性原果胶原位转化为可溶性果胶并将一部分的纤维素纤维部分地原纤化为原纤维。结果是包含活化的果胶的生物质组合物,该生物质组合物包含可溶性果胶组分和不溶性纤维组分,可溶性果胶组分和不溶性纤维组分相互作用以形成开放网络,提供了具有增加的表观粘度和水结合特性以及高比率的可溶性果胶与不溶性纤维的最终组合物。此外,通过这种处理的可溶性果胶组分变得可溶于水,即冷水,并且可以在不加热的情况下被提取,因此克服了与从包含果胶的生物质材料中提取果胶的传统方法相关的缺点中的一些。

[0014] 提供了用于生产包含活化的果胶的生物质组合物的方法,例如其中柑橘皮是起始包含果胶的生物质材料并且产生的包含活化的果胶的生物质组合物具有2或更大或者约2或更大的线团重叠参数 (coil overlap parameter) 的方法。该方法包括: (A) 将包含不溶性纤维组分和不溶性原果胶组分的起始包含果胶的生物质材料与醇的水溶液混合以形成混合物; (B) 通过使起始包含果胶的生物质材料经受以下来活化起始包含果胶的生物质材料以形成包含不溶性纤维组分和可溶性果胶组分的包含活化的果胶的生物质材料: (i) 通过向混合物中加入酸以将混合物的pH调节在从0.5或约0.5至2.5或约2.5的范围内而形成的活化溶液,和 (ii) 加热至高于40摄氏度或高于约40摄氏度的温度; 以及 (C) 施加机械能 (i) 至步骤A) 的混合物, (ii) 在步骤B) 的活化期间,或 (iii) 至步骤A) 的混合物并且在步骤B) 的活化期间; 以及 (D) 从混合物中分离包含活化的果胶的生物质材料; 其中在该方法期间,所述混合物中存在的醇基于混合物的总重量是约40重量百分比或大于约40重量百分比。

[0015] 还提供了包含活化的果胶的生物质组合物,所述包含活化的果胶的生物质组合物包含纤维素材料的不溶性纤维组分和可溶性果胶组分。当从作为起始包含果胶的生物质材料的柑橘类果实 (citrus fruit) 生产时,包含活化的果胶的生物质组合物具有2或更大或者约2或更大的线团重叠参数。

[0016] 附图简述

[0017] 附图图示出了本公开内容的目前示例性的实施方案,并且用于通过实例解释本公开内容的原理。

[0018] 图1是根据本公开内容的示例性实施方案的具有从能量表1绘制的数据的图的示意图。

[0019] 图2是根据本公开内容的示例性实施方案的具有从能量表2绘制的数据的图的示意图。

[0020] 详细描述

[0021] 本文描述的包含活化的果胶的生物质组合物包含不溶性纤维组分和可溶性果胶组分。包含活化的果胶的生物质组合物衍生自起始包含果胶的生物质材料, (i) 所述起始包

含果胶的生物质材料与活化溶液合并,并且经受高于40摄氏度或高于约40摄氏度的热用于活化,以及(ii)在活化之前、在活化期间或在两种情况下,机械能被施加于所述起始包含果胶的生物质材料;其中在整个方法中,基于混合物的总百分比,醇以约40重量百分比或大于约40重量百分比存在于混合物中。与源自起始包含果胶的生物质材料而没有经受活化和机械能的包含果胶的生物质组合物相比,这导致了改进的加工(processing)和功能性(functionality)。

[0022] 起始包含果胶的生物质材料中的果胶的大部分是以原果胶(即,不能利用的、具有非常高的酯化度(DE)的不溶性果胶)的形式,所述原果胶必须被水解以变得有功能性。通过将起始包含果胶的生物质材料与包含醇和酸的活化溶液混合并且施加热(即活化(activating)或活化(activation)),原果胶可以被水解而没有降解或提取产生的果胶,并且因此导致包含活化的果胶的生物质组合物,该包含活化的果胶的生物质组合物具有比使用常规方法以其他方式将可获得的显著更多的可溶性果胶。此外,已经发现,在与活化溶液接触之前或在与活化溶液接触期间或在两种情况下,将机械能施加至起始包含果胶的生物质材料有利地使更大量的原果胶被水解,并且因此导致更大量的水溶性果胶的形成。该包含果胶的生物质组合物包含具有改进的功能性例如较高的特性粘度和较高的果胶收率的可溶性果胶组分、以及具有改进的功能性例如较高的水结合能力(water binding capacity)的不溶性纤维组分。

[0023] 包含活化的果胶的生物质组合物

[0024] 包含活化的果胶的生物质组合物的性质可以由组合物的线团重叠参数来表征,该线团重叠参数是评估包含活化的果胶的生物质组合物内果胶的质量和数量的手段。也就是说,线团重叠参数可以被用于指示包含活化的果胶的生物质组合物的功能性。如本文所使用的,线团重叠参数由下式确定:

[0025] 线团重叠参数=IV_{果胶}×果胶回收率,

[0026] 其中IV_{果胶}是从包含活化的果胶的生物质组合物中提取的果胶的特性粘度,并且果胶回收率是从包含活化的果胶的生物质组合物中提取的果胶的量除以包含活化的果胶的生物质组合物的总量。因此,线团重叠参数的单位是dL/g。果胶的特性粘度和果胶回收率各自可以使用任何合适的方法来测量,例如诸如本文描述的方法。

[0027] 包含活化的果胶的生物质组合物可以具有2或更大或者约2或更大的线团重叠参数,特别是当使用柑橘类果实作为起始包含果胶的生物质材料时。包含活化的果胶的生物质组合物可以具有从2或约2至4.5或约4.5的线团重叠参数。包含活化的果胶的生物质组合物可以具有从2.5或约2.5至4.5或约4.5的线团重叠参数。包含活化的果胶的生物质组合物可以具有从3.5或约3.5至4.5或约4.5的线团重叠参数。包含活化的果胶的生物质组合物可以具有从4.0或约4.0至4.5或约4.5的线团重叠参数。此外,包含活化的果胶的生物质组合物可以具有2、2.1、2.2、2.3、2.4、2.5、2.6、2.7、2.8、2.9、3、3.1、3.2、3.3、3.4、3.5、3.6、3.7、3.8、3.9、4.0、4.1、4.2、4.3、4.4、4.5、4.6、或4.7的线团重叠参数。本公开内容的包含活化的果胶的生物质组合物可以具有在这些列举的线团重叠参数值中的任何之间的线团重叠参数值。

[0028] 当包含活化的果胶的生物质组合物衍生自其他包含果胶的材料例如苹果、菊芋(Jerusalem artichok)或甜菜时,线团重叠参数根据可用于转化为可溶性果胶的天然原果

胶的量而变化。当使用选自苹果、菊芋或甜菜的起始果胶生物质材料时,包含活化的果胶的生物质组合物可以具有在0.5或约0.5至2.0或约2.0的范围内的线团重叠参数。此外,包含活化的果胶的生物质组合物可以具有大于起始包含果胶的生物质材料的线团重叠参数至少约300%的线团重叠参数。

[0029] 当使用布鲁克菲尔德粘度计在25°C的温度和pH 4.0在水溶液中如本文方案2中公开的进行测量时,特别是当使用柑橘类果实作为起始包含果胶的生物质材料时,包含活化的果胶的生物质组合物可以具有从150mPa · s或约150mPa · s至3500mPa · s或约3500mPa · s的表观粘度。表观粘度可以是从250mPa · s或约250mPa · s至3100mPa · s或约3100mPa · s、从350mPa · s或约350mPa · s至3100mPa · s或约3100mPa · s、从500mPa · s或约500mPa · s至3100mPa · s或约3100mPa · s、从600mPa · s或约600mPa · s至3100mPa · s或约3100mPa · s、从800mPa · s或约800mPa · s至3100mPa · s或约3100mPa · s、从1000mPa · s或约1000mPa · s至3100mPa · s或约3100mPa · s、从1200mPa · s或约1200mPa · s至3100mPa · s或约3100mPa · s、从1500mPa · s或约1500mPa · s至3100mPa · s或约3100mPa · s、从2000mPa · s或约2000mPa · s至3100mPa · s或约3100mPa · s以及从2500mPa · s或约2500mPa · s至3100mPa · s或约3100mPa · s。本公开内容的包含活化的果胶的生物质组合物还可以具有在这些列举的粘度值中的任何之间的表观粘度。

[0030] 包含活化的果胶的生物质组合物可以具有从14g/g或约14g/g至27g/g或约27g/g的水结合能力。包含活化的果胶的生物质组合物可以具有从18g/g或约18g/g至27g/g或约27g/g的水结合能力。包含活化的果胶的组合物的水结合能力可以是从20g/g或约20g/g至27g/g或约27g/g。

[0031] 包含活化的果胶的生物质组合物可以具有至少2.5或约2.5的pH。例如,包含活化的果胶的生物质组合物可以具有从2.5或约2.5至5.5或约5.5、从2.6或约2.6至5.0或约5.0、从2.7或约2.7至4.5或约4.5、或从3.5或约3.5至4.5或约4.5的pH。

[0032] 通过活化起始包含果胶的生物质材料以变成包含活化的果胶的生物质组合物,原果胶可以被原位转化成其易溶解形式的果胶。如下文描述的方法不去除在起始包含果胶的生物质材料中存在的天然果胶物质。在一些变型中,在活化步骤期间,基本上没有果胶从混合物的起始包含果胶的生物质材料中被提取。如本文所使用的,“基本上没有果胶被提取”意指在活化步骤期间,在起始包含果胶的生物质材料中的果胶的少于1%被去除。不希望受到任何理论的束缚,据信在活化步骤期间,醇的使用防止果胶从起始包含果胶的生物质材料中浸出,从而允许回收较大量的果胶—即改进果胶收率。这导致包含活化的果胶的生物质组合物,该生物质组合物不仅是高度功能性的,而且还更接近自然,导致最低程度加工的产品。

[0033] 果胶组分可以以包含活化的果胶的生物质组合物的按重量计从20%或约20%至45%或约45%的量存在于包含活化的果胶的生物质组合物中。果胶组分可以以包含活化的果胶的生物质组合物的按重量计从约30%至约45%的量存在。果胶可以以包含活化的果胶的生物质组合物的按重量计从40%或约40%至45%或约45%的量存在。果胶组分可以以包含活化的果胶的生物质组合物的按重量计约20%、约25%、约30%、约35%、约40%或约45%的量存在。此外,果胶组分还可以在这些列举的值中的任何之间的范围内的量存在于本公开内容的包含活化的果胶的生物质组合物中。

[0034] 包含活化的果胶的生物质组合物具有如在方案4中测量的、小于包含活化的果胶的生物质组合物的按重量计约30%的残余糖含量(residual sugar content)。如下文另外描述的,使用已经被醇洗过的起始包含果胶的生物质材料洗掉了糖,并且因此改进了包含活化的果胶的生物质材料中果胶组分的数量和质量。残余糖含量可以是包含活化的果胶的生物质组合物的按重量计从约3%至约30%。残余糖含量可以是约3%、约4%、约5%、约6%、约7%、约8%、约9%、约10%、约11%、约12%、约13%、约14%、约15%、约16%、约17%、约18%、约19%、约20%、约21%、约21%、约22%、约23%、约24%、约25%、约26%、约27%、约28%、约29%或约30%。此外,本公开内容的包含活化的果胶的生物质组合物还可以具有在这些列举的残余糖含量值中的任何之间的残余糖含量值。

[0035] 包含活化的果胶的生物质组合物可以被干燥成干燥的颗粒形式。这种干燥的颗粒形式可以被研磨,这将包含活化的果胶的生物质组合物转变成适合于处理的粉末形式,所述处理例如添加到食品中。

[0036] 包含活化的果胶的生物质组合物可以不被干燥,而是存在为不溶于混合物中,该材料在所述混合物中被活化。当将提取包含活化的果胶的生物质组合物内的果胶时,典型地但不总是使用这样的方式。这样的提取可以通过从包含活化的果胶的生物质组合物中分离醇和或多或少的水来进行。分离的醇可以在包含活化的果胶的生物质组合物的随后的生产中被重新使用。可选择地,可以提取包含活化的果胶的生物质组合物而不从包含活化的果胶的生物质组合物中分离醇和或多或少的水。

[0037] 方法

[0038] 在一个或更多个示例性的实施方案中,方法产生了具有如上文描述的各种特征的包含活化的果胶的生物质组合物。该方法的一个技术效果是,产生的包含活化的果胶的生物质组合物具有不溶性纤维组分和果胶组分,所述不溶性纤维组分具有纤维开放网络结构,所述果胶组分原位具有高品质和高含量。该方法由起始包含果胶的生物质材料生产包含活化的果胶的生物质组合物。该方法包括以下步骤:A) 将包含不溶性纤维组分和不溶性原果胶组分的起始包含果胶的生物质材料与醇的水溶液混合以形成混合物;B) 通过使起始包含果胶的生物质材料经受以下来活化起始包含果胶的生物质材料以形成包含不溶性纤维组分和可溶性果胶组分的包含活化的果胶的生物质材料:(i) 通过向混合物中加入酸以将混合物的pH调节在从0.5或约0.5至2.5或约2.5的范围内而形成的活化溶液,和(ii) 加热至高于40摄氏度或高于约40摄氏度的温度;C) 施加机械能(i)至步骤A)的混合物,(ii)在步骤B)的活化期间,或(iii)至步骤A)的混合物并且在步骤B)的活化期间;以及D)从混合物中分离包含活化的果胶的生物质组合物;其中在该方法期间,所述混合物中存在的醇是基于混合物的总重量的约40重量百分比或大于约40重量百分比。

[0039] 起始包含果胶的生物质材料是包含不溶性纤维组分和不溶性原果胶(即其不溶性形式的果胶)的包含未活化的果胶的生物质材料。包含果胶的生物质材料的非限制性实例包括柑橘类果实和/或其皮(诸如橙子、柠檬、酸橙、葡萄柚、柚子、白金柚(oro blanco)和橘子(tangerine))、苹果渣、葡萄渣、梨渣、榅桲渣(quince pomace)、饲料甜菜、糖用甜菜、来自糖提取的糖用甜菜残余物、来自油提取的向日葵残余物、来自淀粉生产的马铃薯残余物、菊芋、菠萝皮和果核、菊苣根和其他包含果胶的生物质材料。不溶性纤维组分通常包括,例如,主要是纤维素纤维,例如半纤维素和纤维素。

[0040] 根据用于制备水洗材料的传统方法,可以通过用水接触和用水洗涤(“水洗涤”)来清洁和制备起始包含果胶的生物质材料以供使用。这种方法涉及,例如,取新鲜的且切割的柑橘皮并且用2-3体积的水将其洗涤。该操作可以被执行1-4次,这之后,机械压制产生的水洗的皮。

[0041] 起始包含果胶的生物质材料可以通过用醇接触和用醇洗涤(“醇洗涤”)来清洁和制备以供使用。醇洗涤的起始包含果胶的生物质材料可以全部或部分地使用如在美国专利第8,323,513中描述的工艺来制备,该美国专利通过引用并入本文。据信,在起始包含果胶的生物质材料中存在的原果胶可以结合水,从而使水的去除困难。已经发现用醇处理(即洗涤)起始包含果胶的生物质材料造成原果胶原位失去其水结合能力,这导致水从起始包含果胶的生物质材料中浸出而没有原果胶,并且因此最终增加果胶收率。

[0042] 合适的醇的非限制性实例包括乙醇、异丙醇、甲醇及其组合。醇可以以润湿组合物的按重量计从约40%至约85%或润湿组合物的按重量计至少约70%的量存在于润湿组合物中。润湿组合物还可以包括除醇之外的水,水可以构成除醇之外的润湿组合物的全部剩余部分或基本上剩余部分。

[0043] 当起始包含果胶的生物质材料被醇洗涤时,在每次洗涤之后,起始包含果胶的生物质材料可以与包含醇的润湿组合物的至少一部分机械地分离以形成醇洗涤的起始包含果胶的生物质材料。机械分离可以通过压制润湿的起始包含果胶的生物质材料来完成,这可以通过任何合适的压制装置例如单螺杆压制式的压制装置或通过手动来进行。压制期间的压力可以在从约0.5巴至约8巴或从约2巴至约4巴的范围内,并且压制的持续时间可以在从约1分钟至约25分钟、或约10分钟至约25分钟、或约15分钟至约25分钟的范围内。

[0044] 起始包含果胶的生物质材料可以仅经历一次醇洗涤,随后是机械分离以形成醇洗涤的起始包含果胶的生物质材料。起始包含果胶的生物质材料可以经历大于一次醇洗涤和对应的机械分离以形成醇洗涤的起始包含果胶的生物质材料。起始包含果胶的生物质材料可以经历第一次醇洗涤和对应的机械分离,并且然后经历第二次醇洗涤和对应的机械分离,以形成醇洗涤的起始包含果胶的生物质材料。

[0045] 起始包含果胶的生物质材料可以任选地通过暴露于热来干燥,以形成干燥的起始包含果胶的生物质材料。

[0046] 在步骤A)中,起始包含果胶的生物质材料,无论是水洗涤的或醇洗涤的或者是湿的或干的,都可以与醇的水溶液混合以形成混合物,其中混合物中存在的醇是基于混合物的总重量的约40重量百分比或大于约40重量百分比。在步骤A)中,醇可以以40或约40重量百分比的醇至60或约60重量百分比的醇的量存在于混合物中。待加入的或稀释的醇的量可以由本领域普通技术人员根据存在于水洗涤的起始包含果胶的生物质材料中的水的量以及根据存在于醇洗涤的起始包含果胶的生物质材料中的醇和水的量来计算。

[0047] 在步骤B)中的活化之前,起始包含果胶的生物质材料包含不溶性纤维组分和不溶性原果胶组分。当起始包含果胶的生物质材料与活化溶液接触时,原果胶原位水解以在起始包含果胶的生物质材料中产生水溶性果胶,由此导致包含不溶性纤维组分和可溶性果胶组分的包含活化的果胶的生物质组合物。据信,原果胶通过酸的作用转化为水溶性果胶,并且由于醇,这样做而不从起始包含果胶的生物质材料中浸出。结果,果胶收率可以被改进。

[0048] 活化溶液包含醇和酸,并且可以通过以下来形成:向步骤A)的混合物中加入酸以

将混合物的pH调节在从0.5或约0.5至2.5或约2.5的范围内。因此,活化溶液可以具有约0.5至约2.5或约1.0至约2.0的pH。合适的醇的非限制性实例包括异丙醇、乙醇、甲醇及其组合。合适的酸的非限制性实例包括有机酸和无机酸,例如硝酸、柠檬酸、草酸、盐酸、硫酸、磷酸及其组合。醇可以是约40%至约80%的醇例如乙醇的溶液,并且酸可以是约10%至约65%的硝酸的溶液,以便提供在从约0.5至约2.5的范围内的混合物的pH。出于安全原因,10%的硝酸溶液是优选的。

[0049] 起始包含果胶的生物质材料与活化溶液接触的时间段将至少部分地取决于所使用的醇和酸的类型、混合物被加热的温度、以及在步骤B中是否施加机械能和施加的机械能的强度而变化。例如,起始包含果胶的生物质材料可以与活化溶液接触持续至少约5分钟至2小时或约2小时的时间段。起始包含果胶的生物质材料可以与活化溶液接触持续15分钟或约15分钟至1小时或约1小时的时间段。此外,步骤B)可以进行持续5分钟、10分钟、15分钟、20分钟、25分钟、30分钟、35分钟、40分钟、45分钟、50分钟、55分钟或1小时、1.1小时、1.2小时、1.25小时、1.3小时、1.4小时、1.5小时、1.6小时、1.7小时、1.75小时、1.8小时、1.9小时和2小时的时间段。混合物可以被加热持续在这些列举的值中的任何之间的时间段。

[0050] 活化步骤B)包括将起始包含果胶的生物质材料和活化溶液的混合物加热至高于40摄氏度(°C)或高于约40摄氏度的温度。该混合物可以被加热至从40°C或约40°C至90°C或约90°C的温度。该混合物可以被加热至从60°C或约60°C至75°C或约75°C的温度。该混合物可以被加热至以下温度中的一个或约以下温度中的一个的温度:40°C、45°C、50°C、55°C、60°C、65°C、70°C、75°C、80°C、85°C和90°C,或者该混合物可以被加热至在这些列举的值中的任何之间的温度。

[0051] 该混合物在整个其在该方法中的使用中具有根据随后在步骤C)中用于施加机械能的机械装置所限制的起始包含果胶的生物质材料的浓度。对于更有效的装置,起始包含果胶的生物质材料的浓度可以更高。为了简化,起始包含果胶的生物质材料的浓度可以基于起始包含果胶的生物质材料的干物质。基于混合物的总重量,起始包含果胶的生物质材料的浓度可以是1重量百分比或约1重量百分比至5重量百分比或约5重量百分比,或者可以是2重量百分比或约2重量百分比至4重量百分比或约4重量百分比,可以是3重量百分比或约3重量百分比至4重量百分比或约4重量百分比。

[0052] 用于生产本文所述的包含活化的果胶的生物质组合物的方法还包括在该方法的某些阶段施加机械能,如在步骤C)中。机械能可以被施加至步骤A)的混合物,如上文所述,所述混合物是在醇的水溶液中的起始包含果胶的生物质材料。机械能在步骤B)的活化期间施加,如上文所述,所述步骤B)的活化是使起始包含果胶的生物质材料经受活化溶液和加热。机械能在步骤A和步骤B)两者的期间被施加。在该方法中施加机械能使混合物均质化,改变起始包含果胶的生物质材料的物理结构,增加线团重叠参数,并且部分地允许纤维素变成微原纤化的纤维素。在该方法中施加的机械能的量取决于在哪个步骤施加、起始包含果胶的生物质材料的类型、混合物中使用的起始包含果胶的生物质材料的量、混合物的pH和活化步骤的温度。机械能的量还可以影响完成起始包含果胶的生物质材料的活化以形成包含活化的果胶的生物质材料所需的时间的量。

[0053] 用于施加机械能的装置可以是泵、精炼机(refiner)、挤出机、凸轮泵(lobe pump)和/或离心泵。混合物可以在闭环系统中被循环,所述闭环系统包括压力容器(能够容纳加

热的溶剂混合物)、回流容器、热交换器例如壳管式热交换器和泵,所述泵用于将加热的混合物再循环回到容器,允许多次穿过系统中的泵。可以使用以下的任何泵:当流体穿过该泵或穿过系统时,该泵可以对该流体施加机械能,例如双轴拉伸应力 (bi-axial extensional stress)。实例包括旋转凸轮泵(可获自例如Viking Pump, Inc., Cedar Falls, IA; Johnson Pump, Rockford, IL; 以及 Wright Flow Technologies, Inc., Cedar Falls, IA);离心泵和水力输送泵(hydro-transport pump)(可获自例如Cornell Pump Company, Clackamas, OR; 以及 Alfa Laval Inc., Richmond, VA)。可以单独地使用或组合地使用以给予机械能例如双轴拉伸应力的其他装置包括板式精炼机(plate refiner)、盘式精炼机(disc refiner)、锥形精炼机(conical refiner)、水力碎浆机(hydrapulper)、挤出机、摩擦研磨机(friction grinder mill)、锤磨机和球磨机。蒸汽喷发或压力释放也可以被用来冲击机械能。这些方法可以被设计成连续的而不循环回到压力容器。

[0054] 泵可以是单独的或与另一类型的泵组合的旋转凸轮泵。旋转凸轮泵是正排量泵(positive displacement pump),并且可以具有单凸轮、双翼、三凸轮或多凸轮的构造。在操作期间,两个转子啮合在一起并以相反方向旋转,这在转子和泵的壳体之间形成空腔。混合物进入并填充空腔,通过泵在凸轮和外壳之间移动。泵的凸轮的移动迫使混合物经过泵的排出侧的出口端口,并且混合物从泵中被喷出。混合物经过泵的移动使混合物暴露于机械能,机械能将纤维素纤维至少部分地梳理(tease apart)成原纤维。机械能可以包括双轴拉伸应力。凸轮泵可以连续地泵送混合物经过热交换器并且回到罐或压力容器持续设定的时间。这些方法可以被设计成连续的而不循环回到罐或压力容器。

[0055] 例如通过泵的作用所给予的这种机械能打开纤维素组分的结构,这在该材料在工艺期间被检查时呈现更“松散的”或“棉花状的”外观时视觉上改变了该材料的物理结构,当起始包含果胶的生物质材料被循环经过闭环系统或经过连续工艺时,所述机械能可以在泵内和在起始包含果胶的生物质材料内引起湍流。湍流导致流向变换,并且因此导致混合物内起始包含果胶的生物质材料的伸展。机械能将纤维素纤维的至少一部分原纤化成原纤维,这增加了表面积并且因此增加了活化步骤的效能。

[0056] 机械能的施加可以将混合物中的起始包含果胶的生物质材料转变为纤维结构,这产生了开放的网络,该开放的网络允许活化溶液更多地接近原果胶,使得原果胶被转化为纤维结构中的可溶性果胶。在一个实例中,基本上所有的果胶变得容易地溶于水,甚至在冷水中。微原纤化的纤维素可以呈颗粒形式,并且可以具有在以下范围内的特征长度: 1×10^{-6} 米或约 1×10^{-6} 米至 5000×10^{-6} 米或约 5000×10^{-6} 米、 100×10^{-6} 米或约 100×10^{-6} 米至 3000×10^{-6} 米或约 3000×10^{-6} 米、 500×10^{-6} 米或约 500×10^{-6} 米至 3000×10^{-6} 米或约 3000×10^{-6} 米、或者 1000×10^{-6} 米或约 1000×10^{-6} 米至 3000×10^{-6} 米或约 3000×10^{-6} 米。

[0057] 如文本使用的机械能被定义为千焦(kJ)每千克的混合物中的干物质(DM),或者被定义为千焦每千克的混合物(即含有起始包含果胶的生物质材料的浆料)。指定每kg干物质的能量输入与正在被预处理和活化的混合物的总重量无关。施加的机械能的量可以是每kg干物质800千焦或更大或者约800千焦或更大,或者在从800kJ/kg干物质或约800kJ/kg干物质至15,000kJ/kg干物质或约15,000kJ/kg干物质的范围内。混合物可以经受的机械能可以是800kJ/kg、1,000kJ/kg、1,200kJ/kg、1,400kJ/kg、1,600kJ/kg、1,800kJ/kg、2,000kJ/kg、2,200kJ/kg、2,400kJ/kg、2,600kJ/kg、2,800kJ/kg、3,000kJ/kg、3,200kJ/kg、3,400kJ/kg、

3,600kJ/kg、3,800kJ/kg、4,000kJ/kg、4,200kJ/kg、4,400kJ/kg、4,600kJ/kg、4,800kJ/kg、5,000kJ/kg、5,200kJ/kg、5,400kJ/kg、5,600kJ/kg、5,800kJ/kg、6,000kJ/kg、6,200kJ/kg、6,400kJ/kg、6,800kJ/kg、7,000kJ/kg、7,200kJ/kg、7,400kJ/kg、7,600kJ/kg、7,800kJ/kg、8,000kJ/kg、8,200kJ/kg、8,400kJ/kg、8,600kJ/kg、8,800kJ/kg、9,000kJ/kg、9,200kJ/kg、9,400kJ/kg、9,600kJ/kg、9,800kJ/kg、10,000kJ/kg、10,200kJ/kg、10,400kJ/kg、10,600kJ/kg、10,800kJ/kg、11,000kJ/kg、11,200kJ/kg、11,400kJ/kg、11,600kJ/kg、11,800kJ/kg、12,000kJ/kg、12,200kJ/kg、12,400kJ/kg、12,600kJ/kg、12,800kJ/kg、13,000kJ/kg、13,200kJ/kg、13,400kJ/kg、13,600kJ/kg、13,800kJ/kg、14,000kJ/kg、14,200kJ/kg、14,400kJ/kg、14,600kJ/kg、14,800kJ/kg或15,000kJ/kg中的至少一个,或者混合物可以经受在从a或约a至b或约b的范围内的机械能,其中a是前述机械能值中的任一个并且b是>a的前述机械能值中的任一个,例如从1,400kJ/kg或约1,400kJ/kg至7,900kJ/kg或约7,900kJ/kg,或者1,300kJ/kg或约1,300kJ/kg至14,400kJ/kg或约14,400kJ/kg,等等。例如,对于在通过凸轮泵(APV型,CL/1/021/10)加工的30升酸化的含水醇中的1kg材料(基于干重),给予样品的能量是0.4kW x 3000秒或1200千焦(每kg干物质),所述凸轮泵具有是以50Hz的2kW的泵用电动机,该泵用电动机以10Hz(0.4kW)操作持续50分钟(3000秒)的时间段。用于混合物的机械能可以是每千克的混合物36千焦或更大或者约36千焦或更大、每千克的混合物40千焦或更大或者约40千焦或更大、或者每千克的混合物60千焦或更大或者约60千焦或更大。

[0058] 每千克干物质或每千克混合物的机械能输入取决于机械装置。在考虑到使用变频器、安培和电压的情况下,能量输入可以是基于泵或所使用的类似装置的电动机尺寸。例如,当使用具有在10Hz-40Hz范围内的频率、以及在0.4kW-1.6kW范围内的效力(effect)的凸轮泵时,使混合物循环经过凸轮泵20-156遍对应于机械能输入在800kJ-8600kJ范围内。采用这样的凸轮泵,经过泵的遍数可以是20-50遍,这对应于800kJ-2400kJ的机械能输入。当起始包含果胶的生物质材料是柑橘皮时,使用该示例性的实施方案。

[0059] 表1-表2和图1-图2中的线团重叠参数和机械能的值的图是当添加到下文被称为预处理的步骤A) 和/或下文被称为活化的步骤B) 时机械能的效果的实例。在这些实例中,使用了以下装置来添加能量:小凸轮泵(2kW);大凸轮泵(5.5kW);凸轮泵(2.2kW);离心泵(7.5kW);波士顿剪切磨机(Boston Shear Mill)(11kW);挤出机(8kW);以及精炼机(8kW)。示例性的量是在30kg混合物中的1kg干物质(DM)和在约360kg混合物中的约20kg干物质。可以进行在预处理之前用醇稀释起始包含果胶的生物质材料,以便能够泵送该材料。当起始包含果胶的生物质材料被醇洗涤时,预处理可以在不添加醇的情况下进行,例如当泵送不是所用设备的类型的问题时。用醇的稀释可以是仅在活化步骤中。当起始包含果胶的生物质材料没有被稀释时(例如,使用醇洗涤的柑橘皮),预处理可以需要较少的能量输入。

[0060] 为了计算表1中的机械能性质,可以使用以下示例性计算:

[0061] 1) 凸轮泵具有以50赫兹的2kW电动机,但仅以10赫兹操作,这产生0.4kW的效力。凸轮泵工作30分钟(1800秒),这意味着机械能是:0.4kW*1800秒=720kJ。正被再循环的浆料含有1kg干物质(DM),因此比能量是720kJ/kg DM。总浆料体积是30kg。以10赫兹运行的泵给出860kg/h的流量,因此在30分钟内经过泵的总浆料是430kg。浆料然后已经具有430kg/30kg=14.3遍。

[0062] 2) 凸轮泵具有以50赫兹的2kW电动机,并以该频率操作。凸轮泵工作60分钟(3600秒),这意味着机械能是:2kW*3600秒=7200kJ。正被再循环的浆料含有1kg干物质(DM),因此比能量是7200kJ/kgDM。总浆料体积是30kg。以50赫兹运行的泵给出4300kg/h的流量,因此在60分钟内经过泵的总浆料是4300kg。浆料然后已经具有4300kg/30kg=143遍。

[0063] 表1

样 品	干 物 质 (kg)	预 处 理 装 置	总 混 合 物 (kg)	预 处 理 能 量 (kJ)	预 处 理 比 能 量 (kJ/kg DM)	预 处 理 比 能 量 混 合 物 (kJ/kg 混 合 物)	预 处 理 比 能 量 混 合 物 (kJ/kg 混 合 物)	活 化 装 置	总 浆 料 (kg)	活 化 能 (kJ)	活 化 比 能 量 DM (kJ/kg DM)	活 化 比 能 量 混 合 物 (kJ/kg 混 合 物)	总 比 能 量 DM (kJ/kg DM)	总 比 能 量 混 合 物 (kJ/kg 混 合 物)
1	1	BSM	30	1386	1386	46.2	46.2	小凸轮	30	1200	1200	40.0	2586	86.2
2	1	BSM	30	1386	1386	46.2	46.2	无	30	0	0	0.0	1386	46.2
3	1	BSM	30	693	693	23.1	23.1	小凸轮	30	1200	1200	40.0	1893	63.1
4	1	BSM	30	693	693	23.1	23.1	无	30	0	0	0.0	693	23.1
5	1	无	30	0	0	0.0	0.0	小凸轮	30	1200	1200	40.0	1200	40.0
6	1	无	30	0	0	0.0	0.0	小凸轮	30	2400	2400	80.0	2400	80.0
7	1	无	30	0	0	0.0	0.0	小凸轮	30	4800	4800	160.0	4800	160.0
8	1	无	30	0	0	0.0	0.0	无	30	0	0	0.0	0	0.0
9	1	无	30	0	0	0.0	0.0	小凸轮	30	8640	8640	288.0	8640	288.0
10	1	无	30	0	0	0.0	0.0	小凸轮	30	6480	6480	216.0	6480	216.0
11	1	无	30	0	0	0.0	0.0	小凸轮	30	10800	10800	360.0	10800	360.0
12	1	无	30	0	0	0.0	0.0	小凸轮	30	10800	10800	360.0	10800	360.0
13	1	无	30	0	0	0.0	0.0	小凸轮	30	1800	1800	60.0	1800	60.0
14	1	无	30	0	0	0.0	0.0	小凸轮	30	7200	7200	240.0	7200	240.0
15	1	无	30	0	0	0.0	0.0	小凸轮	30	7200	7200	240.0	7200	240.0
16	1	无	30	0	0	0.0	0.0	小凸轮	30	7200	7200	240.0	7200	240.0
17	20	精炼 机	360	2400	120	6.7	6.7	凸轮+离 心	360	21420	1071	59.5	1191	66.2
18	20	精炼 机	360	2400	120	6.7	6.7	凸轮+离 心	360	42840	2142	119.0	2262	125.7
19	20	精炼 机	360	9600	480	26.7	26.7	凸轮+离 心	360	32130	1606.5	89.3	2087	115.9
20	20	精炼 机	360	9600	480	26.7	26.7	凸轮+离 心	360	42840	2142	119.0	2622	145.7
21	20	精炼 机	360	16800	840	46.7	46.7	凸轮+离 心	360	21420	1071	59.5	1911	106.2
22	20	精炼 机	360	16800	840	46.7	46.7	凸轮+离 心	360	32130	1606.5	89.3	2447	135.9
23	20	精炼 机	360	16800	840	46.7	46.7	凸轮+离 心	360	42840	2142	119.0	2982	165.7
24	20	无	360	0	0	0.0	0.0	凸轮+离 心	360	32130	1606.5	89.3	1607	89.3
25	20	无	360	0	0	0.0	0.0	凸轮+离 心	360	53550	2677.5	148.8	2678	148.8
26	1	无	30	0	0	0.0	0.0	大凸轮	30	990	990	33.0	990	33.0
27	1	无	30	0	0	0.0	0.0	大凸轮	30	1980	1980	66.0	1980	66.0
28	1	无	30	0	0	0.0	0.0	大凸轮	30	3366	3366	112.2	3366	112.2

[0064]

[0065]	29	1	无	30	0	0	0.0	大凸轮	30	5346	5346	178.2	5346	178.2
	30	1	无	30	0	0	0.0	大凸轮	30	5346	5346	178.2	5346	178.2
	31	1	无	30	0	0	0.0	大凸轮	30	891	891	29.7	891	29.7
	32	1	无	30	0	0	0.0	大凸轮	30	1980	1980	66.0	1980	66.0
	33	1	无	30	0	0	0.0	大凸轮	30	3267	3267	108.9	3267	108.9
	34	1	无	30	0	0	0.0	大凸轮	30	5247	5247	174.9	5247	174.9
	35	1	无	4.2	0	0	0.0	小凸轮	30	12000	12000	400.0	12000	400.0
	36	1	挤出机	4.2	725	725	172.6	小凸轮	30	12000	12000	400.0	12725	572.6
	37	1	挤出机	4.2	556	556	132.4	小凸轮	30	12000	12000	400.0	12556	532.4
	38	1	无	2.5	0	0	0.0	小凸轮	30	12000	12000	400.0	12000	400.0
	39	1	挤出机	2.5	180	180	72.0	小凸轮	30	12000	12000	400.0	12180	472.0
	40	1	挤出机	2.5	196	196	78.4	小凸轮	30	12000	12000	400.0	12196	478.4
	41	1	挤出机	2.5	196	196	78.4	无	30	0	0	0.0	196	78.4

[0066] 表2

样品	总比能量(kJ/kg DM)	总比能量(kJ/kg 混合物)	温度(°C)	加热时间(min)	遍数#	硝酸 62% (mL/kg)	IV (dL/g)	回收率(%)	线团重叠参数
1	2586	86.2	65	50	23	100	8.4	28.2	2.4
2	1386	46.2	65	200	0	100	9.6	19.5	1.9
3	1893	63.1	65	50	23	100	8.2	28.6	2.3
4	693	23.1	65	200	0	100	10	18.3	1.8
5	1200	40.0	65	50	23	100	8.9	25.8	2.3
6	2400	80.0	65	50	48	100	8.2	29.6	2.4
7	4800	160.0	65	50	119	100	9	26	2.3
8	0	0.0	65	200	0	100	8.8	19.1	1.7
9	8640	288.0	65	90	215	100	8	30.4	2.4
10	6480	216.0	65	90	42	100	8	30.4	2.4
11	10800	360.0	70	90	215	100	6.7	38.8	2.6
12	10800	360.0	70	90	215	100	7.2	37.2	2.7
13	1800	60.0	75	15	36	150	7.3	37.8	2.8
14	7200	240.0	75	60	143	150	6.9	42.0	2.9
15	7200	240.0	75	60	143	150	6.2	44.8	2.8
16	7200	240.0	75	60	143	150	6.5	43.4	2.8
17	1191	66.2	75	60	40	240	6.7	46.0	3.1
18	2262	125.7	75	120	80	240	5.8	45.6	2.6
19	2087	115.9	75	90	60	240	6.4	46.6	3.0
20	2622	145.7	75	120	80	240	6.0	46.9	2.8

[0068]	21	1911	106.2	75	60	40	330	6.7	46.1	3.1
	22	2447	135.9	75	90	60	330	5.9	46.5	2.7
	23	2982	165.7	75	120	80	330	5.8	47.1	2.7
	24	1607	89.3	75	90	60	240	7.9	39.6	3.1
	25	2678	148.8	75	150	100	240	7.5	39.9	3.0
	26	990	33.0	75	5	15	150	7.2	29.9	2.2
	27	1980	66.0	75	10	31	150	7.2	35.7	2.6
	28	3366	112.2	75	17	52	150	7.3	38.1	2.8
	29	5346	178.2	75	27	83	150	7.4	39.5	2.9
	30	5346	178.2	75	27	83	150	7.1	38.8	2.7
	31	891	29.7	75	9	14	150	7.4	30.8	2.3
	32	1980	66.0	75	20	31	150	7.4	39.0	2.9
	33	3267	108.9	75	33	50	150	7.1	38.4	2.7
	34	5247	174.9	75	53	81	150	7.1	39.4	2.8
	35	12000	400.0	75	100	239	150	5.9	45.1	2.6
	36	12725	572.6	75	100	239	150	5.8	45	2.6
	37	12556	532.4	75	100	239	150	5.3	45.7	2.4
	38	12000	400.0	75	100	239	150	6.1	45	2.7
	39	12180	472.0	75	100	239	150	6.2	45.1	2.8
	40	12196	478.4	75	100	239	150	6.2	44.4	2.7
	41	196	78.4	75	60	0	150	6.6	43.4	2.9

[0069] 参考表1-表2和图1-图2中的数据,当线团重叠参数相对于输入的机械能制图时,可以从图中获取以下信息。如果添加到起始包含果胶的生物质材料(在这些实施例中为柑橘皮)中的能量是800kJ/kg DM或更大或36kJ/kg混合物,则线团重叠参数是2或更大。随着设备、温度、pH和施加机械能点的变化,线团重叠参数受到影响。包含活化的果胶的生物质材料的功能性随着线团重叠参数的增加而增加。因此,当使用1200kJ/kg DM或约1200kJ/kg DM或更大或者40kJ/kg混合物或约40kJ/kg混合物的机械能时,该方法可以产生具有2.3kJ/kg DM或更大或约2.3kJ/kg DM或更大的线团重叠参数的包含活化的果胶的生物质材料;并且当使用1900kJ/kg DM或约1900kJ/kg DM或者60kJ/kg混合物或约60kJ/kg混合物的机械能时,该方法可以产生具有2.5kJ/kg DM或更大或约2.5kJ/kg DM或更大的线团重叠参数的包含活化的果胶的生物质材料。

[0070] 例如,转到上文的样品1,在预处理之前进行用醇的稀释。干燥的起始包含果胶的生物质材料(醇洗涤的)的量=1kg(这典型地与2.5kg湿的起始包含果胶的生物质相关)。预处理中的混合物的总重量=30kg。预处理中的能量输入=1386千焦(kJ)。活化期间的能量输入=1200kJ。总能量输入是预处理中的能量输入+活化期间的能量输入=2586kJ。总比能量输入(基于干物质)=(总能量输入)/(干燥的起始包含果胶的生物质的量)=2586kJ/1kg=2586kJ/kg DM。总比能量输入(基于浆料的总重量)=(总能量输入)/(浆料的总重量)=2586kJ/30kg=86.2kJ/kg。

[0071] 例如,转到样品40,在预处理之后进行用醇的稀释。干燥的起始包含果胶的生物质(醇洗涤的)的量=1kg(这典型地与2.5kg湿的起始包含果胶的生物质相关)。混合物的总重量=30kg。预处理中的能量输入=196kJ。活化期间的能量输入=12000kJ。总能量输入=预处理中的能量输入+活化期间的能量输入=12196kJ。总比能量输入(基于干物质)=(总能量输入)/(干燥的起始包含果胶的生物质的量)=12196kJ/1kg=12196kJ/kg。总比能量输入(基于混合物的总重量)=(预处理期间的总能量输入)/(预处理期间的混合物的总重量)

$+(活化期间的总能量输入) / (活化期间的混合物的总重量) = 196\text{kJ}/2.5\text{kg} + 12000\text{kJ}/30\text{kg} = 478\text{kJ/kg}.$

[0072] 本文所述的用于生产包含活化的果胶的生物质组合物的方法包括从混合物中分离包含活化的果胶的生物质组合物(被称为步骤D)。在活化和施加机械能之后,现在包含活化的果胶的生物质组合物和活化溶液被分离成含有活化溶液的液相和含有包含活化的果胶的生物质组合物的相。含有包含活化的果胶的生物质组合物的相可以被进一步压制,例如通过使用螺旋压力机或倾析式离心机。该方法可以包括混合物的排出、倾析或膜过滤。例如,混合物可以被沉积在穿孔的带上或筛网上,以允许混合物的流体部分排出去。通过施加压力,例如通过使用压力机例如液压机、气动压力机、螺旋压力机、Vincent压力机或锥形压力机(cone press)或离心提取器,或其任何组合,可以除去过量的流体,形成脱水的包含活化的果胶的生物质组合物。

[0073] 包含活化的果胶的生物质材料组合物包含约40重量百分比的干物质,并且液体主要包含醇和酸。为了除去残余的酸,分离步骤D)可以包括在含有40重量百分比或约40重量百分比至90重量百分比或约90重量百分比的醇的醇的水溶液中洗涤包含活化的果胶的生物质组合物,直到洗涤液的pH增加至3或约3至5或约5或者增加至3.5或约3.5至4.5或约4.5。醇洗涤还可以包括可以中和酸的碱化剂(alkalizing agent)。可以被用于洗涤排出的包含活化的果胶的组合物的醇的非限制性实例包括异丙醇、乙醇、甲醇及其组合。示例性的碱化剂包括碳酸盐、碳酸氢盐或氢氧化物的碱金属盐,例如碳酸钾、碳酸氢钠或氢氧化钠。这种洗涤可以作为间歇工艺或作为逆流工艺来完成。醇洗涤中存在的醇的量在随后的洗涤中可以增加。例如,第一醇洗涤可以包括45wt%的醇含量;第二醇洗涤可以包括55wt%的醇含量;并且第三醇洗涤可以包括70wt%或更高的醇含量。使用其中醇含量为70wt%或更高的醇洗涤作为最终的洗涤步骤,可以在干燥之前有效地使包含活化的果胶的生物质组合物脱水。这可以减少实现具有目标含水量的干燥产品所需的时间和温度。醇的存在还可以有助于最小化或防止在包含活化的果胶的生物质组合物的纤维素纤维的原纤维之间氢键的形成,从而最小化或防止纤维素纤维在干燥时的角质化。该工艺可以包括一系列连续的具有较高醇浓度的醇洗涤,以使活化的纤维脱水。

[0074] 在分离步骤之后,包含活化的果胶的生物质组合物然后可以在线或离线经历下游的处理或加工。在使用包含活化的果胶的生物质组合物用于提取的情况下,包含活化的果胶的生物质组合物可以呈含水悬浮液的形式。

[0075] 可以干燥包含活化的果胶的生物质组合物,使得包含活化的果胶的生物质组合物呈干燥形式。干燥期间的温度必须被控制,使得包含活化的果胶的生物质组合物的温度不超过约75-80摄氏度,以便不影响包含活化的果胶的生物质组合物的品质。示例性的非限制性干燥方法包括使用机械分离技术以从纤维中挤出水、溶剂交换以置换残余水,例如通过用有机溶剂溶液洗涤、冷冻干燥、真空干燥、喷雾干燥、转鼓干燥(drum drying)、加热干燥、用气流的干燥、闪蒸干燥(flash drying)、流化床干燥、暴露于辐射热及其组合。在干燥过程中可以包括干燥剂,以进一步抑制纤维素与纤维素的相互作用。干燥剂的非限制性实例包括葡萄糖浆、玉米糖浆、蔗糖、糊精、麦芽糊精及其组合。

[0076] 干燥后的包含活化的果胶的生物质组合物可以被进一步粉碎,使得包含活化的果胶的生物质组合物呈干燥的颗粒形式,例如粉末。合适的粉碎方法的非限制性实例包括碾

磨(grinding)、研磨(milling)及类似方法。粉碎还可以减小干燥的包含活化的果胶的生物质组合物的粒度,以提供具有改进的流动性、分散性、水合和/或操纵性能的产品。颗粒可以被粉碎至300μm或更小的尺寸。颗粒可以被粉碎至250μm或更小的尺寸。颗粒可以被粉碎至200μm或更小的尺寸。颗粒可以被粉碎至150μm或更小的尺寸。颗粒可以被粉碎至125μm或更小的尺寸。颗粒可以被粉碎至100μm或更小的尺寸。颗粒可以被粉碎至75μm或更小的尺寸。例如,可以通过研磨将颗粒粉碎至期望的尺寸。可以使用任何类型的磨机。例如,可以使用锤磨机、针磨机(pin mill)、针盘磨机(pinned disc mill)、打浆机(beater mill)、交叉打浆机(cross beater mill)、空气微粉磨机(air micronizer)、喷射磨机、分级磨机(classifier mill)、球磨机、旋转冲击磨机(rotary impact mill)和涡轮磨机中的任何一种或组合。

[0077] 包含活化的果胶的生物质组合物可以是食品成分。也就是说,其不是食品添加剂。这具有被食品工业和挑剔的消费者所接受的优势。源自本文所述的任何示例性方法的包含活化的果胶的生物质组合物被包含在产品中。如本文所述的包含活化的果胶的生物质组合物被包含在产品中。这样的产品可以是食品,但不限于食品。

[0078] 本文描述了包含果胶的生物质组合物及其制造方法的若干方面和实施方案。描述了主题的特征,使得在特定方面中,可以设想不同特征的组合。对于本文公开的每一个方面和每一个特征,在有或没有对特定组合的明确描述的情况下,没有不利地影响本文描述的设计、组合物、工艺或方法的所有组合都被考虑,并且可以互换。因此,除非另外明确陈述,否则本文公开的任何方面、实施方案或特征可以被组合以描述与本公开内容一致的发明设计、组合物、工艺或方法。

[0079] 在本发明中公开了若干种类型的范围。当公开或要求保护任何类型的范围时,意图是单独地公开或要求保护这样的范围可合理地涵盖的每个可能的数,包括范围的端点以及范围中涵盖的任何子范围和子范围的组合。

[0080] 值或范围可以在本文中被表示为“约”、从“约”一个特定值、和/或至“约”另一个特定值。在表达这样的值或范围时,公开的其他方面包括所列举的特定值、从一个特定值和/或至另一个特定值。类似地,当值通过使用先行词“约”表示为近似值时,将理解的是,特定值形成另一方面。还应当理解,存在其中公开的许多值,并且每个值在本文中除值本身之外还被公开为“约”该特定值。在方面中,“约”可以被用于意指例如在所列举的值的10%内、在所列举的值的5%内或在所列举的值的2%内。

[0081] 浓度和百分比是以重量百分比,除非上下文另有说明。

[0082] 当本文以“包含”各种组分或步骤来描述组合物和方法时,除非另外说明,否则所述组合物和方法还可以“基本上由各种组分或步骤组成”或者“由各种组分或步骤组成”。

[0083] 除非另外指定,否则术语“一(a)”、“一(an)”和“所述(the)”意图包括复数替代选择,例如,至少一个。

[0084] 出于描述和定义本发明教导的目的,应当注意的是,术语“基本上”在本文中被用来表示可以归因于任何定量比较、值、测量或其他表示的固有不确定程度。术语“基本上”在本文中还被用于表示定量表示可以从所陈述的参考变化而不导致所讨论的主题的基本功能发生变化的程度。

[0085] 虽然在本发明的实践或测试中可以使用与本文描述的那些相似或等效的任何方

法和材料,但本文描述了典型的方法和材料。

[0086] 本文提到的所有的出版物和专利为了描述和公开的目的通过引用并入本文,例如出版物和专利中描述的构造和方法学可以与目前描述的发明结合使用。

实施例

[0087] 采用以下非限制性实施例可以进一步理解包含活化的果胶的生物质组合物和方法。这些仅是为了所描述的用于生产包含活化的果胶的生物质组合物和含有这样的包含活化的果胶的生物质组合物的产品的方法所添加的不同起始材料和机械能的实例。

[0088] 以下方案被用于分析酯化度 (DE)、半乳糖醛酸程度 (GA) (degree of galacturonic acid)、表观粘度 (mPa • s)、特性粘度 (dL/g)、残余糖含量 (%)、水结合 (g/g)、SAG和百分比回收率 (%)。

[0089] 方案1:酯化度和半乳糖醛酸程度的确定

[0090] 酯化度 (DE) 和半乳糖醛酸程度 (GA) 是使用在FAO JECFA Monographs4 (2007) 中阐述的方法的修改来测量的。在用磁力搅拌器搅拌持续10分钟的同时,将100mL的酸性醇 (100mL 50%-60% 异丙醇+5mL HC1发烟37%) 加入到2.00g的碾磨的皮中。混合物用滤纸过滤或穿过具有滤纸的布氏漏斗,并且烧杯用6×15mL酸醇冲洗并也用滤纸过滤或穿过具有滤纸的布氏漏斗。然后,滤液首先用约1000mL 50%-60% 异丙醇洗涤,并且然后用约2×50mL 100% 异丙醇洗涤。然后,样品在105°C干燥持续约2.5小时。

[0091] 测量重约0.40g的样品用于双份测定 (duplicate determination) (双份测定之间的偏差不得超过1.5%绝对值,否则测试被重复)。样品首先用约2mL100% 异丙醇润湿。然后在用磁力搅拌器搅拌的同时,将约50mL不含二氧化碳的水加入到湿润的样品中。然后通过借助于指示剂或通过使用pH计/自动滴定器的滴定来评估样品。

[0092] 使用指示剂的滴定。向样品中加入5滴的酚酞指示剂,并且用0.1N NaOH对其滴定,直到观察到颜色的变化 (将其记录为V₁滴定度)。在搅拌的同时加入20.0mL 0.5N NaOH,并且用箔覆盖持续精确的15分钟。在搅拌的同时加入20.0mL 0.5N HC1,直到颜色消失。然后加入3滴的酚酞指示剂,并且用0.1N NaOH对其滴定,直到观察到颜色的变化 (将其记录为V₂滴定度)。为了补偿分别平衡20mL的0.5N NaOH和HC1的两部分的可能的不准确性,进行了所谓的“盲测” (即,以与样品溶液相同的方式,包括滴定法,处理100mL的去离子水)。然后,最后的滴定结果被记录为B₁滴定度。酯化度和半乳糖醛酸程度然后通过以下计算来表征。

$$[0093] (i) V_t = V_1 + (V_2 - B_1)$$

$$[0094] (ii) \% DE (\text{酯化度}) = [(V_2 - B_1) / V_t] * 100$$

$$[0095] (iii) \% GA (\text{半乳糖醛酸程度}) = \frac{[194.1 * V_t * N * 100]}{\text{洗涤和干燥的样品的重量(mg)}}$$

[0096] 其中N=用于滴定的0.1N NaOH的校正的当量浓度 (corrected normality)。

[0097] 方案2:粘度 (VIS) 的确定

[0098] 在25°C在含有六偏磷酸钠的介质中制成果胶的2%溶液。粘度是用布鲁克菲尔德粘度计型LVT或LVF在将pH调节至4.0后确定的。

[0099] 该设备包括以下:

[0100] 1. 分析天平

- [0101] 2. 烧杯; 400mL和2000mL
- [0102] 3. 磁力搅拌器和涂有特氟隆的搅拌棒
- [0103] 4. 具有合适的复合电极的pH计
- [0104] 5. 筒形玻璃, 直径50±1mm
- [0105] 6. 布鲁克菲尔德粘度计型LVT或LVF
- [0106] 7. 温度计, 0°C-110°C
- [0107] 8. 容量瓶; 250mL和1000mL
- [0108] 9. 血清学移液管 (Serological) (或量液移液管); 10mL
- [0109] 所使用的化学品是六偏磷酸钠(食品级)、碳酸氢钠(NaHCO₃) p.a. 和100% 异丙醇(C₃H₈O)。
- [0110] 一种试剂是如下制备的六偏磷酸钠溶液: (i) 将11.11g分散在2000mL烧杯中的950mL去离子水中, 并搅拌持续15分钟; (ii) 将溶液定量地转移至1000mL容量瓶中, 用去离子水填充至1000mL; (iii) 搅拌持续15分钟。如果六偏磷酸钠没有完全溶解, 则应当制备新的溶液。第二种试剂是如下制备的碳酸氢钠溶液: (i) 将84.01g溶解在去离子水中, 以及(ii) 用去离子水填充多达至1000mL。
- [0111] 程序如下:
- [0112] 1. 称量4.00g的样品并转移至包括磁力搅拌棒的称皮重的400mL烧杯中。
- [0113] 2. 使用血清学移液管, 加入10.0mL异丙醇以湿润果胶。将烧杯放置在磁力搅拌器上。
- [0114] 3. 在搅拌的同时向果胶分散体中加入180mL六偏磷酸钠溶液。以约700rpm继续搅拌持续1小时。
- [0115] 4. 将pH-电极放置在果胶溶液中。通过滴加碳酸氢钠溶液将pH调节至3.95-4.05。
- [0116] 5. 通过加入去离子水将果胶溶液的净重调节至200.0g。
- [0117] 6. 将果胶溶液转移至筒形玻璃中。通过将装有溶液的筒形玻璃放置在合适的冷却浴或加热浴中, 将温度调节至25°C。
- [0118] 7. 在布鲁克菲尔德粘度计型LVT或LVF上, 使用3号心轴以60rpm测量表观粘度。在旋转60秒后, 获取读数, 并且其中刻度上的精度是0.5。
- [0119] 方案3: 特性粘度和回收率的确定
- [0120] 称量约40mg的样品并分散在100μL乙醇中。加入40mL的流出物, 并且使用磁力搅拌器在75±2°C的模块加热器(block heater)中搅拌混合物持续30分钟。
- [0121] 对于FIPA的10升流出物的流出物制备(安全性: 0.3M乙酸锂缓冲液)如下:
- [0122] 1. 将约3LMilli-Q水倒入5000mL刻度烧杯中。
- [0123] 2. 添加磁力搅拌棒并放置在磁力搅拌器上, 以在全部添加期间产生合适的涡流。
- [0124] 3. 将125.6g氢氧化锂一水合物称量到称舟(weighing boat)中并定量地转移至刻度烧杯中。
- [0125] 4. 将0.20g叠氮化钠称量到称舟中并定量地转移至刻度烧杯中。
- [0126] 5. 将360.4g冰醋酸称量到500mL烧杯中并定量地转移至刻度烧杯中。
- [0127] 6. 当所有三种化学品溶解时, 添加Milli-Q水至5000mL并且保持搅拌持续5分钟。
- [0128] 7. 将内容物倒入压力容器中。

[0129] 8. 用转移至压力容器中的总体积为5000mL的Mill-Q水冲洗刻度烧杯,从而产生总共10L流出物。

[0130] 9. 使用加压过滤单元过滤液体,所述加压过滤单元带有来自Sartorius的Sartopore 2过滤器(0.45+0.2μm)。

[0131] 10. 在制备后,检查缓冲液的pH,该pH必须是4.6±0.1。

[0132] 将样品转移至5°C水浴中持续5分钟以冷却至室温,并且由于样品包含不溶性材料,因此在被转移至自动进样瓶(auto sampler vial)中之前,样品必须手动地溶解并过滤(0.45μm过滤器)。然后使用尺寸排阻色谱法(SEC)来确定样品的特性粘度。通过凝胶渗透色谱法根据分子的尺寸来分离分子,其中来自色谱柱的流出物通过四个检测器(折射率检测器、直角激光散射检测器、小角激光散射检测器(Low Angle Laser Light Scattering Detector)和粘度检测器)。Viscotek软件将来自粘度检测器和折射率检测器的检测器信号转换成特性粘度。

[0133] 安装有Viscotek泵VE 1122溶剂递送系统的Viscotek TDA 302 FIPA仪器与具有样品制备模块的热分离产品(Thermo Separation Products)自动进样器AS 3000一起使用。柱包括Thermo BioBasis SEC60(150×7.8mm),其与计算机相连,计算机具有用于数据收集和计算的OmniSec软件。自动进样器的运行时间被设定为10分钟,并且使用25μL全环路注入(full loop injection)。Viscotek TDS 302 FIPA仪器自动地测量样品中可溶性果胶的浓度,从而提供果胶的百分比回收率。

[0134] 方案4:残余糖含量的确定

[0135] 将10g的样品在600mL玻璃烧杯中测量。向样品中加入200mL 50%异丙醇,并且在室温在磁力搅拌器上搅拌持续四小时。将混合物转移至真空驱动的具有滤纸的布氏漏斗中,并且烧杯用250mL 50%异丙醇冲洗以确保样品的转移和洗涤经过具有滤纸的布氏漏斗。然后将样品在干燥箱中在65°C-70°C干燥过夜(最少12小时)。然后确定干燥的样品的重量,并且计算残余糖:

$$\text{残余糖} = \frac{[(\text{干燥的样品的重量} - \text{干燥的洗涤的样品的重量}) * 100]}{\text{干燥的样品的重量}}$$

[0137] 方案5:水结合能力的确定

[0138] 水结合能力通过在Kael Eggie的Development of an extruded flax-based feed ingredient(2010)中描述的AAC 56-30.01方法的修改版本来测量。将1.0g的材料加入到50mL离心管中并称重。将去离子水以小的、未测量的增量加入到离心管中,并且在每次加入后搅拌,直到混合物完全润湿。将管及其内容物涡旋,并且然后在室温以3000rpm离心持续10分钟。弃去上清液,并且在其中上清液未出现的情况下,加入更多的水并重复离心。记录管和容器的最终质量,并且通过下式计算水结合能力(WBC):

$$\text{水结合能力} = \frac{(\text{管质量} + \text{沉积物质量}) - (\text{管质量} + \text{样品质量})}{\text{样品质量}}$$

[0140] 方案6:SAG的确定

[0141] 这种方法与IFT果胶标准化委员会(IFT committee on pectin standardization)的方法5-54相同,除了其被修改为使用机械搅拌器替代马铃薯捣碎机

(potato masher) 的事实。

[0142] 该设备包括以下：

[0143] 1. 分析天平

[0144] 2. 实验室规模 (最大负载3kg-5kg, 精度0.2g)

[0145] 3. 不锈钢蒸锅 (Stainless steel saucepan), 1.5l, 15cm 直径

[0146] 4. 电热板 (electric hotplate), 15cm 直径, 1500 W

[0147] 5. 搅拌器电动机, 可调节速度, 500rpm-1000rpm

[0148] 6. 搅拌器轴 (HETO, 物品编号000240, 图编号0004259)

[0149] 7. 烧杯 (1000ml 和 150ml)

[0150] 8. 刮刀

[0151] 9. 秒表

[0152] 10. 温度计, 100°C

[0153] 11. pH计

[0154] 12. SAG玻璃 (SAG-glasses) 和胶带

[0155] 13. 果胶膜强度测定仪

[0156] 14. 线型奶酪切片机 (wire cheese slicer)

[0157] 15. 折射计

[0158] 16. 培养箱

[0159] 所用的化学品是糖、酒石酸 (每升溶液488克) 和去离子水。

[0160] 果冻的制备如下：

[0161] 1. 称重到1000ml烧杯中650- (650/x) g糖, 其中x=假定的样品硬度 (firmness)。

[0162] 2. 将20g-30g称重的糖转移到干燥的150ml烧杯中, 并且加入称重的样品 (将在果冻中使用的样品的重量被表示为:650g/假定的等级)。

[0163] 3. 通过用刮刀的搅拌, 将样品和糖在烧杯中充分地混合。

[0164] 4. 将410ml去离子水/蒸馏水倒入1500ml称皮重的不锈钢蒸锅中, 并且将搅拌器轴放置在其中。将样品/糖混合物 (一起) 倒入水中同时以1000rpm搅拌。重要的是尽可能快地将样品/糖溶液浸入水中并将小烧杯中的任何微量的样品/糖转移至蒸锅中。

[0165] 5. 继续搅拌持续两分钟。

[0166] 6. 在2分钟后, 将蒸锅放置在预热的电热板上, 并且以500rpm搅拌。

[0167] 7. 当内容物达到完全滚沸时, 加入剩余的糖并继续加热和搅拌, 直到糖溶解并且直到果冻批料的净重是1015g。电热板应当被设定为使得对于果冻的整个加热时间是5-8分钟 (满负荷, 1500W)。

[0168] 8. 在实验室秤上称量1015g批料之后, 使其在桌子上不受干扰持续一分钟。然后倾斜蒸锅, 使得内容物几乎溢出, 并且迅速撇去任何泡沫。将温度计放置在该批料中并继续温和地搅拌, 直到温度精确地达到95°C。

[0169] 9. 快速地将该批料倒入两个预先准备好的SAG玻璃中, 每个SAG玻璃含有1.75ml-2.25ml的酒石酸溶液并配有胶带, 允许填充至边缘上方约1cm。

[0170] 10. 在15分钟后, 用盖盖上该玻璃, 并且当温度达到30°C-35°C时, 将该玻璃放置在25°C ± 3°C的培养箱中持续20-24小时。

[0171] 果冻的性质如下测量：

[0172] 1. 在果冻的20-24小时的储存之后,从玻璃上移除盖子并移除胶带。使用线型奶酪切片机,将顶层切掉并丢弃。

[0173] 2. 然后小心地将果冻从玻璃中转出至装有果胶胨强度测定仪 (Ridgelimeter) 的方形玻璃板上的倒置位置。

[0174] 3. 在果冻是在玻璃板上之后,启动秒表。如果果冻稍微向一侧倾斜,则这通过在另一个方向上轻轻地倾斜玻璃板来纠正。

[0175] 4. 小心地将板和果冻放置在果胶胨强度测定仪的基座上,使得果冻处在测微螺旋 (micrometer screw) 的下方居中,然后该测微螺旋应当将被拧紧至果冻的表面附近。

[0176] 5. 在秒表启动两分钟后,将测微螺旋的测点 (point) 与果冻表面接触,并将果胶胨强度测定仪读数记录至最接近的0.1。

[0177] 6. 测量pH,pH必须在2.2和2.4之间。否则,必须重新测试样品。

[0178] 样品的果冻等级计算如下：

[0179] 1. 使用果胶胨强度测定仪校准表,将果胶胨强度测定仪读数转换为因子1(参见图1)。

[0180] 2. 使用可溶性固体校正表,测量的可溶性固体被转换成因子2(参见图2)。

[0181] 3. 当假定的测试等级乘以校正因子时,使用下式获得真实等级:

[0182] 假定的等级x因子1x因子2=真实等级

[0183] 表3

果胶胨强度 测定仪读数 百分比SAG	因子1	果胶胨强度 测定仪读数 百分比SAG	因子1	果胶胨强度 测定仪读数 百分比SAG	因子1
					因子1
19.0 19.1 19.2 19.3 19.4 19.5	1.200	22.0 22.1 22.2 22.3 22.4 22.5	1.067	25.0 25.1 25.2 25.3 25.4 25.5	0.936
	1.195		1.062		0.933
	1.190		1.057		0.928
	1.186		1.054		0.925
	1.182		1.048		0.921
	1.177		1.044		0.917
	19.6		22.6		0.913
	19.7		22.7		0.910
	19.8		22.8		0.906
	19.9		22.9		0.902
20.0 20.1 20.2 20.3 20.4 20.5	1.155		23.0		0.898
	1.173		23.1	1.018	0.895
	1.168		23.2	1.013	0.892
	1.163		23.3	1.009	0.888
	1.158		23.4	1.005	0.885
	20.0		23.5	1.000	0.881
	20.1		23.6	0.997	0.878
	20.2		23.7	0.992	0.875
	20.3		23.8	0.987	0.872
	20.4		23.9	0.983	0.868
20.6 20.7 20.8 20.9 21.0	1.133		24.0	0.978	0.864
	20.6		24.1	0.974	0.862
	20.7		24.2	0.969	0.859
	20.8		24.3	0.965	0.856
	20.9		24.4	0.960	0.853
	21.0		24.5	0.957	0.850
	21.1		24.6	0.953	0.847
	21.2		24.7	0.948	0.844
	21.3		24.8	0.944	0.842
	21.4		24.9	0.940	0.838
21.6 21.7 21.8 21.9	1.084		27.6	0.847	
	1.080		27.7	0.844	
	1.076		27.8	0.842	
	1.072		27.9	0.838	

[0185] 表4

对于“交换的”SAG分析计算的校正值

百分比SS	校正因子2
64.0	1.034
64.1	1.031
64.2	1.028
64.3	1.024
64.4	1.021
64.5	1.018
64.6	1.015
64.7	1.012
64.8	1.008
64.9	1.004
65.0	1.000
65.1	0.997
65.2	0.993
65.3	0.990
65.4	0.987
65.5	0.984
65.6	0.980
65.7	0.975
65.8	0.970
65.9	0.967
66.0	0.964
66.1	0.960
66.2	0.957

[0186] 实施例1

[0188] 使用在美国专利第8,323,513号中描述的方法将新鲜的橘皮在醇中洗涤并且然后用手压制,随后进行第二次连续的洗涤/压制以形成醇洗涤的起始包含果胶的生物质材料。然后将干燥的醇洗涤的起始包含果胶的生物质材料分成四个样品—样品1、样品2、样品3和样品4。

[0189] 样品1(活化的/无机械能):2,500克(干物质)的醇洗涤的起始包含果胶的生物质材料通过在60°C使该材料与醇和酸接触持续1小时而没有经受机械能来活化。所使用的酸的量被选择成对应于在干皮提取中使用的酸的量(0.1mL酸/克皮):2500克干皮,250mL 62%硝酸;20L 60%异丙醇。在常规活化(即没有机械能)之后,将样品冷却至25°C并排出。然后排出的样品用100L 60%异丙醇洗涤,并且然后在65°C在加热箱(heat cabinet)中干燥持续10小时。然后将干燥的样品研磨至250微米的粒度。

[0190] 样品2(活化的/机械能):1,000克(干物质)的醇洗涤的起始包含果胶的生物质材料通过在10,800千焦的机械能下在70°C使该材料与醇和酸接触持续1小时来活化。所使用的酸的量被选择成对应于在干皮提取中使用的酸的量(0.1mL酸/克皮):1000克干皮,100mL 62%硝酸;30L 60%异丙醇。

[0191] 机械能是由样品混合物(材料、醇和酸)的持续再循环泵送引起的一更具体地,通过以50Hz操作的凸轮泵(APV,CL/1/021/10),样品混合物从容器(KOFA ApS,体积25L)经过管式热交换器(3米长;6"外径;2根内管,每根具有1 1/2"的直径)并回到容器以5,200L/h被连续地再循环。

[0192] 在机械能下被活化之后,样品混合物被冷却至15°C并且然后使用Vincent压力机(型号CP-4)排出。然后将排出的样品常规地洗涤两次,其中每次洗涤在30L 60%异丙醇中持续5分钟,其中使用10%碳酸钠将pH调节至3.5。然后将洗涤的样品在65°C在加热箱中干燥持续10小时。然后将干燥的样品研磨至250微米的粒度。

[0193] 样品3(未活化的/无机械能):将30克(干物质)的醇洗涤的起始包含果胶的生物质材料研磨至250微米的粒度。

[0194] 样品4(未活化的/机械能):将30克(干物质)的醇洗涤的起始包含果胶的生物质材

料悬浮在3L的去离子水中,并且然后在300巴穿过均质器(APV Rannie 1000均质器,12.50型,注册号113,Copenhagen Denmark)两次以给予与样品2的机械能相当的机械能。将均质化的样品与6L 100%异丙醇混合,并且然后在60μ尼龙布中排出。然后将排出的样品在65°C在加热箱中干燥持续10小时,这之后将干燥的样品研磨至250微米的粒度。

[0195] 获得干燥的、传统的水洗涤的橙皮,并且将其分成四个样品一样品5、样品6、样品7和样品8。

[0196] 样品5(活化的/无机械能):500克(干物质)的水洗涤的起始包含果胶的生物质材料通过在65°C使该材料与15L的60%乙醇和50mL的62%硝酸接触持续2小时而没有经受机械能来活化。在常规活化(即没有机械能)之后,将样品冷却至25°C并且然后排出。然后用15L 60%乙醇洗涤排出的样品,该60%乙醇具有用10%碳酸钠调节至4.0的pH,并且然后在65°C在加热箱中干燥持续10小时。然后将干燥的样品研磨至250微米的粒度。

[0197] 样品6(活化的/机械能):1,000克(干物质)的水洗涤的起始包含果胶的生物质材料通过在10,800千焦的机械能下在70°C使该材料与30L的60%乙醇和100mL的62%硝酸接触持续1小时来活化。

[0198] 机械能是由样品混合物(材料、醇和酸)的持续再循环泵送引起的一更具体地,通过以50Hz操作的凸轮泵(APV,CL/1/021/10),样品混合物从容器(KOFA ApS,体积25L)经过管式热交换器(3米长;6"外径;2根内管,每根具有1 1/2"的直径)并回到容器以5,200L/h被连续地再循环。

[0199] 在机械能下被活化之后,样品混合物被冷却至15°C并且然后使用Vincent压力机(型号CP-4)排出。然后将排出的样品在30L 60%乙醇中常规地洗涤持续5分钟,该60%乙醇具有使用10%碳酸钠调节至4.0的pH。然后将洗涤的样品在65°C在加热箱中干燥持续10小时。然后将干燥的样品研磨至250微米的粒度。

[0200] 样品7(未活化的/无机械能):将30克(干物质)的水洗涤的起始包含果胶的生物质材料研磨至250微米的粒度。

[0201] 样品8(未活化的/机械能):将30克(干物质)的水洗涤的起始包含果胶的生物质材料悬浮在3L的去离子水中,并且然后在300巴穿过均质器(APV Rannie 1000均质器,12.50型,注册号113,Copenhagen Denmark)两次以给予与如样品2中的样品相当的机械能。将均质化的样品与6L 100%异丙醇混合,并且然后在60μ尼龙布中排出。然后将排出的样品在65°C在加热箱中干燥持续10小时,这之后将干燥的样品研磨至250微米的粒度。

[0202] 测量回收率(样品内的可溶性果胶的%)、特性粘度(从样品中提取的果胶的)、残余糖含量(按重量计样品的%)、样品中果胶的酯化度(DE)、样品的半乳糖醛酸程度(GA)、样品在pH 4的2%溶液/分散体中的表观粘度(VIS)以及样品的水结合能力(克的水/克的干物质),并且计算线团重叠参数。结果总结在下表中。

[0203] 表5

样 品	活化 的	M E	回 收 率 (%)	IV (dL/g)	线 团 重 叠 (dL/g)	残 余 糖 (%)	DE (%)	GA (%)	VIS (mPa· s)	水 结 合 (g/g)	
[0204]	1	是	否	34	10	3.40	2.3	72.8	49.8	1020	n/a
	2	是	是	38.4	9.1	3.49	2.6	73.4	48.8	1810	15
	3	否	否	18.4	9.8	1.80	12.2	74.6	44	240	13.9
	4	否	是	22.8	7.6	1.73	12.2	74.6	44	270	22.6
[0205]	5	是	否	19.5	10	1.95	0.97	67.6	45	90	NA
	6	是	是	39.4	7.7	3.03	0.7	67.4	49.4	1188	18.3
	7	否	否	19.9	7	1.39	13.5	67.5	42.6	54	9.6
	8	否	是	23.2	6	1.39	13.5	67.5	42.6	92	12.6

[0206] 如表5中所示,在机械能下被活化的醇洗涤的样品比不在机械能下活化的可比样品具有更高的表观粘度。事实上,经历机械能的所有样品具有比它们经受机械能的可比较的表观粘度大的表观粘度。

[0207] 还说明的是,经受机械能的样品还具有更高的果胶回收率。该结果是令人惊讶的,因为传统上认为,将起始包含果胶的生物质材料暴露于大于1,200千焦每kg干物质的机械能会将该材料破碎或崩解成使活化溶液分离并且还使果胶从其中的提取更困难的形式,并且因此不合意地降低果胶收率。

[0208] 样品2的线团重叠参数表明,经醇洗涤的并随后在机械能下活化的包含果胶的组合物具有最大的合意的功能性。

[0209] 实施例2

[0210] 使用在美国专利第8,323,513号中描述的方法将新鲜的橘皮在醇中洗涤并且然后用手压制,随后进行第二次连续的洗涤/压制以形成醇洗涤的起始包含果胶的生物质材料。然后将干燥的醇洗涤的起始包含果胶的生物质材料分成两个样品,样品1和样品2。

[0211] 样品1(醇洗涤的/活化的):1,000克(干物质)的醇洗涤的起始包含果胶的生物质材料通过在10,800千焦的机械能下在70°C使该材料与醇和酸接触持续1小时来活化。所使用的酸的量被选择成对应于在干皮提取中使用的酸的量(0.1mL酸/克皮):1000克干皮,100mL 62%硝酸;30L 60%异丙醇。

[0212] 机械能是由样品混合物(材料、醇和酸)的持续再循环泵送引起的一更具体地,通过以50Hz操作的凸轮泵(APV, CL/1/021/10),样品混合物从容器(KOFA ApS, 体积25L)经过管式热交换器(3米长;6"外径;2根内管,每根具有1 1/2"的直径)并回到容器以5,200L/h被连续地再循环。

[0213] 在机械能下被活化之后,样品混合物被冷却至15°C并且然后使用Vincent压力机(型号CP-4)排出。然后将排出的样品常规地洗涤两次,其中每次洗涤在30L 60%异丙醇中持续5分钟,所述异丙醇具有使用10%碳酸钠调节至3.5的pH。然后将洗涤的样品在65°C在加热箱中干燥持续10小时。然后将干燥的样品研磨至250微米的粒度。

[0214] 样品2(醇洗涤的/活化的):将样品2与样品1类似地制备,除了样品2在40°C的温度活化之外。

[0215] 获得干燥的、常规的水洗涤的橙皮,并且将其分成两个样品一样品3和样品4。

[0216] 样品3(水洗涤的/活化的):1,000克(干物质)的水洗涤的起始包含果胶的生物质材料通过在10,800千焦的机械能下在70°C使该材料与30L的60%乙醇和100mL的62%硝酸接触持续1小时来活化。

[0217] 机械能是由样品混合物(材料、醇和酸)的持续再循环泵送引起的一更具体地,通过以50Hz操作的凸轮泵(APV, CL/1/021/10),样品混合物从容器(KOFA ApS, 体积25L)经过管式热交换器(3米长;6"外径;2根内管,每根具有1 1/2"的直径)并回到容器以5,200L/h被连续地再循环。

[0218] 在机械能下被活化之后,样品混合物被冷却至15°C并且然后使用Vincent压力机(型号CP-4)排出。然后将排出的样品在30L 60%乙醇中常规地洗涤持续5分钟,该60%乙醇具有使用10%碳酸钠调节至4.0的pH。然后将洗涤的样品在65°C在加热箱中干燥持续10小时。然后将干燥的样品研磨至250微米的粒度。

[0219] 样品4(水洗涤的/活化的):将样品4与样品3类似地制备,除了样品4在40°C的温度活化之外。

[0220] 测量回收率(样品内的可溶性果胶的%)、特性粘度(从样品中提取的果胶的)、残余糖含量(按重量计样品的%)、样品中果胶的酯化度(DE)、样品的半乳糖醛酸程度(GA)、表观粘度(具有溶解或分散在其中的样品的溶液的)以及样品的水结合能力(克的水/克的固体物质),并且计算线团重叠参数。结果总结在下表中。

[0221] 表6

样品	回收率 (%)	IV (dL/g)	线团重 叠 (dL/g)	残 余 糖 (%)	DE (%)	GA (%)	VIS (mPa·s)	水 结 合 (g/g)
1	38.4	9.1	3.49	2.6	73.4	48.8	1810	15
2	25	8.3	2.08	1.29	71.7	44	156	16.7
3	39.4	7.7	3.03	0.7	67.4	49.4	1188	18.3
4	28.3	8.3	2.35	0.97	68.4	45.9	266	16.2

[0223] 样品显示,在已经在70°C经历机械处理的样品中的功能特性表观粘度比在40°C处理的样品高得多。这表明,在高于40°C的温度加工起始包含果胶的生物质材料与在低于40°C的温度加工的材料相比导致材料具有更大的功能性。

[0224] 实施例3

[0225] 使用在美国专利第8,323,513号中描述的方法将新鲜的橘皮在醇中洗涤并且然后用手压制,随后进行第二次连续的洗涤/压制,并且然后干燥以形成干燥的、醇洗涤的起始包含果胶的生物质材料。然后将干燥的、醇洗涤的起始包含果胶的生物质材料分成两个样品一样品1和样品2。

[0226] 样品1(干燥的/无机械能):2,500克(干物质)的醇洗涤的起始包含果胶的生物质材料通过在70°C使该材料与醇和酸接触持续1小时而没有经受机械能来活化。所使用的酸的量被选择成对应于在干皮提取中使用的酸的量(0.1mL酸/克皮):2500克干皮,250mL 62%硝酸;20L 60%异丙醇。在常规活化(即没有机械能)之后,将样品冷却至25°C并排出。然后用100L 60%异丙醇洗涤排出的样品,并且然后在65°C在加热箱(heat cabinet)中干燥持续10小时。然后将干燥的样品研磨至250微米的粒度。

[0227] 样品2(干燥的/机械能):1,000克(干物质)的醇洗涤的起始包含果胶的生物质材料通过在10,800千焦的机械能下在70°C使该材料与醇和酸接触持续1小时来活化。所使用的酸的量被选择成对应于在干皮提取中使用的酸的量(0.1mL酸/克皮):1000克干皮,100mL 62%硝酸;30L 60%异丙醇。

[0228] 机械能是由样品混合物(材料、醇和酸)的持续再循环泵送引起的一更具体地,通过以50Hz操作的凸轮泵(APV,CL/1/021/10),样品混合物从容器(KOFA ApS,体积25L)经过管式热交换器(3米长;6"外径;2根内管,每根具有1 1/2"的直径)并回到容器以5,200L/h被连续地再循环。

[0229] 在机械能下被活化之后,样品混合物被冷却至15°C并且然后使用Vincent压力机(型号CP-4)排出。然后将排出的样品常规地洗涤两次,其中每次洗涤在30L 60%异丙醇中持续5分钟,该60%异丙醇具有使用10%碳酸钠调节至3.5的pH。然后将洗涤的样品在65°C在加热箱中干燥持续10小时。然后将干燥的样品研磨至250微米的粒度。

[0230] 使用在美国专利第8,323,513号中描述的方法将新鲜的橘皮在醇中洗涤以形成湿的并压制的醇洗涤的起始包含果胶的生物质材料。

[0231] 样品3(湿的/机械能):950克(干物质)的湿的并且压制的醇洗涤的起始包含果胶的生物质材料通过在10,800千焦的机械能下在70°C使该材料与醇和酸接触持续1小时来活化。所使用的酸的量被选择成对应于在干皮提取中使用的酸的量(0.1mL酸/克皮):1000克干皮,100mL 62%硝酸;30L60%异丙醇。

[0232] 机械能是由样品混合物(材料、醇和酸)的持续再循环泵送引起的一更具体地,通过以50Hz操作的凸轮泵(APV,CL/1/021/10),样品混合物从25L不锈钢容器(没有搅拌)经过管式热交换器(3米长;6"的6"外径;2根内管,每根具有1 1/2"的直径)并回到容器以5,200L/h被连续地再循环。。

[0233] 在机械能下被活化之后,样品混合物被冷却至15°C并且然后使用Vincent压力机(型号CP-4)排出。然后将排出的样品常规地洗涤两次,其中每次洗涤在30L 60%异丙醇中持续5分钟,该60%异丙醇具有使用10%碳酸钠调节至3.5的pH。然后将洗涤的样品在65°C在加热箱中干燥持续10小时。然后将干燥的样品研磨至250微米的粒度。

[0234] 测量回收率(样品内的可溶性果胶的%)、特性粘度(从样品中提取的果胶的)、残余糖含量(按重量计样品的%)、样品中果胶的酯化度(DE)、样品的半乳糖醛酸程度(GA)、表观粘度(具有溶解或分散在其中的样品的溶液的)以及样品的水结合能力(克的水/克的固体物质),并且计算线团重叠参数。结果总结在下表中。

[0235] 表7

[0236]	样品	回收率 (%)	IV (dL/g)	线团重叠 (dL/g)	残余糖 (%)	DE (%)	GA (%)	VIS (mPa·s)	水结合 (g/g)	SAG
	1	34	10	3.40	2.3	72.8	49.8	1020	n/a	111
	2	38.4	9.1	3.49	2.6	73.4	48.8	1810	15	122
	3	50.7	9.1	4.61	2.1	73.5	50	3100	24.6	142

[0237] 如表7中所示,在其中起始包含果胶的生物质材料被洗涤但随后未干燥的样品中,功能特性表观粘度高得多。这表明,在某些情况下,可以合意的是,避免在活化(使起始包含

果胶的生物质材料与活化溶液接触,并使混合物经受机械能)之前干燥洗涤的起始包含果胶的生物质材料。还如该表中所示的,功能特性SAG遵循与功能特性粘度相同的模式。

[0238] 实施例4

[0239] 使用在美国专利第8,323,513号中描述的方法将新鲜的橘皮在醇中洗涤并且然后用手压制,随后进行第二次连续的洗涤/压制以形成醇洗涤的并且干燥的起始包含果胶的生物质材料。

[0240] 样品1:1,000克(干物质)的醇洗涤的起始包含果胶的生物质材料通过在10,800千焦的机械能下在70°C使该材料与醇和酸接触持续1小时来活化。所使用的酸的量被选择成对应于在干皮提取中使用的酸的量(0.1mL酸/克皮):1000克干皮,100mL 62%硝酸;30L 60%异丙醇。

[0241] 机械能是由样品混合物(材料、醇和酸)的持续再循环泵送引起的一更具体地,通过以50Hz操作的凸轮泵(APV,CL/1/021/10),样品混合物从容器(KOFA ApS,体积25L)经过管式热交换器(3米长;6"外径;2根内管,每根具有1 1/2"的直径)并回到容器以5,200L/h被连续地再循环。

[0242] 在机械能下被活化之后,样品混合物被冷却至15°C并且然后使用Vincent压力机(型号CP-4)排出。然后将排出的样品常规地洗涤两次,其中每次洗涤在30L 60%异丙醇中持续5分钟,该60%异丙醇具有使用10%碳酸钠调节至3.5的pH。然后将洗涤的样品在65°C在加热箱中干燥持续10小时。然后,研磨干燥的样品并且然后在100微米的筛网上筛分,以便使所有样品具有相同的筛目尺寸。

[0243] 样品2:使用在美国专利第8,323,513号中描述的方法将新鲜的橘皮在醇中洗涤并且然后用手压制,随后进行第二次连续的洗涤/压制以形成湿的、醇洗涤的起始包含果胶的生物质材料。

[0244] 950克(干物质)的湿的、醇洗涤的起始包含果胶的生物质材料通过在10,800千焦的机械能下在70°C使该材料与醇和酸接触持续1小时来活化。所使用的酸的量被选择成对应于在干皮提取中使用的酸的量(0.1mL酸/克皮):1000克干皮,100mL 62%硝酸;30L 60%异丙醇。

[0245] 机械能是由样品混合物(材料、醇和酸)的持续再循环泵送引起的一更具体地,通过以50Hz操作的凸轮泵(APV,CL/1/021/10),样品混合物从25L不锈钢容器(没有搅拌)经过管式热交换器(3米长;6"的6"外径;2根内管,每根具有1 1/2"的直径)并回到容器以5,200L/h被连续地再循环。

[0246] 在机械能下被活化之后,样品混合物被冷却至15°C并且然后使用Vincent压力机(型号CP-4)排出。然后将排出的样品常规地洗涤两次,其中每次洗涤在30L 60%异丙醇中持续5分钟,该60%异丙醇具有使用10%碳酸钠调节至3.5的pH。然后将洗涤的样品在65°C在加热箱中干燥持续10小时。然后,研磨干燥的样品并且然后在100微米的筛网上筛分,以便使所有样品具有相同的筛目尺寸。

[0247] 还获得了四个比较样品,其全部已经在100微米筛上过筛。这些比较样品是商业柑橘纤维产品,如下表所示:

[0248] 表8

商业样品	商业名称	商业批料号
------	------	-------

C1	CitriFi 100M40	R13162M40
C2	Herbace1 AQ Plus citrus	31210020
C3	FiberGel Citrus 5100	510015M21A
C4	Ceamfibre 7000	PT52825

[0250] 测量回收率(样品内的可溶性果胶的%)、特性粘度(从样品中提取的果胶的)、残余糖含量(按重量计样品的%)、样品中果胶的酯化度(DE)、样品的半乳糖醛酸程度(GA)、表观粘度(具有溶解或分散在其中的样品的溶液的)、样品的水结合能力(克的水/克的固体物质)以及样品的SAG,并且计算线团重叠参数。结果总结在下表中。

[0251] 表9

样品	回收率 (%)	IV (dL/g)	线团重叠 (dL/g)	残余糖 (%)	DE (%)	GA (%)	VIS (mPa·s)	水结合 (g/g)	SAG
1	37.2	7.2	2.68	3.7	73.3	49.9	558	18.2	101
2	43.8	7.5	3.29	2.8	73.1	51.1	1266	24.6	128
C 1	18.2	6.1	1.11	21.1	67.6	44.3	56	13.1	<<60
C 2	10.3	3.4	0.35	1.9	60.9	22.5	180	16.5	没有凝胶
C 3	20.9	2.7	0.56	39.6	6.6	43.8	10	8.1	没有凝胶
C 4	0.6	2.2	0.01	N/A	19	3.5	4	7.1	没有凝胶

[0252] [0253] 如表9中所示,没有一个比较样品具有与样品1-样品2相比较大的线团重叠参数,并且因此具有较低的功能性。此外,样品1-样品2具有较大的表观粘度和水结合能力,并且与比较样品不同,具有胶凝能力。这些结果显示了与常规的包含果胶的生物质组合物相比,本公开内容的示例性的包含果胶的生物质组合物的功能优势。

[0254] 实施例5

[0255] 使用在美国专利第8,323,513号中描述的方法将新鲜的橘皮在醇中洗涤并且然后用手压制,随后进行第二次连续的洗涤/压制,并且然后随后在65℃干燥持续10小时以形成干燥的、醇洗涤的起始包含果胶的生物质材料(5%-10%残余水分)。

[0256] 使用在美国专利第8,323,513号中描述的方法将新鲜的橘皮在醇中洗涤并且然后用手压制,随后进行第二次连续的洗涤/压制以形成湿的、醇洗涤的起始包含果胶的生物质材料(35%-45%干物质)。

[0257] 预处理的样品(样品1-样品4):对于每个样品,使1,000克(干物质)的干燥的醇洗涤的起始包含果胶的生物质材料和活化溶液(100mL的62%硝酸:30L 60%醇)的混合物通过在室温一次性穿过波士顿剪切磨机(BSM)(BSM-25型,具有15HP(11kW)的电动机尺寸以及1"(25mm)的出口直径)而经历预处理。然后进一步加工对于每个样品的预处理的混合物。由波士顿剪切磨机给予样品1、样品2、样品3和样品4的机械能的量是由BSM的效力和加工样品的时间来计算的。对于样品1和样品2,通过BSM加工33升的时间是125秒;添加到样品中的能

量是11kW*125秒,或1380千焦。对于样品3和样品4,流量较高,并且加工时间仅63秒,因此添加的能量是690千焦(每kg干物质)。

[0258] 样品2和样品4:对于每个样品,将预处理的混合物转移至封闭的塑料袋中,并且在没有机械输入的情况下在65°C放置持续3-4小时。随后将样品排出,在4的pH的20L 80%异丙醇中洗涤。然后将样品排出、压制并干燥。然后将干燥的样品研磨至250微米的粒度。

[0259] 样品1和样品3:对于每个样品,将预处理的混合物(材料、醇和酸)在inator系统中进一步加工。机械能是由样品混合物(材料、醇和酸)的持续再循环泵送引起的一更具体地,通过凸轮泵(APV,CL/1/021/10),样品混合物在维持65°C的温度的情况下从25L不锈钢容器(没有搅拌)经过管式热交换器(3米长;6"的6"外径;2根内管,每根具有1 1/2"的直径)并回到容器以约1,000L/h被连续地再循环,所述凸轮泵以10Hz操作持续50分钟(3000秒)的时间段,包括加热(15分钟)和冷却(15分钟)。

[0260] 泵用电动机以50Hz时为2kW;以10Hz时,效力仅为0.4kW;给予样品1和样品3的能量为0.4kW*3000秒,或1200千焦(每kg干物质)。

[0261] 在机械能下被活化之后,样品混合物被冷却至15°C并且然后使用Vincent压力机(型号CP-4)排出。然后将排出的样品常规地洗涤两次,其中每次洗涤在30L 60%异丙醇中持续5分钟,该60%异丙醇具有使用10%碳酸钠调节至4的pH。然后将洗涤的样品在65°C在加热箱中干燥持续10小时。然后将干燥的样品研磨并且然后在250微米的筛网上筛分。

[0262] 未经预处理的样品:对于每个样品,将1,000克(干物质)的干燥的醇洗涤的和活化溶液(100mL的62%硝酸:30L 60%醇)的混合物在inator中加工。机械能是由样品混合物(材料、醇和酸)的持续再循环泵送引起的一更具体地,通过以不同频率(Hz)并且持续不同的时间段操作的凸轮泵(APV,CL/1/021/10),样品混合物在维持65°C的温度的情况下从25L不锈钢容器(没有搅拌)经过管式热交换器(3米长;6"的6"外径;2根内管,每根具有1 1/2"的直径)并回到容器以约1,000L/h被连续地再循环。

[0263] 在机械能下被活化之后,样品混合物被冷却至15°C并且然后使用Vincent压力机(型号CP-4)排出。然后将排出的样品常规地洗涤两次,其中每次洗涤在30L 60%异丙醇中持续5分钟,该60%异丙醇具有使用10%碳酸钠调节至4的pH。然后将洗涤的样品在65°C在加热箱中干燥持续10小时。然后将干燥的样品研磨并且然后在250微米的筛网上筛分。

[0264] 用于未经预处理的样品的加工参数总结在下表中:

[0265] 表10

样品	凸轮泵速度 和对应的效力	包括加热和冷却的时间 (分钟)
5	10 Hz (0.4 kW)	50
6	20 Hz (0.8 kW)	50
7	40 Hz (1.6 kW)	50
9	40 Hz (1.6 kW)	90
10	30 Hz (1.2 kW)	90

[0267] 样品8:1,000克(干物质)的醇洗涤的起始包含果胶的生物质材料通过在65°C使该材料与醇和酸接触持续3-4小时而没有经受机械能来活化。所使用的酸的量被选择成对应于在干皮提取中使用的酸的量(0.1mL酸/克皮):1,000克干皮,100mL 62%硝酸;30L 60%

异丙醇。

[0268] 在常规活化(即没有机械能)之后,将样品冷却至25°C并且然后排出。然后将排出的样品在30L 80%异丙醇中常规地洗涤持续30分钟,该80%异丙醇具有使用10%碳酸钠调节至4.0的pH。然后将洗涤的皮在65°C在加热箱中干燥持续10小时。然后将干燥的样品研磨至250微米的粒度。

[0269] 给予每个样品的机械能的总量被总结在下表中:

[0270] 表11

[0271]	样品	BSM能量 (kJ)	Inator能量* (kJ)	总能量** (kJ)
	1	1380	1200	2580
	2	1380	0	1380
	3	690	1200	1890
	4	690	0	690
	5	0	1200	1200
	6	0	2400	2400
	7	0	4800	4800
	8	0	0	0
	9	0	8640	8640
	10	0	6480	6480

[0272] *Inator能量由泵的效力和操作时间来计算

[0273] **总能量是BSM能量和Inator能量的总和

[0274] 测量回收率(样品内的可溶性果胶的%)、特性粘度(从样品中提取的果胶的)、样品中果胶的酯化度(DE)、表观粘度(具有溶解或分散在其中的样品的溶液的)以及样品的水结合能力(克的水/克的固体物质),并且计算线团重叠参数。结果总结在下表中。

[0275] 表12

[0276]	样品	回收率 (%)	IV (dL/g)	线团重叠 (dL/g)	DE (%)	VIS (mPa·s)	水结合 (g/g)
	1	28.2	8.4	2.4	66.3	583	26.7
	2	19.5	9.6	1.9	67.9	219	20.7
	3	28.6	8.2	2.3	68.4	730	24.6
	4	18.3	10	1.8	68.7	238	21.7
	5	25.8	8.9	2.3	69.4	439	21.5
	6	29.6	8.2	2.4	69.5	573	21.2
	7	26	9	2.3	69.6	512	22.2
	8	19.1	8.8	1.7	68.8	165	15.6
	9	30.4	8	2.4	69.4	628	22.4
	10	30.4	8	2.4	69.6	691	20

[0277] 如表中所示,当给予样品的机械能的量超过1,500千焦每kg干物质时,线团重叠参数大于2并且因此具有高于500mPas的表观粘度。

[0278] 实施例6

[0279] 使用在美国专利第8,323,513号中描述的方法将新鲜的橘皮在醇中洗涤并且然后用手压制,随后进行第二次连续的洗涤/压制,以形成醇洗涤的起始包含果胶的生物质材料。

[0280] 样品1-样品3(在Inator中加热):对于每个样品,将1,000克(干物质)的醇洗涤的、压制的皮和活化溶液(100mL的62%硝酸:30L 60%醇)的混合物在inator中加工。

[0281] 机械能是由样品混合物(材料、醇和酸)的持续再循环泵送引起的一更具体地,通过凸轮泵(APV,CL/1/021/10),样品混合物在维持70°C的温度的情况下从25L不锈钢容器(没有搅拌)经过管式热交换器(3米长;6"的6"外径;2根内管,每根具有1 1/2"的直径)并回到容器被连续地再循环,所述凸轮泵以40Hz操作(样品1)持续50分钟(3000秒)的时间段,包括加热和冷却;以40Hz操作(样品2)持续90分钟(5400秒)的时间段,包括加热和冷却;以50Hz操作(样品3)持续50分钟(3000秒)的时间段,包括加热和冷却。

[0282] 然后将排出的样品在30L 80%异丙醇中常规地洗涤持续30分钟,该80%异丙醇具有使用10%碳酸钠调节至4.0的pH。然后将洗涤的皮在65°C在加热箱中干燥持续10小时。然后将干燥的样品研磨至250微米的粒度。

[0283] 样品4-样品9(在Inator后加热):对于每个样品,将1,000克(干物质)的醇洗涤的、压制的皮和活化溶液(100mL的62%硝酸:30L 60%醇)的混合物在inator中加工,如在样品1-样品3下所描述的,但是该加工在25°C运行并且泵以50Hz操作。样品4-样品6全部被处理持续20分钟(1200秒)的时间段,并且样品7-样品9被处理持续60分钟(3600秒)的时间段。在Inator处理之后,混合物被分离成皮和活化溶液。活化溶液在搅拌容器中被加热至70°C并且将皮加入到该容器中。在70°C的加热时间是5分钟(样品4)、20分钟(样品5)和60分钟(样品6)、5分钟(样品7)、20分钟(样品8)和60分钟(样品9)。

[0284] 然后将排出的样品在30L 80%异丙醇中常规地洗涤持续30分钟,该80%异丙醇具有使用10%碳酸钠调节至4.0的pH。然后将洗涤的皮在65°C在加热箱中干燥持续10小时。然后将干燥的样品研磨至250微米的粒度。

[0285] 测量回收率(样品内的可溶性果胶的%)、特性粘度(从样品中提取的果胶的)、样品中果胶的酯化度(DE)、表观粘度(具有溶解或分散在其中的样品的溶液的)以及样品的水结合能力(克的水/克的固体物质),并且计算线团重叠参数。结果总结在下表中。

[0286] 表13

样品	回收率 (%)	IV (dL/g)	线团重叠 (dL/g)	DE (%)	水结合 (g/g)	
[0287]	1	32.42	8.82	2.86	70.2	17.8
	2	38.06	8.23	3.13	69.3	20.3
	3	33.84	8.72	2.95	69.4	18.2
	4	26.23	10.43	2.74	70.6	17.1
	5	29.79	9.46	2.82	69.5	18.1
	6	38.25	8.24	3.15	70	21.3
	7	27.79	8.77	2.44	67.6	18.4
	8	31.81	8.91	2.83	70.5	16.6
	9	30.97	9.17	2.84	70.5	15.8

[0288] 如上表中所示,产生的包含活化的果胶的生物质组合物的功能性不一定受起始包含果胶的生物质材料和活化溶液的混合物是否在使混合物经受机械能期间或之后被加热的影响。因此,可以提供合适的包含活化的果胶的生物质组合物,而不管混合物何时被加热,即在机械能处理期间或之后。

[0289] 实施例7

[0290] 使用在美国专利第8,323,513号中描述的方法将新鲜的橘皮在醇中洗涤并且然后用手压制,随后进行第二次连续的洗涤/压制并干燥,以形成干燥的醇洗涤的起始包含果胶的生物质材料。

[0291] 对于每个样品,将1,000克(95%干物质)的醇洗涤的、干燥的皮和活化溶液(150mL的62%硝酸:30L 60%醇)的混合物在inator中加工。

[0292] 机械能是由样品混合物(材料、醇和酸)的持续再循环泵送引起的一更具体地,通过以50Hz操作持续30分钟的时间段的凸轮泵(APV, CL/1/021/10),样品混合物在维持55°C(样品1)、65°C(样品2)或75°C(样品3)的温度的情况下从25L不锈钢容器(没有搅拌)经过管式热交换器(3米长;6"的6"外径;2根内管,每根具有1 1/2"的直径)并回到容器被连续地再循环。

[0293] 然后将排出的样品在30L 80%异丙醇中常规地洗涤持续30分钟,该80%异丙醇具有使用10%碳酸钠调节至4.0的pH。然后将洗涤的皮在65°C在加热箱中干燥持续10小时。然后将干燥的样品研磨至250微米的粒度。

[0294] 测量回收率(样品内的可溶性果胶的%)、特性粘度(从样品中提取的果胶的)、样品中果胶的酯化度(DE)、表观粘度(具有溶解或分散在其中的样品的溶液的)以及样品的水结合能力(克的水/克的固体物质),并且计算线团重叠参数。结果总结在下表中。

[0295] 表14

样品	IV (dL/g)	回 收 率 (%)	线 团 重 叠 (dl/g)	DE (%)	VIS (mPa·s)	水 结 合 (g/g)
[0296]	1	7.1	30.4	2.16	67.4	196
	2	6.5	36.1	2.35	66.2	276
	3	6.1	41.9	2.56	66.1	353

[0297] 如上表中所示,产生的包含活化的果胶的生物质组合物的功能性受活化温度的影响。在较高的活化温度,IV趋于减少,而回收率、线团重叠、表观粘度和水结合趋于增加。DE几乎保持恒定。

[0298] 实施例8

[0299] 使用在美国专利第8,323,513号中描述的方法将新鲜的橘皮在醇中洗涤并且然后用手压制,随后进行第二次连续的洗涤/压制,以形成醇洗涤的起始包含果胶的生物质材料。

[0300] 对于每个样品,将1,000克(干物质)的醇洗涤的、压制的皮和含有在30L 60%醇中的不同浓度的62%硝酸的活化溶液的混合物在inator中加工。

[0301] 机械能是由样品混合物(材料、醇和酸)的持续再循环泵送引起的一更具体地,通过以40Hz-50Hz操作持续5-60分钟的时间段的凸轮泵(APV,CL/1/021/10),样品混合物在维持从55°C-75°C的温度的情况下从25L不锈钢容器(没有搅拌)经过管式热交换器(3米长;6"的6"外径;2根内管,每根具有1 1/2"的直径)并回到容器被连续地再循环。

[0302] 然后将排出的样品在30L 80%异丙醇中常规地洗涤持续30分钟,该80%异丙醇具有使用10%碳酸钠调节至4.0的pH。然后将洗涤的皮在65°C在加热箱中干燥持续10小时。然后将干燥的样品研磨至250微米的粒度。

[0303] 测量回收率(样品内的可溶性果胶的%)、特性粘度(从样品中提取的果胶的)、样品中果胶的酯化度(DE)以及样品的水结合能力(克的水/克的固体物质),并且计算线团重叠参数。在下表中总结了关于酸的效力、温度、能量输入和处理时间的结果。

[0304] 表15

样品	酸(ml/kg DM)	温 度 (°C)	时 间 (分钟)	能 量 (kJ)	IV (dL/g)	回 收 率 (%)	线 团 重 叠 (dl/g)	DE (%)	水 结 合 (g/g)	
[0305]	1	150	75	15	1800	7.9	35.0	2.8	69.8	21.7
	2	150	75	60	7200	7.4	39.0	2.9	68.3	20.9

[0306] 如表15中所示,在固定的酸浓度和温度以及改变的处理时间,IV随着较长的处理时间而趋于稍微减少,回收率随着较长的处理时间而趋于稍微增加,线团重叠不依赖于处理时间而几乎保持恒定,并且DE和水结合几乎保持恒定。

[0307] 表16

[0308]	样品	酸 (ml/kg DM)	温度 (°C)	时间 (分钟)	能 量 (kJ)	IV (dl/g)	回收 率 (%)	线 团 重 叠 (dl/g)	DE (%)	水结合 (g/g)
	3	100	70	20	1920	8.8	32.4	2.9	70.2	17.8
	4	100	70	60	5760	8.2	38.1	3.1	69.3	20.3
	5	100	70	20	2400	8.7	33.8	3.0	69.4	18.2

[0309] 如表16中所示,与表15相比,在较低的酸浓度和较低的温度以及改变的处理时间,IV随着较长的处理时间而趋于稍微减少,回收率随着较长的处理时间而趋于稍微增加,线团重叠不依赖于处理时间而几乎保持恒定,并且DE几乎保持恒定。然而,水结合趋于随着增加的处理时间而增加。

[0310] 表17

[0311]	样品	酸 (ml/kg DM)	温度 (°C)	时间 (min)	能 量 (kJ)	IV (dl/g)	回收 率 (%)	线 团 重 叠 (dl/g)	DE (%)	水 结 合 (g/g)
	6	150	65	5	600	7.3	32.9	2.4	67.1	19.0
	7	150	65	30	3600	7.5	38.5	2.9	68.1	19.0
	8	150	65	60	7200	7.2	42.4	3.1	66.7	20.1

[0312] 如表17中所示,在恒定的酸浓度和恒定的低处理温度以及变化的处理时间,IV随着在5-60分钟范围内的处理时间而保持相当恒定,回收率随着增加的处理时间而增加,线团重叠随着增加的处理时间而增加,并且DE和水结合几乎是恒定的。

[0313] 表18

[0314]	样品	酸 (ml/kg DM)	温度 (°C)	时间 (分钟)	能 量 (kJ)	IV (dl/g)	回收 率 (%)	线 团 重 叠 (dl/g)	DE (%)	水 结 合(g/g)
	9	250	55	5	600	7.9	30.8	2.4	67	18.6
	10	250	55	60	7200	7.2	37.9	2.7	65	19.1

[0315] 如表18中所示,在较高的酸浓度和甚至较低的处理温度以及变化的处理时间,IV随着短的处理时间而趋于降低,回收率随着增加的处理时间而趋于增加,线团重叠随着增加的处理时间而趋于增加,并且DE和水结合随着在5-60分钟范围内的处理时间而几乎保持恒定。

[0316] 表19

[0317]	样品	酸 (ml/kg DM)	温度 (°C)	时间 (分钟)	能 量 (kJ)	IV (dl/g)	回收 率 (%)	线 团 重 叠 (dl/g)	DE (%)	水结合 (g/g)
	11	50	65	30	3600	10.1	22.1	2.2	68.9	13.7
	12	150	65	30	3600	7.6	36.9	2.8	67.1	19.9
	13	250	65	30	3600	7.0	41.2	2.9	65.7	19.7

[0318] 如表19中所示,在恒定的温度和处理时间以及增加的酸浓度,IV减少,回收率增加,线团重叠增加,DE减少,并且水结合增加。

[0319] 因此,这些结果表明,人们可以改变酸浓度、处理温度和处理时间以提供许多选项

来优化对包含活化的果胶的生物质组合物的处理。

[0320] 酸浓度在50ml-250ml 62% 硝酸每kg干物质的范围内, 优选地在100ml-250ml 62% 硝酸每kg干物质的范围内, 并且更优选地在150ml-250ml 62% 硝酸每kg干物质的范围内。

[0321] 处理温度在55°C-75°C、优选地65°C-75°C并且更优选地70°C-75°C的范围内。

[0322] 处理时间在5-60分钟、优选地15-60分钟并且更优选地20-60分钟的范围内。

[0323] 理想的组合是酸浓度150ml的62%的硝酸(浓硝酸)每kg干物质, 处理温度为70°C, 并且处理时间为15分钟, 并且如果希望较低的温度, 可以使用较高的酸浓度。

[0324] 实施例9

[0325] 本实施例展示了不同的起始包含果胶的生物质材料的使用以及产生的包含活化的果胶的生物质组合物的性质, 所述生物质组合物可以被用作用于果胶提取工艺的起始材料。

[0326] 将苹果压制。向压制的果渣中加入63%异丙醇, 并且然后将果渣洗涤持续5分钟并压制。一个样品在80%异丙醇中再一次洗涤, 压制并在干燥箱中干燥。对于另一个样品, 将1kg压制的苹果渣的干物质与24kg的60%异丙醇在Inator中混合。每kg干物质加入100mL浓硝酸。在小凸轮泵上循环的同时, 将其在70°C活化持续60分钟。在活化后, 将果渣压制。然后在60%异丙醇中将其洗涤并压制。然后在80%异丙醇中将其洗涤并压制和干燥。

[0327] 将菊芋压制。向压制的果渣中加入63%异丙醇, 并且然后将果渣洗涤持续5分钟并压制。一个样品在80%异丙醇中再一次洗涤, 压制并在干燥箱中干燥。对于另一个样品, 将1kg压制的苹果渣的干物质与24kg的60%异丙醇在Inator中混合。每kg干物质加入100mL浓硝酸。在小凸轮泵上循环的同时, 将其在70°C活化持续60分钟。在活化后, 将果渣压制。然后在60%异丙醇中将其洗涤并压制。然后在80%异丙醇中将其洗涤并压制和干燥。

[0328] 将橙子压制。向压制的皮中加入63%异丙醇, 并且然后将皮洗涤持续5分钟并压制。一个样品在80%异丙醇中再一次洗涤, 压制并在干燥箱中干燥。对于另一个样品, 将1kg压制的橙子皮的DM与24kg的60%异丙醇在Inator中混合。每kg干物质加入100mL浓硝酸。在小凸轮泵上循环的同时, 将其在70°C活化持续60分钟。在活化后, 将皮压制。然后在60%异丙醇中将其洗涤并压制。然后在80%异丙醇中将其洗涤并压制和干燥。

[0329] 选择来自糖提取中的甜菜丝(sugar beet cossettes)。向该甜菜丝中加入63%异丙醇, 并且洗涤持续5分钟并压制。一个样品在80%异丙醇中再一次洗涤, 压制并在干燥箱中干燥。对于另一个样品, 将1kg压制的甜菜丝的DM与27kg的60%异丙醇在Inator中混合。每kg干物质加入100mL浓硝酸。在小凸轮泵上循环的同时, 将其在70°C活化持续60分钟。在活化后, 将甜菜丝压制。然后将它们在60%异丙醇中洗涤并压制。然后将它们在80%异丙醇中洗涤并压制和干燥。

[0330] 表20

样 品	描述	比能量 (kJ/kg DM)	总 混 合物 (kg)	比能量 (kJ/kg 混 合 物)	DE (%)	回 收 率 (%)	IV (dl/g)	线 团 重 叠 (dl/g)
[0331]	1 苹果	10800	27	400	77.4	3.0	14.5	0.4
	2 活化的苹果	10800	27	400	76.9	14.8	12.1	1.8
	3 菊芋	10800	27	400	54.8	9.1	1.3	0.1
	4 活化的菊芋	10800	27	400	56.8	22.2	5.5	1.2
	5 橙子	10800	27	400	70.2	15	7.8	1.2
	6 活化的橙子	10800	27	400	68.9	39	7.5	2.9
[0332]	7 甜菜	10800	30	360	54.1	1.7	2.9	0.05
	8 活化的甜菜	10800	30	360	54.4	15.0	3.3	0.5

[0333] 对于所有测试的原料发现了类似的模式,即果胶通过活化工艺使得原位可溶。回收率和线团重叠参数两者比没有活化的对应的醇洗涤的样品高几倍。活化的苹果(为果实)示出了接近2的COP,而活化的蔬菜如菊芋和活化的甜菜示出了在0.5至1.2范围内的COP。活化的橙子(柑橘)示出了大于2的最高的COP。

[0334] 含有具有可溶性纤维组分和不溶性纤维组分两者的包含活化的果胶的生物质组合物的包含果胶的生物质组合物可以被用于许多应用,包括但不限于有香味的产品(savory product),例如汤、沙司和调味品;食物补充剂;以及用于动物饲料的益生元。不溶性纤维组分的水保持能力有助于将包含活化的果胶的生物质组合物作为液体吸收剂用于例如一次性尿布和女性卫生产品,例如卫生巾和卫生护垫中。在包含活化的果胶的生物质组合物中的可溶性果胶组分使得它们可用于与提取的果胶相同的应用中,例如,如在欧洲专利号1812120 B1中公开的。通过将中和氨并从而消除不良气味的可溶性果胶组分与吸收液体的不溶性纤维组分的性质结合,包含活化的果胶的生物质组合物还可用于猫砂(cat litter)中以吸收液体并中和氨。此外,包含活化的果胶的生物质组合物可用作用于制备果胶的提取工艺的起始材料。

[0335] 用于生产包含活化的果胶的生物质组合物的方法和包含活化的果胶的组合物的各个方面包括以下:

[0336] 方面1:用于生产包含活化的果胶的生物质组合物的方法,

[0337] 所述方法包括:

[0338] A) 将包含不溶性纤维组分和不溶性原果胶组分的起始包含果胶的生物质材料与醇的水溶液混合以形成混合物;

[0339] B) 通过使所述起始包含果胶的生物质材料经受以下来活化所述起始包含果胶的生物质材料以形成包含所述不溶性纤维组分和可溶性果胶组分的包含活化的果胶的生物质材料:(i)通过向所述混合物中加入酸以将所述混合物的pH调节在从0.5或约0.5至2.5或约2.5的范围内而形成的活化溶液,和(ii)加热至高于40摄氏度或高于约40摄氏度的温度;

[0340] C) 施加机械能(i)至步骤A)的所述混合物,(ii)在步骤B)的所述活化期间,或(iii)至步骤A)的所述混合物并且在步骤B)的所述活化期间;以及

[0341] D)从所述混合物中分离所述包含活化的果胶的生物质组合物;

[0342] 其中在所述方法期间,所述混合物中存在的所述醇为基于所述混合物的总百分比的约40重量百分比或大于约40重量百分比。

[0343] 方面2:根据方面1所述的方法,其中在步骤C)中的施加机械能还包括将所述混合物中的所述起始包含果胶的生物质材料还原成其纤维结构。

[0344] 方面3:根据前述方面中任一项所述的方法,其中基本上没有所述可溶性果胶组分从所述起始包含果胶的生物质材料中被提取。

[0345] 方面4:根据前述方面中任一项所述的方法,其中在步骤C)中的施加机械能由以下组中的至少一种来进行:泵、板式精炼机、盘式精炼机、挤出机、凸轮泵和离心泵。

[0346] 方面5:根据前述方面中任一项所述的方法,其中所述机械能是每千克的所述起始包含果胶的生物质材料的干物质800千焦或更大或约800千焦或更大,或者是每千克的所述混合物36千焦或更大或约36千焦或更大。

[0347] 方面6:根据前述方面中任一项所述的方法,其中所述包含活化的果胶的生物质组合物具有2.0或更大或约2.0或更大的线团重叠参数。

[0348] 方面7:根据前述方面中任一项所述的方法,其中经受加热是在从60摄氏度或约60摄氏度至80摄氏度或约80摄氏度的温度范围内持续在从15分钟或约15分钟至60分钟或约60分钟的范围内的时间段。

[0349] 方面8:根据前述方面中任一项所述的方法,其中步骤D)还包括将所述包含活化的果胶的生物质组合物的pH调节至从3.5或约3.5至4.5或约4.5的范围。

[0350] 方面9:根据前述方面中任一项所述的方法,其中所述机械能是每千克的所述起始包含果胶的生物质材料的干物质1200千焦或更大或约1200千焦或更大,或者是每千克的所述混合物40千焦或更大或约40千焦或更大。

[0351] 方面10:根据方面9所述的方法,其中所述包含活化的果胶的生物质组合物具有2.3或更大或约2.3或更大的线团重叠参数。

[0352] 方面11:根据前述方面中任一项所述的方法,其中所述机械能是每千克的所述起始包含果胶的生物质材料的干物质1900千焦或更大或约1900千焦或更大,或者是每千克的所述混合物60千焦或更大或约60千焦或更大。

[0353] 方面12:根据方面11所述的方法,其中所述包含活化的果胶的生物质组合物具有2.5或更大或约2.5或更大的线团重叠参数。

[0354] 方面13:根据前述方面中任一项所述的方法,还包括将分离的包含活化的果胶的生物质组合物干燥、研磨或干燥和研磨两者。

[0355] 方面14:根据前述方面中任一项所述的方法,其中在步骤A)中的所述起始包含果胶的生物质材料从柑橘类果实中获得。

[0356] 方面15:根据方面14所述的方法,其中所述起始包含果胶的生物质材料是醇洗涤的柑橘皮。

[0357] 方面16:根据前述方面14-15中任一项所述的方法,其中所述包含活化的果胶的生物质组合物包括2或更大或约2或更大的线团重叠参数以及60%或更高或约60%或更高的所述可溶性果胶组分的酯化度两者。

[0358] 方面17:根据前述方面14-16中任一项所述的方法,其中所述包含活化的果胶的生物质组合物包括以下组的一种或更多种性质:当使用布鲁克菲尔德粘度计在25摄氏度的温

度和pH 4.0在水溶液中测量时,从150mPa · s或约150mPa · s至3500mPa · s或约3500mPa · s的表观粘度;从14g/g或约14g/g至27g/g或约27g/g的水结合能力;以所述包含活化的果胶的生物质组合物的按重量计从20%或约20%至45%或约45%的量存在的所述可溶性果胶组分;以及从2.5或约2.5至5.5或约5.5的pH。

[0359] 方面18:一种从柑橘类果实中获得的包含活化的果胶的生物质组合物,包含:

[0360] 不溶性纤维组分,所述不溶性纤维组分包含纤维素材料;和

[0361] 可溶性果胶组分,所述可溶性果胶组分包含易溶性果胶;

[0362] 其中所述包含活化的果胶的生物质组合物具有2或更大或约2或更大的线团重叠参数。

[0363] 方面19:根据方面18所述的包含活化的果胶的生物质组合物,其中所述不溶性纤维组分和所述可溶性果胶组分形成开放结构,所述开放结构允许液体接近所述易溶性果胶。

[0364] 方面20:根据前述方面18-19中任一项所述的包含活化的果胶的生物质组合物,其中所述包含活化的果胶的生物质组合物包含80重量百分比或约80重量百分比至55重量百分比或约55重量百分比的不溶性纤维组分和20重量百分比或约20重量百分比至45重量百分比或约45重量百分比的可溶性果胶组分。

[0365] 方面21:根据前述方面18-20中任一项所述的包含活化的果胶的生物质组合物,其中所述可溶性果胶组分的酯化度是60%或更高或约60%或更高。

[0366] 方面22:根据前述方面18-20中任一项所述的包含活化的果胶的生物质组合物,其中所述线团重叠参数是2.3或更大或约2.3或更大。

[0367] 方面23:根据前述方面18-20中任一项所述的包含活化的果胶的生物质组合物,其中所述线团重叠参数是2.5或更大或约2.5或更大。

[0368] 方面24:根据前述方面18-24中任一项所述的包含活化的果胶的生物质组合物,其中所述包含活化的果胶的生物质组合物包括以下组的一种或更多种性质:当使用布鲁克菲尔德粘度计在25摄氏度的温度和pH 4.0在水溶液中测量时,从150mPa · s或约150mPa · s至3500mPa · s或约3500mPa · s的表观粘度;从14g/g或约14g/g至27g/g或约27g/g的水结合能力;以所述包含活化的果胶的生物质组合物的按重量计从20%或约20%至45%或约45%的量存在的所述可溶性果胶组分;以及从2.5或约2.5至5.5或约5.5的pH。

[0369] 方面25:一种包含活化的果胶的生物质组合物,包含:

[0370] 不溶性纤维组分,所述不溶性纤维组分包含纤维素材料;和

[0371] 可溶性果胶组分,所述可溶性果胶组分包含易溶性果胶;

[0372] 其中所述包含活化的果胶的生物质组合物(i)由选自苹果、菊芋或甜菜的起始包含果胶的生物质材料获得,(ii)具有在0.5或约0.5至2.0或约2.0的范围内的线团重叠参数,(iii)并且具有大于所述起始包含果胶的生物质材料的线团重叠参数至少约300%的线团重叠参数。

[0373] 方面26:根据前述方面18-25中任一项所述的包含活化的果胶的生物质组合物,是食品成分。

[0374] 方面27:根据前述方面18-25中任一项所述的包含活化的果胶的生物质组合物,被用作用于提取果胶的起始材料。

[0375] 方面28:一种产品,包含从根据前述方面1-17中任一项所述的方法获得的包含活化的果胶的生物质组合物,或者包含根据前述方面18-26中任一项所述的包含活化的果胶的生物质组合物。

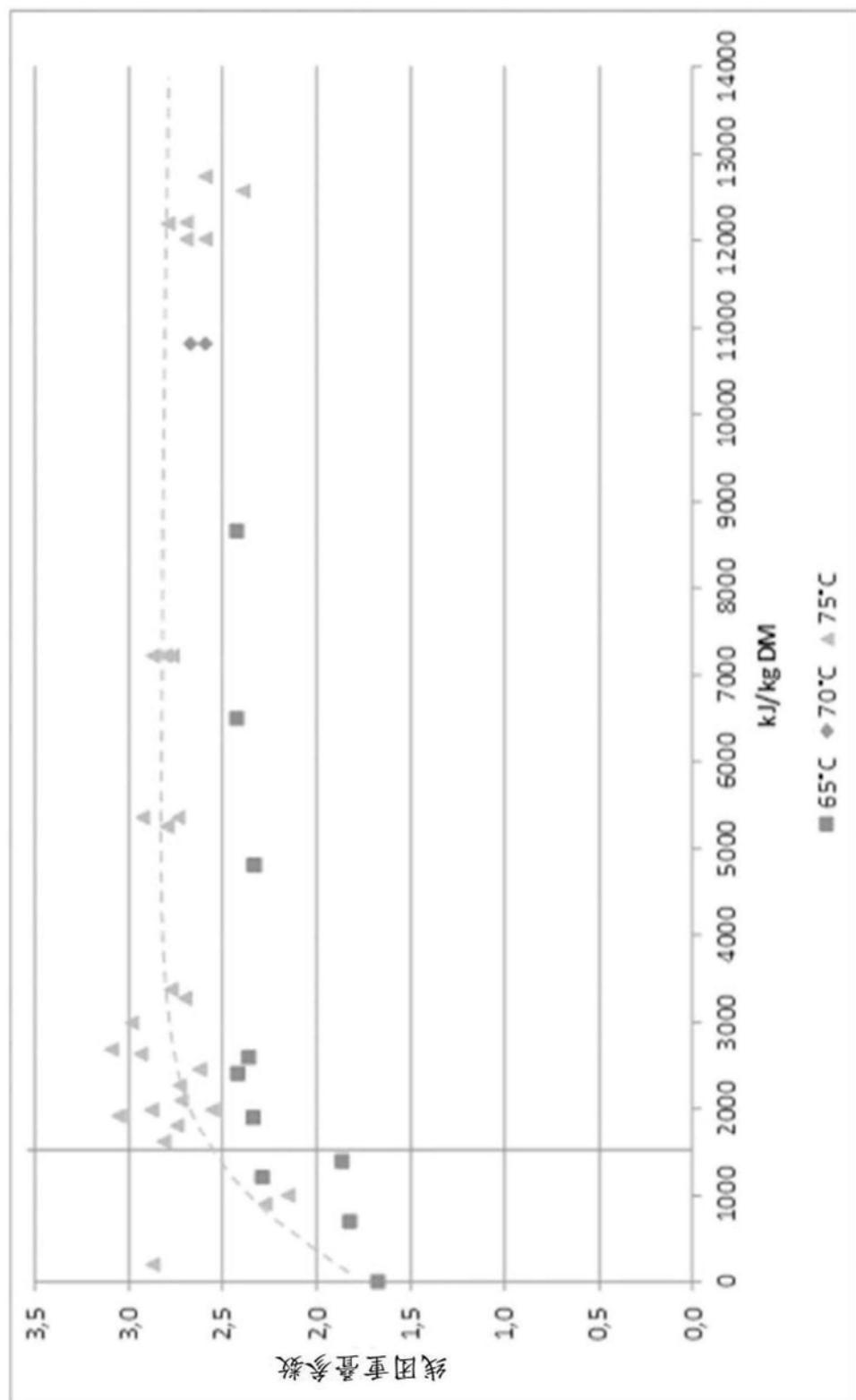


图1

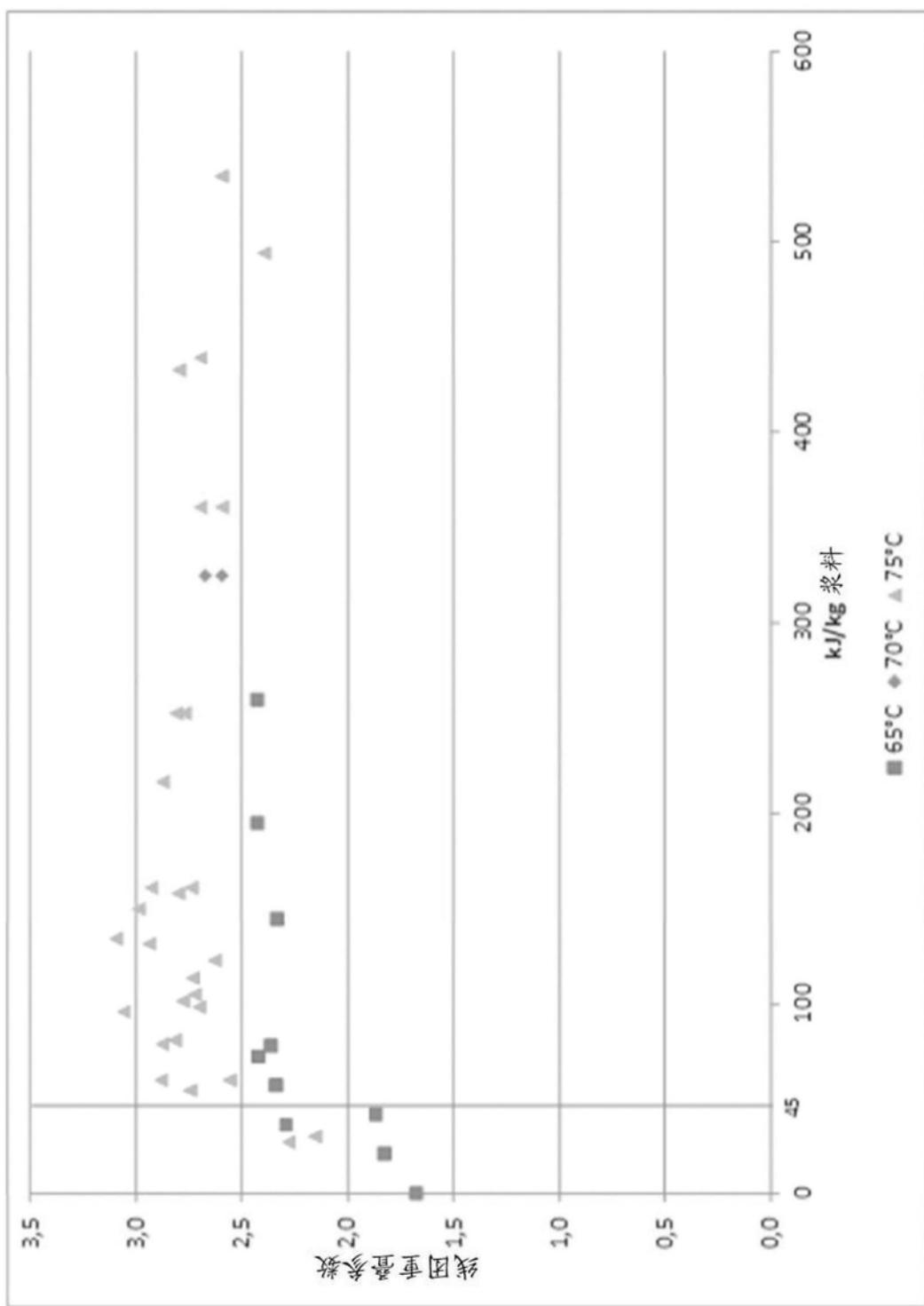


图2